



**HAL**  
open science

# Étude du comportement post-coulée de réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircone (THTZ)

Laetitia Petroni

► **To cite this version:**

Laetitia Petroni. Étude du comportement post-coulée de réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircone (THTZ). Matériaux. École Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. Français. NNT : 2011ENMP0046 . pastel-00657812

**HAL Id: pastel-00657812**

**<https://pastel.hal.science/pastel-00657812>**

Submitted on 9 Jan 2012

**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.

École doctorale n°432 : Sciences des métiers de l'Ingénieur

**Doctorat ParisTech**

**T H È S E**

pour obtenir le grade de docteur délivré par

**l'École nationale supérieure des mines de Paris**  
**Spécialité " Sciences et Génie des Matériaux "**

*Présentée et soutenue publiquement par*

**Laetitia PETRONI**

le 9 septembre 2011

**Etude du comportement post-coulée de réfractaires électrofondus  
à Très Haute Teneur en Zircon  
(THTZ)**

Directeur de thèse : **Michel BOUSSUGE**  
Co-encadrement de la thèse : **David RYCKELYNCK**

**Jury**

**M. Thierry CHOTARD**, Professeur, Université de Limoges  
**M. Eric BLOND**, Maître de Conférences, Polytech' Orléans  
**M. Thierry CUTARD**, Maître de Conférences, Mines Albi  
**M. Gilbert FANTOZZI**, Professeur Emérite, INSA Lyon  
**M. Ludovic MASSARD**, Docteur, Saint Gobain CREE  
**M. Michel BOUSSUGE**, Maître de Recherche, Mines ParisTech  
**M. David RYCKELYNCK**, Maître de Recherche, Mines ParisTech  
**Mme. Corinne LEGROS**, Maître de Conférences, Université Paris Sud 11

Président  
Rapporteur  
Rapporteur  
Examinateur  
Examinateur  
Examinateur  
Examinateur  
Invité

**T  
H  
È  
S  
E**







## REMERCIEMENTS

Ces travaux de thèse présentés dans ce manuscrit ont été réalisés au Centre des Matériaux de l'Ecole des Mines de Paris au sein du groupe Comportement Haute Température et en collaboration avec Saint Gobain CREE que je remercie d'avoir financé le projet. Je remercie également Esteban Busso et Michel Boussuge de m'avoir accueilli au sein du laboratoire et de l'équipe CHT.

Mes remerciements s'adressent ensuite aux membres du jury. Merci à Thierry Chotard et Thierry Cutard d'avoir accepté la charge de rapporter mon travail. Je remercie également Corinne Legros qui m'a initié à la Sciences des matériaux au cours de mon cursus d'ingénieur et qui fait partie des personnes qui m'ont donné envie de continuer dans cette voie. Merci à Eric Blond pour ses remarques très pertinentes lors de ma soutenance de thèse et pour son point de vue numérique qui permettra sans doute d'ouvrir de nouvelles voies pour l'étude des matériaux THTZ.

Je remercie particulièrement David Ryckelynck, co-directeur de thèse d'avoir su prendre le train en route et d'avoir su donner une autre direction et dimension à ces travaux de thèse. Ton aide numérique m'a été d'un grand secours et merci de t'être impliqué dans cette étude.

J'adresse aussi mes remerciements aux acteurs du programme NOREV, Gilbert Fantozzi, Marc Huger, Thierry Chotard, Christian Gault qui de par leur grande connaissance des matériaux THTZ ont su animer les débats et faire avancer encore un peu plus la compréhension de ces matériaux. Merci également à Arnaud, Yang et Cédric qui ont effectué leur thèse au même moment et qui ont souffert avec moi au fur et à mesure des découvertes sur ce matériau au comportement mystérieux.

Merci aux personnes qui font ou on fait partie de ce groupe CHT : je commencerai par Sylvain Gallieue que je remercie tout particulièrement pour toute son aide au quotidien, pendant 3 années donc autant dire un long périple ! Merci pour ton aide précieuse sur les essais et surtout merci d'avoir été présent pour m'écouter et avoir su me faire avancer....Merci également à Anne Piant, avec qui je regrette de ne pas avoir eu la chance de travailler plus longtemps. Partager ton bureau fut un grand plaisir et même si notre collaboration professionnelle s'est arrêtée trop tôt je te remercie d'être restée présente pour moi tout au long de ces années. Guillaume, ne soit pas jaloux, partager ton bureau à aussi été un grand honneur et bonheur (même lorsque tu empestais le bureau avec tes repas d'après foot le mercredi) et tu es donc mon meilleur co-bureau. Merci également à Virginie, Edwige, Arnaud et Yang avec qui j'ai passé de très bons moments au laboratoire et en conférence....de très bons souvenirs !

Je remercie toutes les personnes qui m'ont apporté leur aide en espérant n'oublier personne : Je remercie Eric Besson de m'avoir débloquée sur zébulon lorsque le langage numérique me paraissait trop étrange, merci Konaly pour ta gentillesse, ta bonne humeur et tout simplement pour ton sourire quotidien. Merci également à Odile Adam, Gregory Sainte Luce et Olivier Delhomme qui m'ont aidé à détourner les petits problèmes informatiques ou bibliographiques. Je remercie enfin toutes les équipes du centre des Matériaux qui m'ont apporté l'aide nécessaire à la bonne réussite de mon travail.

Pour terminer je voudrais remercier toutes les personnes qui ont tenu une grande place au cours de mes travaux même sans faire partie du groupe et sans avoir collaborer aux travaux. En effet, leur aide m'a été précieuse sur le plan moral et affectif, choses essentielles également pour mener à bien des travaux de thèses. Alors merci à Nicole, qui à été de très très bons conseils lorsque la vie a fait que j'étais perdue, merci à Benoit d'avoir été là du premier (au sens propre du terme) au dernier jour, merci d'avoir supporté mes humeurs, merci pour ses éclats de rire très fréquents et que l'on continu à avoir. Merci également à Gilles avec qui j'ai passé de très bons moments, merci de m'avoir écoutée et je suis très heureuse de te compter aujourd'hui parmi mes amis. Merci à Marion Chieux, Gregory, laure Line et toutes les personnes qui ont su égayer le quotidien.

Je voudrai porter un hommage particulier aux membres de ma famille. Merci maman et papa, sans vous rien n'aurait été possible et j'en profite pour vous dire à quel point je vous aime. Je remercie également mon frère Stéphane avec qui j'ai grandi et qui fait donc la personne que je suis aujourd'hui. Un spécial hommage au dernier né de la famille Andréa, mon neveu adoré et merci à sa maman de nous l'avoir offert....Je terminerai par une dernière personne qui compte à la fois parmi mes amis les plus chers et parmi la famille, Nicolas merci tout simplement d'être là et d'être toi...en terminant par toi je veux souligner à quel point je t'aime ainsi que ta famille, alors merci à Colette, Jean Louis et Corinne qui m'ont soutenu jusqu'au bout.

# TABLE DES MATIERES

<b>INTRODUCTION GENERALE</b>	<b>1</b>
<b>Introduction du chapitre 1</b>	<b>15</b>
<b>1.1. Modélisation numérique thermique</b>	<b>17</b>
1.1.1 Formulation mathématique des échanges thermiques	17
1.1.1.1 Premier et second principe de la thermodynamique	17
1.1.1.2 Equations de fermeture	21
1.1.1.3 Formulation faible pour la méthode des éléments finis de type Galerkin	23
1.1.2 Description du phénomène d'échange thermique à l'interface	24
1.1.3 Mise en évidence expérimentale des résistances thermiques d'interfaces	26
1.1.4 Détermination du paramètre h par méthode inverse	29
1.1.5 De la thermique à la mécanique	34
1.1.6 Résumé	36
<b>1.2. Plasticité de transformation (TRIP : Transformation Induced Plasticity)</b>	<b>37</b>
1.2.1 Transformation de phase de la zirconne	37
1.2.1.1 Transformation de type martensitique	37
1.2.1.2 Mécanismes de transformation	38
1.2.2 Influence de la contrainte	40
1.2.2.1 Cas des THTZ	40
1.2.2.2 Cas des métaux	42
1.2.3 Modèles numériques de plasticité de transformation	44
1.2.3.1 Mécanismes	44
1.2.3.2 Modèle de Leblond	46
1.2.3.3 Modèle de Videau	47
<b>1.3. Résumé</b>	<b>49</b>
<b>Introduction du chapitre 2</b>	<b>55</b>
<b>2.1 Fluage : état de l'art</b>	<b>57</b>
2.1.1 Description générale d'un essai de fluage	57
2.1.2 Mécanismes de fluage	59
2.1.3 Dissymétrie de comportement	60
2.1.4 Récapitulatif	61
<b>2.2 Caractérisation expérimentale</b>	<b>62</b>
2.2.1 Démarche expérimentale	62
2.2.1.1 Mode de sollicitation	62
2.2.1.2 Hypothèses faites pour l'analyse des résultats	63
2.2.1.4 Essais réalisés	64
2.2.2 Dispersion expérimentale	64
2.2.3 Résultats expérimentaux : Matériau ZS	66
2.2.4 Résultats expérimentaux : Matériau ZB	69
2.2.5 Résultats expérimentaux : Matériau ZBY1	71
2.2.6 Récapitulatif et comparaison du comportement en fluage des trois matériaux	73

<b>2.3</b>	<b>Détermination d'une loi de comportement</b>	<b>74</b>
2.3.1	Décomposition de la déformation	74
2.3.2	Fonction de charge et écrouissage	75
2.3.3	Loi de comportement viscoplastique	76
2.3.4	Méthode d'optimisation	77
2.3.5	Identification de la loi de comportement	79
2.3.5.1	Matériau ZS	79
2.3.5.2	Matériau ZB	81
2.3.5.3	Matériau ZBY1	82
2.3.6	Résumé	84
<b>2.4</b>	<b>Mesure du module d'élasticité en fonction de la température</b>	<b>85</b>
2.4.1	Module d'Young	85
2.4.1.1	Méthode de mesure du module d'Young macroscopique	85
2.4.1.2	Résultats des mesures	86
2.4.1.4	Conclusion	88
2.4.2	Coefficient de dilatation thermique	90
<b>2.5</b>	<b>Modélisation des déformations irréversibles induites par la transformation de la zircone</b>	<b>92</b>
2.5.1	Application du modèle de Leblond au cas des matériaux THTZ	92
2.5.2	Mise en évidence expérimentale	92
2.5.3	Loi de comportement	95
<b>2.6</b>	<b>Récapitulatif</b>	<b>97</b>
 <i>Introduction du chapitre 3</i>		 <b>105</b>
<b>3.1</b>	<b>Instrumentation d'une caisse de coulée et présentation du maillage associé</b>	<b>107</b>
3.1.1	Description d'une caisse de coulée	107
3.1.2	Géométrie de la caisse de coulée	108
3.1.3	Positionnement des thermocouples dans la caisse de coulée	109
3.1.4	Description du maillage utilisé pour les calculs	111
<b>3.2</b>	<b>Analyses des données expérimentales et mise en données de la simulation</b>	<b>113</b>
3.2.1	Analyse des résultats expérimentaux par rapport à la distance de la dalle pour les deux faces	114
3.2.2	Analyse des résultats expérimentaux dans la hauteur pour chacune des deux faces	117
3.2.3	Mise en données des calculs thermiques	119
3.2.3.1	Propriétés thermiques des différents constituants de la caisse de coulée.	119
3.2.3.2	Echanges de chaleur dans la caisse de coulée	123
3.2.4	Récapitulatif	124
<b>3.3</b>	<b>Simulation numérique de la partie thermique</b>	<b>124</b>
3.3.1	Etude de l'échange de chaleur entre la dalle et le moule en graphite au cours du refroidissement	125
3.3.2	Etude du paramètre de résistance thermique d'interface	126
3.3.2.1	Dans l'épaisseur de graphite (MM)	126
3.3.2.2	Dans l'épaisseur d'agent de calage (MA)	128
3.3.3	Etude des paramètres thermique du sable	130
3.3.3.1	Méthode d'optimisation et résultats	130

3.3.3.2 Propriétés thermo physiques du mélange [REDACTED] fournit par Saint Gobain	131
3.3.3.3 Comparaison des valeurs optimisées par simulation numérique avec les données fournies par Saint Gobain et la littérature	133
<b>3.4 Résumé</b>	<b>135</b>
<b><i>Introduction du chapitre 4</i></b>	<b>141</b>
<b>4.1 Refroidissement d'une dalle de THTZ dans un moule en graphite</b>	<b>143</b>
4.1.1 Points représentatifs du refroidissement au sein de la dalle	143
4.1.2 Détermination de la durée maximale de refroidissement à simuler	148
4.1.3 Analyse des courbes de refroidissement	150
4.1.3.1 Zone pâteuse	154
4.1.3.2 Zone de transformation de phase de la zirconne	158
4.1.5 Résumé	160
<b>4.2 Paramètres influençant la cinétique de refroidissement</b>	<b>160</b>
4.2.1 Influence de l'épaisseur de graphite	160
4.2.2 Influence du type d'agent de calage	163
4.2.3 Résumé	166
<b><i>Introduction du chapitre 5</i></b>	<b>173</b>
<b>5.1 Etude de l'intervalle de température où le comportement est viscoplastique</b>	<b>175</b>
5.1.1 Mise en données	175
5.1.1.1 Variables d'élasticité	175
5.1.1.2 Lois de comportement viscoplastique	176
5.1.2 Module d'Young constant en fonction de la température	176
5.1.2.1 Cas de l'élasticité	176
5.1.2.2 Cas viscoplastique	178
5.1.3 Module d'Young variable en fonction de la température	180
5.1.4 Influence de la loi de viscoplasticité	183
5.1.5 Résumé	186
<b>5.2 Etude de la transformation de phase de la zirconne</b>	<b>188</b>
5.2.1 Expansion volumique	188
5.2.1.1 Mise en données	188
5.2.1.2 Résultats	189
5.2.1.3 Conclusion	198
5.2.2 Déformations irréversibles induites par la transformation de phase de la zirconne	199
5.2.2.1 Première étude : Conséquence de la plasticité de transformation sur les contraintes	199
5.2.2.2 Comparaison des deux modèles de plasticité identifiés expérimentalement	202
5.2.2.3 Deuxième étude : influence de la plasticité de transformation sans fluage actif	203
5.2.3 Résumé	204
<b>5.3 Etude du comportement à basse température</b>	<b>206</b>
5.3.1 Mise en données	206
5.3.2 Résultats	206

<b>5.4</b>	<b>Application du modèle thermomécanique au cas du moulage en moule céramique</b>	<b>207</b>
5.4.1	Etude thermique	208
5.4.1.1	Géométrie de la caisse de coulée	208
5.4.1.2	Coulée instrumentée en usine	208
5.4.1.3	Maillage et données thermiques	211
5.4.1.4	Ajustement du modèle thermique	212
5.4.1.5	Comparaison des deux procédés de fabrication	215
5.4.2	Mécanique	222
<b>5.5</b>	<b>Résumé</b>	<b>224</b>

	<b>Résumé et Perspectives</b>	<b>229</b>
--	-------------------------------	------------

#### **ANNEXE A:**

<b>A.1</b>	<b>Méthodes de mesures</b>	<b>251</b>
A.1.1	Flexion trois points, cyclage par palier (F3P <sub>palier</sub> )	251
A.1.2	Flexion trois points, cyclage constant (F3P <sub>cst</sub> )	252
A.1.3	Traction-compression alternée (TC <sub>alt</sub> )	254
A.1.4	Récapitulatif	255
<b>A.2</b>	<b>Résultats : Matériau ZS</b>	<b>256</b>
A.2.1	Méthode F3P <sub>palier</sub>	256
A.2.2	Méthode F3P <sub>cst</sub> et F3P <sub>cst800</sub> .	257
A.2.3	Méthode TC <sub>alt</sub> (GEMH)	258
A.2.4	Récapitulatif des résultats du matériau ZS et conclusions	259
<b>A.3</b>	<b>Résultat : Matériau ZB</b>	<b>260</b>
A.3.1	Méthode F3P <sub>palier</sub>	260
A.3.2	Méthode F3P <sub>cst</sub> et F3P <sub>cst800</sub> .	262
A.3.3	Méthode TC <sub>alt</sub> (GEMH) et ultrasonore	262
A.3.4	Récapitulatif des résultats du matériau ZB et conclusions	264
<b>A.4</b>	<b>Comparaison matériau ZS et matériau ZB</b>	<b>264</b>

#### **ANNEXE B:**

<b>B-1</b>	<b>Matériau ZS</b>	<b>273</b>
B.1.1	Essais réalisés à 1400°C	273
B.1.1.1	Sous 0.5 MPa	273
B.1.1.2	Sous 1 MPa	274
B.1.1.3	Sous 2 MPa	274
B.1.2	Essais réalisés à 1350°C	275
B.1.3	Essais réalisés à 1300°C	275
<b>B-2</b>	<b>Matériau ZB</b>	<b>276</b>
B.2.1	Essais réalisés à 1400°C	276
B.2.1.1	Sous 0.5 MPa	276
B.2.1.2	Sous 1 MPa	277
B.2.1.3	Sous 2 MPa	277
B.2.2	Essais réalisés à 1350°C	278
B.2.3	Essais réalisés à 1300°C	278

<b>B-3</b>	<b>Matériau ZY</b>	<b>279</b>
B.3.1	Essais réalisés à 1400°C	279
B.3.2	Essais réalisés à 1350°C et 1300°C	279

**ANNEXE C:**

<b>C-1</b>	<b>Agent de calage : mélange</b> [REDACTED]	<b>285</b>
C.1.1	Conductivité thermique	285
C.1.2	Chaleur spécifique	285
<b>C-2</b>	[REDACTED]	<b>286</b>



**INTODUCTION GENERALE**

---



# INTRODUCTION GENERALE

## CONTEXTE INDUSTRIEL

Les réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircon (THTZ), développés et élaborés par Saint Gobain, sont utilisés dans la construction des fours verriers. Par exemple, la sole des fours à verres spéciaux est constituée de dalles de THTZ (88%<sub>vol</sub> ZrO<sub>2</sub>, 12%<sub>vol</sub> de phase vitreuse), matériau choisi pour sa faible conductivité thermique, sa forte réfractarité et son excellente résistance à la corrosion par le verre. Le haut niveau de qualité requis par les nouvelles applications du verre (marché des écrans plats et afficheurs LCD, PDP...), conjugué à l'allongement de la durée de vie des fours de fusion de ces verres, ouvre de nouveaux marchés prometteurs pour ces matériaux et incite au développement de nouveaux réfractaires encore plus performants.

Le programme de recherche NOREV (Nouveaux REfractaires Verriers) lancé en Mai 2007 par Saint-Gobain C.R.E.E (Centre de Recherche et d'Etudes Européen), associe trois laboratoires publics de recherche, MINES-ParisTech-Centre des Matériaux, l'ENSCI-GEMH de Limoges et l'INSA-MATEIS de Lyon. Deux partenaires privés font également partie du consortium : la Société Française de Céramique (ICAR) et Euro Physical Acoustics. Ce projet, qui fait suite au programme de recherche PROMETHEREF (PROpriétés MEcaniques et THERmiques des REfractaires), est centré sur le procédé de fabrication des matériaux à Très Haute Teneur en Zircon, en particulier l'étude du refroidissement post-coulée. En effet, les études menées dans ce cadre par L. Massard (MAS05), K. Madi (MAD06), E. Yeugo-Fogaing (YEU05) et E. Lataste (LAT 05) ont démontré l'importance de cette étape sur la faisabilité et la qualité des produits.

## MATERIAU : LA ZIRCONE

A l'état naturel, la zircon (oxyde de zirconium) provient essentiellement de la baddeleyite découverte en 1892 par Hussak au Brésil et du zircon (ZrSiO<sub>4</sub>), avec une teneur massique de zircon pouvant aller jusqu'à 97.5% pour la baddeleyite et 66% pour le zircon.

Dès le début de son identification (RUF 29), la zircon a suscité un vif intérêt. En effet, en fonction de la température, cet oxyde existe sous trois formes cristallographiques : cubique, quadratique (tétragonale) ou monoclinique. Chacune de ces formes est stable dans un intervalle de température donné et présente des propriétés qui lui sont propres. Par conséquent, la zircon devient un matériau de choix pour étudier les transformations à l'état solide et les changements de propriétés qui en découlent.

En 1929, la forme monoclinique, stable de la température ambiante jusqu'à 1170°C, est mise en évidence par diffraction de rayons X (RUF 29) et sa structure cristalline est étudiée au début des années soixante par J.D. McCullough (McC 59) et D.K. Smith (SMI 62). Dans cette structure, les ions Zr<sup>4+</sup> sont coordonnés par sept ions O<sup>2-</sup> formant une structure presque tétraédrique.

La figure 1 représente la maille monoclinique sous laquelle on trouve la zircon à l'état naturel à température ambiante (baddeleyite), ainsi que les paramètres de maille associés.

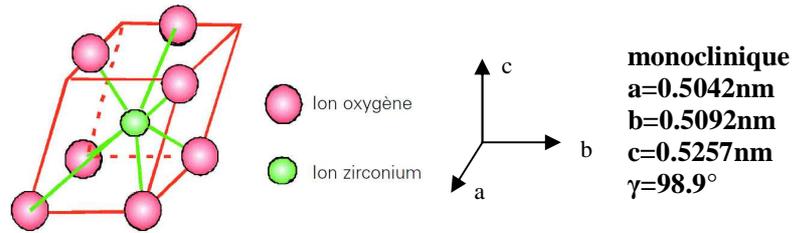


Figure 1: schéma de la structure monoclinique de la zirconite

Teufer (*TEU 62*) a étudié en 1962 la forme quadratique stable entre 1170°C et 2370°C au chauffage. Le Zirconium est alors coordonné par huit atomes d'oxygène, quatre à une distance de 0.2455nm et quatre à une distance de 0.2065 nm (*Figure 2*). Cette structure se rapproche de la structure de référence de type fluorine CaF<sub>2</sub>, cubique faces centrées, avec 8 atomes d'oxygène équidistants de l'atome de zirconium, sous laquelle se retrouve la zirconite de 2370°C jusqu'à la température de fusion (*SMI 62*) (*Figure 2*).

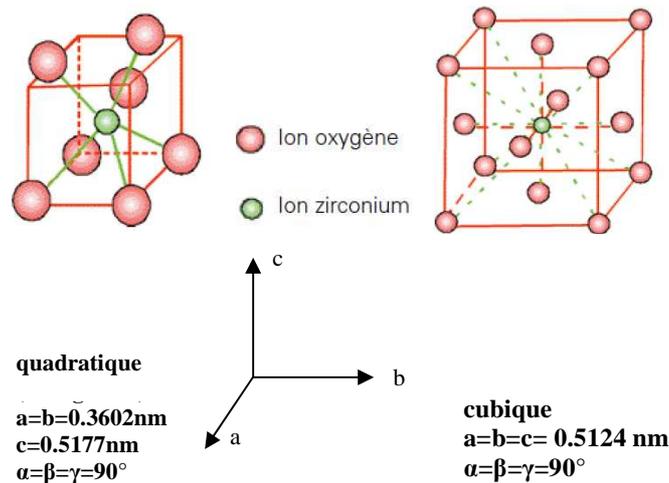


Figure 2: schéma des structures quadratique (a) et cubique (b) de la zirconite

MATERIAUX DE L'ETUDE : TROIS NUANCES DE THTZ

Les matériaux THTZ, réputés notamment pour leur excellente résistance à la corrosion par le verre (*FLE09, AYD04*), détiennent leurs propriétés de leur microstructure et donc du procédé de fabrication par coulée. En effet, les produits obtenus par le procédé de fonderie ont des propriétés qui dépendent naturellement de la structure de solidification. Ainsi, en appliquant le concept de percolation géométrique à des images tridimensionnelles obtenues par tomographie X au synchrotron de Grenoble (ESRF), K. Madi (*MAD 06*) puis Y. DING (*DIN 11*) ont mis en évidence une interconnection spatiale, non seulement de la phase vitreuse mais également de la zirconite. Ce squelette de zirconite continu (*Figure 3*), caractérisé par une forte imbrication des dendrites, est à l'origine de certaines particularités des THTZ : aptitude à

conserver leur intégrité lors de la transformation de phase, résistances à la corrosion par le verre et au fluage meilleures que les matériaux frittés.



Figure 3 : représentation 3D d'un cylindre obtenue par tomographie X au synchrotron de Grenoble (ESRF) 500 $\mu$ m x 1433 $\mu$ m (MAD 06)

Dans le cadre du projet NOREV, trois nuances de matériaux THTZ ont été étudiées, dont les compositions chimiques sont résumées dans le tableau 1 :

Nom commercial	dénomination	ZrO <sub>2</sub>	SiO <sub>2</sub>	Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Na <sub>2</sub> O	B <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	
		CRISTAUX				PHASE VITREUSE	
	ZS	94.2	4	1.2	0.3		
	ZB	>92	4	1	0.3	0.3-1	
	ZBY1	92.54	4.83	0.91		0.59	1.13

Tableau 1 : composition moyenne des trois nuances de matériaux THTZ (% massique)

Ces matériaux sont classés en fonction de la composition de leur phase vitreuse. Pour cette raison, tout au long du texte, nous les distinguerons de cette façon :

- Une phase vitreuse contenant du sodium pour l' [REDACTED], soit matériau ZS ;
- Une phase vitreuse contenant du bore pour le [REDACTED], soit ZB ;
- Une phase vitreuse au bore, avec ajout de [REDACTED] d' [REDACTED], soit ZBY1.

Notre étude sera essentiellement basée sur le matériau ZS.

### PROCEDE D'ELABORATION : L'ELECTROFUSION

Le THTZ est élaboré par électrofuson, procédé pour la première fois appliqué à ce type de matériau en 1925 (FUL26) : ce procédé de fabrication consiste à fondre un mélange de poudres d'oxydes (GAU96), à le couler dans des moules, puis à refroidir l'ensemble de manière contrôlée jusqu'à température ambiante, domaine où le matériau se caractérise par un comportement fragile. La maîtrise de cette étape de refroidissement, qui génère des contraintes internes et un endommagement, constitue un enjeu essentiel pour assurer une fabrication fiable et reproductible, ainsi que la qualité finale des réfractaires électrofondus.

Le procédé d'électrofusion est assimilable au procédé bien connu de fonderie des métaux. Il permet aussi bien la fabrication de pièces en grande série ou en petite quantité, de pièces massives (plusieurs tonnes) ou de pièces de précision de petite taille, et s'inscrit donc comme un procédé de référence pour la mise en forme des métaux.

L'étude du procédé de fonderie fait appel à différents domaines de la physique et de la mécanique comme la thermique et ses échanges de chaleur, le comportement à haute température des matériaux, les transformations de phases, la génération de contraintes résiduelles, etc. Tous ces domaines de la physique se retrouvent dans l'élaboration des THTZ.

Comme pour la fonderie des métaux, la conception du moule de coulée dépend du type de matériau que l'on souhaite fabriquer. L. Massard, dans le cas des céramiques, fait une description des différents moules en fonction du matériau élaboré (*MAS 05*).

Par exemple, le caractère plus ou moins conducteur thermique du moule influencera de manière significative les échanges de chaleur avec le matériau coulé. Le transfert de chaleur se fera alors de façon plus ou moins rapide, ce qui aura des conséquences sur les gradients thermiques au sein de la pièce coulée, sur la durée de refroidissement et sur les défauts créés dans celle-ci par le procédé.

### ETAPES DE REFROIDISSEMENT

Les études menées dans le programme PROMETHEREF sur les matériaux THTZ ou sur les matériaux du système Alumine-Silice-Zircone (AZS) ont prouvé en premier lieu que les matériaux de ce type avaient, pour une température donnée, un comportement mécanique différent suivant qu'ils y étaient arrivés par montée en température (chauffage) ou par descente en température (refroidissement). Dans l'étude du comportement en fluage des THTZ réalisée par L. Massard (*MAS 05*), l'auteur avait choisi au départ de chauffer l'éprouvette à la température d'essai et d'appliquer la contrainte. D'autres essais réalisés dans des conditions analogues mais en faisant subir un traitement thermique d'une heure à 1500°C avant de redescendre à la température d'essai ont produit des résultats très différents. De ce fait, comme notre étude s'intéresse à la fabrication des matériaux THTZ, donc à leur refroidissement, nous avons choisi de travailler pendant toute l'étude sur le protocole expérimental établi lors du projet PROMETHEREF (Figure 4) : avant de réaliser l'essai à une température souhaitée, l'éprouvette subit un traitement thermique à 1500°C pendant une heure (Figure 4) :

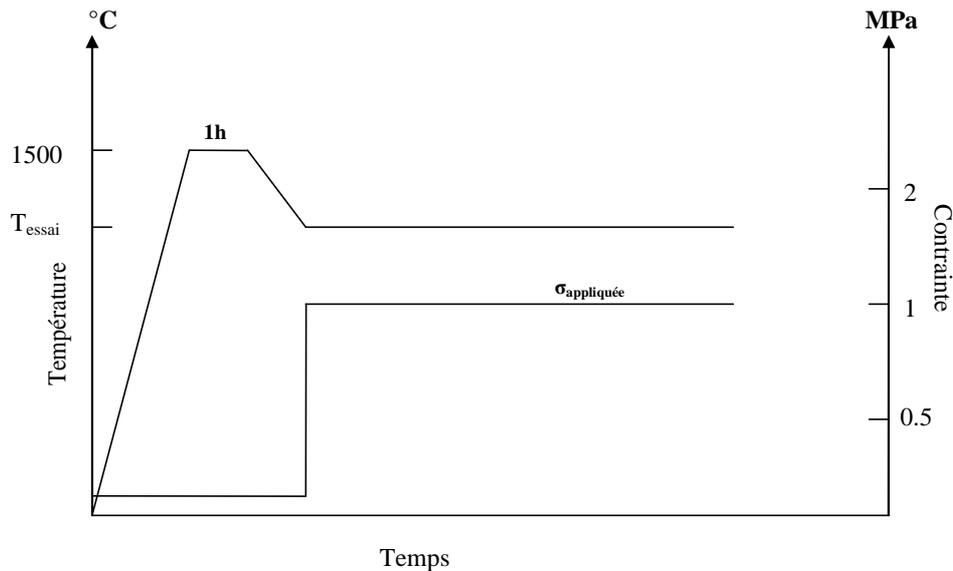


Figure 4 : procédure de chauffage d'un essai isotherme

Le programme PROMETHEREF a par ailleurs permis d'établir qu'au cours du refroidissement jusqu'à température ambiante, le matériau est soumis à de forts gradients thermiques et est le siège de nombreux phénomènes physiques (Figure 5) :

- La solidification** : changement de phase liquide-solide avec libération d'énergie correspondant à l'enthalpie de solidification du matériau.
- Le fluage à haute température** : le matériau est alors capable de se déformer de façon viscoplastique.
- Le changement de phase de la zircon** : à partir de 1050°C environ, la zircon (qui n'est pas stabilisée dans ces matériaux) passe de la structure quadratique à la forme monoclinique sur un intervalle de température d'environ 100°C. Cette transformation, accompagnée d'un gonflement volumique d'environ 4%, influe fortement sur le comportement mécanique du matériau. Nous décrirons notamment, dans le chapitre bibliographique, les déformations irréversibles qui sont activées par cette transformation.
- La microfissuration à basse température**, principalement due à l'anisotropie dilatométrique de la zircon monoclinique et au différentiel de dilatation thermique entre les deux phases en présence : la phase vitreuse et la zircon.
- Une variation des propriétés élastiques du matériau** : évolution du module d'Young en fonction de la température.
- Des effets de structure**, induits par les gradients de température en présence lors du refroidissement de la dalle. Ces effets se manifestent sous la forme de transformations non synchrones, en particulier celle relative au changement de phase de la zircon.

Sur la figure 5 sont représentés les différents phénomènes intervenant en fonction de la température et du temps, après la coulée (les temps sont ceux estimés par le modèle numérique thermique, cf. chapitre 4).

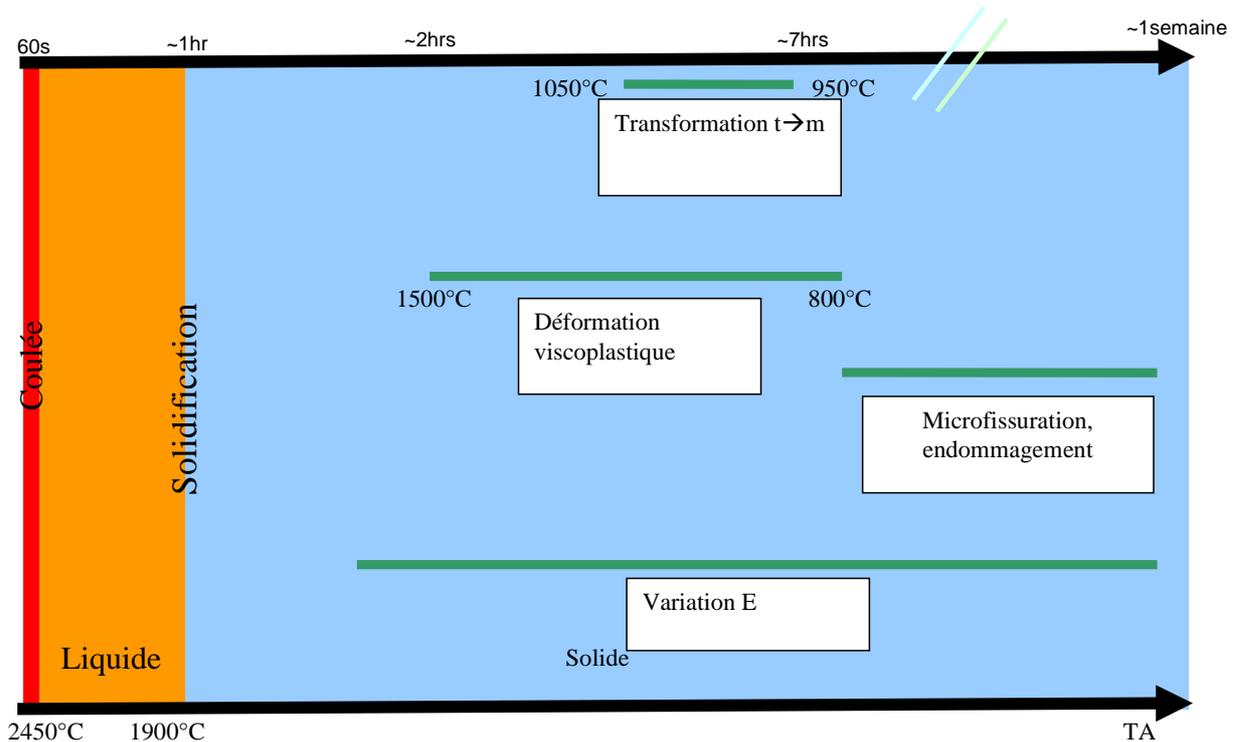


Figure 5 : représentation schématique des différents phénomènes physiques intervenant au cours du refroidissement, en fonction de la température et du temps

## OBJECTIFS ET DEMARCHE SCIENTIFIQUES

Tous ces phénomènes ont été étudiés au cours de nos travaux de façon expérimentale, à travers des essais effectués en laboratoire. Ils ont été caractérisés pour les traduire sous forme de données utilisables par le code de calcul ZéBuLon, développé au Centre des Matériaux.

L'objectif final était de construire un modèle capable de prendre en compte ces phénomènes physiques au cours du refroidissement et d'arriver in fine à un calcul numérique de l'évolution des contraintes au sein de la dalle de THTZ pendant le refroidissement, ainsi que des contraintes internes présentes à température ambiante.

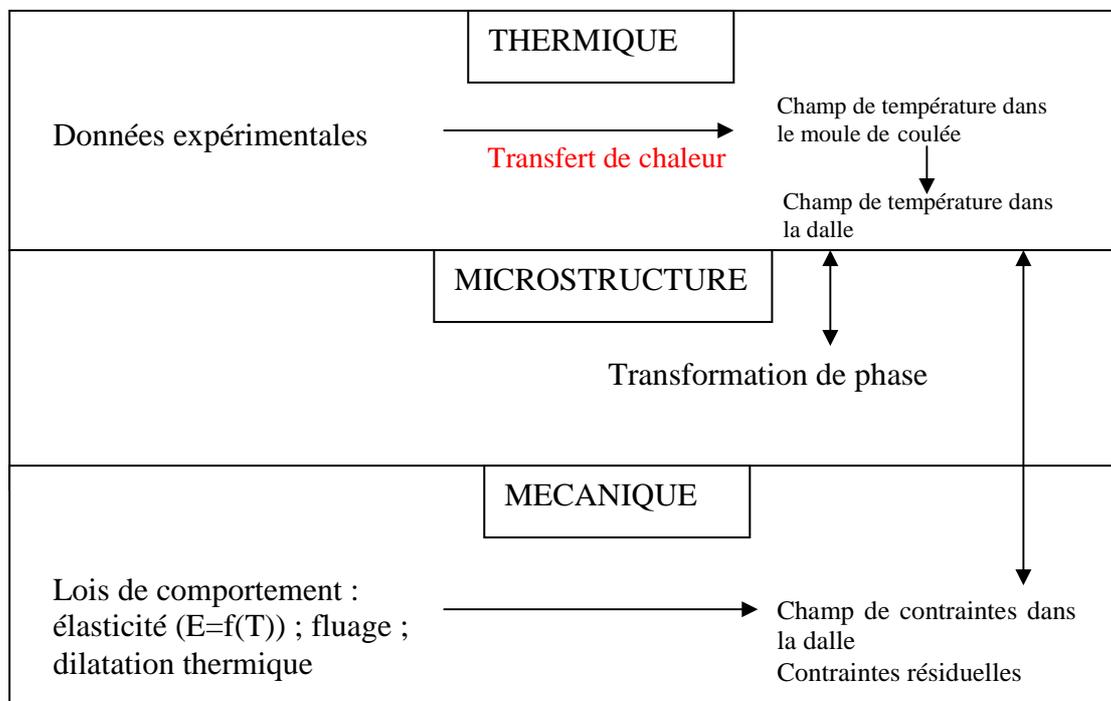
De plus, nous nous sommes souciés de proposer un modèle exploitable dans un contexte industriel. Nous avons donc favorisé une description macroscopique et phénoménologique. Il faut donc considérer ce travail comme une première étape de compréhension, qui pourra être complété ultérieurement par une approche multiéchelle.

La démarche scientifique pour atteindre cet objectif se décompose en deux actions : une partie expérimentale et une partie numérique. Très vite, la nécessité de mener les deux de front s'est imposée du fait de la présence de transformations non synchrones dans la dalle de THTZ. Nous verrons qu'une définition pertinente des conditions de réalisation des essais mécaniques n'a pu se faire qu'au vu des premiers résultats numériques qui, eux-mêmes, se sont progressivement enrichis et affinés grâce aux nouvelles données expérimentales ainsi recueillies. Ainsi, dans les premières étapes de la modélisation, les contraintes mécaniques sont avant tout des indicateurs sur les transformations subies par la dalle plutôt que des contraintes associées à un comportement. En effet, le comportement du matériau n'a été bien compris qu'en fin d'étude.

## INTRODUCTION GENERALE

Dans la partie expérimentale, nous avons étudié le comportement en fluage des matériaux THTZ par des essais de flexion trois points. Une loi de comportement en fluage a ainsi pu être identifiée et implémentée dans le code de calcul. Les essais de flexion trois points nous ont aussi permis de déterminer l'évolution du module d'Young macroscopique en fonction de la température et l'effet de la contrainte sur la transformation de la zircone (plasticité de transformation).

La partie numérique a été découpée en une phase thermique et une phase mécanique. Grâce à un essai de coulée dans un moule instrumenté en usine (réalisé à SEPR, Le Pontet), nous avons construit un modèle numérique thermique qui nous a permis de reconstituer le champ de température au sein de la dalle au cours du refroidissement, inaccessible à toute mesure en raison des températures extrêmes. Associé aux données mécaniques expérimentales réunies dans le modèle numérique mécanique, ce champ de température a servi de base à la détermination du champ de contraintes dans la dalle et des contraintes résiduelles en fin de refroidissement. La figure 6 illustre le lien entre toutes les étapes et tous les domaines de la physique permettant de construire le modèle thermomécanique :



**Figure 6 : schéma représentant les différents paramètres à prendre en compte pour la construction du modèle numérique**

Le calage du coefficient de transfert de chaleur entre la dalle et le moule est une étape essentielle car la désynchronisation des transformations est pilotée principalement par les gradients de température qui, eux-mêmes, sont fortement influencés par ce coefficient.

## STRUCTURES DE COULEE DE L'ETUDE

L'étude relatée dans ce document est essentiellement basée sur la coulée d'une pièce de faible épaisseur (dalle) dans un moule en graphite d'une épaisseur de ■ mm, maintenu dans la caisse de coulée en acier par un agent de calage pulvérulent constitué d'un mélange de ■ (Figure 7 et Figure 8 a).

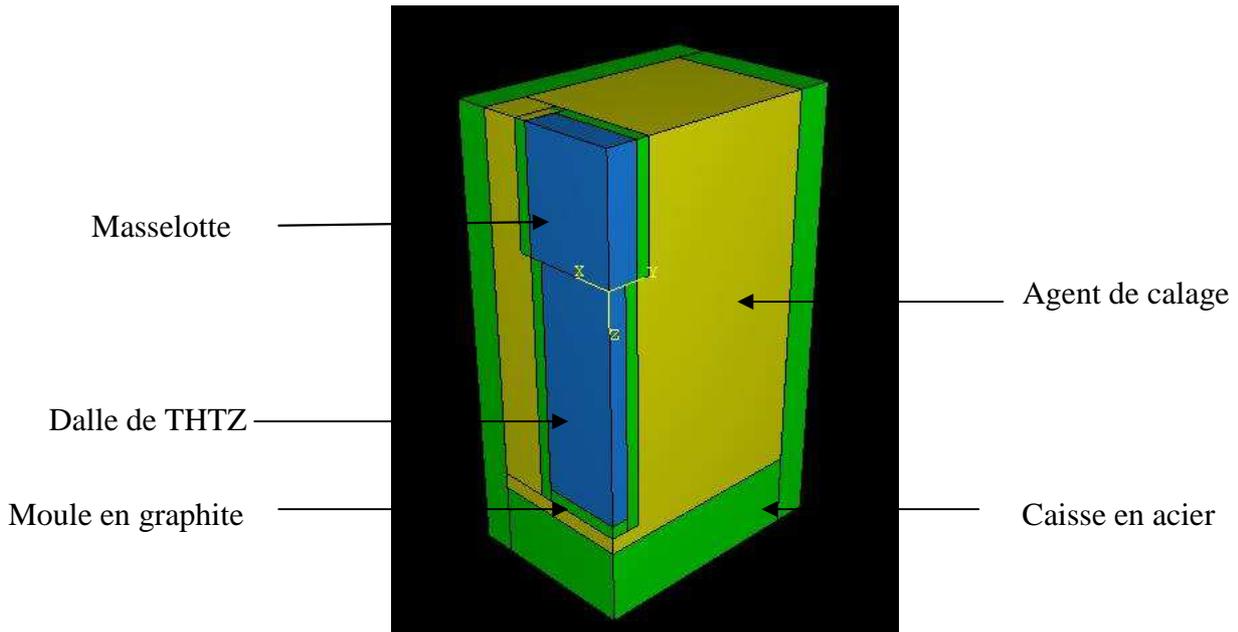


Figure 7 : représentation schématique d'un quart de la structure de coulée, moule en graphite

Nous avons également étudié une coulée dans un moule céramique (Figure 8 b). Celui-ci est constitué d'un moule en poudre de céramique compactée d'une épaisseur de  $\blacksquare$  mm, suivi d'une épaisseur de  $\blacksquare$  mm de  $\blacksquare$ . Comme dans le cas du moule en graphite, l'ensemble est maintenu dans une caisse en acier par un mélange de  $\blacksquare$ . Les deux procédés de fabrication ne diffèrent donc que par la constitution du moule.

La grande différence entre les deux procédés est essentiellement due aux propriétés thermiques très différentes de la céramique et du graphite. A la différence du graphite, la céramique est isolante et conduira moins vite la chaleur. L'étude paramétrique du modèle numérique évaluera les conséquences du type de moule sur les contraintes développées dans la pièce, en cours et en fin de refroidissement.

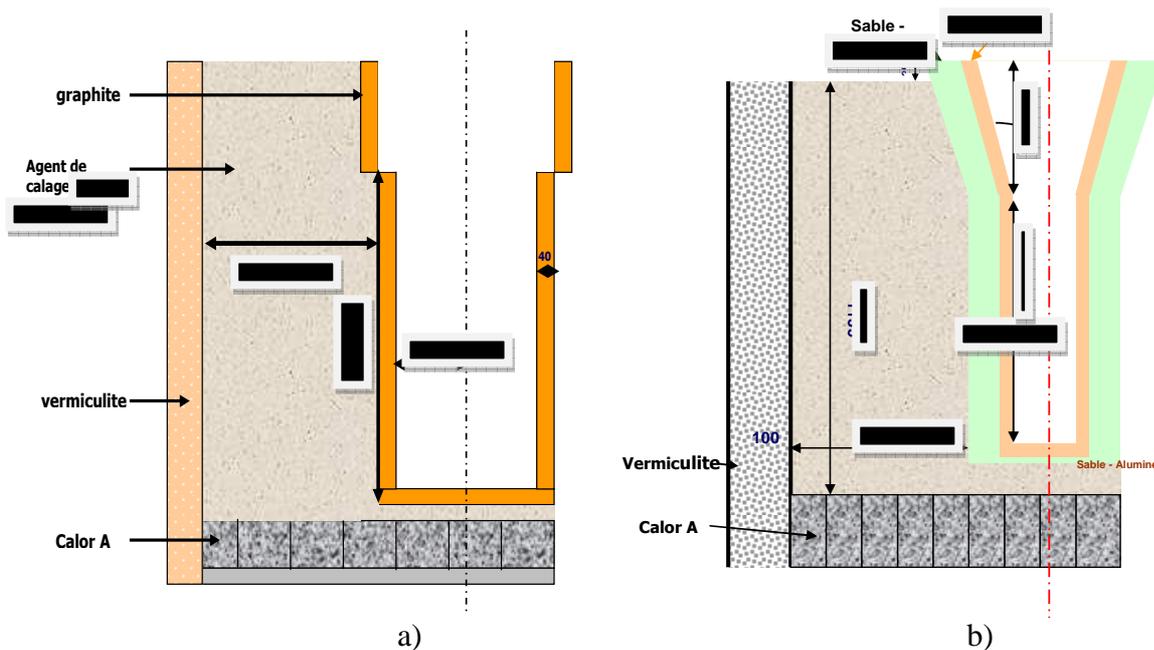


Figure 8 : représentations schématiques en coupe du moulage en graphite a) et du moulage en céramique b)

### PLAN DU MEMOIRE

Ce document est composé de cinq parties. La première partie s'articulera autour de deux axes. D'une part, une étude bibliographique des modèles numériques utilisés pour simuler le procédé de fonderie. Nous nous intéresserons particulièrement aux échanges de chaleur entre la pièce et le moule et à la nécessité d'introduire entre eux une résistance thermique d'interface. D'autre part, une étude bibliographique sur les déformations irréversibles induite par la transformation de la zirconie et des transformations martensitiques des aciers TRIP (TRIP pour TRansformation Induced Plasticity). Nous verrons notamment comment les modèles proposés pour décrire la plasticité de transformation peuvent être adaptés pour une description phénoménologique à l'échelle macroscopique des déformations irréversibles induites au cours du changement de phase de la zirconie. Les modèles numériques développés pour rendre compte de cette plasticité de transformation dans les aciers seront passés en revue, et leur transposition au cas des matériaux à Très Haute Teneur en Zirconie sera analysée.

Le deuxième chapitre s'intéressera aux propriétés mécaniques des matériaux ZS, ZB et ZBY1. L'étude expérimentale de leur comportement en fluage sera suivie de l'identification de leurs lois respectives de comportement viscoplastique, qui seront implémentées dans le code de calcul. Nous étudierons également la variation du module d'Young macroscopique en fonction de la température.

Les troisième et quatrième parties seront consacrées au modèle numérique thermique. On décrira d'abord la construction du modèle avec les optimisations de paramètres associés, puis la cinétique de refroidissement d'une dalle de THTZ.

Enfin, le cinquième et dernier chapitre de ce manuscrit sera dédié aux résultats apportés par le modèle numérique sur le plan mécanique. Nous étudierons l'influence du module d'Young macroscopique sur les contraintes au cours du refroidissement, ainsi que l'influence de la loi de fluage sur les contraintes résiduelles en fin de refroidissement. Enfin, le modèle sera appliqué à un autre type de procédé de fabrication utilisé par Saint Gobain, où le matériau est coulé dans un moule type céramique.



---

**Chapitre 1 :**  
**Etude bibliographique**

---



## Sommaire

### Chapitre 1 : Etude bibliographique

<b>Introduction</b>	<b>15</b>
<b>1.1. Modélisation numérique thermique</b>	<b>17</b>
1.1.1 Formulation mathématique des échanges thermiques	17
1.1.1.1 Premier et second principe de la thermodynamique	17
1.1.1.2 Equations de fermeture	21
1.1.1.3 Formulation faible pour la méthode des éléments finis de type Galerkin	23
1.1.2 Description du phénomène d'échange thermique à l'interface	24
1.1.3 Mise en évidence expérimentale des résistances thermiques d'interfaces	26
1.1.4 Détermination du paramètre h par méthode inverse	29
1.1.5 De la thermique à la mécanique	34
1.1.6 Résumé	36
<b>1.2. Plasticité de transformation (TRIP : Transformation Induced Plasticity)</b>	<b>37</b>
1.2.1 Transformation de phase de la zircone	37
1.2.1.1 Transformation de type martensitique	37
1.2.1.2 Mécanismes de transformation	38
1.2.2 Influence de la contrainte	40
1.2.2.1 Cas des THTZ	40
1.2.2.2 Cas des métaux	42
1.2.3 Modèles numériques de plasticité de transformation	44
1.2.3.1 Mécanismes	44
1.2.3.2 Modèle de Leblond	46
1.2.3.3 Modèle de Videau	47
<b>1.3. Résumé</b>	<b>49</b>



## Introduction

Le premier chapitre de ce mémoire est consacré à une revue bibliographique. Elle abordera principalement le procédé de fabrication par coulée des matériaux en général. Nous insisterons sur les analogies existant entre la coulée des THTZ et celle des métaux, que cette dernière soit en moulage sable, en moulage de précision ou en moulage métallique.

Fabriquer des pièces par coulée est un procédé très ancien qui n'a jamais cessé d'intéresser les industriels. Il permet de fabriquer des pièces de géométries simples ou complexes, en petite série ou en très grande quantité. Un contrôle précis du procédé permet de garantir la qualité finale des produits et donc d'optimiser leur comportement en utilisation, comme dans le cas de la fabrication des monocristaux par exemple. Les exigences de plus en plus sévères en termes de qualité des produits finis ont imposé la simulation numérique comme un outil indispensable pour, d'une part, analyser les phénomènes physiques intervenant au cours du procédé et d'autre part, pour optimiser la fabrication d'un matériau et prévoir ses propriétés finales.

Ce chapitre bibliographique s'intéressera donc particulièrement à la simulation numérique et aux moyens permettant de décrire, au cours du refroidissement et après fabrication, le comportement mécanique d'un matériau coulé.

Il sera découpé en deux parties. La première sera consacrée à la modélisation numérique thermique, et notamment, aux échanges de chaleur intervenant au cours du refroidissement. La deuxième partie aura pour objet la modélisation numérique d'un point de vue mécanique et en cela, s'intéressera plus particulièrement à la transformation de phase de la zirconite et à ses conséquences sur le comportement mécanique des matériaux.



## 1.1. Modélisation numérique thermique

Depuis les années 1980, modéliser la coulée d'un matériau et l'étape de solidification est devenu très courant. Les spécialistes ont mis en évidence l'importance de l'étape de solidification sur les propriétés finales d'un matériau : résistance mécanique, résistance à la corrosion, aptitude à la déformation, etc. De ce fait, les processus de solidification, de germination et de croissance cristalline (colonnaire ou dendritique) ont été beaucoup étudiés (*KUR 88, DAN 09*). Les modèles se sont, dans un premier temps, intéressés à cette étape de solidification d'un point de vue microstructural, en faisant intervenir la mécanique des fluides, la composition de l'alliage liquide et la redistribution des composants du bain, permettant ainsi de comprendre la structure cristalline du produit fini (*GOU 07*). Nous pouvons également citer comme exemple S. Mirbagheri (*MIR 04*) qui a développé un modèle mathématique de calcul prenant en compte le comportement du fluide vis-à-vis de la surface du moule en sable. La perméabilité du sable, son état de surface, ou encore la pression sont des paramètres dont le modèle tient compte pour comprendre le comportement du fluide, et donc la solidification à l'interface avec le moule.

Dans notre étude, nous n'allons pas considérer le problème du point de vue de la mécanique des fluides : le matériau coulé sera toujours considéré comme un solide, porté à haute température, dont nous étudierons le refroidissement. Nous nous intéresserons dans un premier temps aux échanges de chaleur entre le matériau coulé et le moule (*SUL 01*) et à la mise en évidence expérimentale d'un coefficient d'échange thermique de chaleur à l'interface (*SAN 01, RAJ 07*). Nous verrons également la méthode de détermination de ce paramètre par méthode inverse (*UPA 95, PIW 00, SAH 06, KER 08, RAF 09*).

### 1.1.1 Formulation mathématique des échanges thermiques

Nous utilisons une description eulérienne des transformations pour introduire le premier et le second principe de la thermodynamique. Pour tenir compte du principe de conservation de la masse nous utilisons des grandeurs spécifiques, définies par unité de masse. On note  $\rho$  la masse volumique. Elle est définie en tout point du domaine isolé. La température  $T$  est la température absolue mesurée en Kelvin ( $K$ ).

#### 1.1.1.1 Premier et second principe de la thermodynamique

##### Premier principe

Pour tout système isolé occupant un domaine  $D$  à l'instant  $t$ , la dérivée particulière de l'énergie totale est la somme de la puissance des efforts extérieurs exercés sur le système,  $P^{(e)}$ , et du taux de chaleur reçue,  $Q$ . En thermodynamique l'énergie totale est la somme de l'énergie cinétique  $K$  et de l'énergie interne  $E$ . Le premier principe s'écrit donc :

$$\frac{dE}{dt} + \frac{dK}{dt} = P^{(e)} + Q \quad \forall D \quad 1.1$$

Or le théorème de l'énergie cinétique relie la puissance des efforts intérieurs,  $P^{(i)}$ , à la dérivée de l'énergie cinétique et à la puissance des efforts extérieurs :

$$\frac{d\kappa}{dt} = P^{(e)} + P^{(i)} \quad \forall D \quad 1.2$$

De plus, les énergies étant des grandeurs extensives, on introduit l'énergie interne spécifique  $e$  en tout point de  $D$  telle que :

$$E = \int_D \rho \cdot e \cdot dV \quad 1.3$$

Du fait de la conservation de la masse, la dérivée particulaire de l'énergie interne est donnée par la relation suivante :

$$\frac{dE}{dt} = \int_D \rho \cdot \frac{de}{dt} \cdot dV \quad 1.4$$

En l'absence de force de contact, la puissance des efforts intérieurs a pour expression :

$$P^{(i)} = - \int_D \sigma : \dot{\epsilon} \cdot dV \quad 1.5$$

Nous considérons deux types de sources de chaleur, l'une volumique,  $r$ , et l'autre surfacique --  $\underline{q} \cdot \underline{n}$  ( $\underline{n}$  étant la normale sortante définie sur le bord  $\partial D$ ) :

$$Q = \int_D r \cdot dV - \int_{\partial D} \underline{q} \cdot \underline{n} \cdot dS \quad 1.6$$

Les contributions surfaciques sont transformées en contributions volumiques en appliquant le théorème de la divergence, sous réserve de continuité du flux de chaleur dans le domaine  $D$  :

$$\int_{\partial D} \underline{q} \cdot \underline{n} \cdot dS = \int_D \text{div} \underline{q} \cdot dV \quad 1.7$$

Les milieux hétérogènes peuvent présenter des discontinuités de propriétés de conduction thermique induisant une discontinuité du flux de chaleur. Dans ce cas, le premier principe conduit à la continuité du flux de chaleur normal.

On obtient donc la formulation locale du premier principe :

$$\rho \frac{de}{dt} = \sigma : \dot{\epsilon} + r - \text{div} \underline{q} \quad \text{et} \quad \underline{q} \cdot \underline{n} \quad \text{continu} \quad 1.8$$

**Second principe**

Le second principe fournit une borne supérieure à la somme des taux de chaleur en provenance de chaque source de chaleur divisé par la température de la source. Cette borne s'exprime en fonction de l'entropie,  $S$ , du système isolé :

$$\frac{dS}{dt} \geq \int_D \frac{r}{T} .dV - \int_{\partial D} \frac{q.n.}{T} dS \quad \forall D \quad 1.9$$

dont la formulation locale est :

$$\rho \frac{ds}{dt} - \frac{r}{T} + \text{div} \left( \frac{q.}{T} \right) \geq 0 \quad 1.10$$

où  $S$  est l'entropie spécifique :

$$S = \int_D \rho .s .dV \quad 1.11$$

Il est possible de reformuler le second principe en définissant la dissipation mécanique  $\Phi_m$ , après avoir introduit l'énergie libre spécifique de Helmholtz,  $\Psi$ , telle que  $e = \psi + Ts$  et des variables d'états  $\alpha_i$ . On obtient :

$$\Phi_m = \sigma : \dot{\epsilon} - \rho \sum_i \frac{\partial \varphi}{\partial \alpha_i} \dot{\alpha}_i \quad 1.12$$

**Formulation enthalpique découplée**

En mécanique des solides, les déformations, qui incluent les changements de volume, sont généralement choisies comme variables d'état. Or certaines transformations, notamment les changements de phase, sont plus faciles à mettre en œuvre expérimentalement en contrôlant l'état de contrainte (ou la pression  $P = -\text{trace}(\sigma)$ ). Dans ce cas, il est préférable d'utiliser une formulation enthalpique, pour laquelle les variables d'état sont la température et la contrainte. De plus, pour un certain nombre de transformations thermomécaniques, la contribution de la dissipation mécanique sur l'évolution des températures est négligeable. Il est donc intéressant de négliger la contribution des contraintes de cisaillement. L'expression de la puissance des efforts intérieurs devient alors :

$$P^{(i)} = \int_D P .\text{div} \underline{v} .dV \quad 1.13$$

Or, du fait de l'équation de conservation de la masse :

$$\frac{d\rho}{dt} + \rho .\text{div} \underline{v} = 0 \quad 1.14$$

On obtient, en exploitant des variables d'état indépendantes :

$$P^{(i)} = - \int_D P \frac{1}{\rho} \frac{d\rho}{dt} dV \quad 1.15$$

On introduit alors l'enthalpie spécifique,  $h$ , fonction d'état définie par :

$$h = e + \frac{P}{\rho} \quad 1.16$$

Nous avons donc :

$$dh = de + \frac{dP}{\rho} - \frac{P}{\rho^2} d\rho \quad 1.17$$

En introduisant cette dernière relation dans la formulation locale (1.8), et en supposant que la transformation est isobare ( $dP=0$ ), nous obtenons la formulation enthalpique et isobare du premier principe :

$$\rho \frac{dh}{dt} = r - \text{div} \underline{q} \quad 1.18$$

Remarque : une formulation enthalpique couplée s'obtient en introduisant l'enthalpie spécifique totale,  $H$  :

$$H = e + \frac{P}{\rho} + \frac{\underline{v} \cdot \underline{v}}{2} \quad 1.19$$

Pour un milieu quasiment incompressible la relation (1.18) devient :

$$\frac{d(\rho h)}{dt} = r - \text{div} \underline{q} \quad 1.20$$

Pour des transformations mécaniques infinitésimales, la relation (1.18) devient l'équation de la chaleur suivante :

$$\rho \frac{\partial h}{\partial t} = r - \text{div} \underline{q} \quad 1.21$$

### 1.1.1.2 Equations de fermeture

Pour trouver une solution unique à l'équation de la chaleur (1.21), il est nécessaire de compléter cette équation par des équations de fermeture. Il faut des équations reliant la température  $T$  à  $\underline{q}$  et  $h$  en tout point du domaine  $D$  ; des équations donnant des conditions aux limites en  $T$  ou  $\underline{q.n}$  et des équations précisant les conditions initiales en température. Les équations définies dans le volume doivent être compatibles avec le second principe de la thermodynamique. Nous nous limitons ici à une approche phénoménologique macroscopique.

#### Loi de Fourier

La loi de Fourier est une relation de conduction isotrope de la chaleur qui fait intervenir un coefficient de conductivité thermique  $k$  ( $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) qui, généralement, dépend de la température :

$$\underline{q} = -k(T).\underline{\text{grad}}T \quad 1.22$$

#### Capacité thermique

S'il n'y a pas de changement de phase, la dérivée partielle de l'enthalpie spécifique par rapport à la température donne la capacité thermique massique à pression constante  $C_p$  ( $\text{J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ). Ce coefficient peut dépendre de la température :

$$C_p(T) = \frac{\partial h}{\partial T} \quad 1.23$$

On en déduit le coefficient de diffusivité thermique,  $D$  ( $\text{m}^2.\text{s}^{-1}$ ) :

$$D(T) = \frac{k(T)}{\rho C_p(T)} \quad 1.24$$

L'équation de la chaleur devient alors :

$$\rho.C_p(T)\frac{\partial T}{\partial t} = r - \text{div}\underline{q} \quad 1.25$$

#### Thermique avec solidification

En présence de changement de phase, passage d'un état liquide à un état solide par exemple, il est possible d'utiliser un modèle de microségrégation pour relier l'enthalpie à la température macroscopique et obtenir ainsi une relation faisant intervenir une capacité calorifique équivalente  $C_{eq}$  telle que :

$$C_{eq}(T) = \frac{\partial h}{\partial T} \quad 1.26$$

Une revue bibliographique des modèles de ségrégation peut être trouvée dans (NAK 10).

Dans (GOU 07), les auteurs proposent un modèle pour lequel la capacité calorifique de la phase solide à l'échelle microscopique est la même que la capacité calorifique de la phase liquide à cette échelle. La relation enthalpie- température proposée est :

$$h = C_p (T - T_0) + g_l \Delta H_{ls} \quad 1.27$$

où  $g_l$  est la fraction volumique de liquide à l'échelle microscopique et  $\Delta H_{ls}$  l'enthalpie de fusion/solidification. Le lien entre  $g_l$  et  $T$  est établi par un modèle de microségrégation.

Connaissant  $\frac{\partial g_l}{\partial T}$  on obtient la capacité calorifique équivalente :

$$C_{eq}(T) = C_p + \Delta H_{ls} \frac{\partial g_l}{\partial T} \quad 1.28$$

La transformation de phase peut être une transformation diffusionnelle ou displacive (cas de la transformation martensitique). Les transformations diffusionnelles peuvent être modélisées avec une approche isotherme ou anisotherme. La première conduit à l'étude d'un diagramme TTT (Transformation Temps Température). La seconde conduit à l'étude d'un diagramme TRC (Transformations à Refroidissement Continu, CCT en anglais). Dans (ROH 00), le lecteur trouvera une revue bibliographique des modèles pour la simulation des traitements thermiques en présence de changements de phase.

### Interface et conduction thermique

En présence de surface de contact ou d'interface entre différents matériaux, éventuellement dans des états différents, la condition de continuité du flux de chaleur doit être complétée par un modèle de conduction reliant le saut de température à l'interface  $T^+ - T^-$  et le flux  $\underline{q} \cdot \underline{n}$ ,  $T$  étant la température du domaine de normale  $\underline{n}$  dans lequel est défini  $\underline{q}$ .

$$\text{Interface parfaite :} \quad T^+ - T^- = 0 \quad 1.29$$

$$\text{Résistance thermique d'interface, } h_i \text{ (W.m}^{-2}\text{.K}^{-1}\text{)} : \quad \underline{q} \cdot \underline{n} = -h_i (T^+ - T^-) \quad 1.30$$

La résistance d'interface dépend du jeu entre les deux solides en contact. Ce type de modèle d'interface est également utilisé pour un transfert de chaleur par convection. Dans ce cas  $h_i$  est le paramètre de convection ( $\text{W.m}^{-2}\text{.K}^{-1}$ ) et  $T^+$  est la température du fluide en contact avec le domaine isolé.

$$\text{Transfert de chaleur par rayonnement :} \quad \underline{q} \cdot \underline{n} = h_\epsilon \sigma_B (T^4 - T_{env}^4) \quad 1.31$$

$\sigma_B$  est la constante de Stefan-Boltzmann :  $\sigma_B = 5.6704 \cdot 10^{-8} \text{ W.m}^{-2}\text{.K}^{-4}$ .  $h_\epsilon$  dépend de l'émissivité du système étudié.

1.1.1.3 Formulation faible pour la méthode des éléments finis de type Galerkin

On obtient, par l'approche de Galerkin, la formulation variationnelle du bilan d'énergie :

$$\int_V \rho C_{eq}(T) \frac{\partial T}{\partial t} \delta T dV + \int_V \frac{\partial \delta T}{\partial x} k(T) \frac{\partial T}{\partial x} dV = \int_S \delta T \underline{q} \cdot \underline{n} dS + \int_V \delta T r dV \quad 1.32$$

où  $\delta T$  est une fonction test qui vérifie les conditions limites.

La température est interpolée par une fonction de forme et discrétisée de façon spatiale :

$$T(\underline{x}) = \underline{N}^T(\underline{x}) \underline{T}_n \quad 1.33$$

où  $\underline{N}(\underline{x})$  est le vecteur des fonctions d'interpolation dépendant des éléments choisis et  $T_n$  la température nodale.

La formulation variationnelle discrétisée résolue dans le module thermique de ZéBuLon est donc, après avoir simplifié par  $\delta T_n$  :

$$\int_V \rho C_{eq}(T) \underline{N} \cdot \underline{N}^T \frac{\partial \underline{T}_n}{\partial t} dV + \int_V \frac{\partial \underline{N}}{\partial x} \cdot \frac{\partial \underline{N}^T}{\partial x} k(T) \underline{T}_n dV = \int_S \underline{N} \underline{q} \cdot \underline{n} dS + \int_V \underline{N} r dV \quad 1.34$$

La discrétisation temporelle se fait en introduisant la différence finie :

$$\dot{f}_{t+\Delta t} = \frac{f_{t+\Delta t} - f_t}{\Delta t} \quad 1.35$$

En discrétisant de nouveau la fonction variationnelle et en choisissant un schéma d'Euler implicite, on arrive finalement à l'équation suivante :

$$\begin{aligned} & \int_V \rho C_{eq}(\underline{N}^T \underline{T}_{n,t+\Delta t}) \underline{N} \cdot \underline{N}^T \frac{(\underline{T}_{n,t+\Delta t} - \underline{T}_{n,t})}{\Delta t} dV + \int_V \frac{\partial \underline{N}}{\partial x} \cdot \frac{\partial \underline{N}^T}{\partial x} k(\underline{N}^T \underline{T}_{n,t+\Delta t}) \underline{T}_{n,t+\Delta t} dV \\ & = \int_S \underline{N} \underline{q}_{t+\Delta t} \cdot \underline{n} dS + \int_V \underline{N} r_{t+\Delta t} dV \end{aligned} \quad 1.36$$

En appliquant le premier principe à la dalle et au moule, nous obtenons le système d'équations complet faisant apparaître le coefficient de transfert de chaleur entre la dalle et le moule.

Ce système non linéaire est alors résolu par la méthode de Newton-Raphson.

### 1.1.2 Description du phénomène d'échange thermique à l'interface

En se solidifiant, le matériau coulé va libérer de la chaleur vers le moule de coulée, en sable, métallique, et refroidi ou non par circulation d'eau. Dans tous les cas, il y aura conduction de la chaleur du matériau coulé vers le moule.

S.Sulaiman (*SUL 01*) a décrit avec précision l'histoire thermique de la coulée d'un alliage d'aluminium dans un moule en sable. Sa description du modèle mathématique à prendre en compte pour la simulation numérique s'inspire, comme expliqué dans le paragraphe précédent, de l'équation de la chaleur et de la conduction de celle-ci vers le moule. Dans le cas le plus simple, le flux de chaleur à travers un matériau de surface  $A$  dans la direction  $x$  est décrit de la manière suivante (Figure 1-1) :

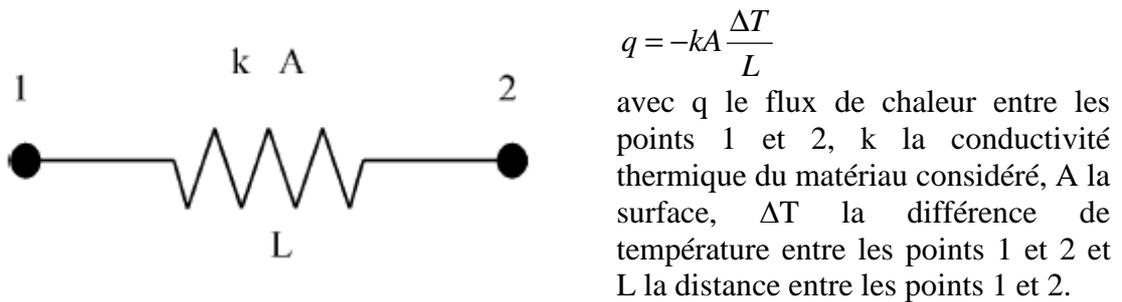


Figure 1-1 : représentation schématique du flux de chaleur dans un milieu homogène (*SUL 01*)

Lorsque le moule est refroidi, par exemple, un terme de plus sera pris en compte pour l'écriture du flux de chaleur : une résistance thermique d'interface décrivant la façon dont la chaleur est transmise à travers une interface (Figure 1-2) :

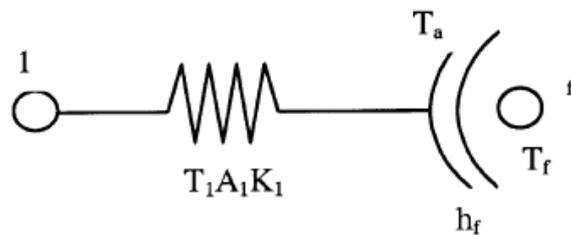


Figure 1-2 : représentation schématique du flux de chaleur dans un milieu homogène avec interface (*SUL 01*)

A l'interface, le matériau est à une température  $T_a$ , alors que le moule est à une température  $T_f$ . Cette interruption de conduction de chaleur est prise en compte par un paramètre  $h_f$ , le coefficient d'échange thermique d'interface.

Le flux de chaleur à l'interface (entre a et f) s'écrit alors :

$$q = -hA\Delta T_{af} \quad \text{et l'on définit le paramètre } h_f = \lambda/L$$

Par analogie avec la loi d'Ohm en électricité,  $h$  est l'inverse d'une résistance thermique d'interface :  $R=1/h$ . Toujours par analogie, l'assemblage de plusieurs matériaux revient à considérer des résistances en série et l'on peut donc additionner les résistances

thermiques d'interface. Dans le cas de la figure 1-2, le flux de chaleur total entre les matériaux 1 et 2 d'une part, et  $f$ , d'autre part, devient :

$$\frac{1}{L/K_1 A_1 + 1/h_f A_f} \Delta T_{1f} = q \quad 1.37$$

Pour compléter la description, on peut écrire le flux de chaleur entre les matériaux 1 et 2, avec prise en compte d'une interface entre les deux matériaux (figure 1-3) :

$$\frac{1}{L/K_1 A_1 + L/K_2 A_2 + 1/h_i A_i} \Delta T_{12} = q \quad 1.38$$

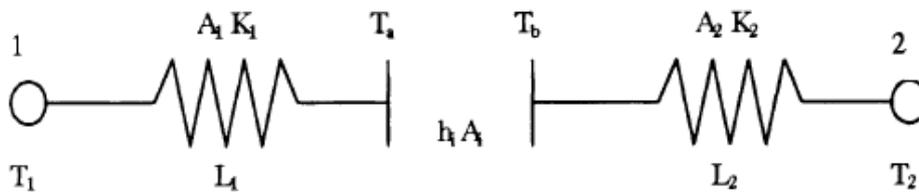


Figure 1-3 : flux de chaleur entre deux milieux joints par une interface (SUL 01)

La résistance thermique d'interface est décrite par F. Gabriel (GAB 97) comme une perturbation, localisée à l'interface entre deux matériaux en contact, du champ de température qui s'établit entre les deux. La température subit une brusque variation, variation dépendante du flux de chaleur qui traverse l'interface (flux qui, nous le verrons, dépendra entre autres du type de moule). La figure 1-4 représente schématiquement la résistance thermique d'interface (BAR 72) qui consiste à négliger l'épaisseur de la zone perturbée et à remplacer la brusque variation de température par une discontinuité du champ au niveau de l'interface :

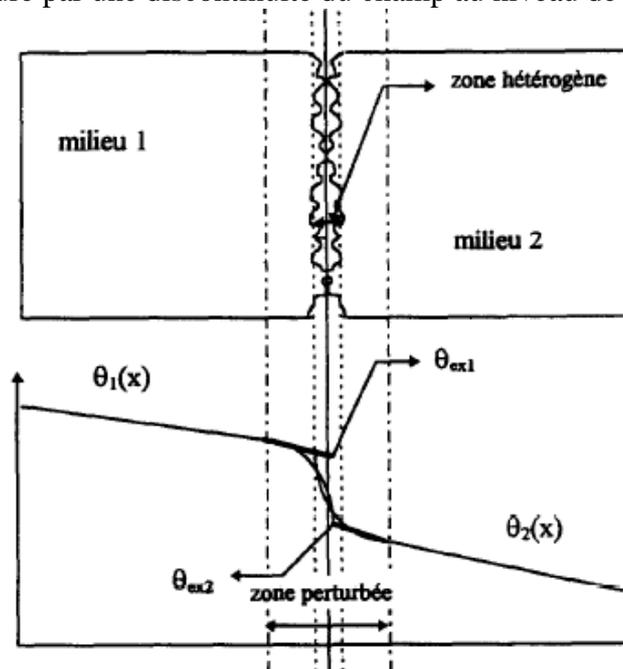


Figure 1-4 : représentation schématique de la résistance thermique d'interface (BAR 72)

Une représentation schématique du profil de température qui découle d'un assemblage de deux matériaux, comme représenté sur la figure 1-3, est représentée qualitativement sur la figure 1-5 :

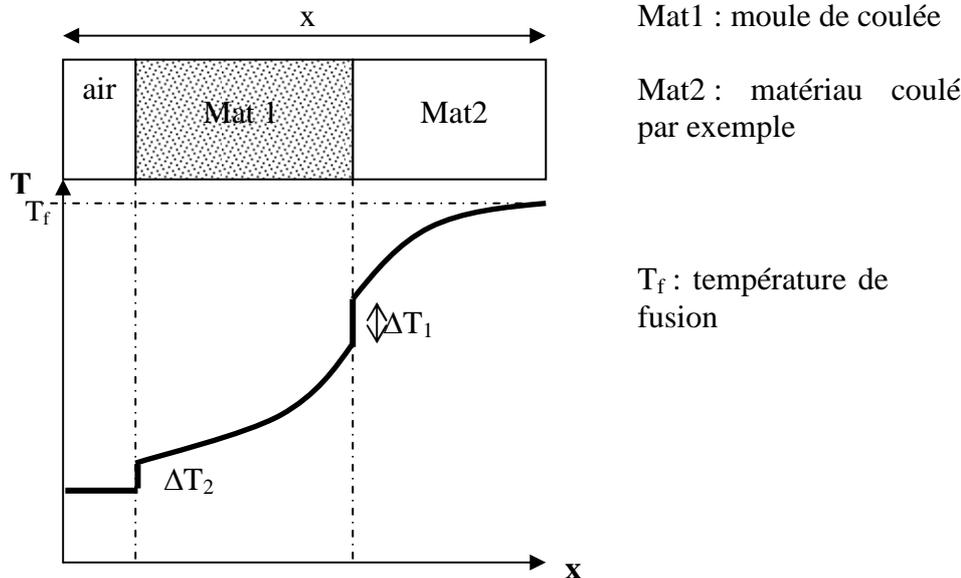


Figure 1-5 : profil qualitatif de l'évolution de la température entre deux matériaux en fonction de la distance

Le profil de température dans le matériau 1 dépend de ses propriétés thermiques : plus le matériau sera isolant, plus la différence de température au sein du matériau sera importante. La valeur de  $\Delta T_1$ , quant à elle, dépend du coefficient d'échange thermique entre les matériaux 1 et 2 : plus l'échange de chaleur sera difficile entre les deux matériaux, plus  $\Delta T_1$  sera important. Enfin, la cinétique de refroidissement du matériau 2 (la pièce) sera d'autant plus rapide que le matériau constitutif du moule sera conducteur.

On a mis en évidence ici la façon dont le flux de chaleur est considéré dans les modèles numériques : les interfaces sont considérées comme des résistances thermiques qu'il faut prendre en considération.

Le paragraphe suivant va s'intéresser à la manière dont cette résistance thermique d'interface est déterminée de façon expérimentale.

### 1.1.3 Mise en évidence expérimentale des résistances thermiques d'interfaces

T. P. D. Rajan (*RAJ 07*) a étudié l'influence du type de matériau coulé et du type de matériau constitutif du moule sur les échanges de chaleur à l'interface moule/métal, donc sur la cinétique de refroidissement. Dans son étude, l'auteur compare trois types de moule utilisés pour la coulée d'alliages d'aluminium renforcé ou non par des particules de graphite : un moule en sable, un moule métallique et un moule en graphite.

Les trois matériaux ont des propriétés thermiques très différentes, notamment la conductivité thermique :  $0.5242 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  pour le sable,  $42 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  pour le métal et  $150 \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  pour le graphite. Cette différence de conductivité va entraîner une grande disparité dans l'extraction de la chaleur du matériau liquide vers le moule.

Les trois types de coulée ont été réalisés avec une géométrie simple d'éprouvette, une éprouvette cylindrique de 27,5mm de diamètre et de 55mm de hauteur. Le matériau est coulé

à une température de 727°C. Trois thermocouples enregistrent l'évolution de la température en fonction du temps pendant la coulée et les premiers instants du refroidissement. Un est placé directement au sein du matériau coulé, tandis que les deux autres sont positionnés dans le moule en sable comme l'illustre la figure 1-6 :

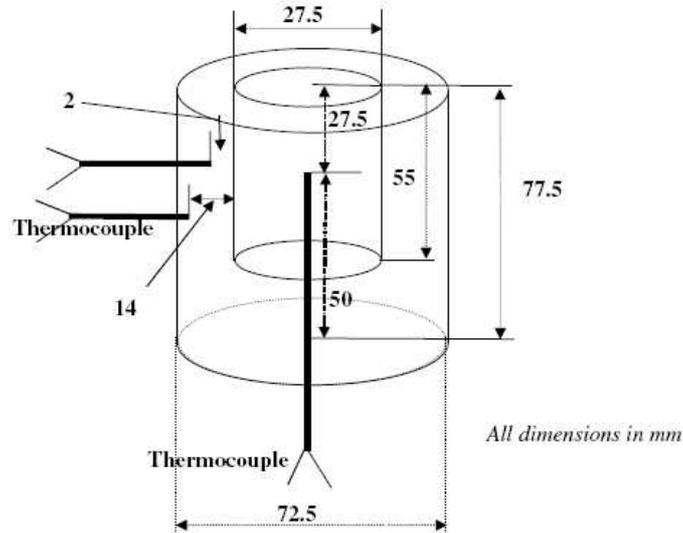


Figure 1-6 : schéma du moule cylindrique de coulée et positionnement des thermocouples (RAJ 07)

Le premier constat concerne l'évolution de la température au sein du matériau coulé, qui est différente suivant le type de moule (Figure 1-7). On constate que la conductivité thermique du moule joue un rôle important sur la cinétique de refroidissement du matériau coulé.

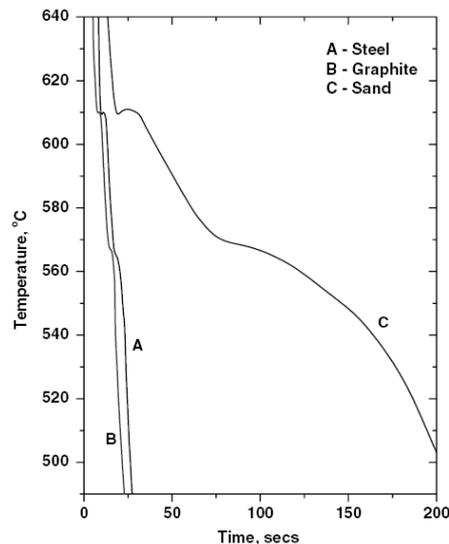


Figure 1-7 : effet du type de moule sur la courbe de refroidissement d'un alliage d'aluminium (RAJ 07)

L'auteur met aussi en évidence l'augmentation de la vitesse de refroidissement pour un type de moule donné, lorsque des particules de Mg sont introduites dans l'alliage. On passe par exemple, dans le cas du moule graphite, de 7.76 K.s<sup>-1</sup> sans ajout de Mg à 9.66K.s<sup>-1</sup> avec ajout de Mg. Les particules de Mg modifient la structure de solidification de l'alliage (RAM 95) et permettent un meilleur contact entre celui-ci et le moule. Ainsi, le contact à

l'interface matériau/moule étant amélioré, le flux de chaleur est plus important en présence de particules de Mg comme l'illustre la figure 1 -8 :

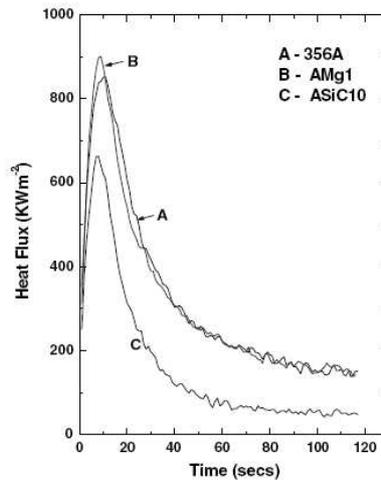


Figure 1-8 : variation du flux thermique d'interface avec le temps dans le cas du moule métallique avec et sans ajout de Mg (RAJ07)

L'étude de C. A. Santos (SAN 01) qui s'est intéressée au refroidissement d'un métal pur et de ses alliages (Al, Sn, Pb, Sn-Pb, Al-Cu) met également en évidence l'existence d'un transfert de chaleur entre le matériau fondu et le moule, caractérisé par un coefficient d'échange thermique d'interface  $h_i$ . Contrairement à l'étude précédente, en plaçant des thermocouples dans le matériau et dans le moule, l'auteur calcule ce paramètre. Il démontre que celui ci est moins important pour un métal pur que pour ses alliages. En effet, dans le cas d'un alliage, la démarcation entre la partie liquide et la partie solide n'est plus aussi nette que dans le cas d'un métal pur. Il existe alors une zone dite « pâteuse », en cours de solidification, entre le liquidus et le solidus. Celle ci a notamment pour effet, en plus de changer la structure de solidification, de diminuer la température (Figure 1-9) et le retrait de solidification. Ainsi, le contact entre le moule et un alliage est meilleur que celui obtenu avec un métal pur. La figure 1-9 représente le coefficient d'échange thermique d'interface calculé dans le cas de l'étain et d'alliages Sn-Pb.

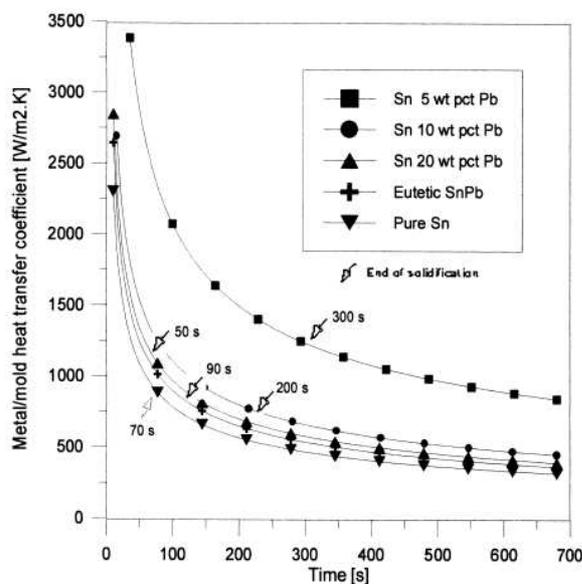


Figure 1-9 : évolution du coefficient d'échange thermique d'interface en fonction du temps pour des alliages d'étain (SAN 01)

Nous venons de montrer que, lorsqu'un matériau coulé est mis en contact d'un moule, une jonction dite « imparfaite » est créée. Au niveau de cette jonction un saut de température a été mis en évidence et pris en compte par un paramètre d'échange thermique d'interface dépendant des propriétés thermo physiques des deux matériaux en contact (*SAN 01*, *RAJ 07*, *SULO1*), de la géométrie, de l'état de surface du moule, de la température initiale du moule et du produit fondu, ainsi que de la pression de contact (*SAN 01*).

### 1.1.4 Détermination du paramètre h par méthode inverse

Le paramètre thermique d'interface (IHTC, Interface Heat Transfert Coefficient) dépend de plusieurs paramètres (*PIW 00*) :

- La température de coulée.
- La géométrie de la pièce coulée, à l'échelle microscopique : l'IHTC dépend, comme nous l'avons vu, de la surface de pièce en contact avec le moule. La complexité de la géométrie peut donc influencer la surface de contact et la valeur du coefficient.
- La température du moule : le moule peut être soit refroidi par circulation d'eau, soit chauffé ou simplement être à température ambiante.
- La composition du matériau coulé, comme pour les alliages d'aluminium renforcés ou non de l'étude de T. Rajan (*RAJ 07*).
- La pression : dans certains types de coulée où le matériau est injecté sous pression à l'intérieur du moule.
- L'état de surface du moule, notamment pour la coulée en moule sable.
- Les coefficients de dilatation respectifs du moule et de la pièce.

La méthode inverse de détermination du coefficient thermique d'interface est basée sur un modèle numérique décrivant la physique du refroidissement et une étude expérimentale (*PIW 00*). Le modèle numérique est basé sur les équations mathématiques décrivant le flux de chaleur décrites dans la partie 1.1.1. L'étude expérimentale consiste à placer des thermocouples dans le matériau coulé (lorsque la température de coulée le permet) et au sein du moule de coulée. Le relevé des températures fournit une évolution de la température au sein du matériau et du moule en fonction du temps. Les résultats numériques et expérimentaux sont ensuite comparés et le coefficient d'échange thermique d'interface est ajusté par approximations successives jusqu'à ce que l'écart entre la simulation et l'expérience soit suffisamment petit. Un paramètre d'échange thermique optimisé est ainsi déterminé par méthode inverse. Il ne s'agit pas ici d'établir un modèle prédictif du coefficient d'échange comme cela est proposé dans (*HAC 10*), mais seulement d'obtenir un modèle de l'évolution de la température dans une dalle coulée.

Les précurseurs dans le domaine sont Ho et Pehlke (*HO 83*, *HO 84*, *HO 85*) qui, à partir de 1983, ont utilisé cette méthode pour la détermination du coefficient d'échange thermique d'interface dans le cas de la coulée d'un alliage d'aluminium dans un moule refroidi par circulation d'eau. Les thermocouples étaient placés à la fois dans l'aluminium et dans le moule de coulée. Ils ont ainsi déterminé un IHTC maximal de  $1000\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{C}$ , diminuant avec le temps, témoignant de la création d'une lame d'air entre le moule et l'aluminium. Nishida et al. (*NIS 86*), ainsi que Stafford et al. (*STA 87*), ont conduit, dans les années qui suivirent, des travaux similaires à ceux de Ho et Pehlke sur des géométries

différentes : ils ont calculé un coefficient du même ordre de grandeur, diminuant avec le temps.

Des études ont été plus récemment menées sur le même principe pour d'autres matériaux.

M. Mortorano (*MOR 00*) a fait fondre un mélange de cuivre et d'étain (Cu-8%Sn) dans un four à résistance électrique et l'a coulé dans un moule cylindrique dont la géométrie est présentée sur la figure 1-10. La base a pour fonction d'extraire la chaleur de façon directionnelle. Les thermocouples sont placés dans le métal et à l'interface entre la base et le métal.

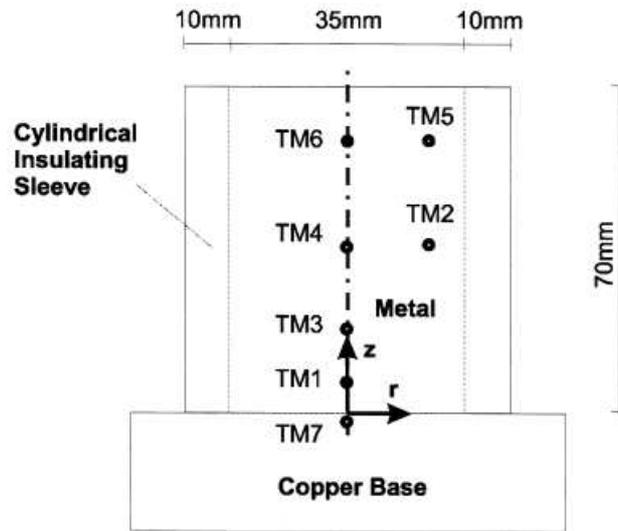


Figure 1-10 : représentation schématique de la structure de coulée et positionnement des thermocouples dans l'étude menée par (*MOR 00*)

Dans cette étude, l'auteur a cherché à mettre en évidence l'influence du matériau utilisé pour constituer la base du moule, ainsi que celle de la température de coulée, sur la cinétique de refroidissement et la solidification. Deux températures de coulée ont été utilisées, 1110°C et 1270°C, pour obtenir des microstructures de solidification différentes.

L'auteur ajuste la valeur du paramètre d'échange thermique d'interface (figure 1-11) jusqu'à obtenir un accord satisfaisant entre simulation et expérience (figure 1-12) ; ses valeurs sont en bon accord avec les résultats de la littérature.

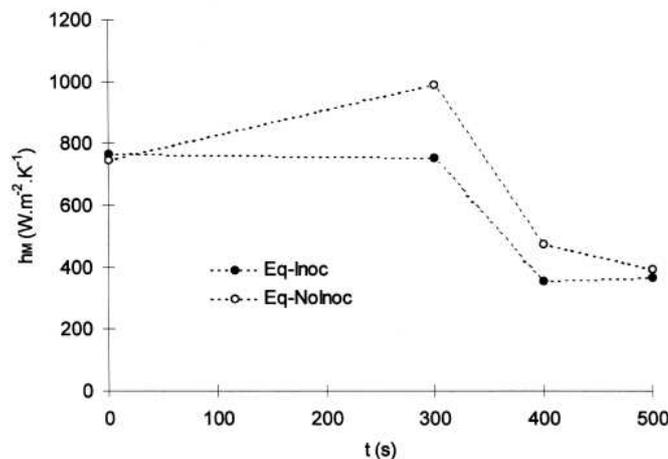


Figure 1-11 : coefficient d'échange thermique d'interface entre le moule et le matériau déterminé par méthode inverse (*MOR 00*)

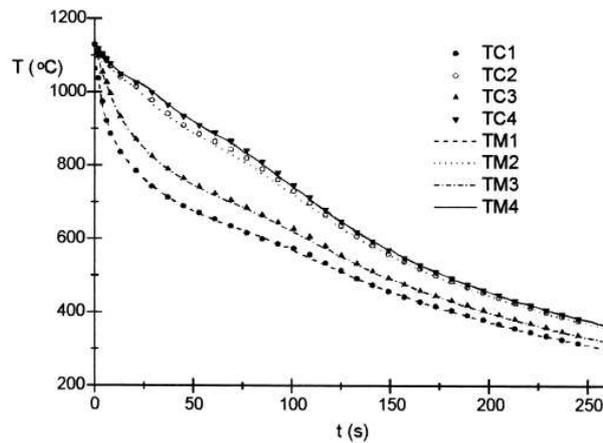


Figure 1-12 : comparaison des résultats de simulation numérique et expérimentaux pour quatre thermocouples (MOR 00)

Sur cette figure, on peut remarquer un autre phénomène important, qui est l'accélération du refroidissement correspondant à la fin de la solidification. Cette constatation est également faite sur d'autres travaux comme, par exemple, les travaux de W. Zhang (ZHA 10) sur la coulée d'un alliage d'aluminium. La figure 1-13 révèle, à 58s, le changement de pente correspondant à la fin de la solidification de l'alliage :

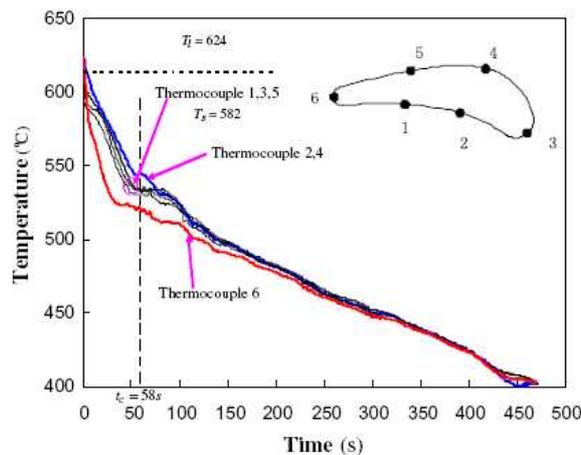


Figure 1-13 : profil expérimental de température dans le cas de la coulée d'un alliage d'aluminium (ZHA10)

H. M. Sahin (SAH 06), quant à lui, a étudié le refroidissement unidirectionnel d'un alliage Al-Si : il a en particulier cherché à déterminer le coefficient d'échange thermique d'interface en fonction du type de moule.

Le liquide est coulé dans un moule en céramique ( $L=290\text{mm}$ , diamètre= $28\text{mm}$ ), lui-même isolé de l'extérieur pour empêcher la diffusion de la chaleur à travers les parois latérales du moule, mais au contraire la diriger vers la base où le matériau est en contact avec un socle en acier ou en cuivre refroidi par circulation d'eau.

Six thermocouples instrumentent la structure de coulée : trois thermocouples (4, 5 et 6) dans le matériau coulé, suivant l'axe de symétrie, à différentes distances de l'interface matériau/socle. Les trois autres (3, 2 et 1) sont placés dans le moule, toujours dans l'axe de symétrie, également à une distance croissante de l'interface.

Le thermocouple 4 est donc le plus près de l'interface et placé dans le matériau alors que le 3 est à la même distance de l'interface mais placé dans le socle. La figure 1-14 représente la géométrie ainsi que la position des thermocouples :

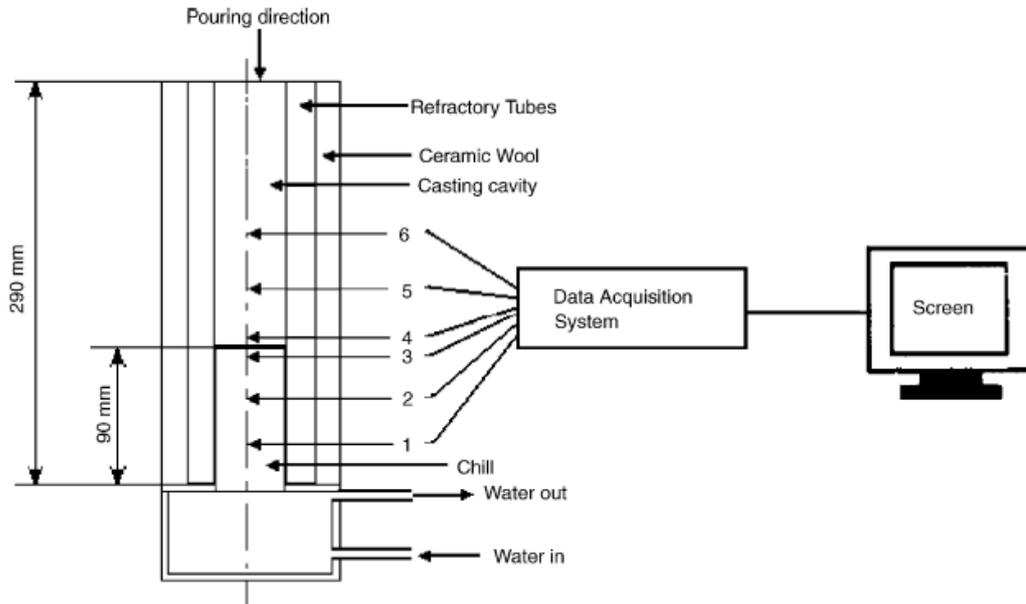


Figure 1-14 : schéma de la structure de coulée d'un alliage Al-Sn avec la position des thermocouples (SAH 06)

Le but de l'étude est de déterminer numériquement la température  $T_c$ , température à l'interface matériau/socle côté matériau et la température  $T_m$ , température à l'interface matériau/socle côté socle. Le paramètre  $h$  est alors déterminé par :

$$h = \frac{\dot{q}}{(T_c - T_m)}$$

avec  $\dot{q}$  le flux de chaleur à l'interface estimé à partir du flux de chaleur dans

le socle ou dans la pièce coulée à l'aide de la loi de Fourier et des températures mesurées par les thermocouples  $T_n$  et  $T_{n-1}$ .

Comme dans les autres études, l'auteur cherche à minimiser l'écart entre les valeurs expérimentales et numériques (figure 1-15), pour accéder à une valeur optimisée du coefficient d'échange thermique d'interface (méthode inverse).

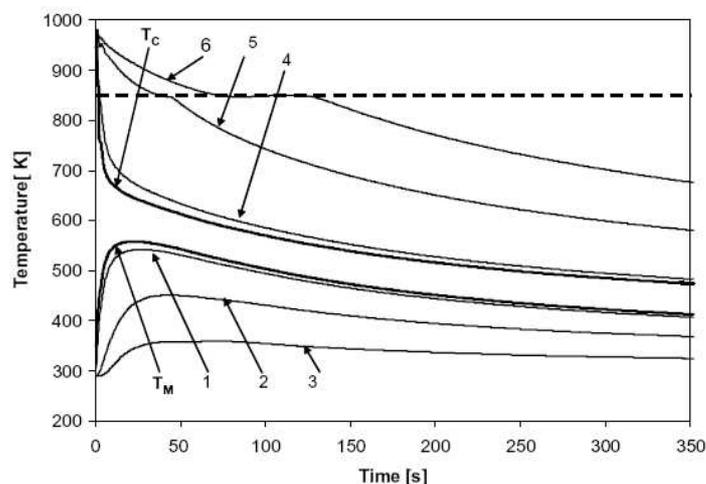


Figure 1-15 : comparaison expérience-simulation dans le cas de la coulée d'un alliage Al-Sn avec un refroidissement unidirectionnel par un moule en cuivre refroidi par circulation d'eau (SAH 06)

On peut ainsi établir une synthèse des valeurs du coefficient d'échange thermique d'interface (IHTC ou h) obtenues par différents auteurs, résumée dans le tableau 1-1 :

Matériau coulé	Matériau du moule	h (W.m <sup>-2</sup> .K <sup>-1</sup> )	Référence
Alliage Al-Si	Métal	1500	<b>ROS 10</b>
Sn	Cuivre	1400-5000	<b>GAB 97</b>
Alliage Sn-Pb	Acier	500-5000	<b>SAN 01</b>
Alliage Sn-Pb	Cuivre	500-3500	<b>SAN 01</b>
Al	Cuivre	1000	<b>HO 83</b>
Alliage Al-Li	Fonte	1000	<b>KRI 94</b>
Al	Sable	586-712	<b>HWA 94</b>
Al	Sable	200	<b>PIW 00</b>
Alliage Al-Si	Cuivre	9500-19000	<b>SAH 06</b>
Alliage Al-Si	Acier	5000-6500	<b>SAH 06</b>
Alliage Cu-Sn	Cuivre	510-1030	<b>MAR 00</b>
Alliage Cu-Sn	Cuivre refroidit par circulation d'eau	2000-8000	<b>MAR 00</b>
Fonte	Sable	600-1000	<b>KER 08</b>

**Tableau 1-1 : récapitulatif des valeurs de coefficient d'échange thermique d'interface pour différents matériaux coulés et différents moules**

Ce tableau illustre bien les écarts importants observés sur ce paramètre. En effet, même dans le cas de la coulée d'un alliage Al-Si dans un moule métallique, par exemple, un facteur 10 peut affecter ce coefficient suivant le type de moule.

Il est donc difficile, dans le cas d'un procédé de fonderie, de prévoir a priori un ordre de grandeur du paramètre d'échange thermique d'interface en se référant à la bibliographie, sa valeur dépendant de nombreux paramètres dont certains ne sont pas précisés dans les articles.

### 1.1.5 De la thermique à la mécanique

Nous avons vu jusqu'ici comment, en déterminant notamment un coefficient d'échange thermique d'interface, aboutir par simulation numérique au champ de température au cours du temps au sein d'un matériau coulé. Toutes les études concernaient la coulée des métaux. En ce qui concerne les matériaux réfractaires les études sont beaucoup moins nombreuses. A notre connaissance, seuls S. L. Cockroft (*COC 94I, COC 94II*), D. Tracey (*TRA 99*), A. G. Evans (*EVA 98*) et E. Yeugo-Fogaing (*YEU 07*) ont étudié la coulée et le refroidissement des matériaux AZS (Système Alumine-Zircone-Silice). D. Au (*AU 02*) s'est, quant à lui, intéressé à l'alumine.

Ces études ont été réalisées dans le but de comprendre la formation de défauts macroscopiques comme des macrofissures survenant sur les arêtes des blocs coulés. La figure 1-16 représente un exemple de fissuration d'un bloc d'alumine après refroidissement (*AU 02*) :

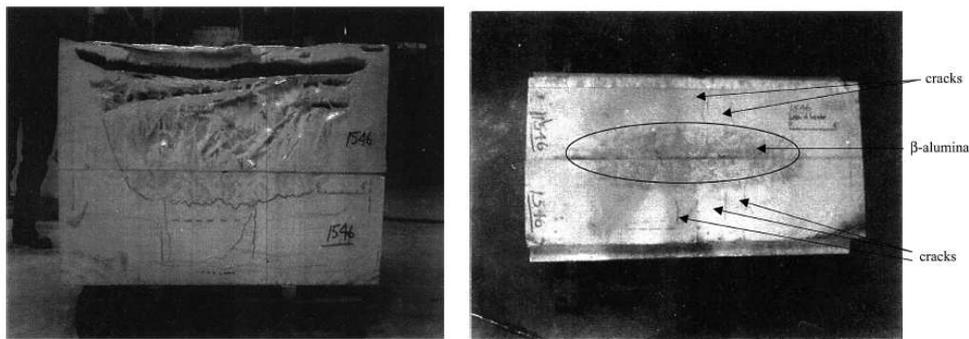


Figure 1-16 : bloc d'alumine, a) coupe dans un plan vertical, b) coupe dans un plan horizontal (*AU 02*)

Les études sont découpées en deux parties. Une première partie thermique, comme dans le cas de la coulée des métaux, consiste à obtenir, par simulation numérique, une évolution de la température en différents point du moule en accord avec les résultats expérimentaux obtenus par l'instrumentation du moule au cours d'une coulée réalisée en usine. La figure 1-17 représente la comparaison simulation 3D –expérience dans le cas de l'étude de D. Au (*AU02*) :

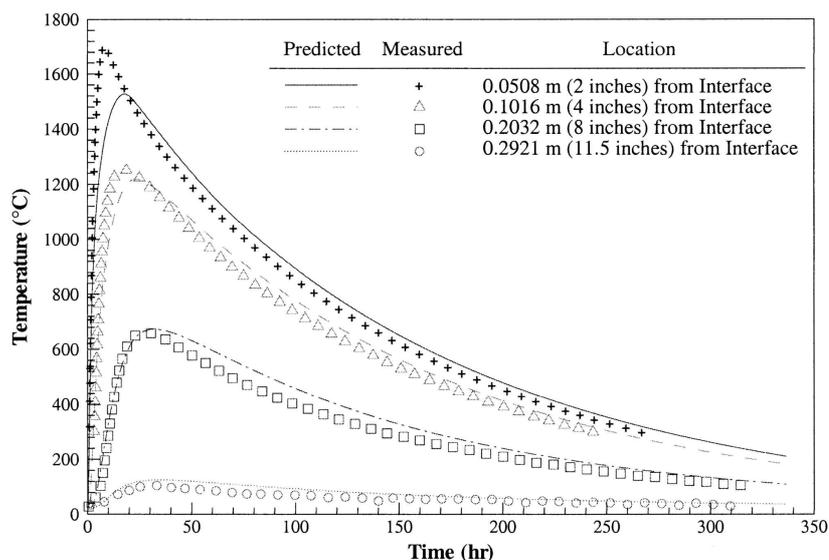
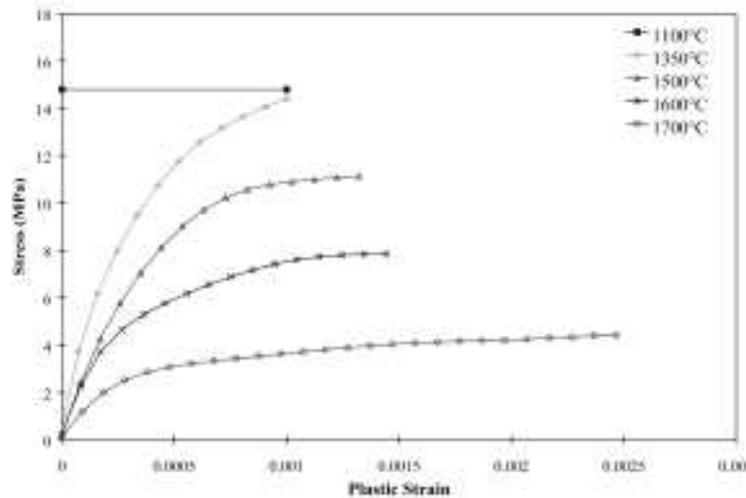


Figure 1-17 : évolutions expérimentales et numériques de la température en fonction du temps (*AU 02*)

A partir d'une bonne description numérique de la réalité expérimentale, il devient possible de calculer le champ de température au sein du matériau coulé.

Ce champ de température sert alors de chargement par dilatation différentielle pour le calcul du champ de contraintes dans le matériau en cours et en fin de refroidissement. Les modèles mécaniques employés sont des modèles élastique (*COC 94I, COC 94II*), élasto-viscoplastique (*YEU 07*) ou élasto-plastique (*AU 02, EVA 98*). La figure 1-18 représente un exemple de loi de comportement utilisé dans la mise en données du calcul mécanique :



**Figure 1-18 : courbes de comportement mécanique pour la mise en données du calcul mécanique dans le cas de la coulée de l'alumine (AU 02)**

Pour une formulation concise du problème mécanique, nous introduisons un opérateur formel  $A$ , reliant la contrainte à l'histoire des déformations mécaniques  $\epsilon_m$ , tel que :

$$\sigma = A(\epsilon_{m,\tau}; \tau \leq t) \quad 1.39$$

où  $\epsilon_m$  correspond à la déformation totale,  $\epsilon$ , à laquelle on a soustrait la déformation par dilatation  $\epsilon_d$  qui est indépendante de l'état de contrainte :

$$\epsilon_m = \epsilon - \epsilon_d \quad 1.40$$

$$\epsilon_d = (\alpha(T).(T - T_{ref}) - \alpha(T_0).(T_0 - T_{ref}))Id \quad 1.41$$

$\alpha$  est le coefficient de dilatation, supposé ici isotrope,  $T_0$  est la température initiale et  $T_{ref}$  est la température pour laquelle  $\alpha$  a été mesuré.

Avant d'introduire la formulation du problème mécanique, il reste à définir l'ensemble des champs de déplacement cinématiquement admissibles. Nous notons cet ensemble  $U$ . C'est un espace affine qui contient les champs suffisamment réguliers pour le calcul des déformations et vérifiant les conditions aux limites en déplacement (condition de type Dirichlet).

Le problème mécanique, couplé au problème thermique par le champ de température, est alors de trouver le champ de déplacement  $\underline{u}$  dans  $U$  vérifiant la condition d'équilibre et la relation de comportement :

$$\int_v (\underline{v} - \underline{u}) \cdot \text{div} \underline{\sigma} \cdot dV = 0 \quad \forall \underline{v} \in U \quad 1.42$$

$$\underline{\sigma} = A(\underline{\varepsilon}(\underline{u})_\tau - \underline{\varepsilon}_{d_\tau}, \tau \leq t) \quad 1.43$$

Avec  $\underline{\varepsilon}_d = \alpha(T) \cdot (T - T_{ref}) - \alpha(T_0) \cdot (T_0 - T_{ref})$  et  $\underline{\sigma} \cdot \underline{n} = 0$  sur  $\partial_F \Omega$  bord libre de  $\Omega$  et

$$\underline{\varepsilon}(u) = \frac{1}{2} (\text{grad}^T(u) + \text{grad}(u)) \quad 1.44$$

On peut noter que, s'il n'y a pas de conditions aux limites concernant les déplacements, s'il n'y a pas de chargement mécanique et s'il n'y a pas de dilatation différentielle ( $\varepsilon_d = \text{cte}$ ), alors la solution du problème mécanique est triviale :  $\underline{\varepsilon} = \varepsilon_d$  et il n'y a pas de contraintes :

$$\underline{\sigma} = 0$$

La figure 1-19 donne un exemple de résultat de calcul mécanique en fonction du temps dans le cas d'un modèle élasto-plastique (AU 02) :

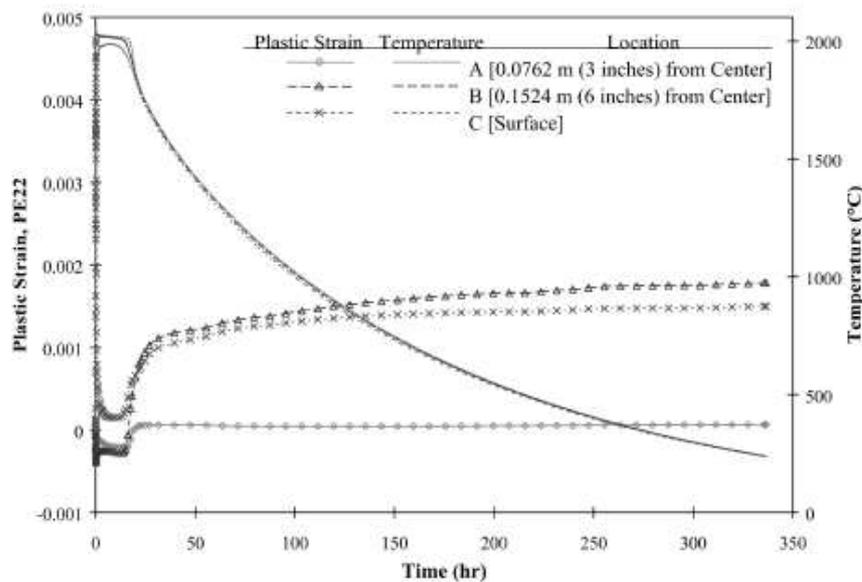


Figure 1-19 : déformation plastique et température en fonction du temps dans le cas de l'alumine (AU 02)

### 1.1.6 Résumé

Dans ce paragraphe nous avons mis en évidence la nécessité de prendre en compte un paramètre thermique d'échange de chaleur à l'interface matériau/moule dans la simulation numérique des procédés de coulée. Celui-ci est indispensable pour simuler la perturbation du champ de température lorsque le matériau à haute température est mis en contact avec le moule.

La méthode utilisée pour la détermination de ce paramètre est une méthode dite « inverse » : grâce à une coulée instrumentée par des thermocouples, il est possible de suivre

l'évolution de la température au sein du moule de coulée. En optimisant le paramètre d'échange thermique, on fait en sorte d'approcher au plus ce champ de température par le modèle numérique, qui nous permet ensuite de reconstruire le champ de température au sein du matériau coulé.

## 1.2. Plasticité de transformation (TRIP : Transformation Induced Plasticity)

### 1.2.1 Transformation de phase de la zircon

#### 1.2.1.1 Transformation de type martensitique

Comme nous l'avons évoqué dans l'introduction générale, la zircon, objet de notre étude, n'est pas stabilisée : elle subit donc à l'état solide une transformation de phase en fonction de la température (Figure 1-20) de la forme tétragonale à monoclinique. La première transformation de cubique à tétragonale ne sera pas étudiée dans notre étude car intervenant à une température à laquelle le matériau est capable d'accommoder les contraintes.

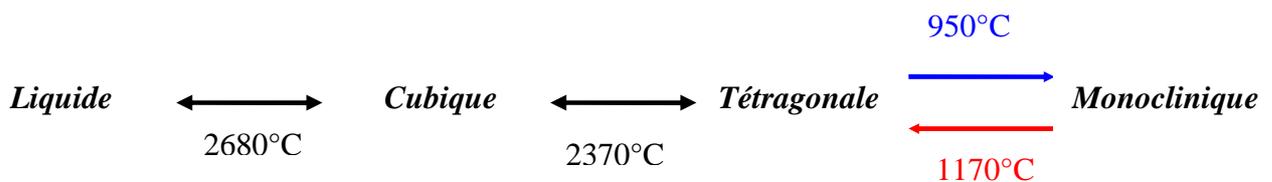


Figure 1-20 : domaine de stabilité de chaque phase de la zircon pure en fonction de la température

En 1963, G. M. Wolten (WOL 63) a été le premier à décrire la transformation  $t \rightarrow m$  comme une transformation de type martensitique. Grâce à des essais DRX à haute température, il a mis en évidence que la courbe d'hystérésis caractérisant la transformation  $t \rightarrow m$  de la zircon est de forme similaire à celle observée pour la transformation martensitique des aciers (Figure 1-21).

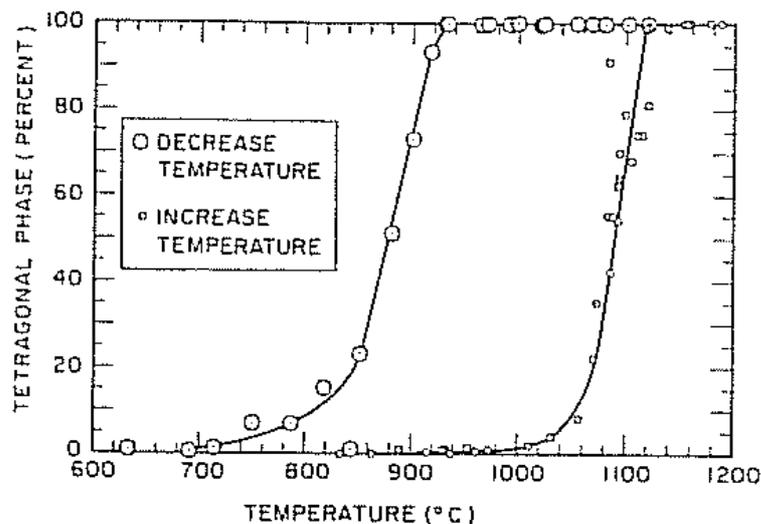


Figure 1-21 : transformation tétragonale-monoclinique de la zircon au chauffage et au refroidissement (WOL 63)

De plus, comme pour une transformation de type martensitique, le passage de la forme tétragonale à monoclinique est obtenu sans diffusion d'atomes et sans changement de composition. C'est-à-dire que le déplacement des atomes au cours de la transformation  $t \rightarrow m$  est inférieur à la distance interatomique de départ. Les deux structures sont dites cohérentes et ont donc un plan cristallographique commun non déformé par la transformation.

La cohérence des réseaux cristallins, associée à l'augmentation de volume, entraîne donc un fort taux de déformation non relaxé par une diffusion d'atomes. C'est une transformation displacive.

Enfin, un dernier point concerne le caractère athermique de la transformation. En effet, celle-ci ne se produit pas à une température donnée mais dans un intervalle de température. La transformation débute donc pour une température  $M_s$  (martensite starting) et est totale en dessous de la température  $M_f$  (martensite finish).

Cette transformation martensitique dans la zircone a été très étudiée pour son intérêt dans le renforcement de la zircone (*KIN 68, HEU 87, KRI 88, EVA 86, STE 91, BAS 05*). La transformation de la zircone au refroidissement, qui entraîne un fort taux de déplacement (expansion volumique de 4% et un changement de forme), a tendance à fragiliser la zircone frittée, au point qu'à température ambiante il est quasiment impossible d'obtenir par frittage une zircone monoclinique cohérente. Pour contourner cet écueil, les chercheurs ont stabilisé totalement ou partiellement la zircone sous sa forme cubique ou tétragonale. En ce qui concerne le refroidissement des zircons partiellement stabilisés, les auteurs ont mis en évidence deux particularités (*BEC 92, KEL 08, EVA 80, EVA 86, HAN 00, GUP 78, BEC 92, HEU 86*) :

- la température de début de transformation martensitique dépend de la taille de grain ou de l'application d'une contrainte. Une contrainte de traction facilite la transformation de phase et la température de transformation  $M_s$  est décalée vers les hautes températures (*BEC 92*). Ce phénomène est analogue à la transformation martensitique dans les métaux, avec une température de transformation de 150°C sans charge appliquée et de 180°C sous chargement (*VID 96*).
- l'application d'une contrainte sur le matériau à température ambiante peut déclencher une transformation tétragonale-monoclinique des grains de zircone stabilisés. Celle-ci peut créer dans des zones de concentrations de contraintes (comme les fonds de fissures) une zone de compression qui va s'opposer à l'ouverture de la fissure et à sa propagation. La zircone est alors dite « renforcée » par la transformation martensitique.

### 1.2.1.2 Mécanismes de transformation

Les auteurs qui étudient la transformation de phase de la zircone et le renforcement induit, séparent le mécanisme de transformation de phase en deux parties :

- une première partie due au gonflement volumique de 4% qui est indépendante de l'état de contrainte.
- une deuxième partie due au changement de forme entre les mailles tétragonale et monoclinique qui, elle, fait intervenir la partie déviatorique du tenseur des contraintes (cisaillements).

Par des essais de transformation sous contraintes (traction, compression, torsion, traction-torsion et compression-torsion) sur un alliage Cr-Ni-Mo-Al-Ti, J. C. Videau (*VID 96*)

a démontré que le décalage en température du début de transformation sous chargement est à la fois dû au changement de volume et au cisaillement associé à la transformation de phase.

La figure 1-22 illustre les effets de ces deux mécanismes de transformation sur le comportement à la fissuration de la zircone partiellement stabilisée (EVA 80) :

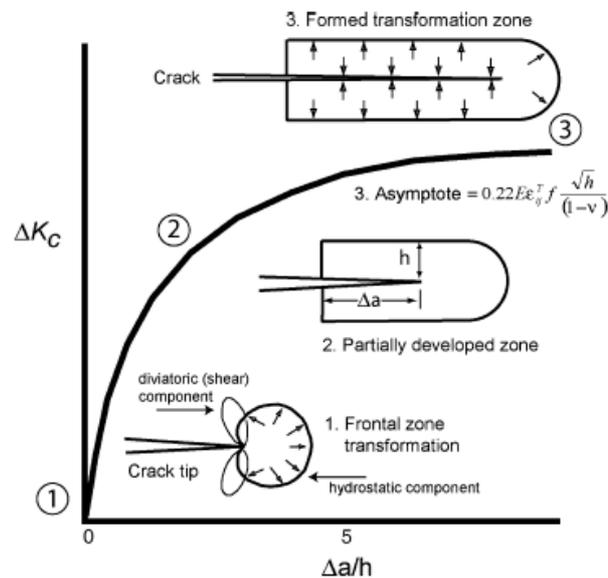


Figure 1-22 : représentation schématique de la zone en cours de transformation et évolution de  $\Delta K_c$  avec l'évolution de la taille de fissure (EVA 80)

Pour distinguer les effets du cisaillement et de l'expansion volumique, des auteurs (CHE86, ROG 90) ont testé, en compression simple, une zircone partiellement stabilisée sous pression hydrostatique hydraulique, entre 30 et 400MPa. De cette façon, la pression et la contrainte axiale sont contrôlées de manière indépendante, permettant de déconvoluer les effets de dilatation de ceux de cisaillement (changement de forme, partie déviatorique). Des jauges de déformations ont été placées sur l'échantillon cylindrique, en vue de mesurer les déformations axiales (-A sur la figure 1-23) et les déformations radiales (V et R sur la figure 1-23). Le changement de volume est directement relié à la proportion de phase tétragonale transformée (35% en volume au départ).

Sous la contrainte de compression uniaxiale et sous la pression hydraulique triaxiale, l'échantillon cylindrique se déforme comme l'illustre la figure 1-23. L'auteur conclut à un rapport entre la partie dilatation et la partie changement de forme de 5/6 : la déformation macroscopique totale de l'échantillon est donc due à la dilatation et au changement de forme dans des proportions quasi identiques.

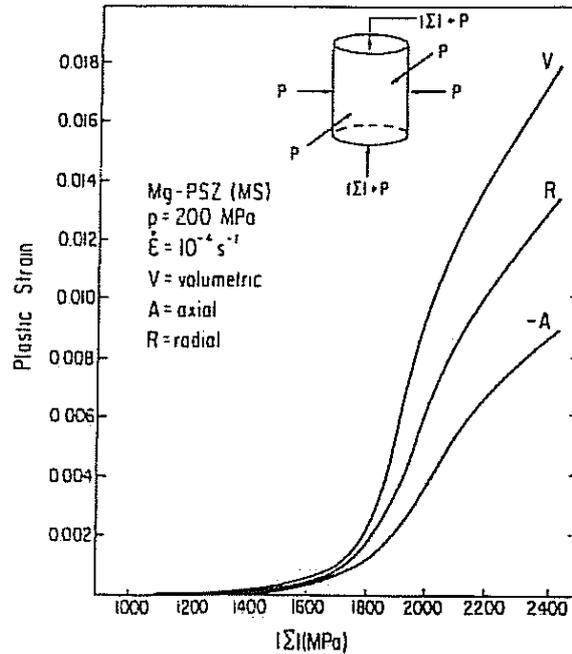


Figure 1-23 : déformation plastique en fonction de la contrainte sous compression hydraulique (CHE 86)

Une étude à l'échelle microscopique de l'échantillon a mis en évidence des bandes de cisaillement. Ces bandes sont également retrouvées dans d'autres études sur les échantillons après essais (LAN 83, ROG 88, ROG 90). Ce mécanisme microstructural, associé à la transformation de la zircon, comparable au glissement des dislocations dans les métaux, constitue la cause, à l'échelle macroscopique, de la variation de volume et du changement de forme de la zircon.

## 1.2.2 Influence de la contrainte

### 1.2.2.1 Cas des THTZ

Au cours de ses travaux sur le comportement en fluage des THTZ, L. Massard (MAS 05) a étudié le comportement des THTZ au passage de la transformation de la zircon. L'auteur a appliqué une contrainte de traction de 2MPa sur le matériau au cours du cycle thermique défini par la figure 1-24.

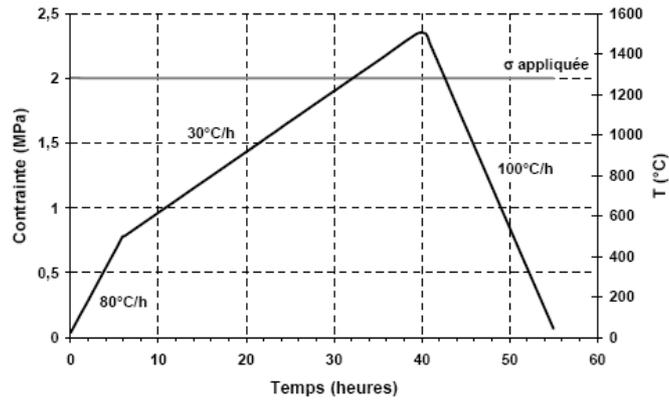


Figure 1-24 : cycle thermique appliqué au matériau THTZ (MAS 05)

Au cours de ce cycle thermique, la transformation de phase monoclinique → tétragonale a lieu, pendant laquelle, en l'absence de contraintes, la zircone a tendance à se rétracter comme l'illustre la courbe de dilatométrie de la Figure 1-26. L'application d'une contrainte de traction au passage de cette transformation va jouer un rôle important sur les déformations, puisque le matériau va plutôt avoir tendance à s'allonger sous l'effet de la contrainte au lieu de se rétracter (Figure 1-25). Cet effet est typique d'une plasticité de transformation.

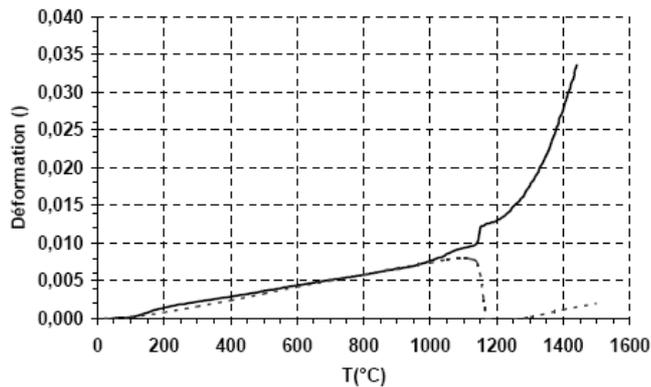


Figure 1-25 : superposition de la courbe de dilatométrie (trait pointillé) et de fluage anisotherme en traction (trait plein) du matériau ZS (MAS 05)

L'auteur a également appliqué une contrainte de compression au cours du même cycle thermique : la figure 1-26 illustre l'influence de cette contrainte qui augmente le taux de déformation linéaire au passage de la transformation de la zircone.

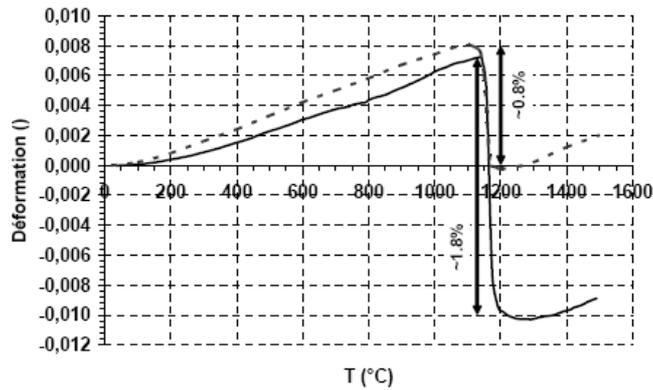


Figure 1-26 : superposition des courbes de dilatométrie (trait pointillé) et de fluage anisotherme en compression (trait plein) du matériau ZS (MAS 05)

Même si ces essais sont réalisés au chauffage et non au refroidissement (c'est ce dernier cas qui nous intéresse dans notre étude), l'auteur met clairement en évidence l'influence de l'application d'une contrainte de traction ou de compression sur la déformation des THTZ au passage de la transformation de phase, phénomène qu'il sera important de prendre en compte dans la simulation numérique mécanique.

Nous verrons, dans le chapitre 5, que les essais en traction-compression réalisés au cours de ce projet (PAT 10) confirment l'influence d'une contrainte sur les déformations lors du refroidissement.

### 1.2.2.2 Cas des métaux

Le phénomène de plasticité de transformation ou TRIP (TRansformation Induced Plasticity) a été défini par Mitter en 1987 (MIT 87) de la façon suivante « *Significantly increased plasticity during a phase change. Even under an externally applied load stress with the corresponding equivalent stress being small in relation to the « normal » yield stress of the material, plastic deformation occurs* ».

La figure 1-27 met en évidence ce phénomène dans le cas d'un acier 16MND5 (COR 04). Dans ces travaux, au cours d'un cycle thermique donné, l'auteur applique une contrainte sur un échantillon cylindrique et compare les déformations à celles obtenues sans chargement. On remarque alors, en traction, compression, mais aussi en torsion, que le taux de déformation obtenu est plus grand lorsqu'une contrainte est appliquée au cours de la transformation. Vient se rajouter à la déformation induite par le changement de volume (dilatation) une déformation plastique irréversible. J. C. Videau (VID 96) a également mis en évidence expérimentalement le phénomène de plasticité de transformation sur un alliage Cr-Ni-Mo-Al-Ti. La figure 1- 28 illustre la différence entre le comportement de l'alliage refroidi sans contrainte appliquée (courbe 0MPa) et celui observé sous différentes charges de traction (30 à 150MPa). On remarque l'augmentation de la déformation avec la charge appliquée, ainsi que le décalage en température du début de transformation (Ms).

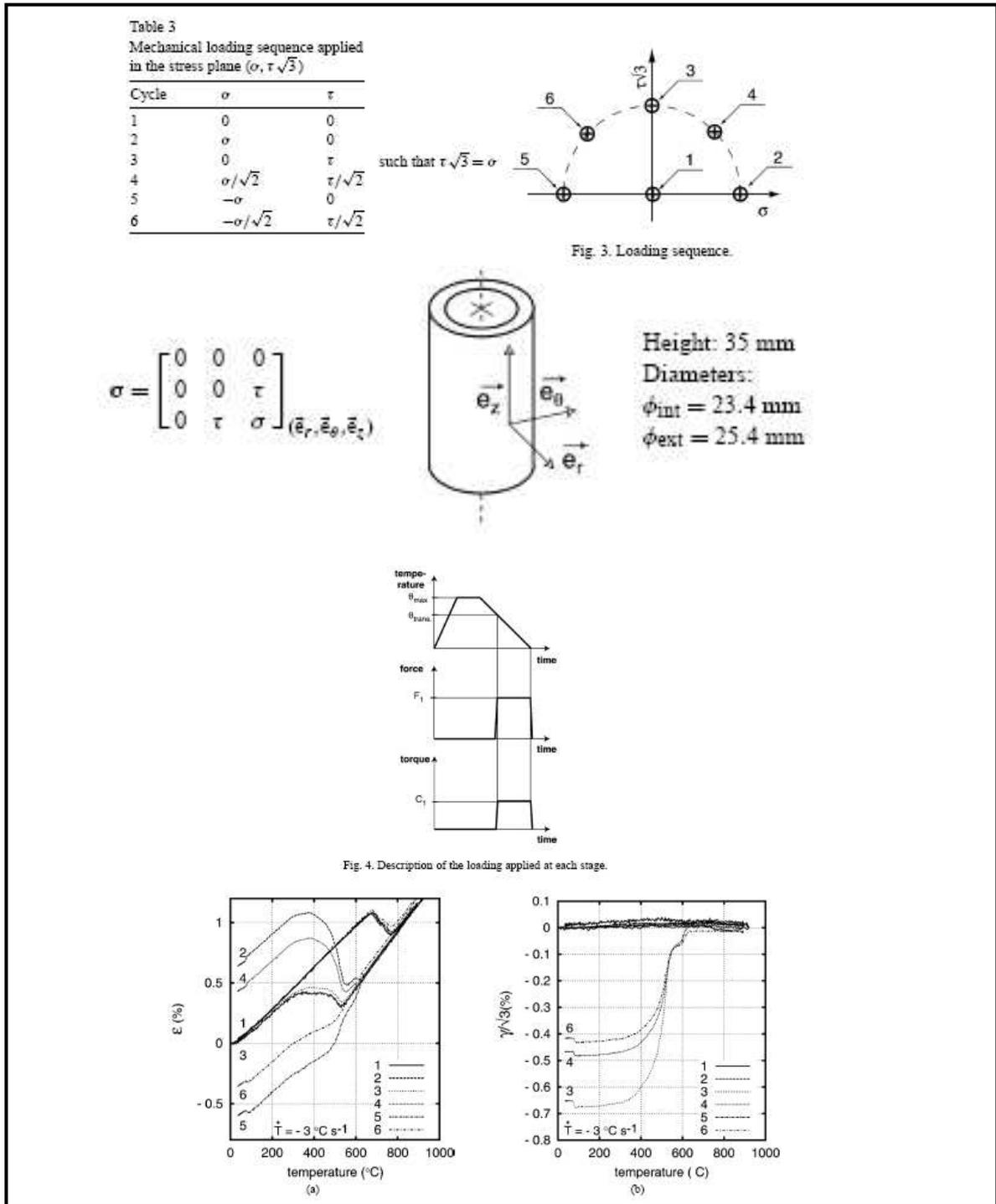


Figure 1-27 : évolution de la déformation totale en fonction de la température pour différents cas de chargement (COR 04)

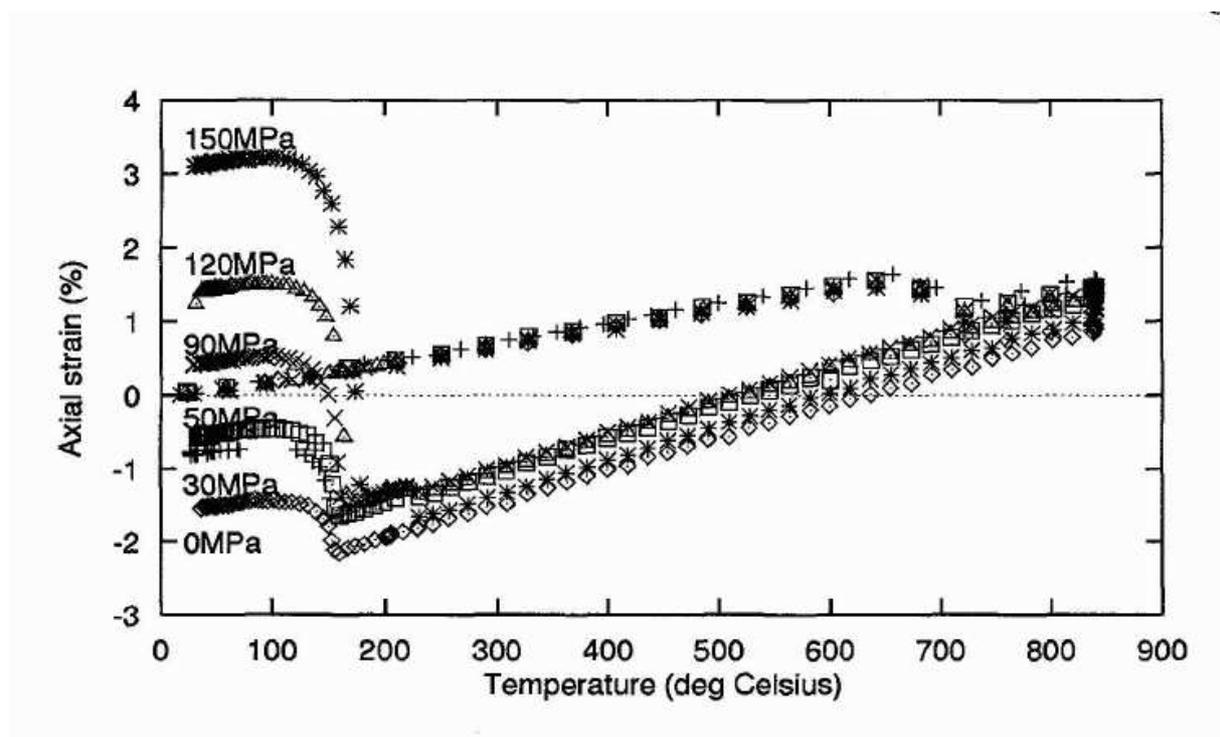


Figure 1-28 : courbes de déformation au refroidissement d'un alliage Cr-Ni-Mo-Al-Ti sous contraintes de traction (VID 96)

### 1.2.3 Modèles numériques de plasticité de transformation

Dans ce paragraphe, nous allons nous intéresser aux travaux réalisés sur la plasticité de transformation induite par la transformation martensitique des aciers. Dans ses travaux de thèse, N. T. TRINH (*TRI 08*) a fait un travail de synthèse des modèles numériques de plasticité de transformation dans les aciers.

#### 1.2.3.1 Mécanismes

Le phénomène de plasticité de transformation est généralement expliqué par deux mécanismes : le mécanisme de Greenwood-Johnson (*GRE 65*) et le mécanisme de Magee (*MAG 66*).

- Mécanisme de Greenwood-Johnson. Lors d'une transformation de phase, les deux phases en présence (phase mère et phase fille) n'ont pas la même compacité. Cette différence de compacité entre les deux phases engendre, dans la phase ayant la limite d'élasticité la plus faible, des déformations plastiques à l'échelle microscopique. Sans influence d'une contrainte extérieure, cette déformation plastique va s'orienter de façon aléatoire et ne laisser apparaître, à l'échelle macroscopique, que la déformation isotrope induite par le changement de volume. En revanche, si une contrainte extérieure est appliquée au cours de la transformation de phase, la déformation plastique sera alors

orientée, entraînant ainsi à l'échelle macroscopique une déformation plastique irréversible.

- Mécanisme de Magee. Le mécanisme de Magee est, quant à lui, décrit dans le cas de la transformation martensitique. Les plaquettes formées au cours de la transformation vont s'orienter sous l'effet d'une contrainte externe. De ce fait, la variation de volume qui résulte de la transformation martensitique ne sera pas isotrope et entraînera une déformation irréversible à l'échelle macroscopique.

La prépondérance de l'un ou l'autre des deux mécanismes dépend du type de transformation considéré. Il est d'usage de prendre en compte le mécanisme de Greenwood-Johnson dans le cas de transformation par diffusion, et de prendre en compte celui de Magee dans le cas de la transformation martensitique. Dans le cas des matériaux THTZ, la transformation de phase s'apparentant à une transformation martensitique, on devrait donc plutôt considérer l'effet Magee. La modélisation des effets mécaniques des transformations martensitiques est encore un sujet ouvert. La majorité des travaux réalisés sur des aciers et sur la transformation martensitique ne prennent en compte que l'effet Greenwood-Johnson et négligent l'effet Magee. Par exemple, ne considérer que l'effet Greenwood-Johnson peut conduire à une modélisation satisfaisante d'un acier 16MND5 (*TAL 01*). La figure 1-29 représente la comparaison entre les résultats expérimentaux et un modèle de simulation numérique de type Leblond (*LEB 89I, LEB 89II*).

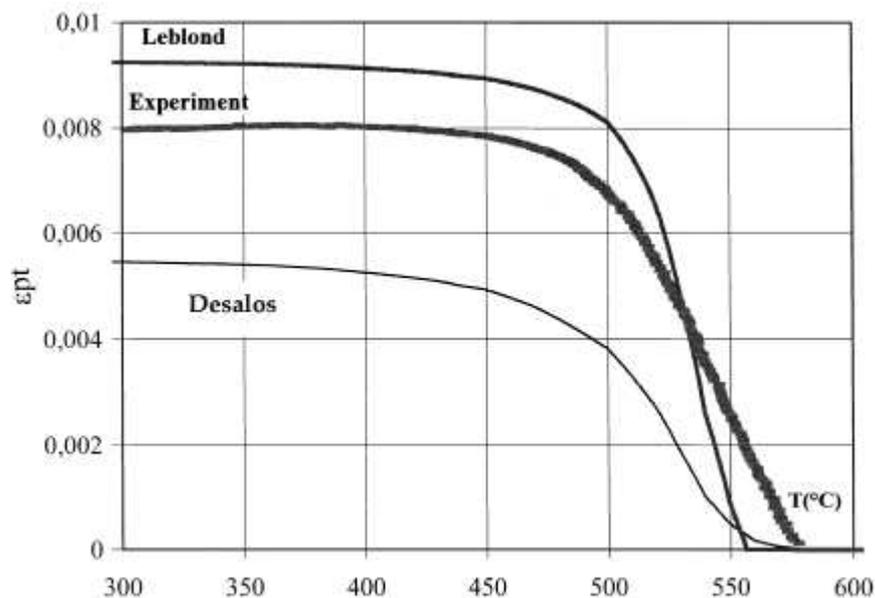


Figure 1-29 : plasticité de transformation en fonction de la température, comparaison entre simulation numérique (modèle où l'effet Magee est négligé) et résultats expérimentaux (*TAL 01*)

Dans le cas de la transformation martensitique, ces travaux démontrent que la description de la plasticité de transformation par le seul effet Greenwood-Johnson peut être réaliste, dans le cas où la contrainte appliquée est dite faible, c'est-à-dire très inférieure à la limite d'élasticité de la phase la plus faible en présence pendant la transformation.

Nous allons donc nous intéresser par la suite plus spécialement à ce type de modèles.

1.2.3.2 Modèle de Leblond

Dans la littérature, la déformation totale  $\underline{\underline{\varepsilon}}$  d'un matériau est communément décomposée en plusieurs termes :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^d + \underline{\underline{\varepsilon}}_T^{cp} + \underline{\underline{\varepsilon}}_\sigma^{cp} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{tp} \quad 1.45$$

Avec  $\underline{\underline{\varepsilon}}^e$  la déformation élastique,  
 $\underline{\underline{\varepsilon}}^d$  la déformation due à la dilatation thermique,  
 $\underline{\underline{\varepsilon}}_T^{cp}$  et  $\underline{\underline{\varepsilon}}_\sigma^{cp}$  les déformations dues à la plasticité pure dépendante de la température (T) et de la contrainte ( $\sigma$ ),  
 $\underline{\underline{\varepsilon}}^{tp}$  le terme de déformation plastique de transformation.

Le fait de se placer dans le cas de contraintes faibles a pour conséquence de minimiser les termes de déformation dus à la plasticité pure devant celui dû à la plasticité de transformation. Dans les modèles prenant en compte uniquement l'effet Greenwood-Johnson, les termes  $\underline{\underline{\varepsilon}}_T^{cp}$  et  $\underline{\underline{\varepsilon}}_\sigma^{cp}$  sont négligés et la déformation totale s'écrit :

$$\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^d + \underline{\underline{\varepsilon}}^{tp} \quad 1.46$$

Le modèle de Leblond (*LEB 89I*, *LEB 89II*) définit la vitesse de plasticité de transformation comme une fonction dépendante de la proportion de phase transformée ( $\varphi(z)$ ) et de la contrainte appliquée (S étant la partie déviatorique du tenseur des contraintes) :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{tp} = K * \varphi'(z) * z * \frac{3}{2} S \quad 1.47$$

K est alors un paramètre de plasticité de transformation à définir, constant, homogène à l'inverse d'une contrainte. La fonction  $\varphi(z)$  est normalisée en z avec  $\varphi(0)=0$  et  $\varphi(1)=1$ .

Différentes études conduisent à des valeurs de K et  $\varphi(z)$  différentes. Dans le cas du modèle de Leblond (*LEB 89*), lorsque les contraintes appliquées sont faibles, l'auteur propose :

$$\varphi(z) = z(1 - \ln z) \text{ et } K = \frac{2\Delta\varepsilon_{12}^{th}}{\sigma_y} \text{ avec } \Delta\varepsilon_{12}^{th} \text{ la différence de compacité entre les deux phases.}$$

J. C. Videau (*VID 96*) a étudié expérimentalement la variation du taux de transformation et a proposé deux fonctions qu'il a comparées aux résultats expérimentaux :  $\varphi(z) = z(1-\ln(z))$  et  $\varphi(z) = z(2-z)$ . Les résultats sont présentés sur la figure 1- 30 pour trois charges appliquées différentes :

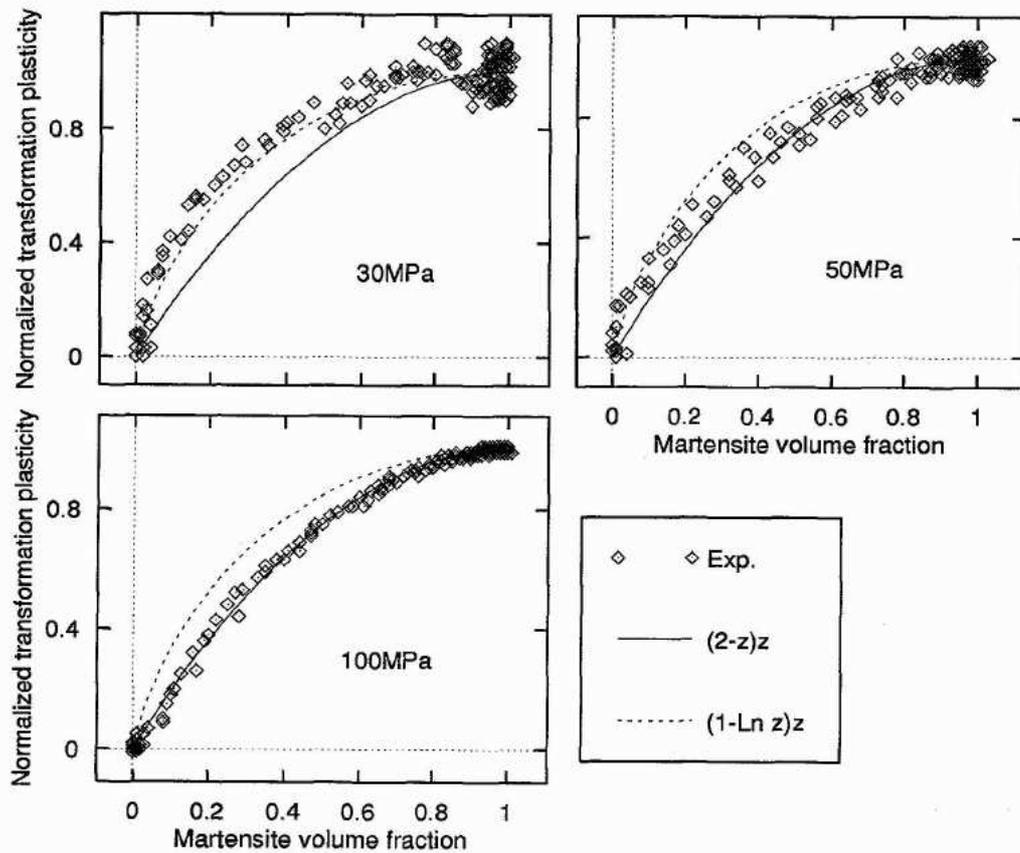


Figure 1-30 : comparaison simulation – expérience de l'évolution de phase transformée en fonction de la contrainte appliquée (VID 96)

Une des particularités du modèle de Leblond est de faire intervenir cette plasticité de transformation uniquement au moment de la transformation de phase.

Ce modèle a ensuite été amélioré (LEB 89) par la prise en compte de nouvelles hypothèses. Des écrouissages isotropes, puis cinématiques, peuvent par exemple être pris en compte. Le mécanisme de Magee peut aussi être rajouté au modèle de Leblond, comme dans le cas du modèle de Fischer (FIS 00).

### 1.2.3.3 Modèle de Videau

Videau et al. (VID 94) se sont aussi intéressés à la modélisation mécanique multiaxiale de la plasticité induite par la transformation. Dans cette étude, les auteurs décrivent une formulation viscoplastique. Ils admettent une additivité du mode de déformation par plasticité de transformation par le mécanisme de Greenwood-Johnson et de la déformation viscoplastique « classique ».

La déformation inélastique du matériau s'écrit alors :

$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{ine} = \underline{\underline{\varepsilon}}^{vp} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{pt} \quad 1.48$$

On définit alors deux domaines d'élasticité avec deux fonctions de charges indépendantes, une pour la viscoplasticité classique et l'autre pour la plasticité de

transformation. Un terme d'écoulement cinématique  $\underline{\underline{X}}$  et un terme d'écoulement isotrope  $\underline{\underline{R}}$  sont ajoutés au modèle.

Les fonctions de charge du domaine de viscoplasticité classique ( $f^{vp}$ ) et de plasticité de transformation  $f^{pt}$  sont définies de la façon suivante :

$$\begin{cases} f^{vp} = \|\underline{\underline{\sigma}}^d - \underline{\underline{X}}^{vp}\|_{vp} - R^{vp} \\ f^{pt} = \phi(\underline{\underline{\sigma}} - \underline{\underline{X}}^{pt}) - R^{pt} \end{cases} \quad 1.49$$

Classiquement les lois d'écoulement vont s'écrire à l'aide des lois de normalité :

$$\begin{cases} \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}^{vp} = \dot{\underline{\underline{v}}} n^{vp} \\ \dot{\underline{\underline{\varepsilon}}}^{pt} = \dot{\underline{\underline{p}}} n^{pt} \end{cases} \quad 1.50$$

avec  $\underline{\underline{n}}^{vp}$  et  $\underline{\underline{n}}^{pt}$  les directions d'écoulement.

$$\begin{cases} \underline{\underline{n}}^{vp} = \frac{\partial f^{vp}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \\ \underline{\underline{n}}^{pt} = \frac{\partial f^{pt}}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \end{cases} \quad 1.51$$

Les équations du modèle s'écrivent :

$$\begin{cases} \dot{\underline{\underline{v}}} = \left\langle \frac{f^{vp}}{K^{vp}} \right\rangle^n \\ \dot{\underline{\underline{p}}} = K^{pt} \langle f^{pt} \rangle \end{cases} \quad 1.52$$

Les paramètres  $n$ ,  $K^{vp}$  et  $K^{pt}$  sont à déterminer par méthode inverse, d'après des essais menés sur le matériau de l'étude.

En ce qui concerne l'écoulement, le couplage des variables cinématiques et isotropes mène à la définition d'une matrice d'écoulement :

$$\begin{pmatrix} \underline{\underline{X}}^{vp} \\ \underline{\underline{X}}^{pt} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C^{vp} C \\ C \quad C^{pt} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \underline{\underline{\alpha}}^{vp} \\ \underline{\underline{\alpha}}^{pt} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \begin{pmatrix} R^{vp} \\ R^{pt} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} R_0^{vp} \\ 0 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} q^{vp} q \\ q \quad q^{pt} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} r^{vp} \\ r^{pt} \end{pmatrix} \quad 1.53$$

Avec les évolutions des variables d'écoulement :

$$\begin{cases} \dot{\underline{\underline{\alpha}}}^{vp} = \dot{\underline{\underline{v}}}(n^{vp} - d^{vp} \underline{\underline{X}}^{vp}) \\ \dot{\underline{\underline{\alpha}}}^{pt} = \dot{\underline{\underline{p}}}(n^{pt} - d^{pt} \underline{\underline{X}}^{pt}) \end{cases} \quad \text{et} \quad \begin{cases} \dot{r}^{vp} = \dot{\underline{\underline{v}}}(1 - b^{vp}(R^{vp} - R_0^{vp})) \\ \dot{r}^{pt} = \dot{\underline{\underline{p}}}(1 - b^{pt} R^{pt}) \end{cases} \quad 1.54$$

où  $C$ ,  $C^{vp}$ ,  $C^{pt}$ ,  $d^{vp}$ ,  $d^{pt}$ ,  $b^{vp}$  et  $b^{pt}$  sont des caractéristiques du matériau.

Ce modèle a été implémenté dans le code de calcul ZéBuLon. La figure 1-31 représente les résultats fournis par le calcul pour la simulation d'une « trempe à induction » d'une éprouvette entaillée axisymétrique en acier :

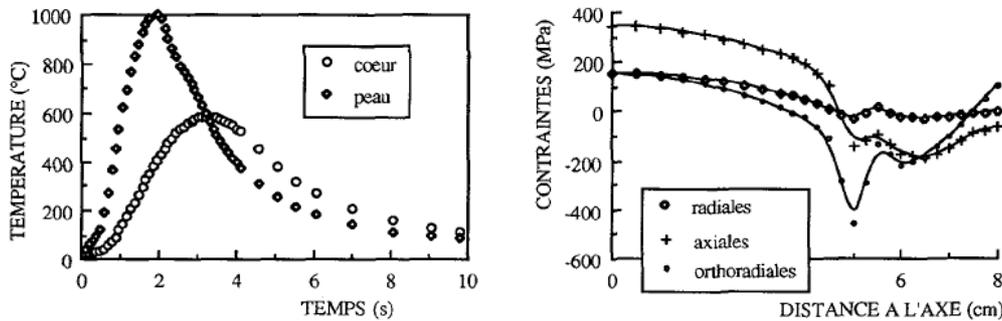


Figure 1-31 : Evolution de la température et des contraintes résiduelles dans la section médiane (VID 94)

### 1.3. Résumé

Dans ce chapitre nous avons mené une étude bibliographique de la simulation numérique des procédés de fonderie. Nous avons vu que la simulation numérique est découpée en deux parties :

-Une première partie thermique : celle-ci s'appuie sur un essai où le moule de coulée est instrumenté par des thermocouples qui permettent de suivre l'évolution de la température au cours du refroidissement en différents points de la structure de coulée. Grâce à ce suivi des températures, on peut définir un paramètre d'échange thermique de chaleur à l'interface matériau/moule, qui permet de construire le modèle numérique thermique et de reconstruire l'évolution de la température au sein du matériau, inaccessible dans notre cas en raison de la très haute température de coulée.

-Une deuxième partie mécanique : celle-ci part des résultats thermiques qui en définissent le chargement. Il convient pour l'étude mécanique de définir les lois de comportement qui régissent le comportement mécanique du matériau en fonction de la température. Dans notre cas, nous avons mis l'accent sur la transformation de phase de la zirconie et sur le phénomène de plasticité de transformation induit. Dans son étude sur les matériaux THTZ, L. Massard (MAS 05) a mis en évidence la déformation importante d'une éprouvette soumise à une contrainte de traction ou de compression, dans l'intervalle de température où la zirconie subit son changement de phase de tétragonale à monoclinique. Par analogie avec le cas de la transformation martensitique des aciers, ce comportement est typique d'une plasticité de transformation : *écoulement plastique anormal provoqué par l'application d'une contrainte au cours de sa transformation* (VID 94).

Ce comportement particulier est pris en compte par les modèles de simulation numérique grâce à l'introduction d'un terme de plasticité de transformation. Nous proposons un modèle simple inspiré du modèle proposé par Leblond (LEB 89I, LEB 89II).

## Liste des figures du chapitre 1:

<i>Tableau 1-1 : récapitulatif des valeurs de coefficient d'échange thermique d'interface pour différents matériaux coulés et différents moules</i> .....	33
<i>Figure 1-1 : flux de chaleur dans un milieu homogène</i> _____	24
<i>Figure 1-2 : flux de chaleur dans un milieu homogène avec interface (SUL 01)</i> _____	24
<i>Figure 1-3 : flux de chaleur entre deux milieux joints par une interface (SUL 01)</i> _____	25
<i>Figure 1-4 : représentation schématique de la résistance thermique d'interface (BAR 72)</i> _____	25
<i>Figure 1-5 : profil qualitatif de l'évolution de la température entre deux matériaux en fonction de la distance.</i>	26
<i>Figure 1-6 : schéma du moule cylindrique de coulée et positionnement des thermocouples (RAJ 07)</i> _____	27
<i>Figure 1-7 : effet du type de moule sur la courbe de refroidissement d'un alliage d'aluminium (RAJ 07).</i> _____	27
<i>Figure 1-8 : variation du flux thermique d'interface avec le temps dans le cas du moule métallique avec et sans ajout de Mg (RAJ07)</i> _____	28
<i>Figure 1-9 : évolution du coefficient d'échange thermique d'interface en fonction du temps pour des alliages d'étain, (SAN 01)</i> _____	28
<i>Figure 1-10 : représentation schématique de la structure de coulée et positionnement des thermocouples dans l'étude menée par (MOR 00).</i> _____	30
<i>Figure 1-11 : coefficient d'échange thermique d'interface entre le moule et le matériau déterminé par méthode inverse. (MOR 00)</i> _____	30
<i>Figure 1-12 : comparaison des résultats de simulation numérique et expérimentaux pour quatre thermocouples. (MOR 00)</i> _____	31
<i>Figure 1-13 : profil de température expérimentale dans le cas de la coulée d'un alliage d'aluminium (ZHA10)</i>	31
<i>Figure 1-14 : schéma de la structure de coulée d'un alliage Al-Sn avec la position des thermocouples (SAH 06).</i>	32
<i>Figure 1-15 : comparaison expérience-simulation dans le cas de la coulée d'un alliage Al-Sn avec un refroidissement unidirectionnel par un moule en cuivre refroidi par circulation d'eau (SAH 06).</i> _____	32
<i>Figure 1-16 : bloc d'alumine, a) coupe dans un plan vertical, b) coupe dans un plan horizontal (AU02)</i> _____	34
<i>Figure 1-17 : évolutions expérimentales et numériques de la température en fonction du temps (AU02)</i> _____	34
<i>Figure 1-18 : courbes de comportement mécanique pour la mise en données du calcul mécanique dans le cas de la coulée de l'alumine (AU02)</i> _____	35
<i>Figure 1-19 : déformation plastique et température en fonction du temps dans le cas de l'alumine (AU02)</i> _____	36
<i>Figure 1-20 : domaine de stabilité de chaque phase de la zircone pure en fonction de la température</i> _____	37
<i>Figure 1-21 : transformation tétragonale-monoclinique de la zircone au chauffage et au refroidissement (WOL 63)</i> _____	37
<i>Figure 1-22 : représentation schématique de la zone en cours de transformation et évolution de <math>\Delta K_{Ic}</math> avec l'évolution de la taille de fissure (EVA 80)</i> _____	39
<i>Figure 1-23 : déformation plastique en fonction de la contrainte sous compression hydraulique</i> _____	40
<i>Figure 1-24 : cycle thermique appliqué au matériau THTZ (MAS05)</i> _____	41
<i>Figure 1-25 : superposition de la courbe de dilatométrie (trait pointillé) et de fluage anisotherme en traction (trait plein) du matériau ZS (MAS05)</i> _____	41
<i>Figure 1-26 : superposition des courbes de dilatométrie (trait pointillé) et de fluage anisotherme en compression (trait plein) du matériau ZS (MAS 05)</i> _____	42
<i>Figure 1-27 : évolution de la déformation totale en fonction de la température pour différents cas de chargement (COR04)</i> _____	43
<i>Figure 1-28 : courbes de déformation au refroidissement d'un alliage Cr-Ni-Mo-Al-Ti sous contraintes de traction. (VID96)</i> _____	44
<i>Figure 1-29 : plasticité de transformation en fonction de la température, comparaison entre simulation numérique (modèle où l'effet Magee est négligé) et résultats expérimentaux. (TAL01)</i> _____	45
<i>Figure 1-30 : comparaison simulation – expérience de l'évolution de phase transformée en fonction de la contrainte appliquée (VID 96)</i> _____	47
<i>Figure 1-31 : Evolution de la température et des contraintes résiduelles dans la section médiane (VID 94)</i> _____	49

---

**Chapitre 2 :**

**Comportement et propriétés mécaniques du  
THTZ au cours du refroidissement**

---



## Sommaire :

### Chapitre 2 : Comportement et propriétés mécaniques du THTZ en cours de refroidissement

<b>Introduction</b>	<b>55</b>
<b>2.1 Fluage : état de l'art</b>	<b>57</b>
2.1.1 Description générale d'un essai de fluage	57
2.1.2 Mécanismes de fluage	59
2.1.3 Dissymétrie de comportement	60
2.1.4 Récapitulatif	61
<b>2.2 Caractérisation expérimentale</b>	<b>62</b>
2.2.1 Démarche expérimentale	62
2.2.1.1 Mode de sollicitation	62
2.2.1.2 Hypothèses faites pour l'analyse des résultats	63
2.2.1.4 Essais réalisés	64
2.2.2 Dispersion expérimentale	64
2.2.3 Résultats expérimentaux : Matériau ZS	66
2.2.4 Résultats expérimentaux : Matériau ZB	69
2.2.5 Résultats expérimentaux : Matériau ZBY1	71
2.2.6 Récapitulatif et comparaison du comportement en fluage des trois matériaux	73
<b>2.3 Détermination d'une loi de comportement</b>	<b>74</b>
2.3.1 Décomposition de la déformation	74
2.3.2 Fonction de charge et écrouissage	75
2.3.3 Loi de comportement viscoplastique	76
2.3.4 Méthode d'optimisation	77
2.3.5 Identification de la loi de comportement	79
2.3.5.1 Matériau ZS	79
2.3.5.2 Matériau ZB	81
2.3.5.3 Matériau ZBY1	82
2.3.6 Résumé	84
<b>2.4 Mesure du module d'élasticité en fonction de la température</b>	<b>85</b>
2.4.1 Module d'Young	85
2.4.1.1 Méthode de mesure du module d'Young macroscopique	85
2.4.1.2 Résultats des mesures	86
2.4.1.4 Conclusion	88
2.4.2 Coefficient de dilatation thermique	90
<b>2.5 Modélisation des déformations irréversibles induites par la transformation de la zirconie</b>	<b>92</b>
2.5.1 Application du modèle de Leblond au cas des matériaux THTZ	92
2.5.2 Mise en évidence expérimentale	92
2.5.3 Loi de comportement	95
<b>2.6 Récapitulatif</b>	<b>97</b>



## Introduction

Ce chapitre a pour but de définir le comportement mécanique d'un matériau à très haute teneur en zircon (THTZ), au cours des différentes étapes du refroidissement, de la température de coulée (2450°C) à la température ambiante.

Au cours du refroidissement, le matériau THTZ subira une transformation liquide-solide ainsi que la transformation de phase avec déformations irréversibles induites par des contraintes faibles. Aux hautes températures, le matériau THTZ aura un comportement viscoplastique (Figure 2.1).

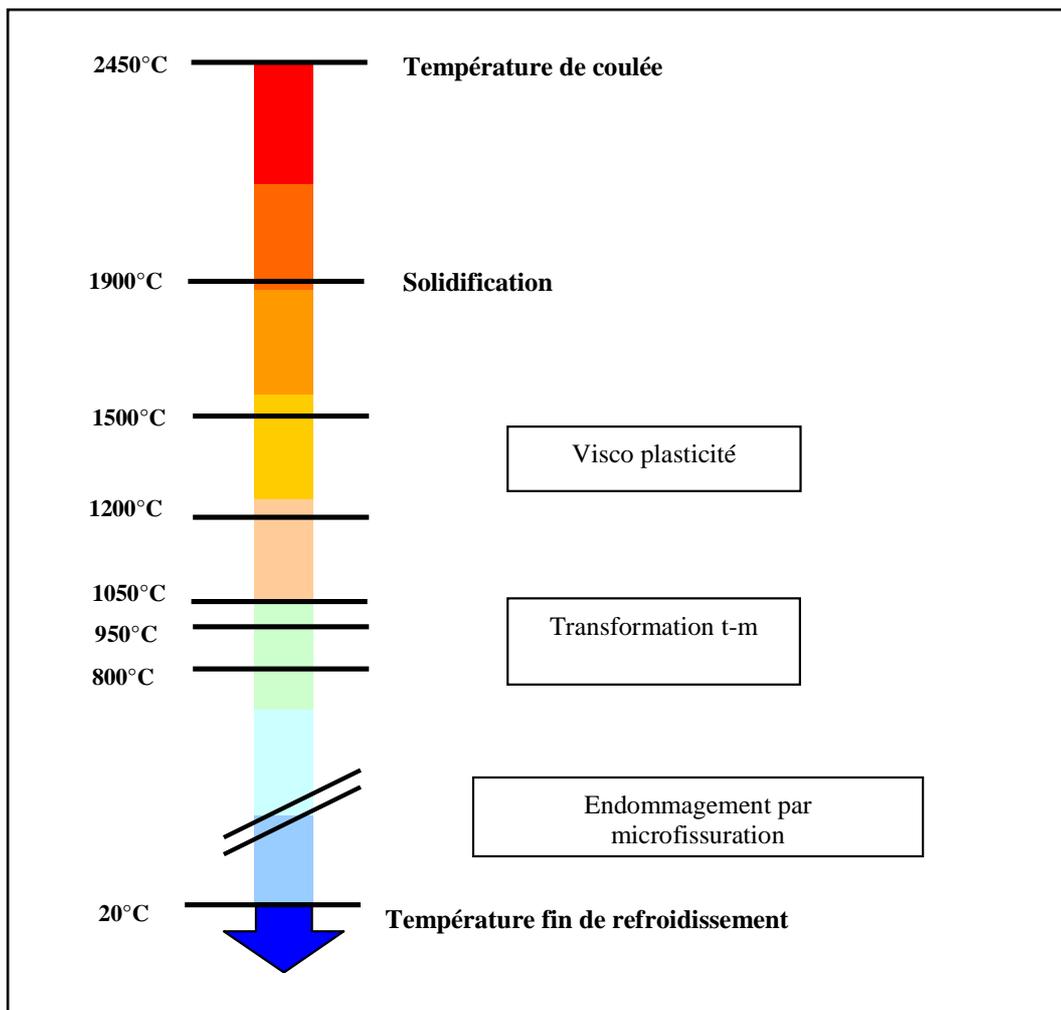


Figure 2-1: représentation schématique des phénomènes intervenant lors du refroidissement du THTZ



Il convient alors de caractériser les propriétés mécaniques du matériau en fonction de la température, afin de construire un modèle numérique capable de calculer les contraintes dans la dalle en fonction du temps, donc de la température.

Le comportement en fluage fera l'objet de la première partie de ce chapitre, tandis que les propriétés mécaniques du matériau en fonction de la température (enthalpie de solidification, module d'Young macroscopique, coefficient de dilatation thermique) seront examinées dans la seconde partie.

## 2.1 Fluage : état de l'art

### 2.1.1 Description générale d'un essai de fluage

Un essai de fluage consiste à mesurer la déformation d'un matériau soumis à une contrainte constante en fonction du temps. Cet essai est généralement effectué à une température constante : il est alors appelé fluage en condition isotherme. Cependant, dans certains cas, pour mettre en évidence des caractéristiques spécifiques, l'essai de fluage peut être réalisé en conditions anisothermes et/ou à contrainte variable. La déformation mesurée est dite viscoplastique ou visqueuse, et croît avec le temps de maintien.

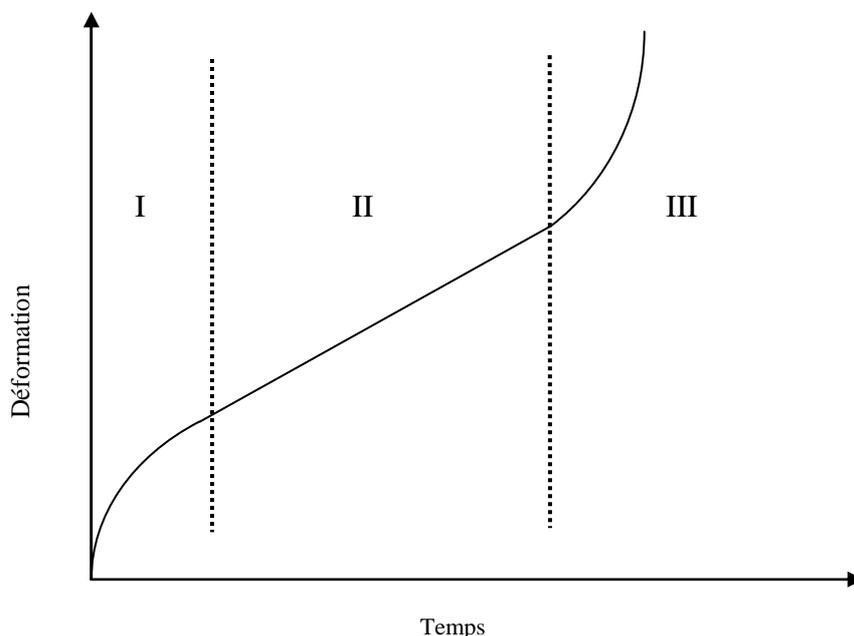


Figure 2-2 : courbe type de fluage sous contrainte constante

La figure 2.2 représente l'allure schématique d'un essai de fluage avec ses trois étapes :

-stade I : appelé « fluage primaire ou transitoire ». La vitesse de déformation décroît en fonction du temps.

-stade II : appelé « fluage secondaire ou stationnaire ». La vitesse de déformation est constante en fonction du temps.

-stade III : appelé « fluage tertiaire » : La vitesse de déformation augmente rapidement en fonction du temps, jusqu'à rupture du matériau.

Les études sur le comportement en fluage portent principalement sur le fluage en régime stationnaire (CAN 83) ou quasi-stationnaire (stade II de la figure 2.2). La vitesse de fluage stationnaire est généralement définie par l'équation (2.1), avec des valeurs de paramètres de fluage qui vont varier en fonction du type de mécanisme de fluage :

$$\dot{\varepsilon} = \frac{ADGb}{kT} \left(\frac{b}{d}\right)^p \left(\frac{\sigma}{G}\right)^n \quad 2.1$$

avec : A : constante caractéristique du matériau

b : vecteur de Burgers

T : température

p : exposant de taille de grain

G : module de cisaillement

k : constante de Boltzmann

d : taille de grain

n : exposant de contrainte

$D = D_0 e^{\frac{-Q}{RT}}$  : coefficient de diffusion caractérisé par l'énergie d'activation Q.

En écrivant la vitesse de fluage stationnaire sous la forme de l'équation (2.2) et (2.3), il devient alors possible de déterminer, à partir de résultats d'essais de fluage à différentes contraintes et différentes températures, les valeurs des paramètres n et Q de l'équation (1).

Pour cela, dans l'espace  $[\ln(\sigma_{\max}^{\text{élast}}); \ln(\dot{\varepsilon}_{\max}^{\text{élast}})]$ , la pente de la droite de régression reliant les résultats d'essais à différentes contraintes donnera l'exposant de contrainte n. La valeur de l'énergie d'activation correspondra à la pente de la courbe reliant les courbes obtenues pour différentes températures dans l'espace  $\left[-\frac{1}{RT}; \ln(\dot{\varepsilon}_{\max}^{\text{élast}})\right]$ .

$$\dot{\varepsilon} = A\sigma^n \exp\left(\frac{-\Delta Q}{RT}\right) \quad 2.2 \text{ et } 2.3$$

$$\frac{\dot{\varepsilon}}{\sigma^n} \propto \exp\left(\frac{-\Delta Q}{RT}\right)$$

Un bref rappel des différents mécanismes de fluage possibles sera fait dans le paragraphe suivant. Dans le cas des céramiques, la connaissance des paramètres n'est généralement pas suffisante pour accéder aux mécanismes de déformation sous-jacents.

### 2.1.2 Mécanismes de fluage

J. P. Poirier (*POI 85*) ainsi que Cannon et Langdon (*CAN 83, CAN 88*) sont les références en termes de description du fluage. Ces auteurs classent le fluage en deux catégories, en fonction du domaine de contraintes concerné relié à l'exposant de contrainte  $n$  de l'équation (2.1) : domaine des fortes contraintes et domaine des faibles contraintes.

-D'une part, le domaine des fortes contraintes, qui fait intervenir des mécanismes de montée et de glissement de dislocations à haute température. Le « **fluage dislocation** » intragranulaire, indépendant de la taille de grains ( $p=0$ ) est associé à des exposants de contraintes compris entre 3 et 6 et concerne principalement les métaux.

-D'autre part, le domaine des faibles contraintes ( $n=1$ ). Les mécanismes alors mis en jeu sont des mécanismes diffusionnels, dépendant cette fois-ci de la taille de grains ( $p \neq 0$ ). Il existe deux types de « **fluage diffusionnel** », suivant que les mécanismes de déformation opèrent de manière intragranulaire (**fluage de type Nabarro-Herring**) ou le long des joints de grains (**fluage de type Coble**).

Une synthèse des différents mécanismes de fluage, ainsi que de la valeur des paramètres associés, telle que celle réalisée dans la thèse de L. Massard (*MAS 05*) illustre la diversité des mécanismes de fluage des matériaux, notamment pour les matériaux céramiques contenant une phase vitreuse. Cette phase amorphe présente aux joints de grains peut permettre un glissement relatif des grains, mais aussi accélérer les phénomènes diffusionnels (*PHA 83*). De nombreux modèles ont été développés, comme ceux d'une déformation associée à un mécanisme de dissolution – réprécipitation (*RAJ 81*), ou à un mécanisme de redistribution de phase vitreuse (*DRY 89*).

Cependant, la plupart des modèles développés pour décrire le fluage des céramiques l'a été sur la base d'une microstructure homogène constituée de grains individualisés liés par une phase vitreuse. Le cas des THTZ est différent puisque, si une phase vitreuse est présente en grande quantité, la percolation du squelette de zircone et l'enchevêtrement des dendrites limitent fortement tous types de « glissement inter granulaire ». De ce fait, les THTZ ne peuvent être simplement comparés à des céramiques traditionnelles, que ce soit au niveau des mécanismes de déformations qu'à celui des valeurs des paramètres définissant la loi de fluage.

Les travaux de L. Massard (*MAS 05*) sur le matériau ZS ont permis d'identifier le fluage pour des températures supérieures à 800°C (en dessous de cette température aucune déformation en traction n'est mesurable). Ils confirment en cela un comportement purement élastique du matériau pour des températures inférieures à celle la transition vitreuse de la phase interdendritique ( $T_g \sim 780^\circ\text{C}$ ).

Des essais en conditions isothermes entre 900°C et 1450°C en traction ont débouché sur une estimation de l'influence de la température et de la contrainte sur le comportement en fluage. Les équations (2.2) et (2.3), loi de fluage stationnaire, permettent alors la détermination des paramètres de fluage définis par l'équation (2.1), comme l'exposant de contraintes  $n$  et l'énergie d'activation  $\Delta G$  (Tableau 2-1).

	A (MPa .s <sup>-1</sup> )	n	$\Delta G$ (J.mol <sup>-1</sup> )
<b>Matériau ZS</b>	2.25 10 <sup>-5</sup>	2.3	103560

Tableau 2-1 : paramètres de la loi de fluage du matériau THTZ ER 1195 (*MAS 05*)

La faible valeur de l'exposant de contrainte laisse augurer d'un fluage de type diffusionnel. De plus, des observations microstructurales après des essais de traction révèlent un endommagement caractérisé par une cavitation de la phase vitreuse, localisée à l'interface verre/zircone (MAS 05). Cet endommagement est sans doute responsable de la valeur identifiée de l'exposant de contrainte supérieure à l'unité.

### 2.1.3 Dissymétrie de comportement

La figure 2.3 (MAS 05) illustre le comportement fortement dissymétrique des matériaux THTZ en traction et en compression : le taux de déformation obtenu en traction est beaucoup plus important que celui obtenu en compression.

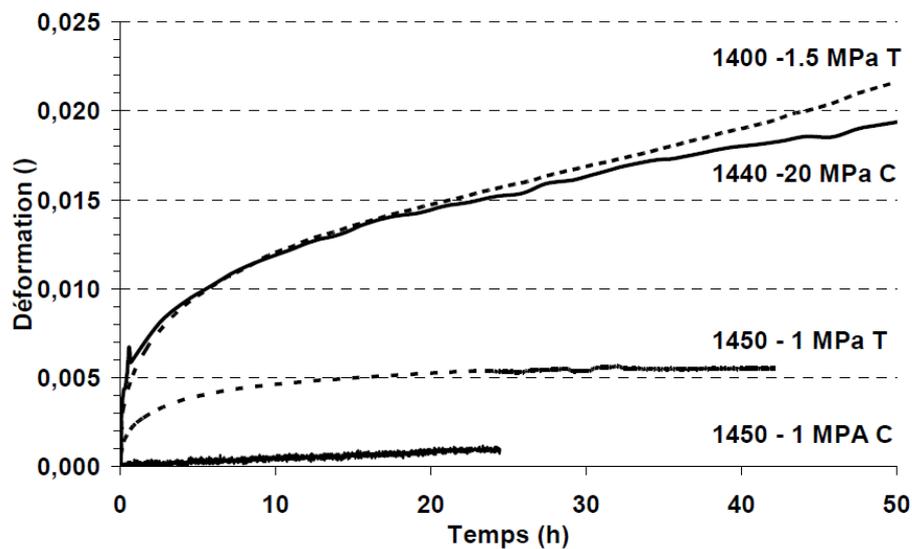


Figure 2-3 : comparaison de courbes de fluage obtenues en compression et en traction (MAS 05)

Cette dissymétrie de comportement ayant été mise en évidence, nous nous sommes interrogés sur la nécessité de sa prise en compte dans notre étude. Prendre en compte une dissymétrie de comportement en traction et compression nécessite l'utilisation de lois de comportement en fluage complexes qui ne sont pas forcément disponibles dans les codes de calcul par éléments finis du commerce. De nombreux paramètres sont à identifier par des essais mécaniques de traction et de compression. L'expérience de L. Massard a révélé la difficulté de mettre en œuvre de tels essais. Par exemple, les niveaux de déformations à mesurer en compression étant très faibles l'application d'une contrainte inférieure à 2MPa entraîne une forte dispersion sur les résultats (Figure 2-4). Inversement, l'application d'une contrainte supérieure à 2MPa en traction expose à une rupture prématurée de l'éprouvette (Figure 2-5). Dans le cadre de notre étude, il a donc été délibérément choisi de caractériser le comportement en fluage par des essais de flexion, moins onéreux en termes de coût d'éprouvette, et de mise en œuvre plus facile et rapide. Notons que l'expérience du programme PROMETHEREF avait permis de vérifier que les résultats fournis par les essais de flexion étaient bien compris entre ceux fournis par les essais de compression et ceux de traction.

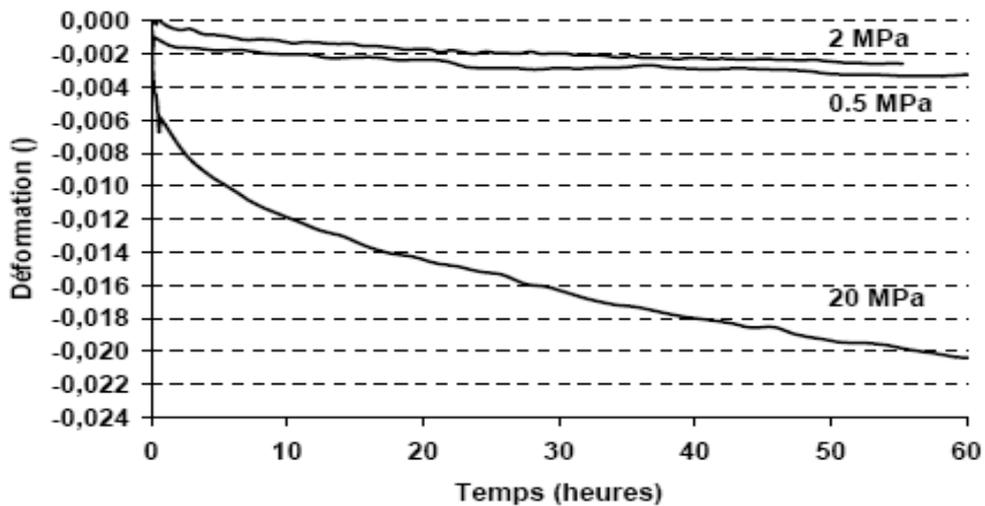


Figure 2-4 : courbes de fluage obtenues en compression sur le matériau ZS à 1440°C (MAS 05)

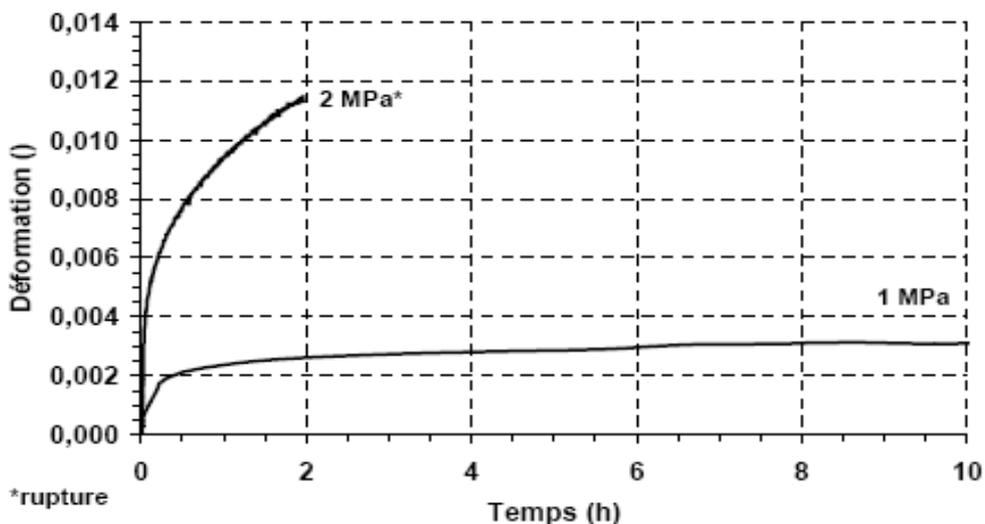


Figure 2-5 : courbes de fluage obtenues en traction sur le matériau ZS à 1350°C (MAS 05)

### 2.1.4 Récapitulatif

Les études menées en traction et en compression sur le matériau ZS ont permis de cibler une gamme de température ( $T > 800^{\circ}\text{C}$ ) dans laquelle le matériau a un comportement viscoplastique. Dans cette plage de température, l'étude de L. Massard (MAS 05) a révélé un comportement du matériau ZS différent en traction et en compression : les déformations en compression sont plus faibles qu'en traction.

Dans notre étude, à des fins de simplification et d'efficacité, nous avons toutefois choisi de considérer un comportement symétrique et d'identifier celui-ci à partir d'essais de flexion trois points.

## 2.2 Caractérisation expérimentale

Cette partie traitera des essais mécaniques réalisés pour la caractérisation expérimentale du comportement en fluage des trois nuances de matériau étudiées (ZS, ZB et ZY), ainsi que de l'établissement de leur loi de comportement.

### 2.2.1 Démarche expérimentale

#### 2.2.1.1 Mode de sollicitation

Lors des études précédentes, le comportement en fluage a été caractérisé par différents modes de sollicitations : traction, compression et flexion. Dans notre étude, le comportement en fluage a été caractérisé par des essais de flexion trois points.

La technique de caractérisation en flexion trois points, utilisée très fréquemment dans le cas des matériaux céramiques, présente de nombreux avantages. Elle permet, entre autres, de faire des essais sur des géométries simples d'éprouvettes (Figure 2-6) et de s'affranchir partiellement des problèmes d'alignement de montage. De plus, les déformations en flexion induisent des flèches relativement importantes, donc plus faciles à mesurer à haute température.

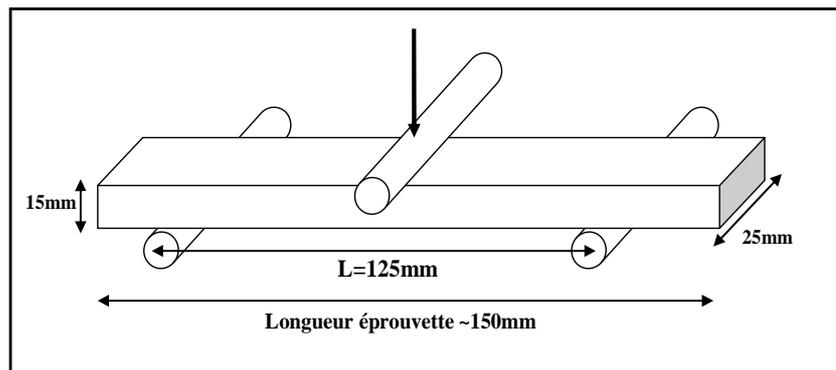


Figure 2-6 : géométrie des éprouvettes pour la caractérisation expérimentale du comportement en flexion trois points

La figure 2-6 illustre la géométrie des éprouvettes utilisées pour la caractérisation expérimentale du fluage au Centre des Matériaux. Cette géométrie d'éprouvette pour la caractérisation expérimentale du comportement mécanique en flexion trois points est beaucoup moins onéreuse que celle utilisée pour les essais de traction dans le programme PROMETHEREF.

Comme indiqué sur la figure 2-7, l'éprouvette parallélépipédique ( $150 \times 25 \times 15 \text{ mm}^3$ ) est placée dans un four dont la carcasse est refroidie par un système de circulation d'eau. Elle repose sur deux rouleaux d'appuis en alumine, eux mêmes supportés par une sole en alumine.

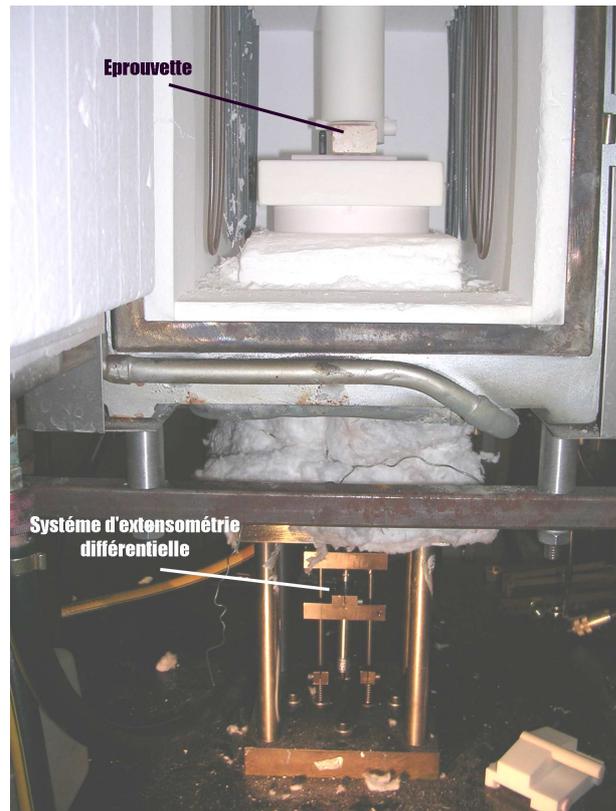


Figure 2-7 : dispositif d'essai de flexion trois points à haute température

Un système d'extensométrie différentielle constitué de deux palpeurs en alumine permet de mesurer la flèche de l'éprouvette grâce à un capteur LVDT placé en zone froide.

#### 2.2.1.2 Hypothèses faites pour l'analyse des résultats

Pour analyser les résultats obtenus en flexion, nous nous sommes placés dans l'hypothèse d'un comportement élastique du matériau.

Dans cette hypothèse, en flexion trois points, les équations (2.4) et (2.5) permettent de calculer la déformation et la contrainte maximales à partir de la flèche et de la charge mesurées :

$$\mathcal{E}^{\text{élast}} = \frac{6 \cdot e \cdot f_{\text{mesurée}}}{l^2} \quad 2.4$$

$$\sigma^{\text{élast}} = \frac{3 \cdot l \cdot F_{\text{mesurée}}}{2 \cdot b \cdot e^2} \quad 2.5$$

Avec :  $f \rightarrow$  flèche mesurée  
 $F \rightarrow$  force mesurée  
 $e \rightarrow$  épaisseur de l'éprouvette

$l \rightarrow$  entraxe 125mm  
 $b \rightarrow$  largeur de l'éprouvette

### 2.2.1.4 Essais réalisés

Les essais de flexion trois points ont été réalisés au Centre des Matériaux sur les trois nuances de THTZ : ZS, ZB et ZY.

Le protocole d'essai a été le même pour les trois matériaux (voir introduction générale), ainsi que les contraintes et les températures étudiées (Tableau 2-2) :

La flèche est mesurée par l'extensomètre quelques minutes après l'application de la charge afin d'éviter les problèmes liés au positionnement de l'éprouvette. Nous avons validé cette démarche en effectuant deux essais dans les mêmes conditions en mesurant ou non la déformation durant cette phase de pré-charge. On en conclut que, lors de cette phase, les déformations sont minimales par rapport à la déformation totale de l'éprouvette après essai ce qui valide notre procédure d'essai. Par ailleurs, nous avons vérifié que les flèches finales des éprouvettes, mesurées à température ambiante en fin d'essai, étaient en accord avec les mesures fournies par l'extensomètre.

	<b>0.5MPa</b>	<b>1MPa</b>	<b>2MPa</b>
<b>1300°C</b>		ZS : 3 essais ZB : 3 essais ZY : 1 essai	
<b>1350°C</b>		ZS : 2 essais ZB : 3 essais ZY : 1 essai	
<b>1400°C</b>	ZS : 2 essais ZB : 1 essai ZY : 1 essai	ZS : 3 essais ZB : 3 essais ZY : 2 essais	ZS : 2 essais ZB : 2 essais ZY : 2 essais

**Tableau 2-2 : récapitulatif des essais réalisés en flexion trois points pour les trois nuances de THTZ**

Le but de l'étude expérimentale est d'identifier les valeurs des paramètres de la loi de fluage, comme l'exposant de contrainte  $n$  et l'énergie d'activation  $\Delta G$ . Pour cela, une étude en fonction de la contrainte à température constante (1400°C), ainsi qu'une étude en fonction de la température à contrainte constante (1MPa), ont été réalisées.

Grâce à la matrice d'essais donnée dans le tableau Tab 2-2, les influences de la température et de la contrainte appliquée sur le comportement en fluage des matériaux THTZ ont pu être mises en évidence.

### 2.2.2 Dispersion expérimentale

Pour les trois nuances de matériaux THTZ (figure 2-8 2-9 et 2-10), une forte dispersion des résultats en fluage est constatée.

Tous les résultats ne sont pas présentés ici, seuls trois exemples sont donnés (l'ensemble des résultats d'essais, soit une trentaine, figure en Annexe A) :

- Deux essais sur le matériau ZS, à 1350°C sous 1 MPa (Figure 2-8). Pour les mêmes conditions d'essai, la déformation maximale atteinte est de 0.05% dans un cas et de 0.1% dans l'autre, soit le double.

- Trois essais sur le matériau ZB, à 1400°C, 1MPa (Figure 2-9). Ces essais ont été réalisés sur des éprouvettes issues de plaques provenant de coulées différentes. La déformation est comprise entre 0.1% et 0.2%. Dans le cas du matériau ZB, pour une température de 1400°C la dispersion peut également atteindre 100%.
- Deux essais sur le matériau ZY, à 1400°C et sous 2MPa (Figure 2-10). Dans ce cas, une dispersion supérieure à 100% est observée.

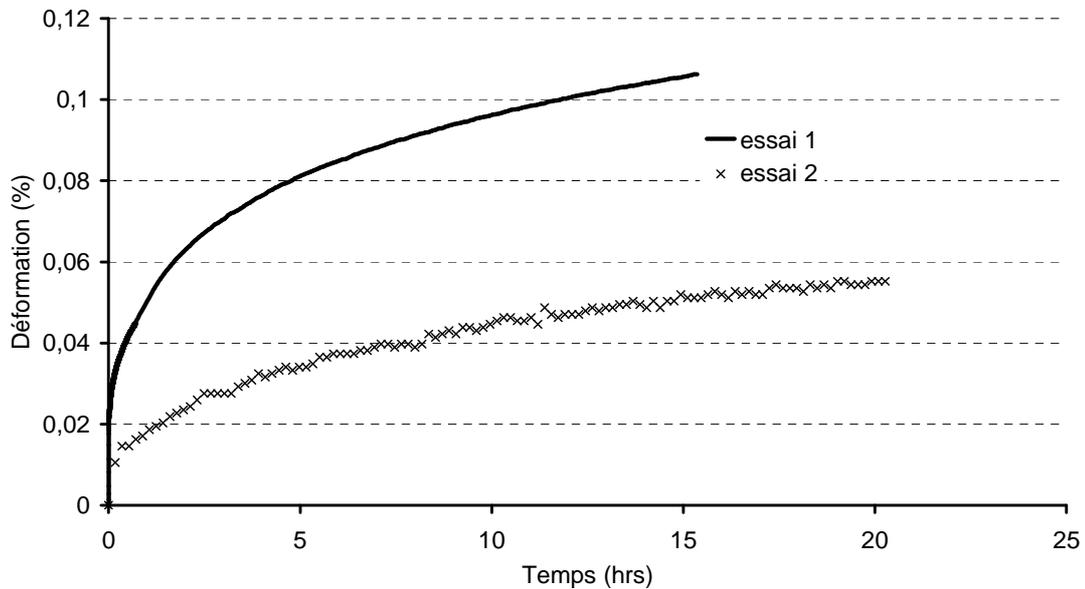


Figure 2-8 : comparaison de deux essais réalisés sur le matériau ZB, 1350°C, 1MPa

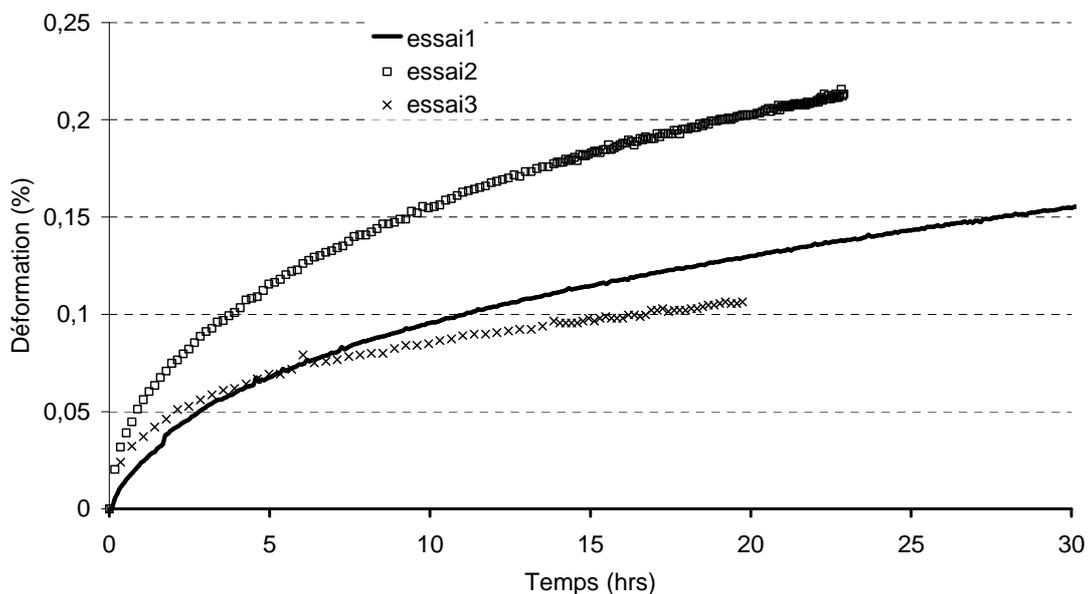


Figure 2-9 : comparaison de trois essais réalisés sur le matériau ZB, 1400°C, 1MPa

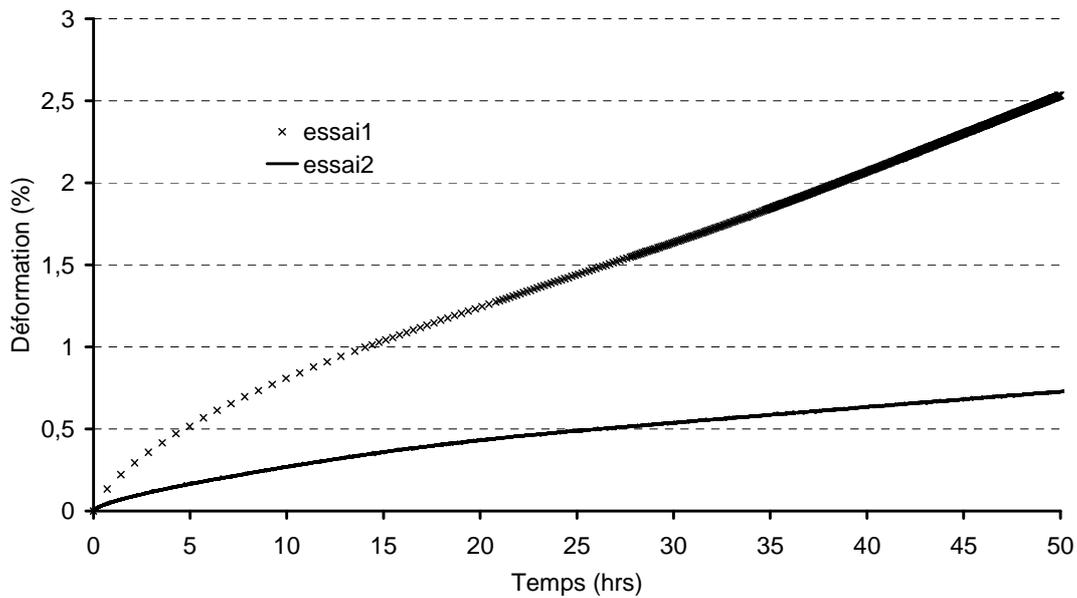


Figure 2-10 : comparaison de deux essais réalisés sur le matériau ZY, 1400°C, 2MPa

Cette dispersion importante, déjà révélée lors du programme PROMETHEREF, est intrinsèque au matériau. Elle intervient quelles que soient les précautions prises quant au lieu de prélèvement des éprouvettes dans la dalle, au soin opératoire et au dispositif d'essai. Elle pourrait sans doute être réduite par l'utilisation d'éprouvettes de plus grande taille permettant de solliciter un volume plus représentatif de matériau.

Face à ce problème, les essais (Tableau 2-2) ont été multipliés et c'est la moyenne des résultats obtenus qui a été utilisée pour la détermination de la loi de fluage.

### 2.2.3 Résultats expérimentaux : Matériau ZS

Les figures 2-11 et 2-12 illustrent, pour le matériau ZS, l'influence de la contrainte et de la température sur la déformation en fluage. Après 60 heures de fluage, l'établissement d'un régime de fluage stationnaire n'est pas évident. Les influences de la contrainte et de la température ont donc été évaluées empiriquement à partir des vitesses de déformation moyennes sur la plus longue durée d'essai commune, soit 60h.

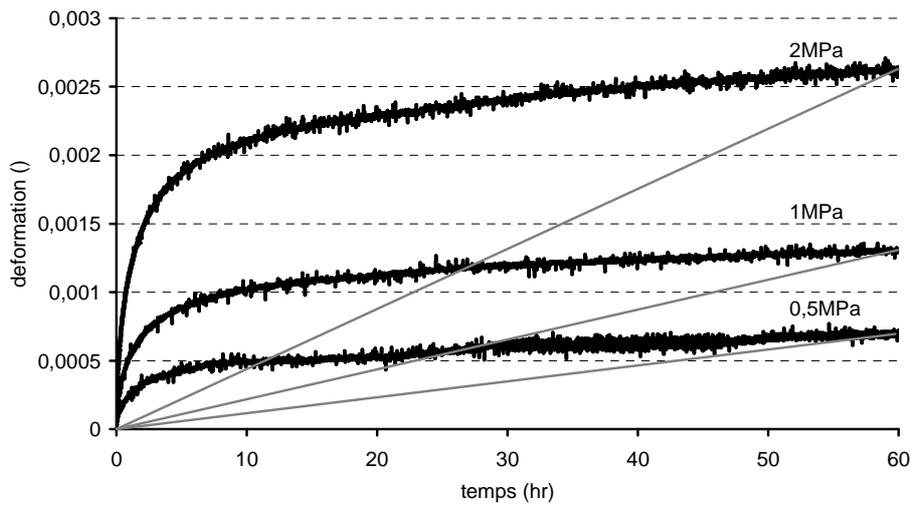


Figure 2-11 : influence de la contrainte sur le fluage isotherme en flexion trois points, matériau ZS.

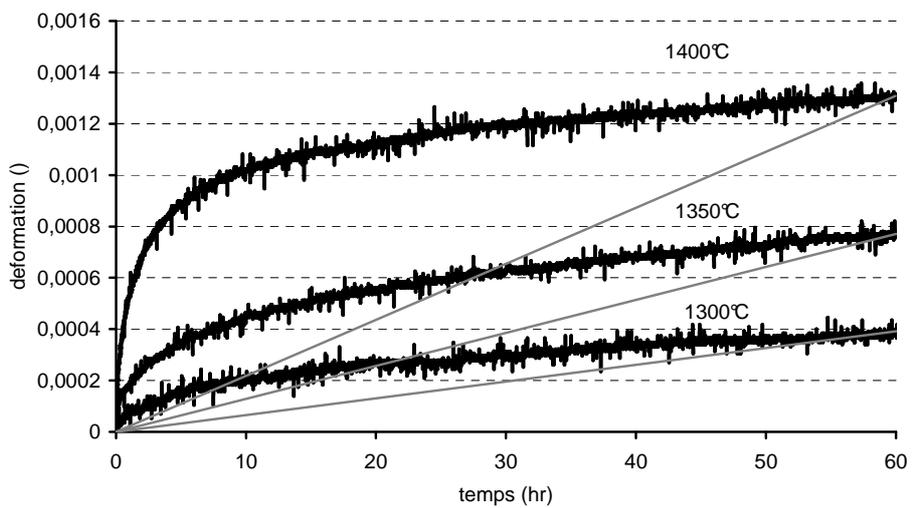


Figure 2-12 : influence de la température sur le fluage isotherme en flexion trois points, matériau ZS

avec

$$\dot{\epsilon}_{moy} = \frac{\epsilon(t = 60hrs)}{60 * 3600} \quad 2.6$$

D'après les équations (2.2) et (2.3) (§ 2.1.2), l'exposant de contrainte  $n$  et l'énergie d'activation peuvent être déterminés :

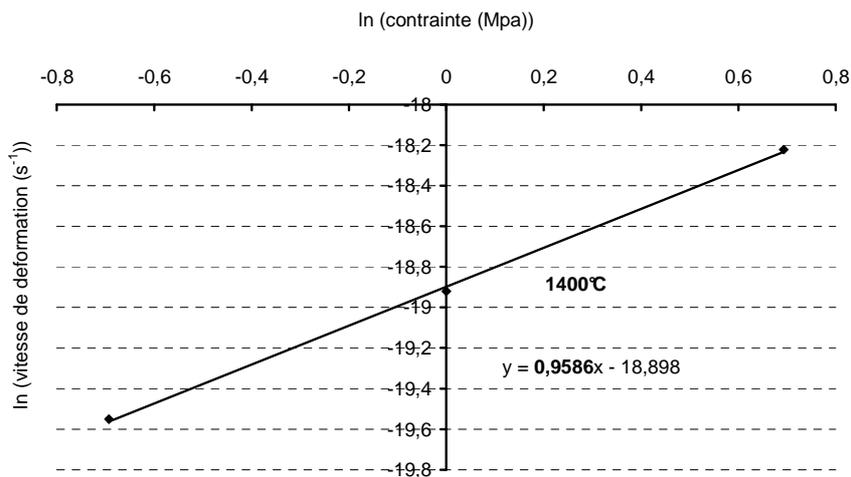


Figure 2-13 : détermination de l'exposant de contrainte à 1400°C, pour le matériau ZS

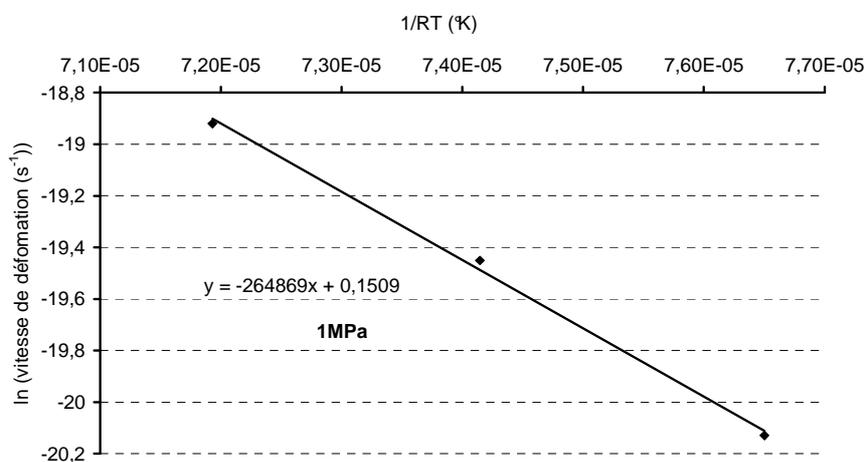


Figure 2-14 : détermination de l'énergie d'activation pour le matériau ZS

ZS	Contraintes (MPa)	Vitesse moyenne de déformation ( $s^{-1}$ )	Exposant de contrainte n	Energie d'activation $kJ.mol^{-1}$
Température 1400°C	0.5	$3.23^{e-9}$	<b>0.96</b>	<b>265</b>
	1	$6.07^{e-9}$		
	2	$1.22^{e-8}$		
Contrainte 1MPa	Températures (°C)			
	1300	$1.81^{e-9}$		
	1350	$3.57^{e-9}$		
	1400	$6.07^{e-9}$		

Tableau 2-2 : vitesse de déformation moyenne, exposant de contrainte et énergie d'activation pour le matériau ZS.

## 2.2.4 Résultats expérimentaux : Matériau ZB

Dans le cas du matériau ZB, l'influence de la contrainte est visible (Figure 2-15) comme dans le cas du matériau ZS. En ce qui concerne la température, le comportement en fluage du matériau ZB est similaire à 1300°C et à 1350°C (Figure 2-16). Malgré les nombreux essais réalisés à ces températures, il s'est révélé impossible de différencier les comportements du matériau ZB à 1300 °C et à 1350°C. Pour estimer l'énergie d'activation du matériau ZB, nous avons donc choisi de considérer le même taux de déformation pour 1300°C et 1350°C.

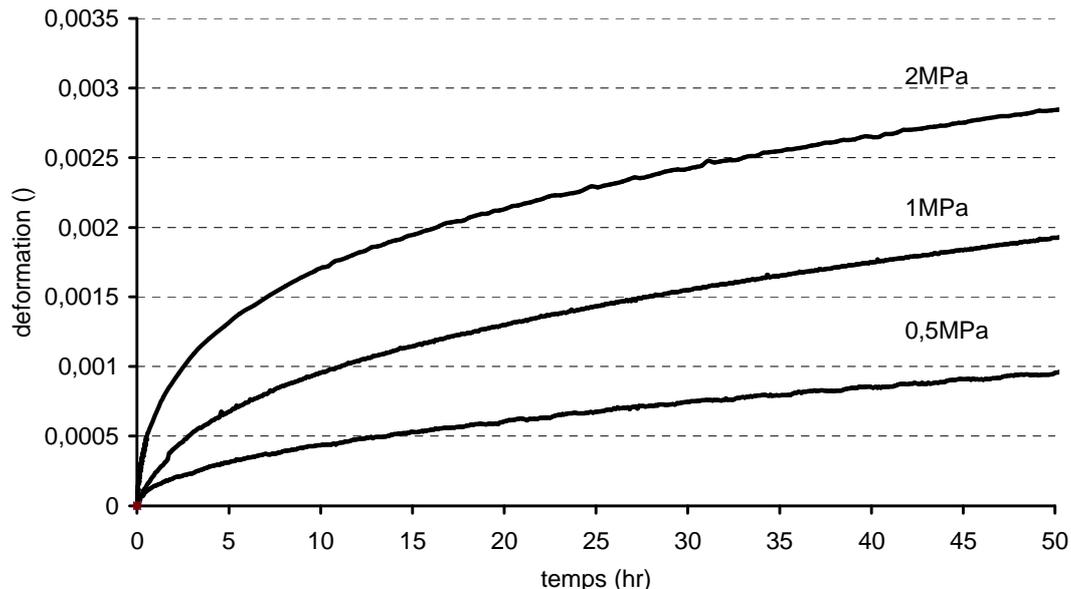


Figure 2-15 : influence de la contrainte sur le fluage isotherme en flexion trois points, matériau ZB.

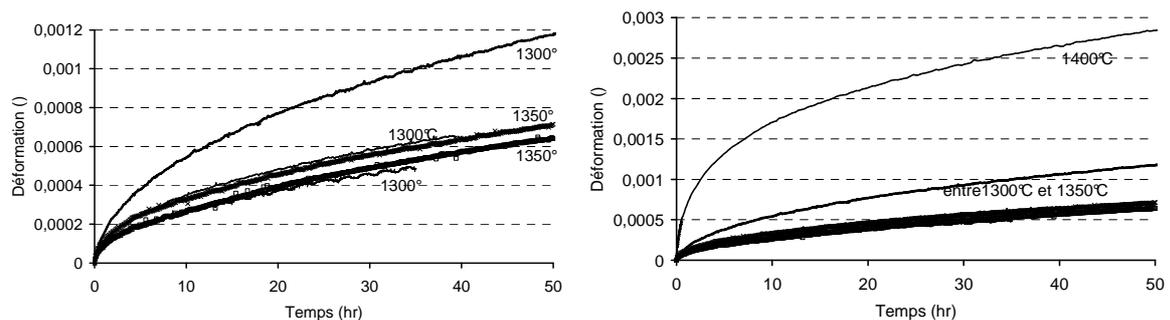


Figure 2-16 : influence de la température sur le fluage isotherme en flexion trois points, matériau ZB.

De la même façon que pour le matériau ZS, l'exposant de contrainte  $n$  est déterminé en traçant la vitesse de déformation en fonction de la contrainte en coordonnées logarithmiques. Pour cette nuance de THTZ, l'exposant de contrainte  $n$  est estimé à 0.78. Nous avons, de la même manière que pour le matériau ZS, calculé une énergie d'activation (Figure 2-17).

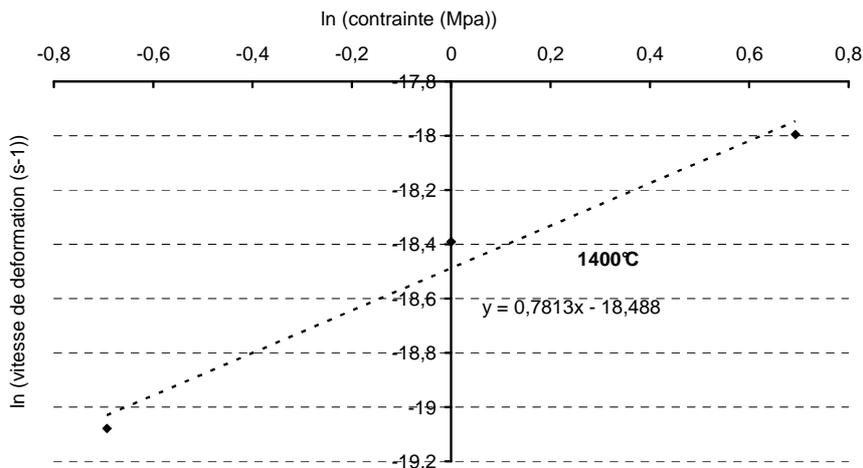


Figure 2-17 : détermination de l'exposant de contrainte à 1400°C, pour le matériau ZB.

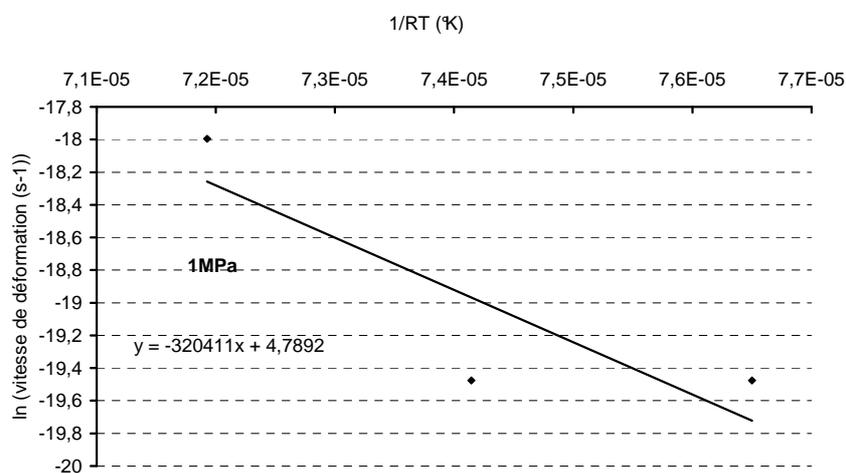


Figure 2-18 : détermination de l'énergie d'activation, pour le matériau ZB.

ZB	Contraintes (MPa)	Vitesse moyenne de déformation (s <sup>-1</sup> )	Exposant de contrainte n	Energie d'activation kJ.mol <sup>-1</sup>
Température 1400°C	0.5	$5.18 \times 10^{-9}$	<b>0.78</b>	<b>320</b>
	1	$1.03 \times 10^{-8}$		
	2	$1.53 \times 10^{-8}$		
Contrainte 1MPa	Températures (°C)			
	1300	$3.48 \times 10^{-9}$		
	1350	$3.48 \times 10^{-9}$		
	1400	$1.53 \times 10^{-8}$		

Tableau 2-3 : vitesse de déformation moyenne, exposant de contrainte et énergie d'activation pour le matériau ZB.

### 2.2.5 Résultats expérimentaux : Matériau ZBY1

Les figures ci-dessous (figure 2-19 et figure 2-20) représentent respectivement l'influence de la contrainte et de la température sur le comportement en fluage du matériau ZBY1.

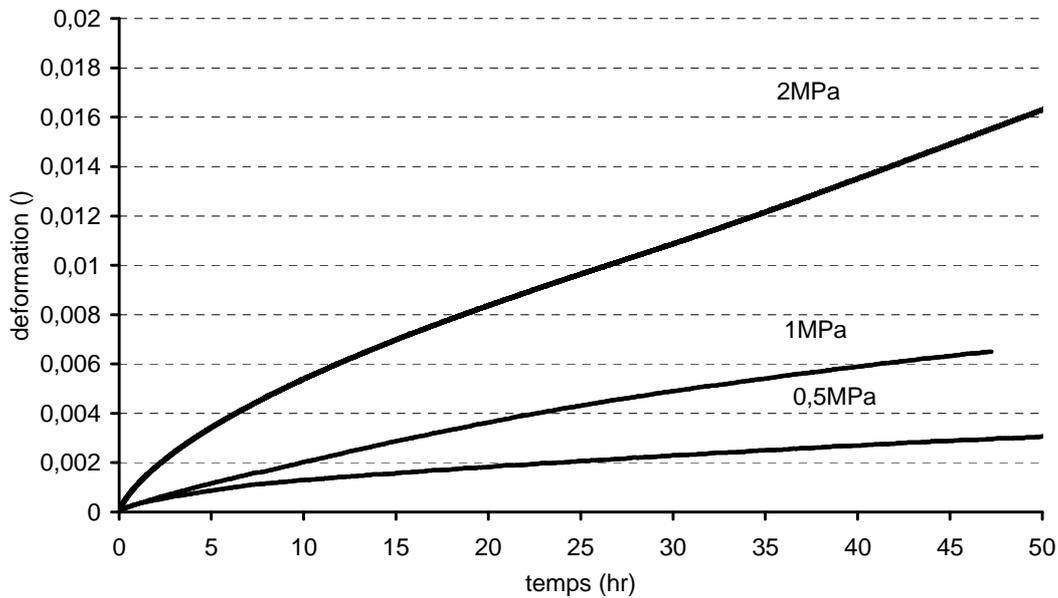


Figure 2-19 : influence de la contrainte sur le fluage isotherme en flexion trois points, matériau ZBY1.

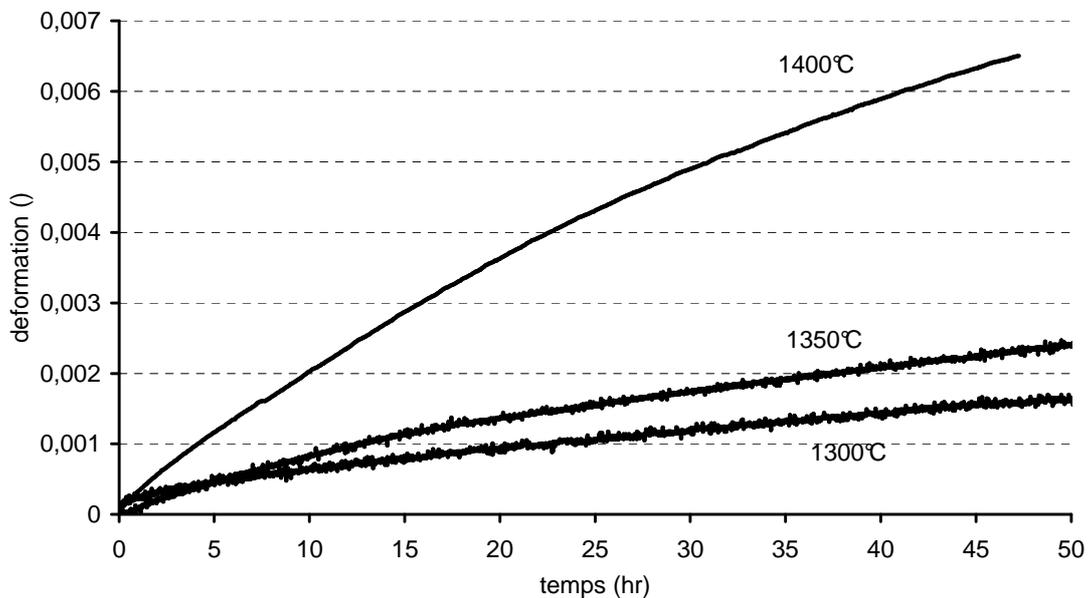


Figure 2-20 : influence de la température sur le fluage isotherme en flexion trois points, matériau ZBY1.

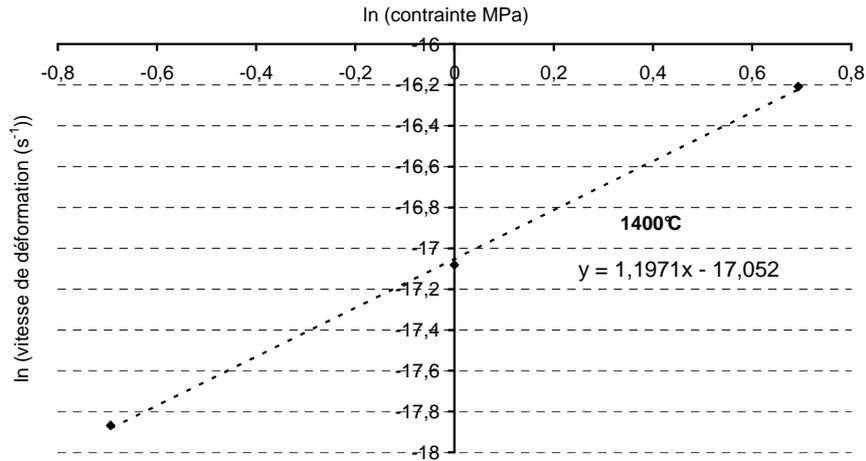


Figure 2-32 : détermination de l'exposant de contrainte à  $1400^\circ\text{C}$ , pour le matériau ZBY1.

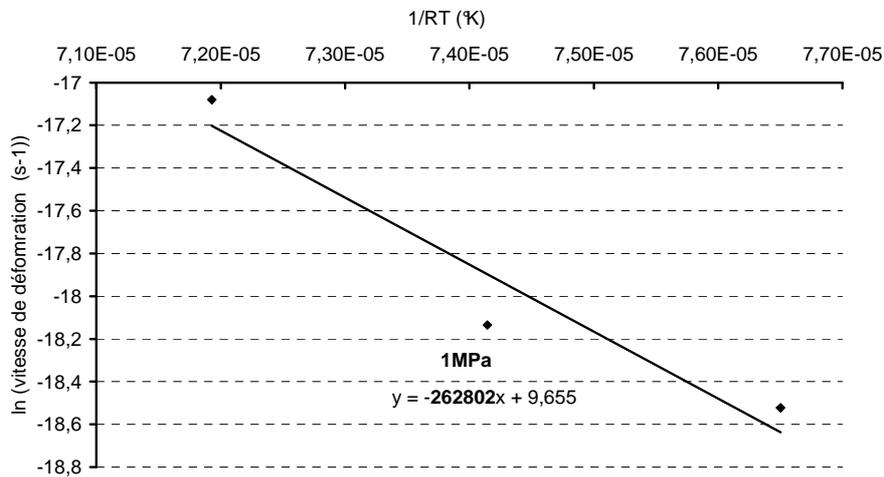


Figure 2-33 : détermination de l'énergie d'activation, pour le matériau ZBY1.

ZBY1	Contraintes (MPa)	Vitesse moyenne de déformation ( $\text{s}^{-1}$ )	Exposant de contrainte n	Energie d'activation $\text{kJ}\cdot\text{mol}^{-1}$
Température $1400^\circ\text{C}$	0.5	$1.73\text{e}^{-8}$	<b>1.2</b>	<b>263</b>
	1	$3.82\text{e}^{-8}$		
	2	$9.14\text{e}^{-8}$		
Contrainte $1\text{MPa}$	Températures ( $^\circ\text{C}$ )	$9.03\text{e}^{-9}$		
	1300			
	1350			
	1400	$3.82\text{e}^{-8}$		

Tableau 2-5 : vitesse de déformation moyenne, exposant de contrainte et énergie d'activation pour le matériau ZBY1.

## 2.2.6 Récapitulatif et comparaison du comportement en fluage des trois matériaux

Dans le tableau 2-6 sont récapitulés les exposants de contrainte et les énergies d'activation déterminés pour les trois nuances de matériau THTZ par les essais de fluage en flexion trois points. L'exposant de contrainte très proche de 1 pour les trois nuances confirme les résultats trouvés dans la littérature (*MAS 05*) et semble indiquer un fluage associé à des mécanismes diffusionnels.

	exposant de contrainte n	énergie d'activation $\text{kJ.mol}^{-1}$
<b>ZS</b>	0.96	265
<b>ZB</b>	0.78	320
<b>ZBY1</b>	1.2	263

Tableau 2-6 : exposant de contrainte et énergie d'activation pour les trois nuances de matériaux THTZ.

Les figures 2-23, 2-24 et 2-25, obtenues pour des chargements respectifs de 2MPa, 1MPa et 0.5MPa, comparent les comportements en fluage en fonction de la contrainte à 1400°C pour les trois nuances :

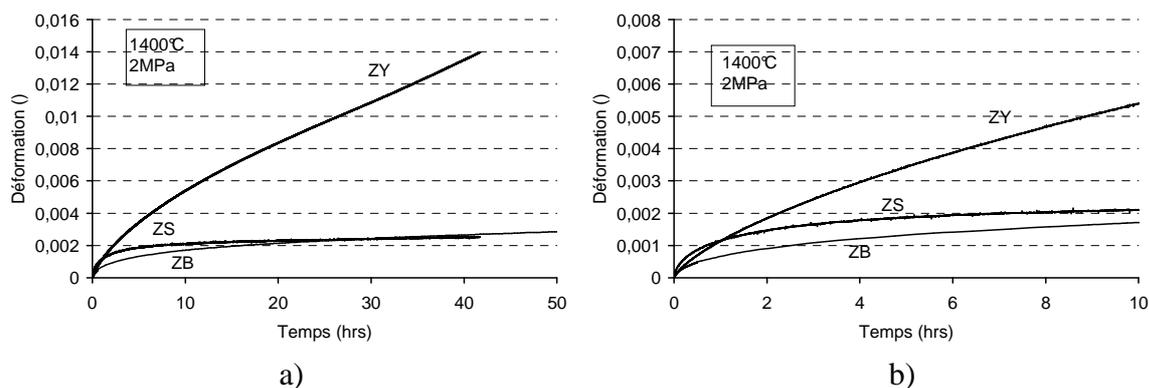


Figure 2-23 : comparaison du comportement en fluage à 1400°C sous 2MPa pour les trois nuances : a) 50 heures, b) 10 heures.

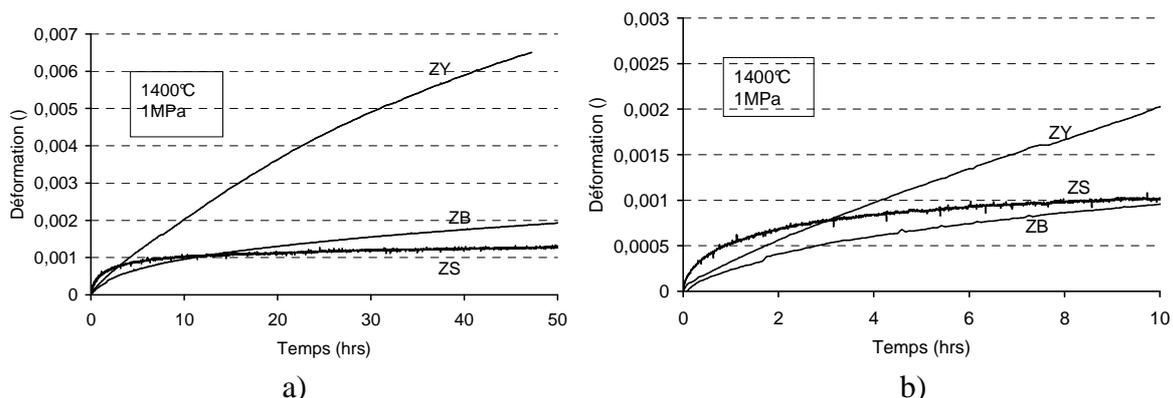


Figure 2-24 : comparaison du comportement en fluage à 1400°C sous 1MPa pour les trois nuances : a) 50 heures, b) 10 heures.

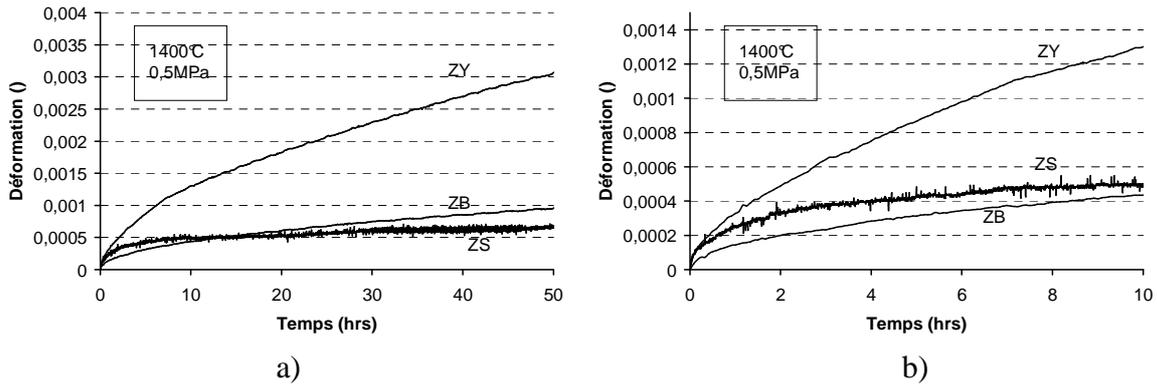


Figure 2-25 : comparaison du comportement en fluage à 1400°C sous 0.5MPa pour les trois nuances : a) 50 heures, b) 10 heures.

Pour toutes les contraintes, les comportements en fluage des matériaux ZS et ZB sont très proches. En revanche, le matériau ZBY1 flue beaucoup plus vite que les deux autres nuances : le niveau de déformation atteint par le matériau ZBY1 est en moyenne six fois supérieur à celui des deux autres nuances de THTZ. Nous constatons que ce résultat est valable pour des durées longues et courtes de fluage.

### 2.3 Détermination d'une loi de comportement

Pour cette identification, une durée de 10 heures a été choisie car les résultats de la simulation numérique thermique (Chapitre 4) ont démontré qu'au bout de ce temps, l'ensemble de la dalle avait suffisamment refroidi pour que le fluage n'opère plus. Nous avons donc identifié une loi de comportement en fluage sur les 10 premières heures d'essai.

#### 2.3.1 Décomposition de la déformation

Il s'agit ici d'expliciter la relation de comportement introduite au chapitre 1 à l'aide de l'opérateur  $A$ .

Le comportement d'un matériau est caractérisé par des variables observables ou mesurables comme par exemple la température ou la déformation totale. Dans le cadre de la mécanique des milieux continus, J. Lemaitre et J. L. Chaboche (*LEM 96*) décomposent le tenseur de la déformation totale de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\epsilon}}^{totale} = \underline{\underline{\epsilon}}^{thermique} + \underline{\underline{\epsilon}}^{élastique} + \underline{\underline{\epsilon}}^{inélastique}$$

- Une partie élastique  $\underline{\underline{\epsilon}}^{élastique}$ , fonction de la variation du tenseur des contraintes  $\underline{\underline{\sigma}}$ .

d'où 
$$\underline{\underline{\epsilon}}^{élastique} = \underline{\underline{C}} \underline{\underline{\sigma}}$$

- Une partie thermique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{thermique}$ , fonction de la température actuelle T, de la température à l'état de référence du matériau  $T_{ref}$  (température initiale lors de l'essai de dilatométrie), et indépendante de l'état de contrainte. Elle s'écrit en fonction du tenseur des dilatations thermiques, pouvant dépendre de la température  $\alpha(T)$ .

d'où 
$$\underline{\underline{\varepsilon}}^{thermique} = \alpha(T) * (T - T_{ref}) \underline{\underline{Id}} - \alpha(T_0) * (T_0 - T_{ref}) \underline{\underline{Id}}$$

- Une partie inélastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{inélastique}$ , elle-même décomposée en une partie plastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{plastique}$  et une partie viscoplastique  $\underline{\underline{\varepsilon}}^{viscoplastique}$ . Les parties viscoplastique et plastique sont fonctions de lois d'écoulement en élastoviscoplasticité et en élastoplasticité. Cette décomposition de la composante inélastique met en avant les différents mécanismes mis en jeu lors d'une transformation d'un matériau. Ces mécanismes conduisent à une dissipation d'énergie. Cette énergie peut être indépendante du temps et la viscosité négligée dans le cas de la plasticité instantanée ( $\underline{\underline{\varepsilon}}^{plastique}$ ) ou dépendante du temps avec une vitesse de déformation viscoplastique définie ( $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{viscoplastique}$ ).

L'énergie mécanique fournie au matériau lors d'une transformation n'est restituée qu'en partie par la partie élastique. D'après la loi de conservation de l'énergie, l'autre partie est dissipée sous plusieurs formes (augmentation de la température, changement d'état ou modification de la structure interne du matériau).

Le comportement inélastique, dépendant de différents mécanismes, est donc défini par des variables internes au matériau ( $A_i$ ). Ces variables, appelées variables d'écrouissage, définissent à un instant donné l'état d'un matériau, ainsi que son comportement vis-à-vis d'un changement thermomécanique.

### 2.3.2 Fonction de charge et écrouissage

Le domaine d'élasticité se définit dans un espace des contraintes et de ces variables internes. Il est limité par une fonction de charge  $f(\sigma, A_i)$ , avec  $f(\sigma, A_i)=0$  la frontière du domaine d'élasticité. Pour définir la loi de viscoplasticité il convient alors de définir cette fonction de charge, mais aussi la loi et la direction d'écoulement qui définissent la vitesse de déformation viscoplastique  $\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{viscoplastique}$ .

On définit l'écrouissage d'un matériau comme la variation du domaine d'élasticité sous un chargement externe. L'écrouissage est régi par des lois d'écrouissage caractérisant les variables ( $A_i$ ) au cours de la déformation inélastique. Soit l'écrouissage est dépendant de la valeur de la déformation plastique et défini par une variable déviatorique interne  $x$ , on parle alors d'écrouissage cinématique, soit le domaine élastique subit une expansion tout en restant centré sur son origine, c'est l'écrouissage isotrope défini par la variable interne  $R$ .

### 2.3.3 Loi de comportement viscoplastique

La vitesse de déformation inélastique s'écrit de la manière suivante :

$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\text{viscoplastique}} = \dot{\nu} \underline{\underline{n}} \quad \text{avec} \quad \underline{\underline{n}} = \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} \quad 2.7$$

Reste à définir la fonction de charge. Dans les travaux de L. Massard, la fonction de charge a été décrite sur le modèle de la loi de Prager modifiée (CRO 92), avec un écrouissage cinématique et l'introduction de la dissymétrie de comportement traction compression.

Dans notre étude, nous allons définir la fonction de charge de manière beaucoup plus simple. Pour cela, nous nous appuyons sur le modèle de Prandtl-Reuss, qui consiste à utiliser le critère de Von Mises et une règle d'écrouissage isotrope.

La fonction de charge s'écrit alors de la manière suivante :

$f(\underline{\underline{\sigma}}, R) = J(\underline{\underline{\sigma}}) - R_0 - R(p)$ , où  $J$  est le second invariant du tenseur des contraintes,  $R(p)$  la variable d'écrouissage et  $R_0$  le seuil d'écoulement plastique. Expérimentalement, les déformations de fluage sont observées même pour de faibles contraintes : de ce fait nous fixons  $R_0$  à zéro, réduisant ainsi le domaine d'élasticité à un simple point, en l'absence d'écrouissage.

Dans le cas de Von Mises, on trouve donc  $J_2(\underline{\underline{\sigma}}) = \sigma_{eq}^2$ ,  $\underline{\underline{n}} = \frac{\partial f}{\partial \underline{\underline{\sigma}}} = \frac{3}{2} \frac{\underline{\underline{\sigma}}}{\sigma_{eq}}$  et  $\dot{p} = -\dot{\nu} \frac{\partial f}{\partial R} = \dot{\nu}$

Le multiplicateur viscoplastique correspondant à la vitesse de déformation cumulée ( $\dot{p}$ ) s'exprime alors de la manière suivante :

$$\dot{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^n = \left\langle \frac{\sigma_{eq} - R(p)}{K} \right\rangle^n \quad 2.8$$

Les équations du modèle à écrouissage isotrope sans endommagement s'écrivent alors :

$$\left. \begin{aligned} \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\text{totale}} &= \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\text{thermique}} + \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\text{élastique}} + \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\text{viscoplastique}} \\ \underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\text{viscoplastique}} &= \frac{3}{2} \dot{p} \frac{\underline{\underline{S}}}{\sigma_{eq}} \\ \underline{\underline{S}} &= \underline{\underline{\sigma}} - \frac{1}{3} \text{tr}[\underline{\underline{\sigma}}] \underline{\underline{Id}} \\ \dot{p} &= \left( \frac{\sigma_{eq} - R(p)}{K} \right)^n \end{aligned} \right\}$$

La variable  $K$ , le paramètre  $n$ , ainsi que le paramètre d'écroûissage  $H$  sont à déterminer pour expliciter la loi de comportement du matériau.

### 2.3.4 Méthode d'optimisation

L'identification de la loi de comportement a été réalisée à l'aide du code de calcul ZéBuLon, développé au Centre des Matériaux.

L'analyse du comportement expérimental en fluage nous a amenés à choisir une loi de Norton à écroûissage isotrope linéaire. Afin de déterminer les paramètres de cette loi, l'outil d'optimisation du code de calcul est utilisé. Basé sur un algorithme de Levenberg-Marquardt, il permet, en simulant les essais de flexion, de remonter par méthode inverse aux résultats expérimentaux et de définir les paramètres de la loi (Figure 2-26) :

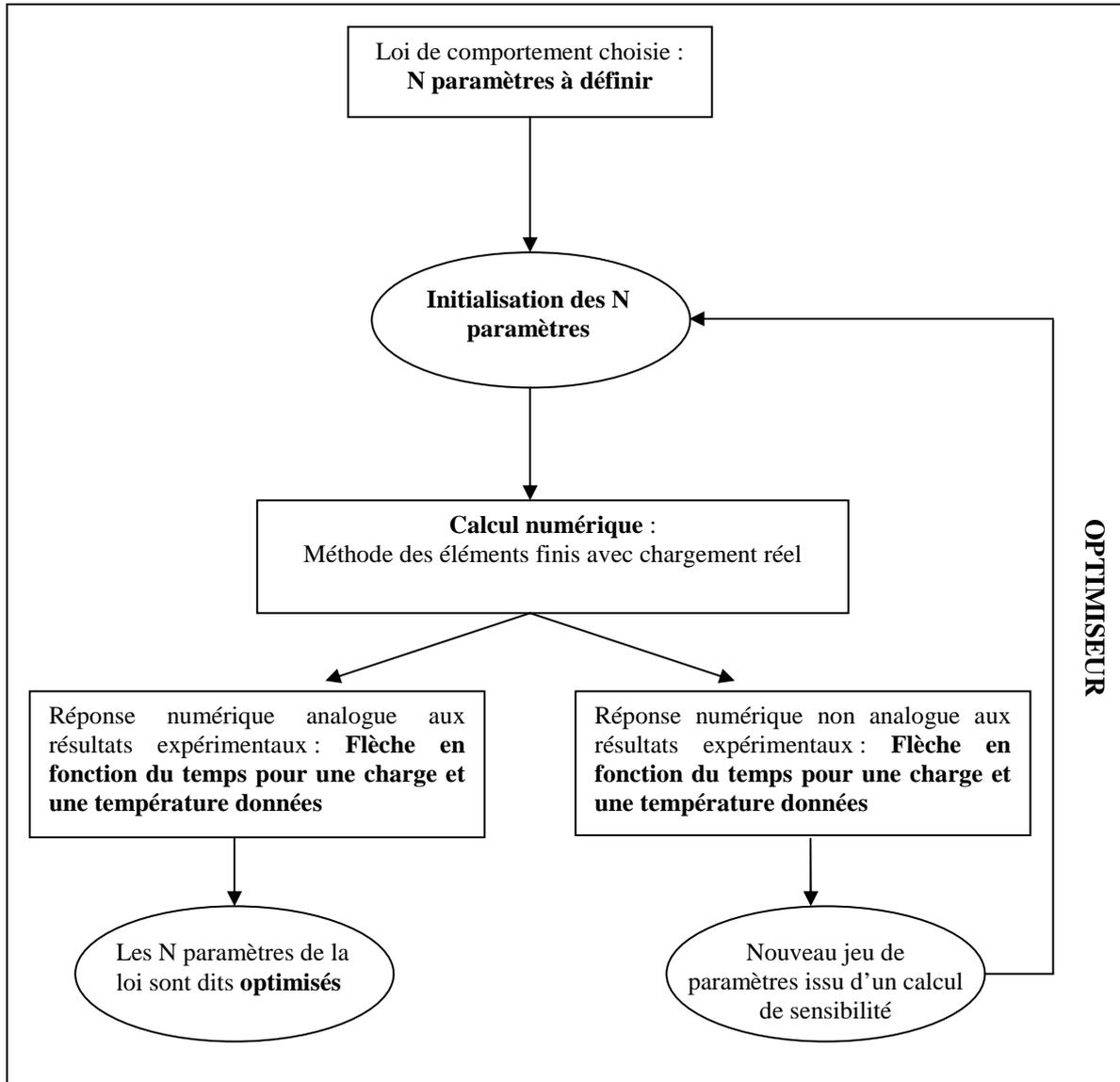


Figure 2-26: schéma représentant la méthode d'optimisation pour déterminer les paramètres de la loi de comportement.

### 2.3.5 Identification de la loi de comportement

#### 2.3.5.1 Matériau ZS

La loi de comportement utilisée pour décrire le fluage est définie de la manière suivante :

$$\dot{p} = A \cdot \left( \frac{\sigma_{eq} - \sigma_y}{K} \right)^n \quad \text{Avec :} \quad \sigma_y = R_0 + pH \quad \text{écrouissage linéaire}$$

$$R_0 \approx 0$$

$$n = 1$$

$$K = 1$$

$$A = \exp(A_0) * \exp\left(-\frac{Q}{RT}\right)$$

Nous verrons ultérieurement, dans le chapitre consacré aux calculs thermiques, qu'au bout d'une dizaine d'heures l'ensemble de la dalle est en dessous de 1200°C : nous avons donc décidé de définir la loi de comportement en fluage qui sera utilisée dans les calculs mécaniques uniquement sur les dix premières heures des essais réalisés, soit 35000 secondes (figure 2-27 et 2-28).

La simulation numérique va nous permettre de déterminer les paramètres non imposés au départ :  $A_0$ ,  $Q$  et  $H$ .

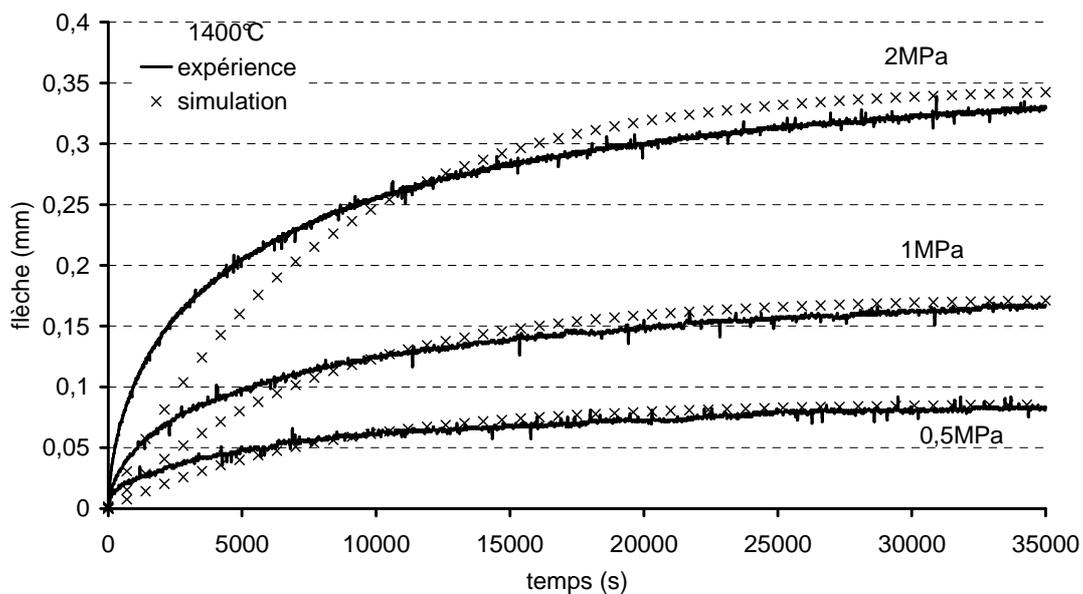


Figure 2-27 : comparaison simulation-expérience, loi de comportement en fluage, 1400°C, ZS.

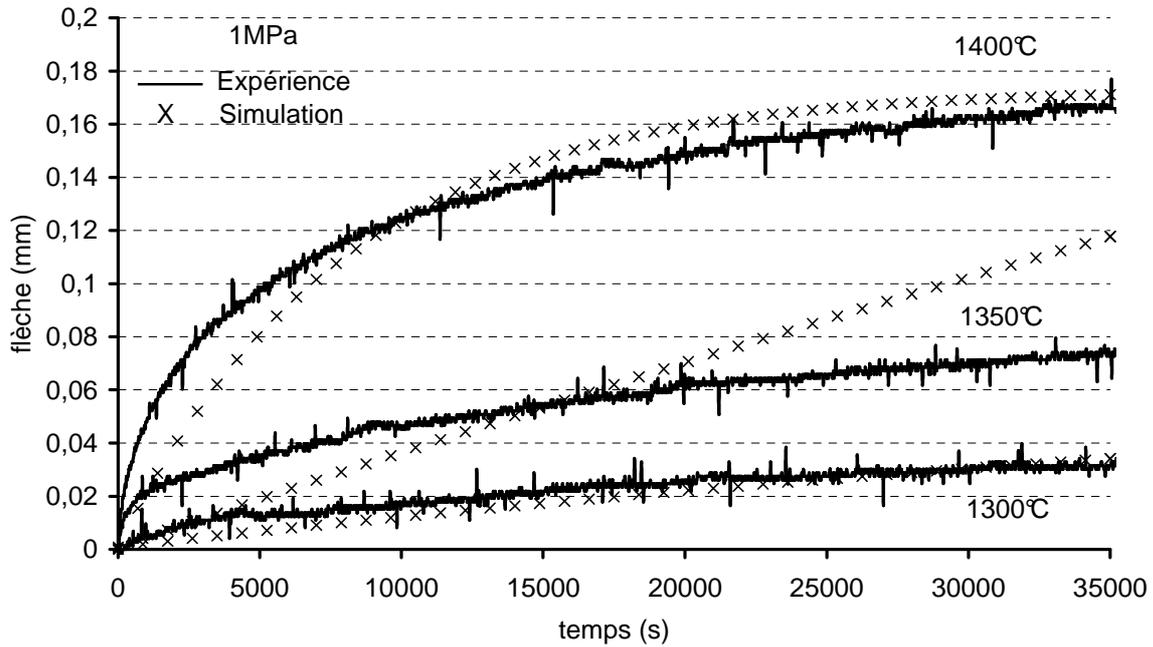


Figure 2-28 : comparaison simulation-expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZS.

Les paramètres de la loi à écrouissage isotrope du matériau ZS sont récapitulés sur la figure 2-29 :

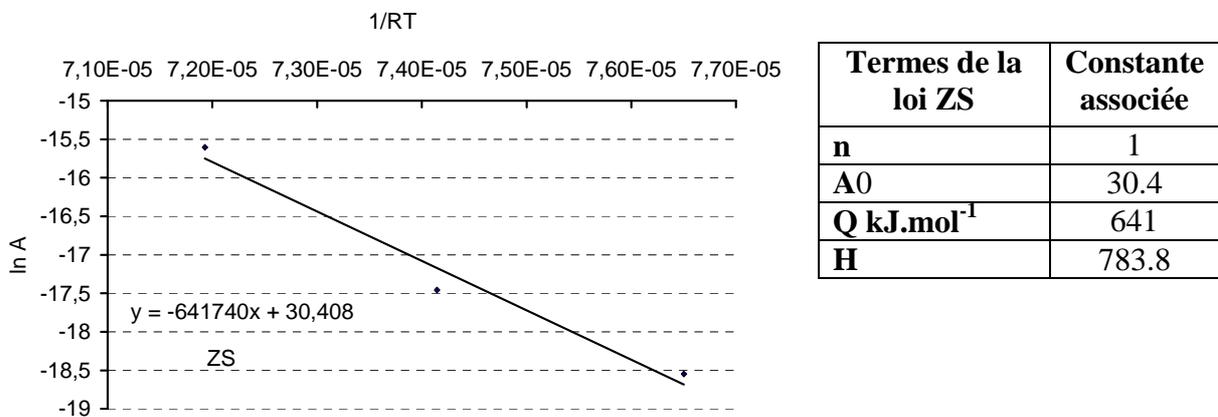


Figure 2-29 : paramètres de la loi de comportement en fluage du matériau ZS identifiés par méthode inverse.

2.3.5.2 Matériau ZB

Nous avons choisi, pour le matériau ZB, une forme de loi analogue à celle du matériau ZS.

Les figures 2-30 et 2-31 illustrent respectivement la comparaison entre simulation et expérience pour les trois contraintes 0.5 MPa, 1MPa, 2MPa et les trois températures 1300°C, 1350°C et 1400°C.

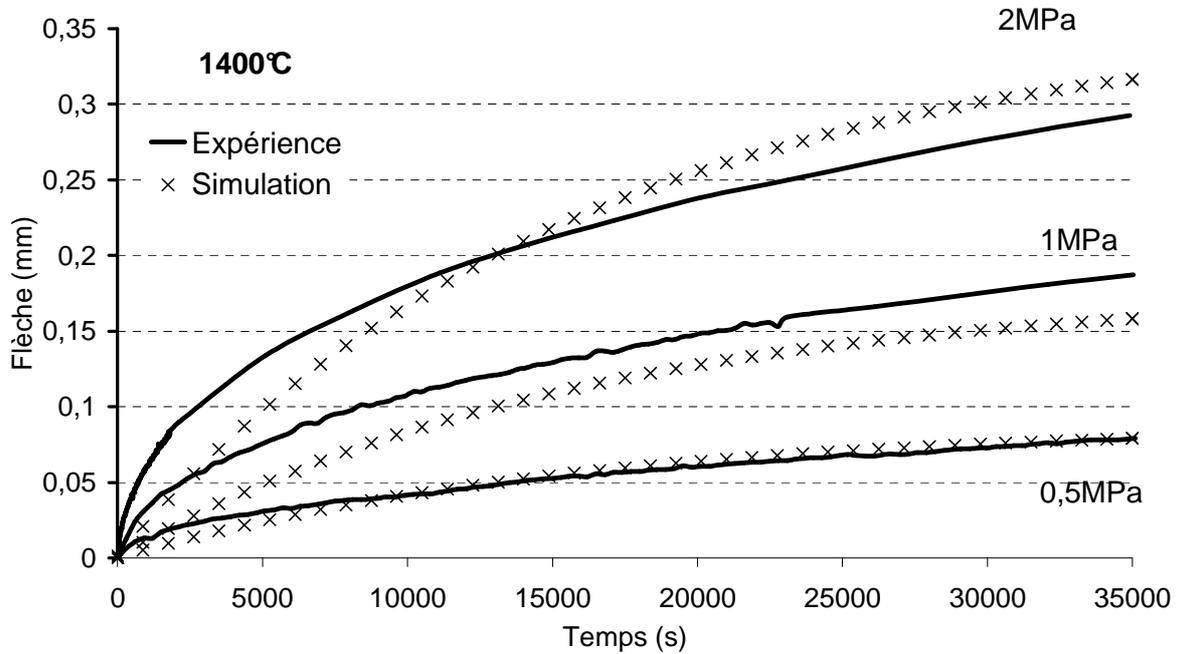


Figure 2-30: comparaison simulation-expérience, loi de comportement en fluage, 1400°C, ZB.

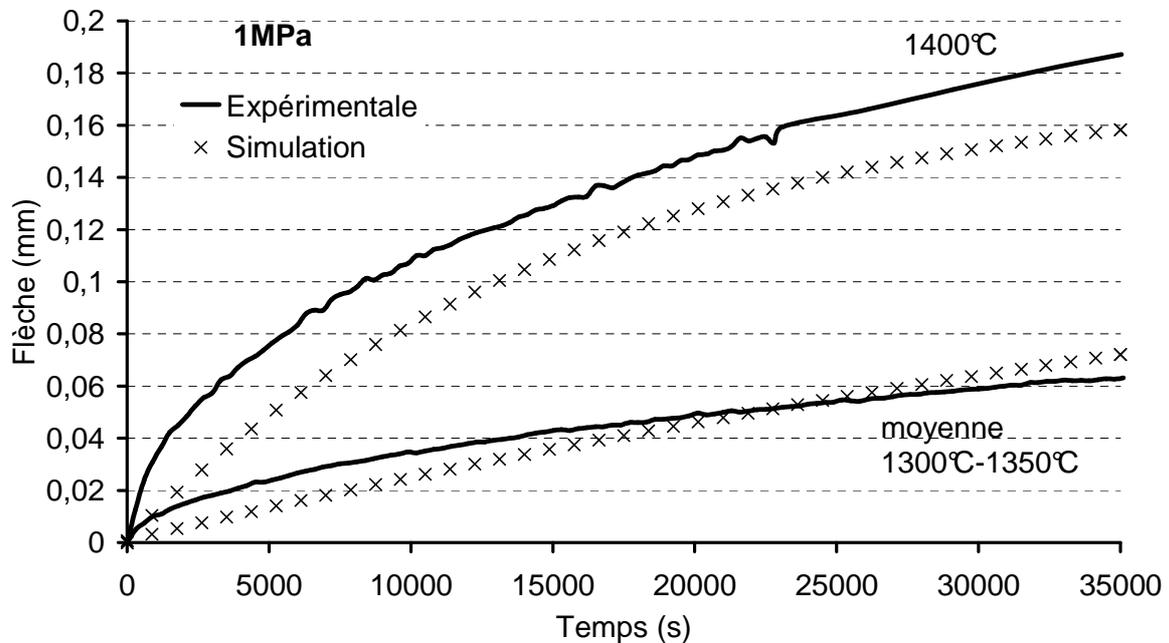


Figure 2-31 : comparaison simulation-expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZB.

## CHAPITRE 2 : Comportement et propriétés mécaniques du THTZ au cours du refroidissement

Les paramètres de la loi à écrouissage isotrope du matériau ZB sont récapitulés dans la figure 2-32 :

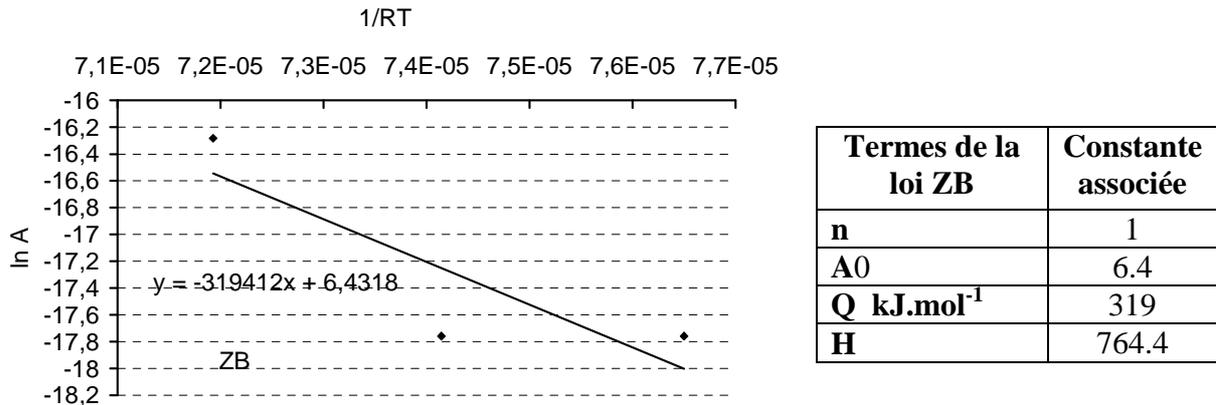


Figure 2-32 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZB.

### 2.3.5.3 Matériau ZBY1

De la même manière que pour les deux autres nuances de THTZ, nous avons déterminé les paramètres de la loi de comportement en fluage du matériau ZBY1.

Les figures 2-33 et 2-34 représentent respectivement la comparaison entre simulation et expérience pour les trois contraintes 0.5 MPa, 1MPa, 2MPa et les trois températures 1300°C, 1350°C et 1400°C.

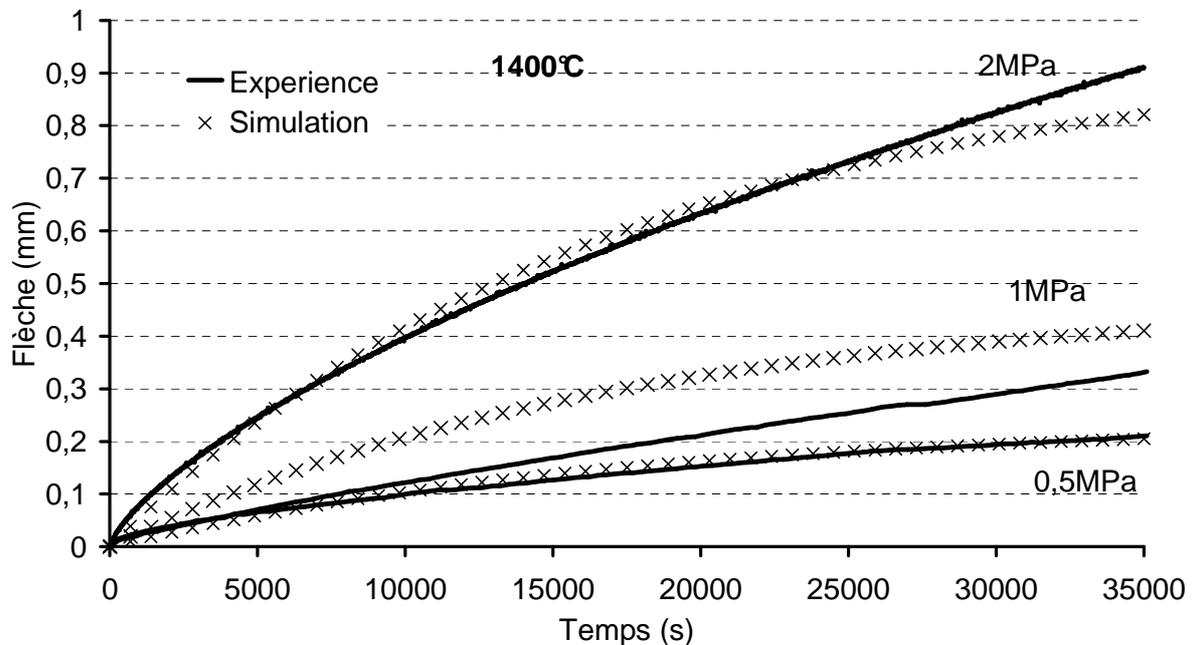


Figure 2-33 : comparaison simulation-expérience, loi de comportement en fluage, 1400°C, ZBY1.

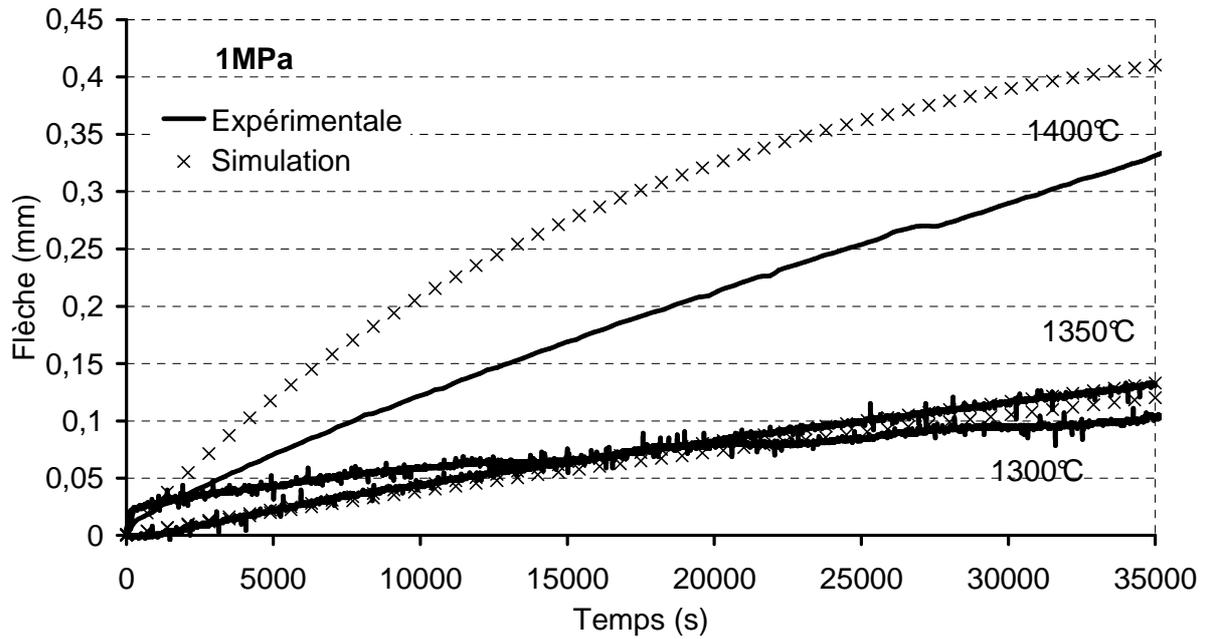


Figure 2-34 : comparaison simulation-expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZBY1.

Les paramètres de la loi à écrouissage isotrope du matériau ZBY1 sont récapitulés dans la figure 2-35 :

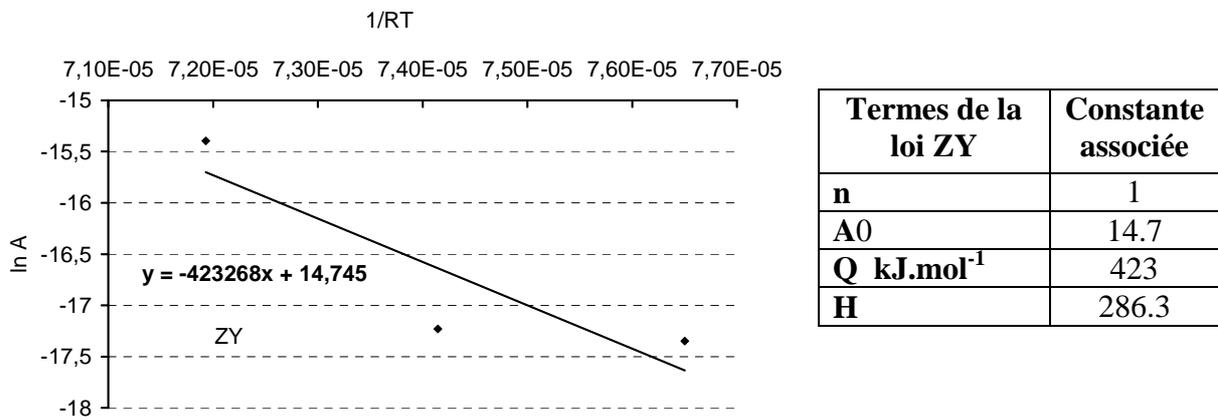


Figure 2-35: comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZBY1.

### 2.3.6 Résumé

Une base expérimentale de résultats d'essais de fluage en flexion trois points sur les trois nuances de matériaux a été établie. Les essais ont été réalisés à des températures comprises entre 1300°C et 1400°C et sous des contraintes variant de 0.5MPa à 2MPa.

Une forte dispersion des résultats a été constatée. Au vu de celle ci, les essais ont été multipliés et moyennés afin de minimiser les erreurs. La caractérisation du comportement en fluage des trois matériaux par une loi de Norton du type  $d\varepsilon/dt=A\sigma^n$  a permis d'estimer un exposant de contrainte très proche de l'unité, exposant attendu d'après la littérature et vraisemblablement caractéristique de mécanismes de fluage de type diffusionnel opérant à l'intérieur du squelette de zircone.

Les comportements en fluage du matériau ZS et ZB sont proches. En revanche, le matériau ZBY1 a révélé des déformations en fluage environ six fois plus grandes.

D'après la base expérimentale et en se servant de l'optimiseur ZéBuLon, nous avons identifié une loi de comportement sur les dix premières heures de fluage pour les trois matériaux.

L'identification s'est donc faite sur une moyenne de plusieurs essais pour chaque contrainte et chaque température pour les trois matériaux. Les écarts que l'on peut retrouver entre simulation et expérience restent faibles par rapport à la dispersion expérimentale. Les figures 2-36 et 2-37 fournissent deux exemples où plusieurs résultats d'essais ainsi que la moyenne expérimentale sont comparés aux résultats de simulation numérique. On remarque que les écarts sont comparables à la dispersion expérimentale. Les exemples concernent le matériau ZB à 1MPa et 2MPa, mais cette remarque reste vraie quelles que soient la nuance de THTZ, la température ou la contrainte étudiées. Les trois lois de comportement en fluage identifiées nous serviront pour la mise en données du calcul mécanique du refroidissement d'une dalle de THTZ et nous permettront d'étudier l'influence du fluage.

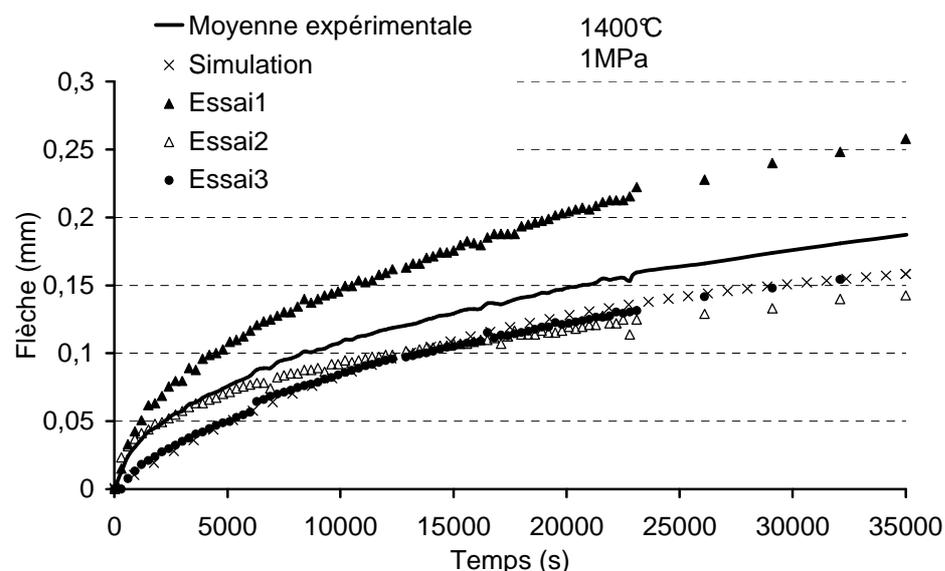


Figure 2-36: exemple de dispersion expérimentale comparée aux résultats de simulation numérique. Matériau ZB, 1400°C, 1MPa.

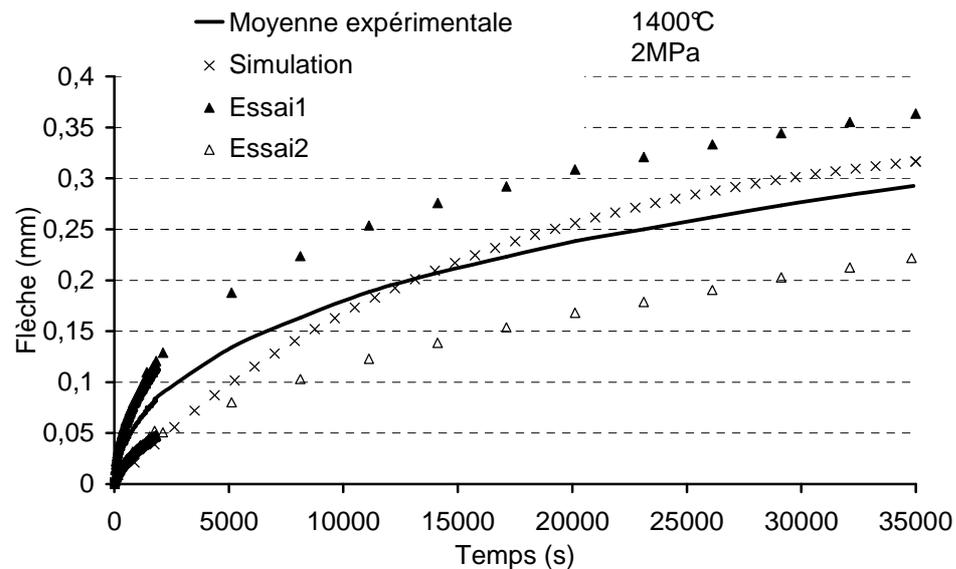


Figure 2-37 : exemple de dispersion expérimentale comparée aux résultats de simulation numérique. Matériau ZB, 1400°C, 2MPa.

## 2.4 Mesure du module d'élasticité en fonction de la température

### 2.4.1 Module d'Young macroscopique

L'évaluation du module d'Young (module d'élasticité) en fonction de la température est très importante pour prévoir le comportement thermo mécanique d'un matériau. En effet, dans le cas du refroidissement, en dehors du moment où le fluage intervient, le comportement du matériau est considéré comme élastique. Il convient alors de bien définir le module d'Young, même à haute température.

#### 2.4.1.1 Méthode de mesure du module d'Young macroscopique

Il existe deux méthodes principales pour évaluer cette grandeur mécanique :

-**Méthode mécanique** : essais de traction, de compression ou de flexion monotones. La déformation (ou les déplacements) est mesurée par des jauges de déformations ou des extensomètres. La pente de la partie linéaire de la courbe contrainte – déformation (figure 2-38) permet le calcul d'un module d'Young « macroscopique ».

Pour de faibles niveaux de contraintes il est parfois difficile de pouvoir mesurer une pente valide dans le pied de courbe et donc d'évaluer le module d'Young.

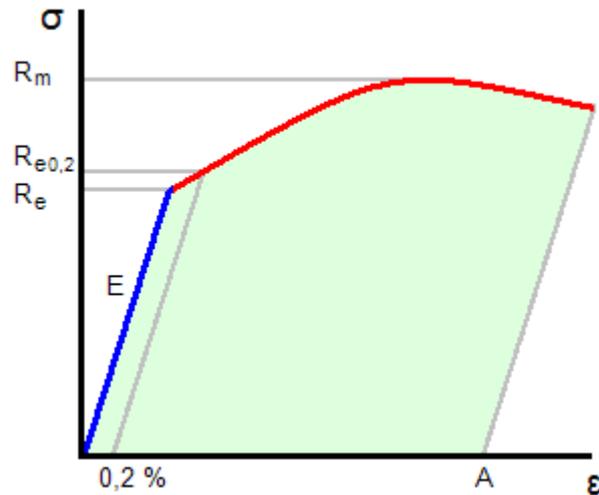


Figure 2-38 : courbe contrainte – déformation.

-**Méthodes vibrationnelles**, par mesure de vitesse de propagation d'ondes ultrasonores ou mesure de fréquence de vibration propre. Des mesures ultrasonores ont été effectuées dans le cadre du projet NOREV par le laboratoire GEMH de l'ENSCI de Limoges.

La technique est basée sur la mesure de la vitesse de propagation des ultrasons en mode barre longue à travers le matériau. Des ondes ultrasonores sont générées par un transducteur et transmises à l'échantillon placé dans un four à l'aide d'un guide d'onde en alumine. Après un aller et retour dans l'échantillon, le signal est récupéré par le transducteur. Ce signal après amplification peut être visualisé sur un oscilloscope.

La mesure du temps de retard ( $\tau$ ) entre deux échos successifs permet de déterminer la vitesse  $V_{LB}$  des ondes et d'en déduire le module d'Young par les relations :

$$V_{LB} = \frac{2 \cdot L}{\tau} \quad 2.9 \text{ et } 2.10$$

$$E = \rho \cdot V_{LB}^2$$

où L est la longueur de l'échantillon et  $\rho$  sa masse volumique.

#### 2.4.1.2 Résultats des mesures

Le module d'Young macroscopique en fonction de la température a été évalué pour les trois nuances de matériaux par les deux méthodes : méthode statique ou mécanique (MINES-ParisTech et GEMH), et méthode dynamique ou ultrasonore (GEMH).

-l'étude mécanique a été réalisée par des essais de flexion trois points au Centre des Matériaux, avec différentes méthodes de cyclage de la contrainte et différentes descentes en température, ainsi que par des essais de traction-compression alternée symétrique au GEMH.

-la méthode ultrasonore nous a servi de référence pour les mesures mécaniques. En effet, cette méthode dynamique a tendance à surestimer la valeur du module d'Young macroscopique au dessus de 780°C, température de transition vitreuse du verre. Ainsi, toute grandeur supérieure à la valeur mesurée par la méthode ultrasonore sera remise en cause dans la discussion. Il convient de rajouter que, même si des valeurs à haute température ont été obtenues par la méthode ultrasonore, elles sont surestimées et ne seront pas considérées

## CHAPITRE 2 : Comportement et propriétés mécaniques du THTZ au cours du refroidissement

comme des valeurs fiables. Au dessus de 800°C, ce sont les valeurs mesurées par les méthodes mécaniques qui seront prises pour référence.

Le descriptif des méthodes, ainsi que tous les résultats pour les matériaux ZS et ZB sont répertoriés dans l'Annexe A. Le tableau 2-7 récapitule les différentes méthodes avec un descriptif pour chacune d'elle :

	Température de chauffe	Descente en température	Contraintes		
<b>F3P<sub>palier</sub></b>	-Montée à 1500°C	-Descente par palier -durée palier : 1heure	-Flexion trois points -Cyclage de la contrainte uniquement pendant les paliers de température  -0,1MPa.s <sup>-1</sup>		
<b>F3P<sub>cst</sub></b>	-Montée à 1500°C	-Descente à la vitesse réelle de refroidissement de la dalle	- Flexion trois points -Cyclage permanent de 800°C à TA -1,6N.s <sup>-1</sup> ou 0,05MPa.s <sup>-1</sup>		
<b>F3P<sub>cst800</sub></b>	-Montée à 800°C	-Descente à la vitesse réelle de refroidissement de la dalle	- Flexion trois points -Cyclage permanent de 800°C à TA -1,6N.s <sup>-1</sup> ou 0,05MPa.s <sup>-1</sup>		
<b>TC<sub>alt</sub></b>	-Montée à 1500°C		-Chargement alterné traction-compression -une éprouvette par température -0,02MPa.s <sup>-1</sup> ou 0,05kN.s <sup>-1</sup>		
			Mesure E <sub>trac init</sub>	Mesure E <sub>tract</sub>	Mesure E <sub>comp</sub>
<b>Ultrasonore</b>	Mesure ultrasonore				

**Tableau 2-7 : récapitulatif des différentes méthodes utilisées pour la mesure de Module d'Young macroscopique.**

La première information importante de cette étude de module d'Young est la non différenciation de comportement entre le matériau ZS et le matériau ZB. En effet, les résultats montrent la même tendance de comportement au refroidissement, et les valeurs atteintes ne sont que très peu différentes (Figure 2-40).

Ensuite, cette étude a révélé un comportement qui peut être découpé en deux phases, suivant le domaine de température :

**-entre 1500°C et 800°C**, début du refroidissement : dans cet intervalle de température, quelle que soit la méthode statique considérée, le module d'Young macroscopique augmente en fonction de la température. Cette augmentation met en évidence la rigidification du matériau induite par la baisse de température. Le doute qui persiste en comparant les différentes

méthodes mécaniques, est la valeur maximale atteinte par le module d'Young macroscopique à 800°C. Celle-ci atteint des valeurs de 170GPa dans le cas des essais de traction compression alternée symétrique, alors qu'elle ne dépasse pas 70GPa dans le cas de la flexion trois points. La discussion à ce jour reste ouverte quant à la validité des méthodes de mesure. Dans l'attente de la réalisation d'essais de traction-traction ou de compression-compression, nous avons choisi de prendre en compte les deux types d'essais réalisés, de simuler plusieurs variations de module d'Young (Figure 2-39) et d'en étudier l'influence sur les résultats mécaniques (cf Chapitre 5).

**-entre 800°C et la température ambiante, fin du refroidissement :** après avoir atteint un pic, le module d'Young macroscopique évolue de deux manières différentes, suivant la méthode mécanique employée. Dans le cas des essais de flexion trois points, dans cet intervalle de température, aucune variation de module d'Young n'est observée. Le module reste à la valeur maximale atteinte à 800°C jusqu'à température ambiante. Ce cas de figure met en évidence une compensation de l'endommagement par microfissuration (due à la fois à la différence de dilatation entre le squelette de zircon et la phase vitreuse et à la microfissuration interne au squelette de zircon), et la rigidification due au refroidissement. Dans le cas des essais de traction compression alternée symétrique, on constate une baisse de module d'Young entre 800°C et 20°C, causée par l'endommagement par microfissuration.

#### 2.4.1.4 Conclusion

Outre la valeur maximale atteinte par le module d'Young macroscopique à 800°C, nous nous sommes appuyés pour la variation de module entre 1500°C et 800°C aux valeurs expérimentales des essais de traction compression alternée symétrique. En effet, comme le montre la figure 2-40, la différence entre le matériau ZS et ZB est très faible, et l'ANNEXE A démontre que, dans cet intervalle de température, les essais de flexion trois points gardent la même tendance.

Notre modèle numérique nous permettra ensuite de faire une étude paramétrique de l'influence du module d'Young macroscopique sur les contraintes au cours du refroidissement. La discussion n'étant pas validée quant à la variation du module de 800°C à température ambiante, nous avons choisi trois évolutions de module qui encadrent les différentes mesures effectuées (Figure 2-39) :

-une hypothèse dite « endommageable » : dans ce cas, le module d'Young macroscopique diminue en fonction de la température entre 800°C et la température ambiante. Nous nous sommes référés aux essais de traction compression alternée symétrique (figure 2-40).

-une hypothèse dite « rigide » : dans ce cas, la valeur maximale de 160GPa, atteinte à 800°C par les essais de traction compression alternée symétrique, reste constante jusqu'à température ambiante.

-une hypothèse dite « souple » : dans ce cas, la valeur maximale de 70GPa atteinte à 800°C lors des essais de flexion trois points reste constante jusqu'à la température ambiante.

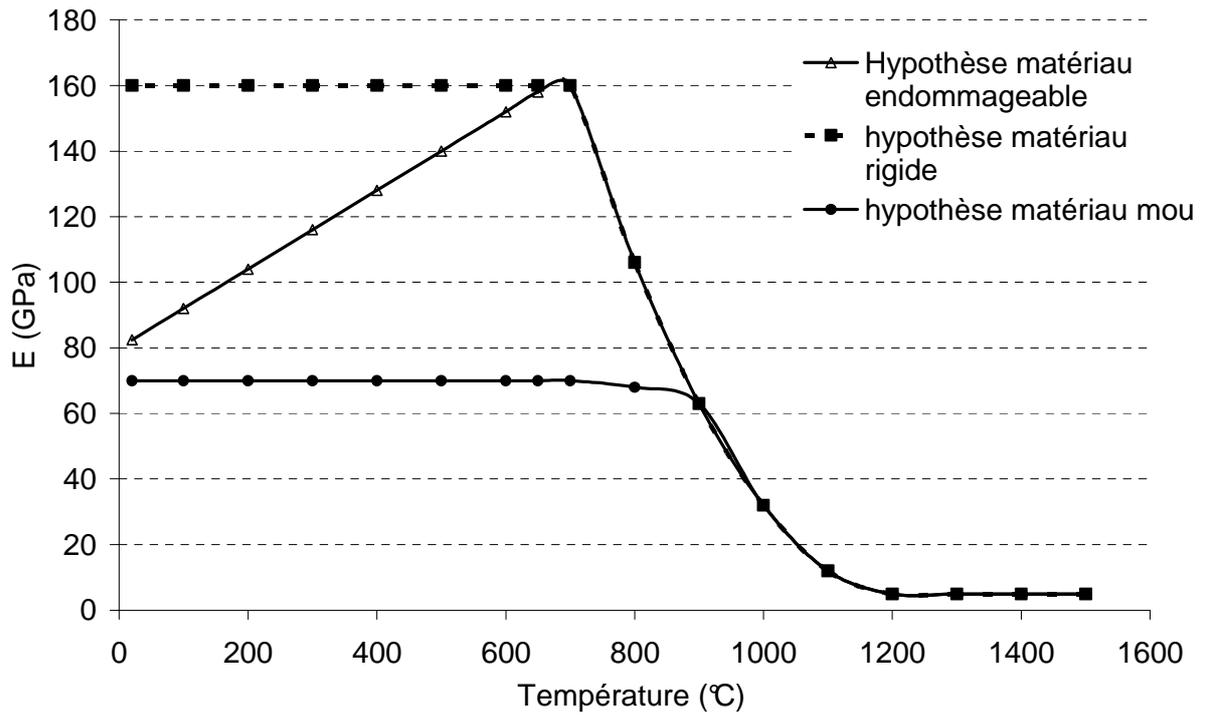


Figure 2-39 : trois variations de module d'Young en fonction de la température utilisées pour la mise en données de la simulation numérique.

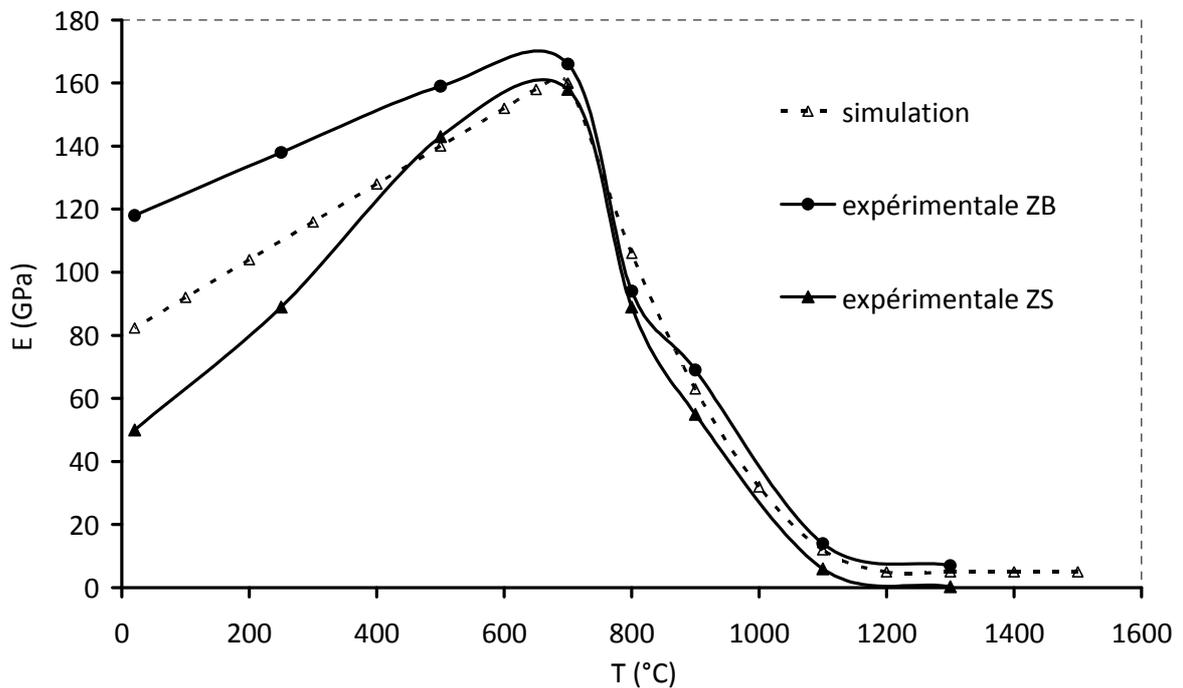


Figure 2-40 : comparaison des variations de module d'Young en fonction de la température dans le cas de l'hypothèse endommageable.

## 2.4.2 Coefficient de dilatation thermique

La dilatation thermique linéaire est également une propriété importante à évaluer pour les matériaux THTZ. En effet, celle-ci doit être connue pour prendre en compte l'expansion volumique associée à la transformation de phase martensitique au cours du refroidissement.

La figure 2-41 représente, pour le matériau ZS et le matériau ZB, la dilatation linéaire thermique (données Saint Gobain, CREE).

On remarque principalement, sur ce graphique, les températures de transformation de phase de monoclinique vers quadratique au chauffage et de quadratique vers monoclinique au refroidissement. Pour les deux matériaux, les températures sont identiques, 1170°C à la montée en température et 1000°C à la descente en température.

La principale différence de comportement dilatométrique entre les nuances ZS et ZB se situe au chauffage avec une dilatation plus importante pour le matériau ZB. Cependant, considérant la fabrication des matériaux THTZ et donc le refroidissement, les deux nuances seront considérées comme ayant un comportement dilatométrique similaire avec une variation linéique autour de 1%.

On peut également noter sur ces courbes une courbe plus « ouverte » de retour à température ambiante pour le matériau ZB, qui montre que celui-ci aura tendance à moins bien supporter d'un point de vue mécanique la transformation de la zircone. Des essais de cyclage en température réalisés au Centre des Matériaux par Y. Ding confirment ce comportement. Alors que le matériau ZS garde son intégrité, le matériau ZB lui, se retrouve réduit à l'état de poudre.

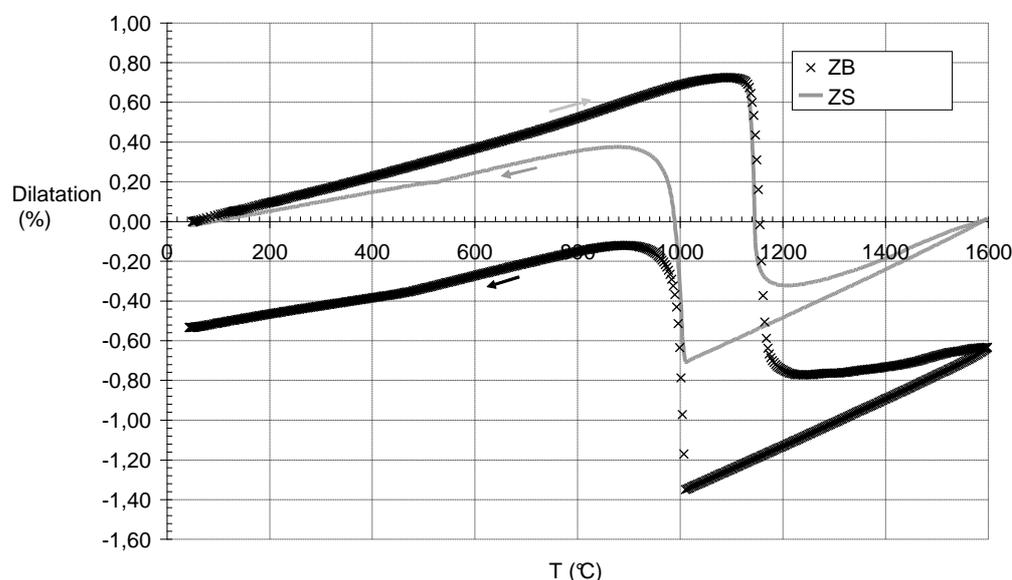


Figure 2-41 : dilatation linéaire thermique du matériau ZS et du matériau ZB.

La figure 2-42 concerne la dilatation linéaire du matériau ZBY1. Dans ce cas, on remarque que la transformation martensitique existe toujours, mais qu'elle est décalée vers des températures plus basses. Ceci est dû à la présence d'Yttrium dans le réseau de la Zircone, qui diminue la température de transformation martensitique.

La dilatation linéaire thermique du ZBY1 est plus importante que celle des deux autres nuances. Si le matériau ZS et le matériau ZB présentent des comportements thermiques analogues, celui du ZBY1 sera considéré comme différent.

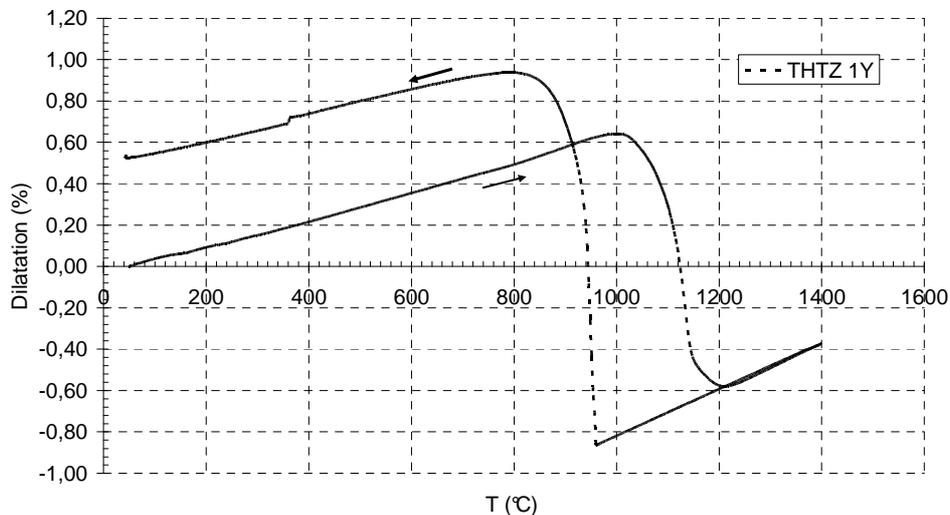


Figure 2-42 : Dilatation linéaire thermique du réfractaire ZBY1.

Dans ce cas (Figure 2-42),  $T_{ref}=T_0=20^{\circ}C$

Pour la modélisation numérique, le coefficient de dilatation thermique est déterminé à partir de la pente de la courbe de dilatation thermique du matériau ZS (fournie par Saint Gobain CREE) au dessus de  $1000^{\circ}C$ , extrapolée jusqu'à  $2450^{\circ}C$ , comme schématisé sur la figure 2-43 : la valeur du coefficient de dilatation thermique linéaire est de  $1.23 \cdot 10^{-5}$ , valeur qui a été utilisée dans tous les calculs réalisés dans cet intervalle de température.

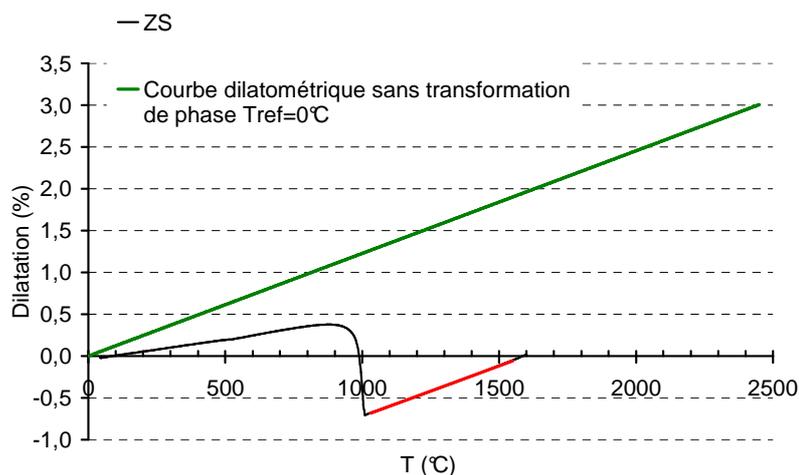


Figure 2-43 : dilatation thermique linéaire entre  $0^{\circ}C$  et  $2450^{\circ}C$  : variation expérimentale fournie par Saint Gobain CREE et variation considérée dans le calcul numérique du domaine viscoplastique.

## 2.5 Modélisation des déformations irréversibles induites par la transformation de la zirconie

### 2.5.1 Application du modèle de Leblond au cas des matériaux THTZ

Notre objectif est d'être capable d'activer des déformations irréversibles pour des contraintes faibles pendant la durée de la transformation de la zirconie. Nous serons alors en mesure d'évaluer la sensibilité de la prévision des contraintes résiduelles, après refroidissement de la dalle, vis-à-vis de ce phénomène.

En cas de sensibilité forte, il faudra approfondir la compréhension physique des déformations irréversibles induites par le changement de phase.

A ce jour, les observations expérimentales ne nous permettent pas de proposer un modèle complexe : nous avons retenu une formulation simplifiée de celle proposée par Leblond. Le produit  $\phi'(z) \dot{z}$  permet d'activer puis de désactiver le taux de déformation au passage de la transformation. Nous remplaçons ce produit par une fonction à valeur nulle en dehors de l'intervalle de température où la transformation se produit, et à une valeur unitaire dans cet intervalle. Ceci permet de n'introduire qu'un seul coefficient  $K$ , caractérisant la viscosité du matériau induite par le changement de phase :

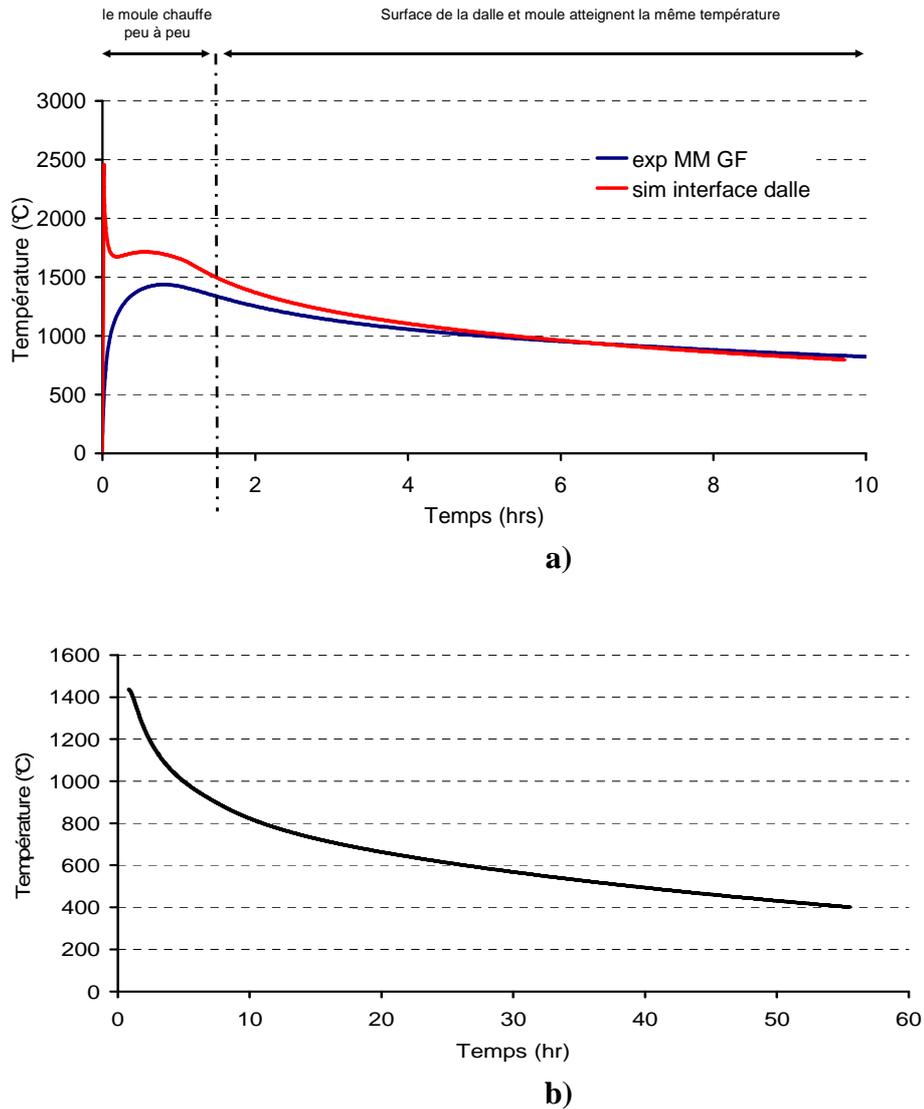
$$\underline{\underline{\dot{\varepsilon}}}^{\bullet tp} = Kf(T) \frac{3}{2} \underline{\underline{S}} \quad 2.12$$

Avec  $f(T)=0$  pour  $T < T_1$  et  $T > T_2$  et  $f(T)=1$  pour  $T \in [T_1, T_2]$

Avec  $\underline{\underline{\varepsilon}} = \underline{\underline{\varepsilon}}^e + \underline{\underline{\varepsilon}}^d + \underline{\underline{\varepsilon}}_{T}^{cp} + \underline{\underline{\varepsilon}}_{\sigma}^{cp} + \underline{\underline{\varepsilon}}^{tp}$  définie au chapitre 1

### 2.5.2 Mise en évidence expérimentale

Pour mettre en évidence expérimentalement ce phénomène, des essais de traction-compression ont été réalisés par C.Patapy au GEMH (*PATIO*). Des éprouvettes cylindriques, de 16 mm de diamètre et de 25 mm de longueur, ont été chauffées à 1500°C, maintenues une heure à cette température puis refroidies jusqu'à température ambiante, suivant le cycle décrit dans l'ANNEXE A, représentatif de la descente en température réelle du matériau au cours de la transformation de phase de la zirconie (Figure 2-44). Nous rappelons que cette descente en température a été déterminée à partir de la mesure de température du moule, le modèle thermique ayant prouvé que, lorsque la température de la dalle a atteint 1500°C (début de notre calcul mécanique), moule en graphite et dalle sont à des températures très proches. Ainsi, comme l'illustre la figure 2-44, à partir de 1500°C, la descente en température de la dalle peut être considérée avec une bonne approximation comme identique à celle du graphite déterminée expérimentalement :



**Figure 2-44 : (a) comparaison des descentes en température du milieu de la grande face du moule en graphite (mesurée) et de la dalle (calculé), (b) Rampe utilisée lors des essais anisothermes.**

Dans cette étude, seuls les matériaux ZS et ZB ont été testés suivant la rampe représentative de refroidissement de la dalle. Les figures 2-45 et 2-46 représentent les résultats obtenus lors des essais de traction et de compression, sur les matériaux ZS et ZB respectivement. Les graphiques se lisent des hautes températures vers les basses températures, puisque nous étudions ici la transformation de la zircone au refroidissement.

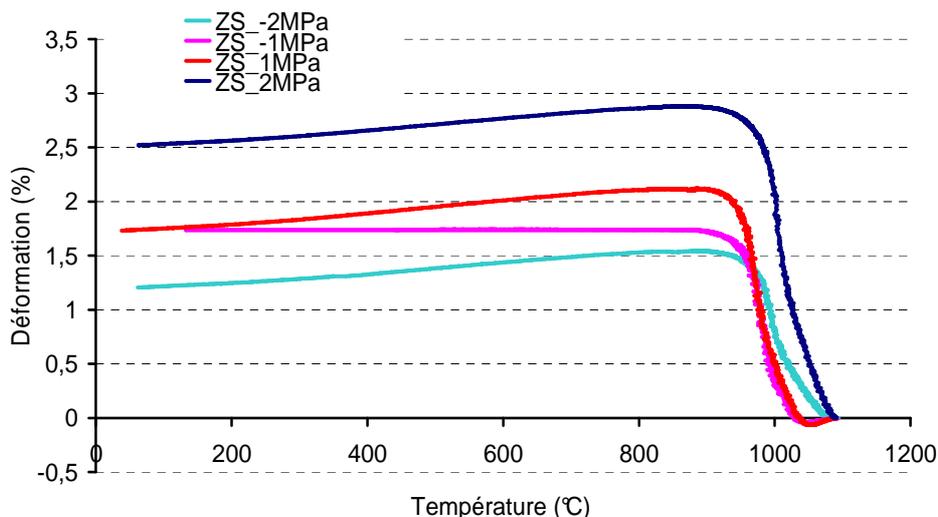


Figure 2-45 : évolution de la déformation en traction et compression du matériau ZS au cours du refroidissement, en fonction de la contrainte appliquée (PAT10).

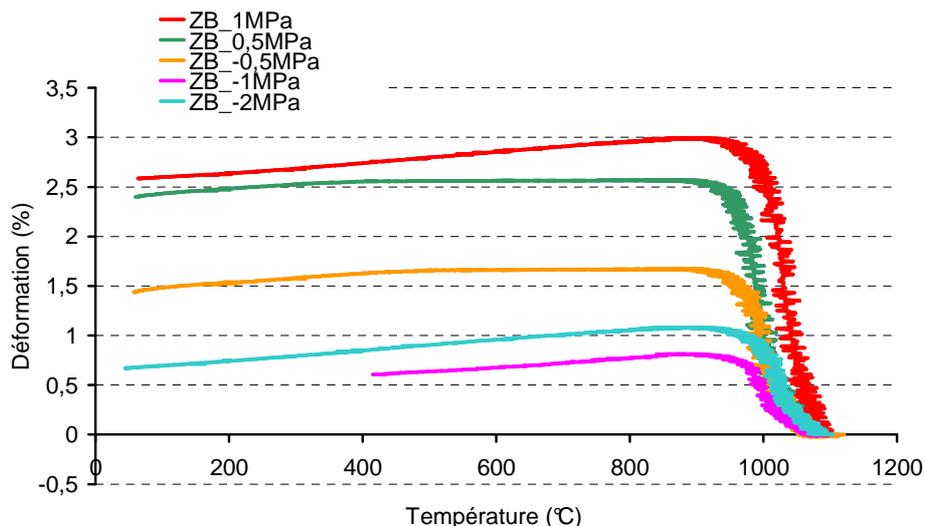


Figure 2-46 : évolution de la déformation en traction et en compression du matériau ZB au cours du refroidissement, en fonction de la contrainte appliquée (PAT10).

Pour les deux nuances de THTZ, les allures des courbes obtenues sont identiques. Jusqu'à la transformation de la zirconie, la contrainte appliquée n'a que très peu d'influence sur le comportement de l'éprouvette. Ensuite, au cours du passage de la transformation de la zirconie, une brusque augmentation de déformation survient, l'intensité de ce saut étant fonction de la contrainte appliquée : plus la contrainte appliquée est importante, plus la déformation au cours de la transformation de phase de la zirconie est grande. Comme pour les essais de fluage isotherme, il convient de rappeler la forte dispersion associée aux propriétés mécaniques de ces matériaux. Les présents tests n'ayant été réalisés que sur une seule éprouvette par niveau de contrainte, les résultats associés doivent être considérés avec circonspection.

Faute de temps, nous avons choisi, pour déterminer la loi de comportement du matériau au passage de la transformation de la zirconite, de nous baser, dans un premier temps, uniquement sur les essais de traction.

La comparaison des résultats obtenus sous 1MPa en traction révèlent des déformations induites par la transformation de la zirconite plus importantes dans le cas du matériau ZB (Figure 2-47).

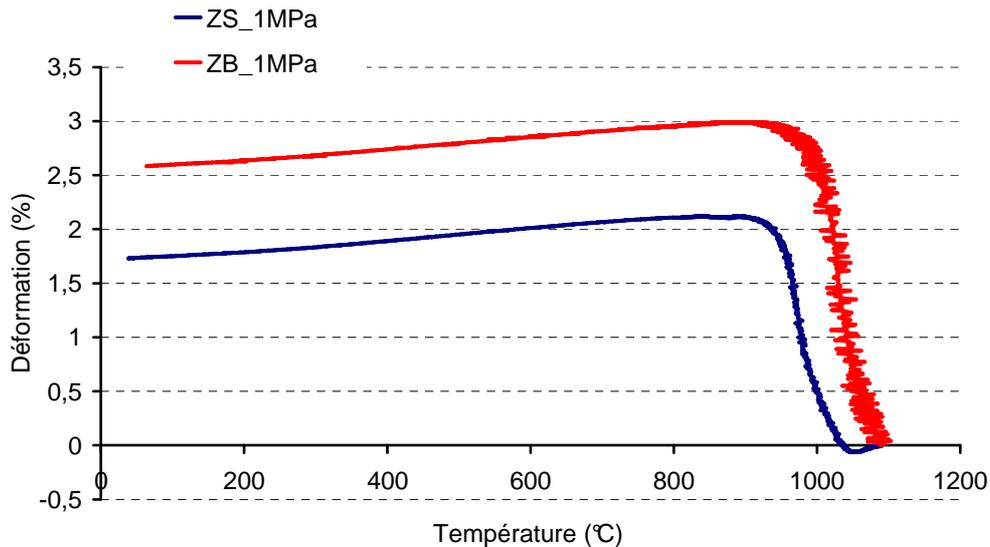


Figure 2-47 : comparaison des déformations en traction sous 1 MPa des matériaux ZS et ZB au passage de la transformation (*PAT10*).

### 2.5.3 Loi de comportement

Pour décrire le comportement au passage de la transformation de la zirconite des matériaux THTZ, nous nous sommes appuyés sur les modèles de Leblond (*LEB89*) et de Videau (*VID 96*), décrits dans le premier chapitre de ce mémoire.

Dans notre cas, nous allons ajouter un terme de plasticité de transformation au comportement viscoplastique du matériau (*VID 96*).

Nous proposons alors un modèle mécanique phénoménologique paramétré par la température. On décrit alors le terme des déformations irréversibles induites par la transformation de phase de la zirconite de la manière suivante :

$$\dot{\varepsilon}^{pt} = \left( \frac{\sigma_{eq}}{K} \right)^n \text{ avec } n=1 \quad 2.13$$

Nous avons alors déterminé numériquement le paramètre K en nous appuyant sur les essais réalisés sur le matériau ZS et le matériau ZB en traction. Les figures 2-48 et 2-49 illustrent les résultats optimisés obtenus pour les deux nuances de THTZ :

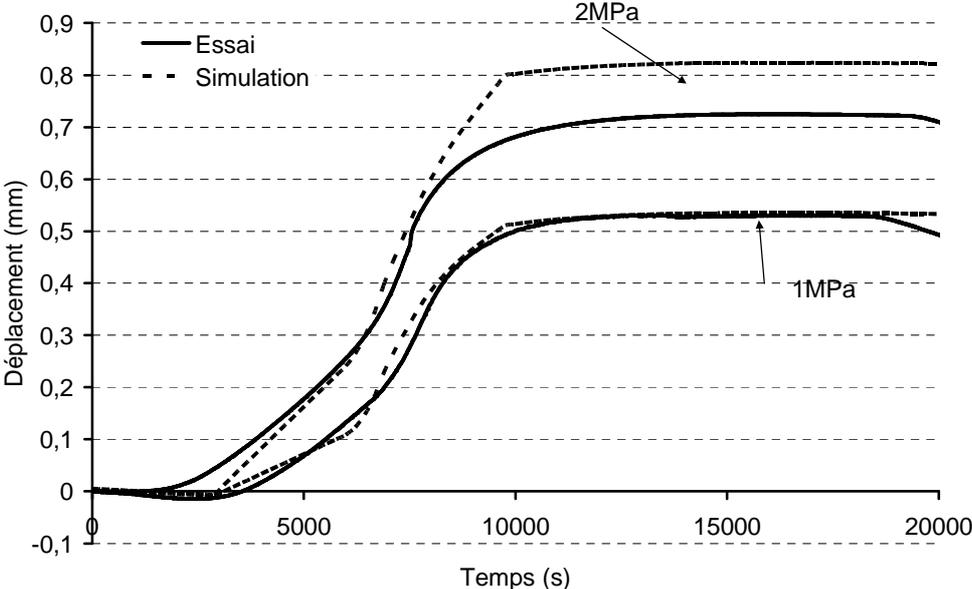


Figure 2-48 : comparaison simulation-expérience de la déformation en traction du matériau ZS sous contrainte au passage de la transformation.

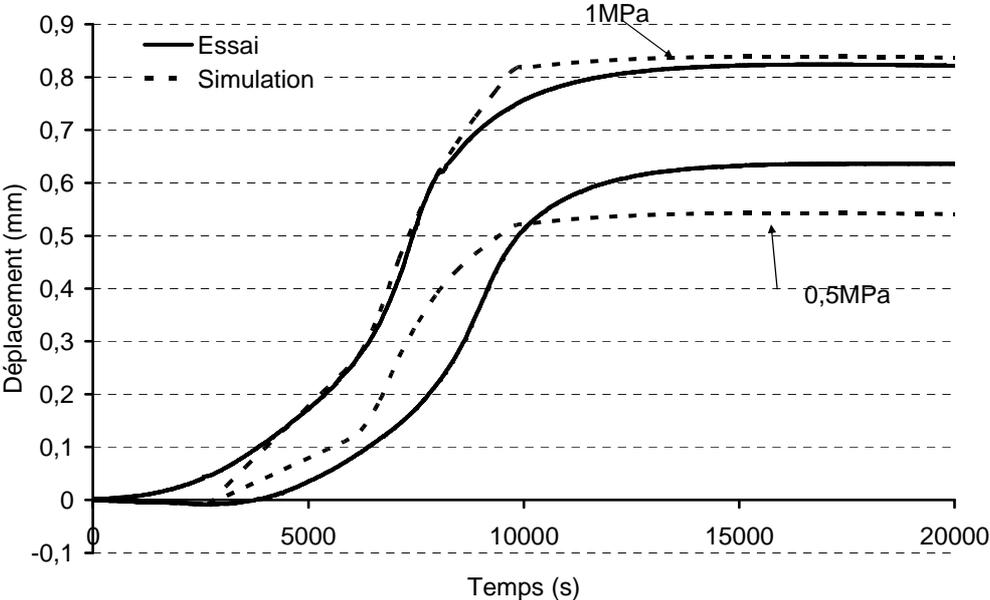


Figure 2-49 : comparaison simulation-expérience de la déformation en traction du matériau ZB sous contrainte au passage de la transformation.

## **2.6 Récapitulatif**

La mise en données d'un modèle numérique mécanique nécessite la connaissance des propriétés thermiques et mécaniques du matériau : ceci requiert une caractérisation expérimentale et une analyse critique des résultats obtenus.

Dans un premier temps, nous nous sommes intéressés au comportement viscoplastique des matériaux THTZ.

Le comportement expérimental a été déterminé par des essais de flexion trois points, pour les trois nuances de THTZ, à différentes contraintes et différentes températures. Les mécanismes de fluage se révèlent alors être très probablement des mécanismes diffusionnels.

D'après ces essais, une loi de comportement à écrouissage isotrope linéaire a pu être établie pour les trois nuances de THTZ. Seul le matériau ZY révèle un comportement en fluage différent des deux autres nuances, en présentant un taux de déformation viscoplastique beaucoup plus élevé.

Par la suite, en collaboration avec le GEMH, nous avons étudié la variation de module d'Young macroscopique en fonction de la température (annexe A). Cette étude nous a permis d'établir trois évolutions du module d'Young en fonction de la température, à considérer dans la simulation numérique. Nous ne différencierons pas les matériaux mais nous utiliserons néanmoins le modèle numérique comme un outil pour étudier l'influence, sur le développement des contraintes au cours du refroidissement, de l'évolution du module d'Young macroscopique en fonction de la température.

Liste des figures du chapitre 2

<i>Tableau 2-1 : paramètres de la loi de fluage du matériau THTZ ER 1195, (MAS 05).</i>	59
<i>Tableau 2-2 : récapitulatif des essais réalisés en flexion trois points pour les trois nuances de THTZ.</i>	64
<i>Tableau 2-3 : vitesse de déformation moyenne, exposant de contrainte et énergie d'activation pour le matériau ZS.</i>	68
<i>Tableau 2-4 : vitesse de déformation moyenne, exposant de contrainte et énergie d'activation pour le matériau ZB.</i>	70
<i>Tableau 2-5 : vitesse de déformation moyenne, exposant de contrainte et énergie d'activation pour le matériau ZBY1.</i>	72
<i>Tableau 2-6 : exposant de contrainte et énergie d'activation pour les trois nuances de matériau THTZ.</i>	73
<i>Tableau 2-7 : récapitulatif des différentes méthodes utilisées pour la mesure de Module d'Young.</i>	87
<i>Figure 2-1: représentation schématique des phénomènes intervenant lors du refroidissement du THTZ.</i>	55
<i>Figure 2-2 : courbe type de fluage sous contrainte constante</i>	57
<i>Figure 2-3 : comparaison de courbes de fluage obtenues en compression et en traction (MAS 05).</i>	60
<i>Figure 2-4 : courbes de fluage obtenues en compression sur le matériau ZS à 1440°C, (MAS 05).</i>	61
<i>Figure 2-5 : courbes de fluage obtenues en traction sur le matériau ZS à 1350°C, (MAS 05).</i>	61
<i>Figure 2-6 : géométrie des éprouvettes pour la caractérisation expérimentale du comportement en flexion trois points.</i>	62
<i>Figure 2-7 : dispositif d'essai de flexion trois points à haute température.</i>	63
<i>Figure 2-8 : matériau ZB, 1350°C, 1MPa, (deux essais).</i>	65
<i>Figure 2-9 : matériau ZB, 1400°C, 1MPa, (trois essais).</i>	65
<i>Figure 2-10 : matériau ZY, 1400°C, 2MPa, (deux essais).</i>	66
<i>Figure 2-11 : influence de la contrainte sur le fluage isotherme en flexion trois points du matériau ZS.</i>	67
<i>Figure 2-12 : influence de la température sur le fluage isotherme en flexion trois points du matériau ZS.</i>	67
<i>Figure 2-13 : détermination de l'exposant de contrainte à 1400°C, pour le matériau ZS</i>	68
<i>Figure 2-14 : détermination de l'énergie d'activation pour le matériau ZS.</i>	68
<i>Figure 2-15 : influence de la contrainte sur le fluage isotherme en flexion trois points du matériau ZB.</i>	69
<i>Figure 2-16 : influence de la température sur le fluage isotherme en flexion trois points du matériau ZB.</i>	69
<i>Figure 2-17 : détermination de l'exposant de contrainte à 1400°C, pour le matériau ZB.</i>	70
<i>Figure 2-18 : détermination de l'énergie d'activation pour le matériau ZB.</i>	70
<i>Figure 2-19 : influence de la contrainte sur le fluage isotherme en flexion trois points du matériau ZBY1.</i>	71
<i>Figure 2-20 : influence de la température sur le fluage isotherme en flexion trois points du matériau ZBY1.</i>	71
<i>Figure 2-21 : détermination de l'exposant de contrainte à 1400°C, pour le matériau ZBY1.</i>	72
<i>Figure 2-22 : détermination de l'énergie d'activation, pour le matériau ZBY1.</i>	72
<i>Figure 2-23 : comparaison du comportement en fluage à 1400°C sous 2MPa pour les trois nuances :</i>	73
<i>Figure 2-24 : comparaison du comportement en fluage à 1400°C sous 1MPa pour les trois nuances :</i>	73
<i>Figure 2-25 : comparaison du comportement en fluage à 1400°C sous 0.5MPa pour les trois nuances :</i>	74
<i>Figure 2-26 : schéma représentant la méthode d'optimisation pour déterminer les paramètres de la loi de comportement.</i>	78
<i>Figure 2-27 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1400°C, ZS.</i>	79
<i>Figure 2-28 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZS.</i>	80
<i>Figure 2-29 : paramètres de la loi de comportement en fluage de l' [REDACTED] identifiés par méthode inverse.</i>	80
<i>Figure 2-30 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1400°C, ZB.</i>	81
<i>Figure 2-31 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZB.</i>	81
<i>Figure 2-32 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZB.</i>	82
<i>Figure 2-33 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1400°C, ZBY1.</i>	82
<i>Figure 2-34 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZBY1.</i>	83
<i>Figure 2-35 : comparaison simulation- expérience, loi de comportement en fluage, 1MPa, ZBY1.</i>	83
<i>Figure 2-36 : exemple de dispersion expérimentale comparée aux résultats de simulation numérique. Matériau ZB, 1400°C 1MPa.</i>	84
<i>Figure 2-37 : exemple de dispersion expérimentale comparée aux résultats de simulation numérique. Matériau ZB, 1400°C 2MPa.</i>	85
<i>Figure 2-38 : courbe contrainte – déformation.</i>	86
<i>Figure 2-39 : trois variations de module d'Young en fonction de la température pour la mise en donnée de la simulation numérique.</i>	89

## CHAPITRE 2 : Comportement et propriétés mécaniques du THTZ au cours du refroidissement

---

Figure 2-40 : comparaison des variations de module d'Young en fonction de la température dans le cas de l'hypothèse endommageable. ....	89
Figure 2-41 : dilatation linéaire thermique du matériau ZS et du matériau ZB. ....	90
Figure 2-42 : Dilatation linéaire thermique du réfractaire ZBY1. ....	91
Figure 2-43 : dilatation thermique linéaire entre 0°C et 2450°C : variation expérimentale fournie par Saint Gobain CREE et variation considérée dans le calcul numérique du domaine viscoplastique. ....	91
Figure 2-44 : (a) comparaison des descentes en température du milieu de la grande face du moule en graphite (mesurée) et de la dalle (calculé). (b) Rampe utilisée lors des essais anisothermes. ....	93
Figure 2-45 : évolution de la déformation en traction et compression du matériau ZS au cours du refroidissement, en fonction de la contrainte appliquée (PAT10). ....	94
Figure 2-46 : évolution de la déformation en traction et en compression du matériau ZB au cours du refroidissement, en fonction de la contrainte appliquée (PAT10). ....	94
Figure 2-47 : comparaison des déformations en traction sous 1 MPa des matériaux ZS et ZB au passage de la transformation (PAT10). ....	95
Figure 2-48 : comparaison simulation-expérience de la déformation en traction du matériau ZS sous contrainte au passage de la transformation. ....	96
Figure 2-49 : comparaison simulation-expérience de la déformation en traction du matériau ZB sous contrainte au passage de la transformation. ....	96



---

**Chapitre 3 :**  
**Construction du modèle numérique thermique**

---



## Sommaire :

### *Chapitre 3 : Construction du modèle numérique thermique*

<i>Introduction :</i>	<b>105</b>
<b>3.1 Instrumentation d'une caisse de coulée et présentation du maillage associé</b>	<b>107</b>
3.1.1 Description d'une caisse de coulée	107
3.1.2 Géométrie de la caisse de coulée	108
3.1.3 Positionnement des thermocouples dans la caisse de coulée	109
3.1.4 Description du maillage utilisé pour les calculs	111
<b>3.2 Analyses des données expérimentales et mise en données de la simulation</b>	<b>113</b>
3.2.1 Analyse des résultats expérimentaux par rapport à la distance de la dalle pour les deux faces	114
3.2.2 Analyse des résultats expérimentaux dans la hauteur pour chacune des deux faces	117
3.2.3 Mise en données des calculs thermiques	119
3.2.3.1 Propriétés thermiques des différents constituants de la caisse de coulée.	119
3.2.3.2 Echanges de chaleur dans la caisse de coulée	123
3.2.4 Récapitulatif	124
<b>3.3 Simulation numérique de la partie thermique</b>	<b>124</b>
3.3.1 Etude de l'échange de chaleur entre la dalle et le moule en graphite au cours du refroidissement	125
3.3.2 Etude du paramètre de résistance thermique d'interface	126
3.3.2.1 Dans l'épaisseur de graphite (MM)	126
3.3.2.2 Dans l'épaisseur d'agent de calage (MA)	128
3.3.3 Etude des paramètres thermique du sable	130
3.3.3.1 Méthode d'optimisation et résultats	130
3.3.3.2 Propriétés thermo physiques du mélange <span style="background-color: black; color: black;">XXXXXXXXXX</span> fournit par Saint Gobain	131
3.3.3.3 Comparaison des valeurs optimisées par simulation numérique avec les données fournies par Saint Gobain et la littérature	133
<b>3.4 Résumé</b>	<b>135</b>
<i>Liste des figures du chapitre 3 :</i>	<b>136</b>



## **Introduction :**

La construction du modèle numérique nécessite la prise en compte de données initiales et de conditions aux limites qui ont été déterminées par un essai de coulée instrumentée du matériau ZS en moulage graphite.

Dans une première partie, après une description de l'essai et du maillage utilisé pour le modéliser, les données expérimentales seront analysées afin de choisir les plus pertinentes pour le développement du modèle numérique.

Dans une deuxième partie, la mise en données de la simulation numérique thermique sera exposée. La comparaison entre les résultats obtenus et l'expérimentation permet, par méthode inverse, de définir des éléments nécessaires au calcul thermique, comme les conditions d'échange de chaleur entre la dalle et le moule (résistance thermique d'interface) ou encore les paramètres thermiques de l'agent de calage (conductivité thermique, chaleur spécifique).



### ***3.1 Instrumentation d'une caisse de coulée et présentation du maillage associé***

#### **3.1.1 Description d'une caisse de coulée**

Le matériau THTZ est élaboré par électrofusion. Ce procédé de fabrication consiste à faire fondre un mélange de poudres d'oxydes à une température de 2450°C et à le couler dans un moule en graphite (assemblage de plaques d'épaisseur ■ mm) aux dimensions de la dalle (■■■■■ mm<sup>3</sup>).

Ce procédé de fabrication peut entraîner la formation de cavités de retrait, ou retassures, créées par la contraction du produit lors de la solidification. Pour éviter ces retassures au sein de la dalle, on prévoit un réservoir supérieur de liquide, appelé « masselotte », de dimensions ■■■■■ mm<sup>3</sup>, qui est chargé d'approvisionner en matière fondue la dalle au cours de la solidification. La masselotte est ensuite tronçonnée lors de l'usinage de la dalle.

L'ensemble dalle-masselotte et moule graphite est maintenu dans une caisse de coulée en acier par un agent de calage (AC), isolant thermique pulvérulent (mélange de ■■■■■), dont on remplit la caisse (Figure3-1).



Figure 3-1 : vue de dessus d'une caisse de coulée, (Saint-Gobain, CREE).

### 3.1.2 Géométrie de la caisse de coulée

Les figures 3-2 et 3-3 représentent respectivement une vue en coupe de la caisse de coulée et le positionnement du moule en graphite dans la caisse de coulée.

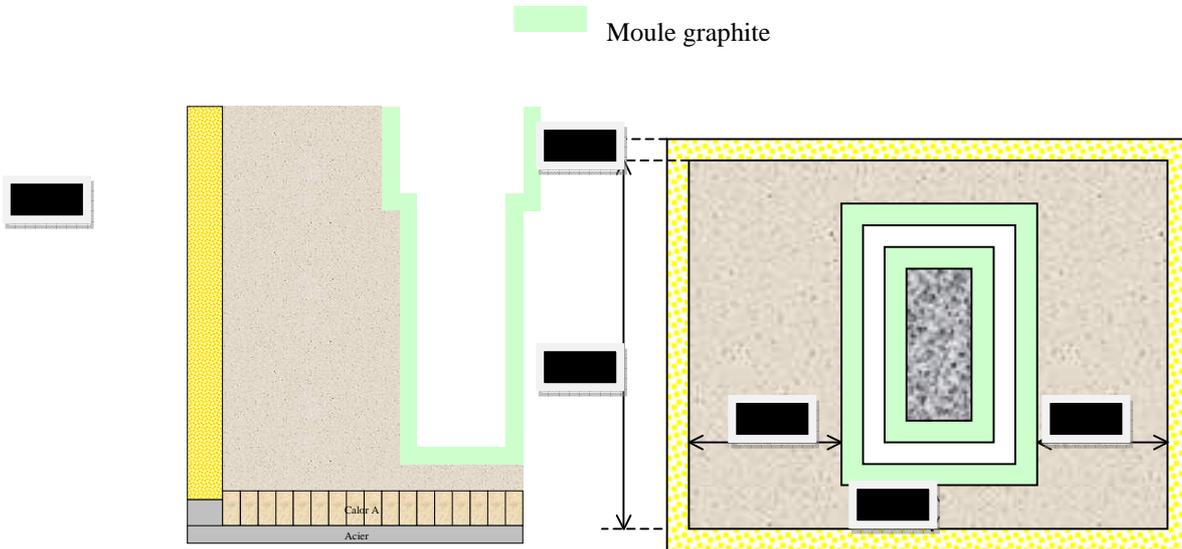


Figure 3-2 : vue en coupe du système.

Figure 3-3 : positionnement du moule graphite dans la caisse de coulée.

Le format des dalles de THTZ est de  $\text{mm}^3$ . Les figures 3-4a et 3-4b représentent les dimensions intérieures du moule en graphite :

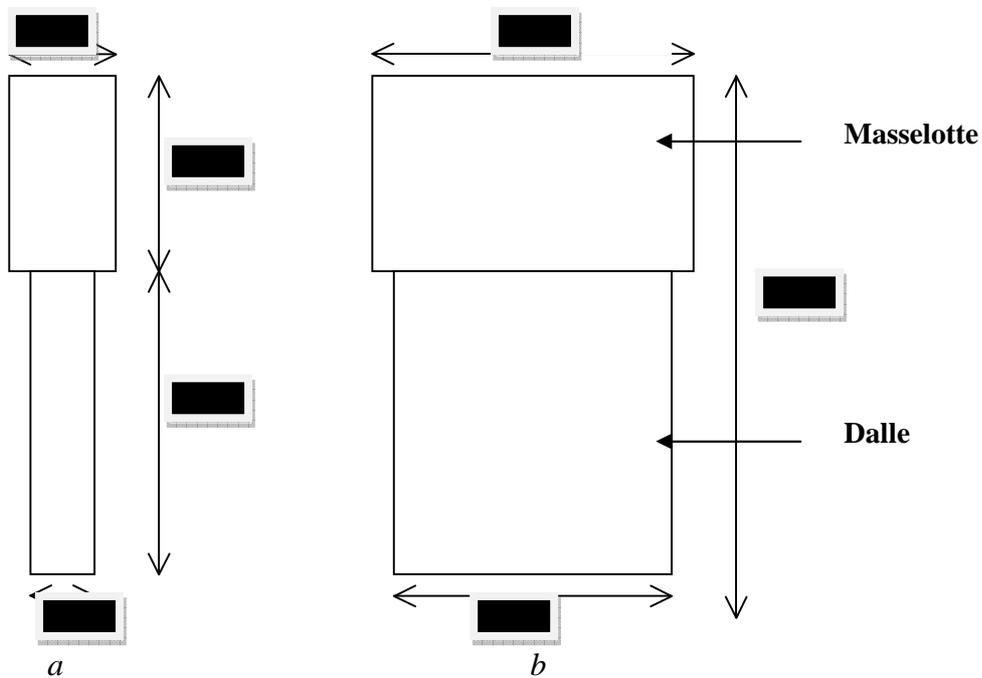


Figure 3-4 : schéma coté du moule en graphite petite face (a) et grande face (b).

### 3.1.3 Positionnement des thermocouples dans la caisse de coulée

Un relevé direct des températures au sein de la dalle est rendu impossible par la température de coulée élevée (2450°C).

Expérimentalement, les températures sont donc mesurées en différents points de la caisse de coulée à l'aide de thermocouples (Type K, S et B suivant la température atteinte) sur la petite face et la grande face du moule, comme indiqué sur les figures 3-5 et 3-6.

A partir de ces mesures, la simulation numérique permettra par la suite de reconstruire le champ de température au sein de la dalle.

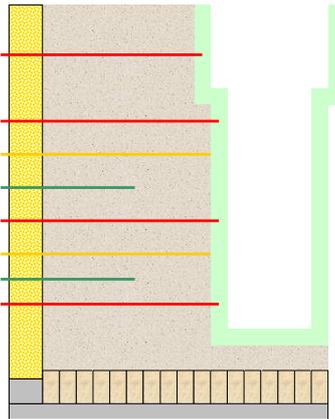


Figure 3-5 : schéma du positionnement des thermocouples dans la caisse de coulée.

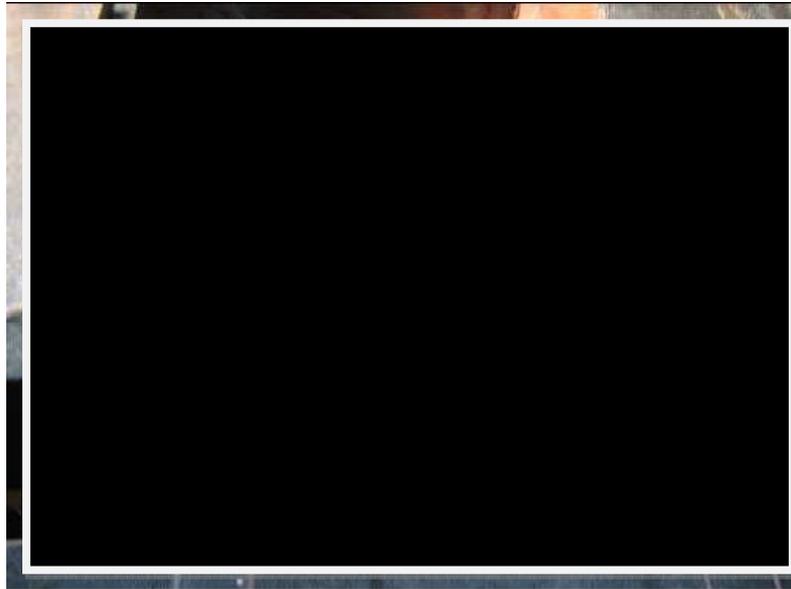


Figure 3-6 : thermocouples dans la caisse de coulée avant remplissage par l'agent de calage, (Saint-Gobain, CREE).

Les thermocouples sont positionnés dans le plan de symétrie de chacune des faces, à différentes hauteurs et à différentes distances de l'interface dalle/moule comme l'illustre la figure 3-6.

La numérotation telle qu'issue des résultats fournis par l'usine n'étant guère explicite, il a été choisi un autre système de numérotation :

- Des chiffres pairs pour la petite face et des chiffres impairs pour la grande face ;
- Des chiffres décroissants avec la hauteur ;
- Des initiales suivant le positionnement par rapport à l'interface dalle/moule (MM=mi-moule, I=interface moule-agent de calage, MA=mi-agent de calage, IC=interface caisse).

La figure 3-7 et le tableau 3-1 illustrent le positionnement de ces thermocouples, ainsi que leur numérotation pour la grande et la petite face.

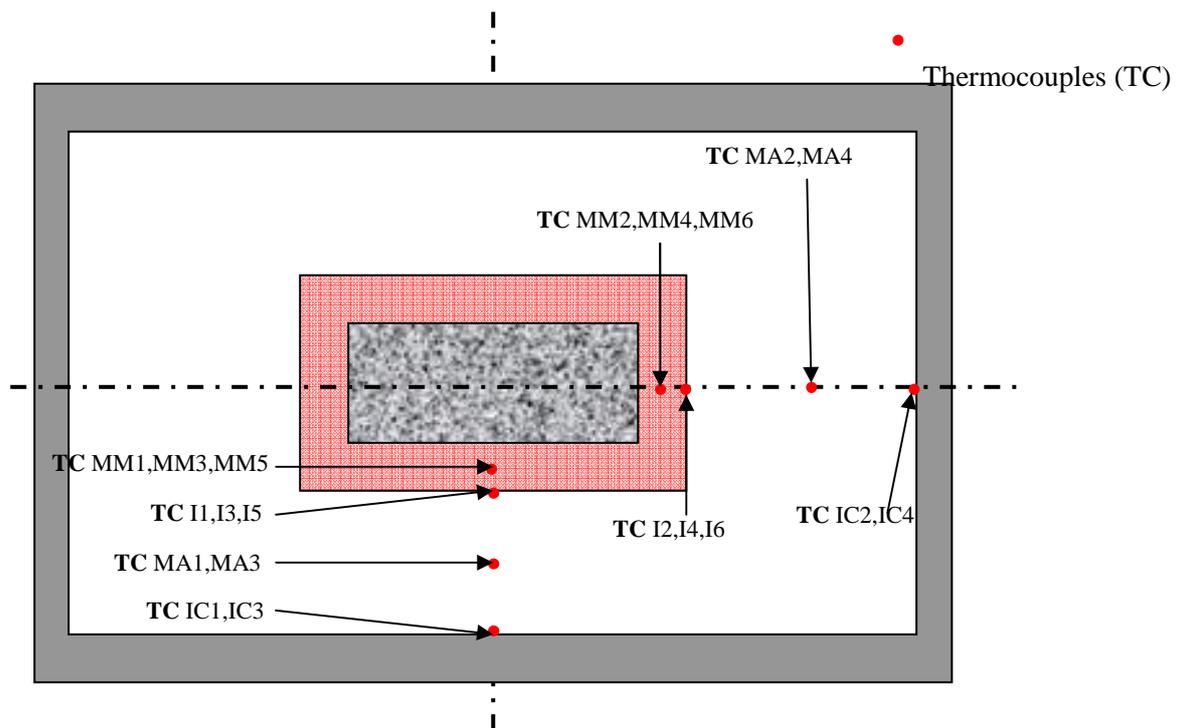


Figure 3-7 : positionnement des thermocouples en vue du dessus.

Numéro des thermocouples Grande face	Distance du bas du moule (mm)	Distance à l'interface dalle/moule (mm)
Mi-moule TC MM1 TC MM3 TCMM5		
Interface Moule-AC TC I1 TC I3 TC I5		
Mi-AC TC MA1 TCMA3		
Interface AC-caisse TC IC1 TC IC3		

Numéro des thermocouples Petite face	Distance du bas du moule (mm)	Distance à l'interface dalle/moule (mm)
Mi-moule TC MM2 TC MM4 TC MM6		
Interface Moule-AC TC I2 TC I4 TC I6		
Mi-AC TC MA2 TC MA4		
Interface AC-caisse TC IC2 TC IC4		

Tableau 3-1: positionnement des thermocouples dans la hauteur: grande face (a), petite face (b).

### 3.1.4 Description du maillage utilisé pour les calculs

Prenant en considération le problème dans son ensemble, il a été envisagé presque immédiatement de travailler sur une représentation bidimensionnelle de la structure plutôt que sur un maillage 3D, ceci afin de limiter les temps de calcul, notamment dans une approche par approximations successives.

Trois maillages 2D sont envisageables pour pratiquer la simulation numérique :

- une vue 2D de la petite face, pour évaluer la réponse des thermocouples placés au milieu de la grande face, maillage appelé 2DPF (Figure 3-8 a) ;
- une vue 2D de la grande face, pour évaluer la réponse des thermocouples placés au milieu de la petite face, maillage appelé 2DGF (Figure 3-8 b) ;
- une vue du dessus, maillage appelé 2DD (Figure 3-8 c).

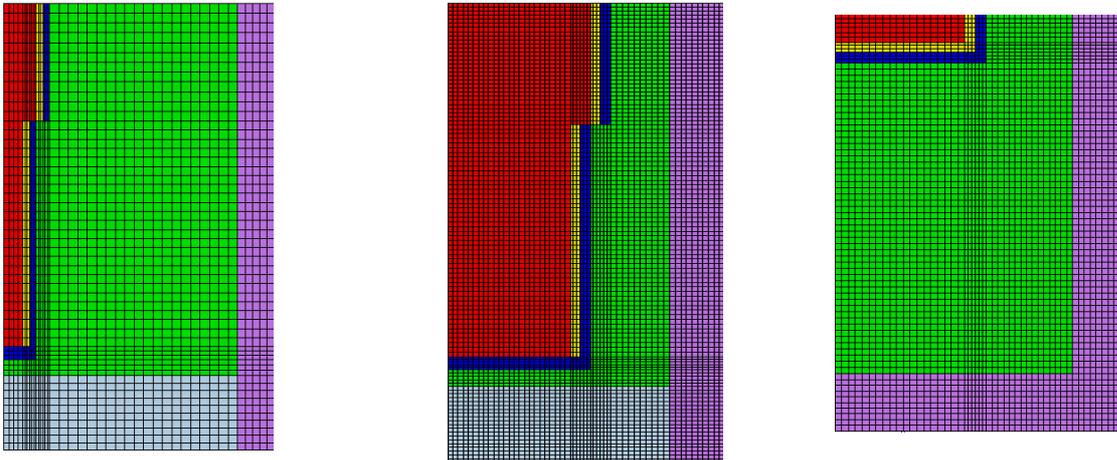


Figure 3-8 : trois maillages 2D, vue de la petite face (a), vue de la grande face (b), vue de dessus (c).

La représentation 2DD comportant 33637 nœuds a finalement été choisie pour la construction du modèle numérique. Cette coupe a pour avantage de considérer simultanément les échanges thermiques dans les deux directions horizontales. Elle revient, en faisant l'hypothèse que le champ de température dans un plan horizontal ne dépend pas de manière significative de sa hauteur (hypothèse qui sera vérifiée ultérieurement par les mesures), à considérer le système comme étant de hauteur infinie (maillage extrudé dans le sens vertical).

Ont été choisis pour le maillage des éléments de type  $C_{2d8}$  (Figure 3-9), d'une épaisseur moyenne de 1mm dans la partie non raffinée et avec un raffinement au niveau des coins (0,12mm), pour prévenir les problèmes de convergence qui auraient pu intervenir au moment des calculs mécaniques.

Les points représentés sur la figure 3-9 illustrent, pour un élément, la position de chaque nœud pour lequel il sera possible d'obtenir des informations sur la température.

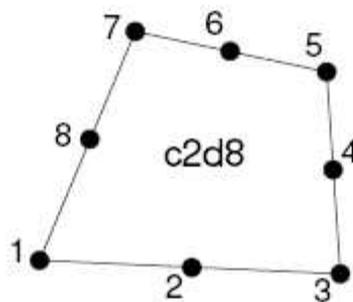


Figure 3-9 : type d'élément utilisé pour le maillage.

### 3.2 Analyses des données expérimentales et mise en données de la simulation

La première partie du travail a consisté à tirer le maximum d'informations exploitables à partir des résultats expérimentaux.

Une analyse critique des données expérimentales est essentielle pour définir la simulation numérique et, réciproquement, les résultats de calculs intermédiaires apportent des éléments importants pour cette analyse des résultats expérimentaux.

A partir des résultats bruts donnant la température en fonction du temps, la première étape a consisté à définir une origine des temps ( $t_0$ ) définissant conventionnellement le début de la coulée.

L'instant où le premier évènement thermique a été détecté, c'est à dire au moment où les thermocouples les plus proches de la dalle (soit à mi-moule) ont commencé à indiquer une élévation de température a été choisi. Compte tenu de la diffusion rapide de la chaleur dans le graphite, l'erreur ainsi commise reste faible. Ce point sera d'ailleurs confirmé ultérieurement par le calcul.

Une courbe de référence (figure 3-10) est ainsi obtenue :

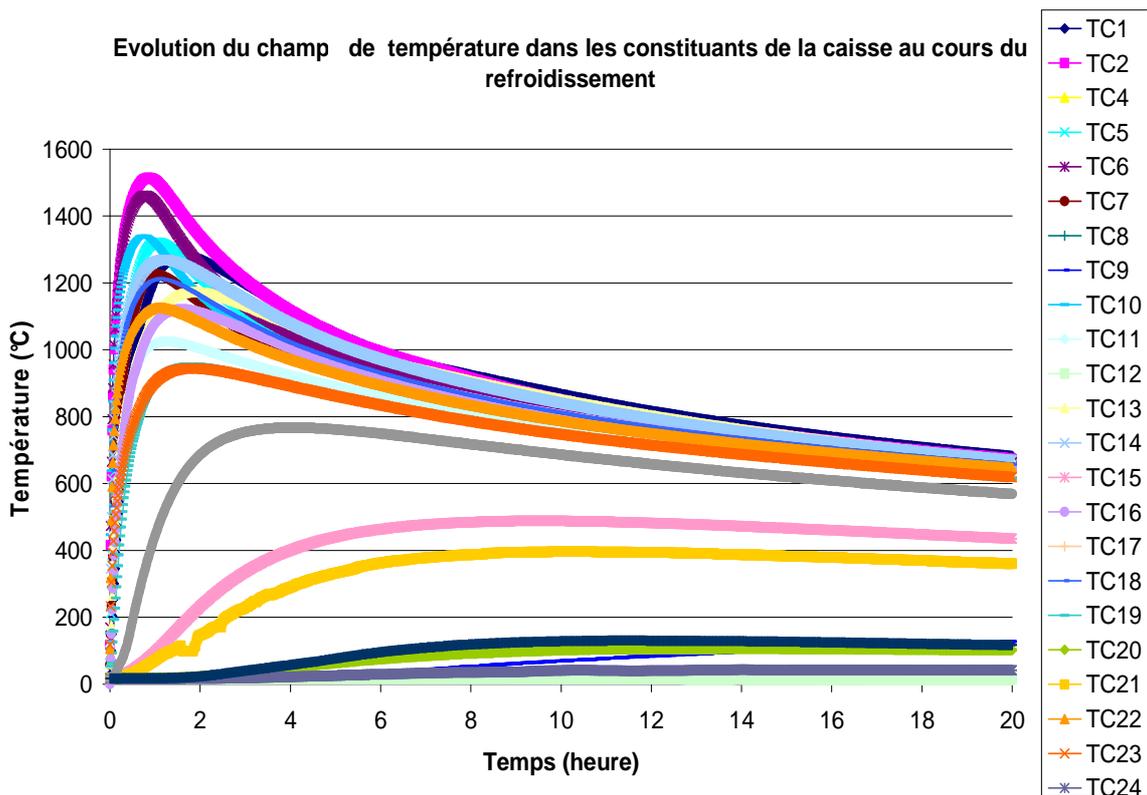


Figure 3-10 : évolution de la température en différents points de la caisse de coulée en fonction du temps

Ce graphique illustre l'évolution de la température en fonction du temps pour tous les thermocouples placés au sein de la caisse de coulée.

Une température de coulée de 2450°C nous donne une température maximale d'environ 1500°C dans le graphite, à mi-moule. Les températures maximales atteintes diminuent logiquement lorsque le point de mesure s'éloigne de la dalle.

Un premier regard sur ces résultats fait tout d'abord ressortir un temps de refroidissement très long. Au bout de vingt heures, on relève encore dans le graphite des températures supérieures à 700°C.

Les résultats expérimentaux ont, par la suite, été étudiés de plus près en fonction de la distance à l'interface et en fonction de la hauteur.

### 3.2.1 Analyse des résultats expérimentaux par rapport à la distance de la dalle pour les deux faces

Les deux premières rangées de thermocouples (MM et I) ont été considérées. Une analyse des résultats dans l'épaisseur de graphite a été ainsi faite en moyennant les champs de températures pour les trois thermocouples dans la hauteur pour chacune des faces (Figure 3-11).

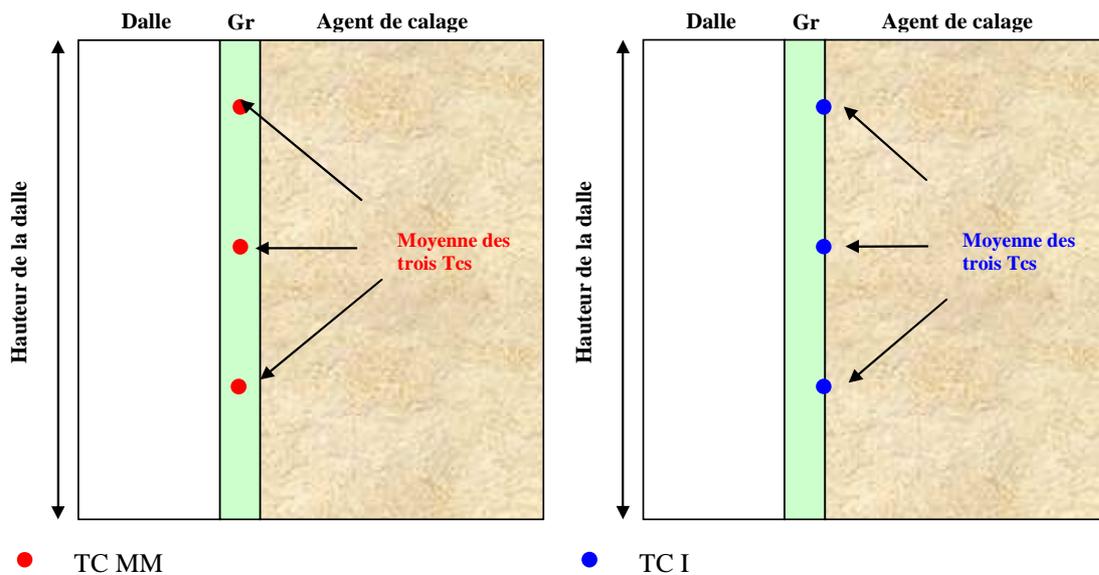


Figure 3-11 : positionnement des thermocouples étudiés pour l'analyse dans l'épaisseur de graphite

Ces valeurs moyennes fournies par les thermocouples MM et I en fonction de la hauteur sont représentées sur les figures 3-12 pour la grande face et 3-13 pour la petite face :

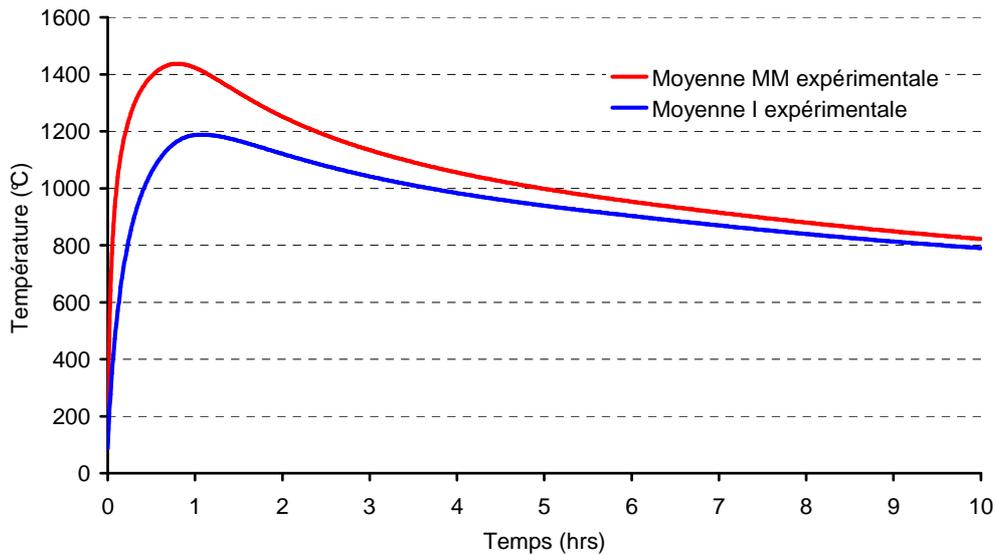


Figure 3-12 : variation de la température dans le graphite à mi-moule et à l'interface moule-sable (grande face)

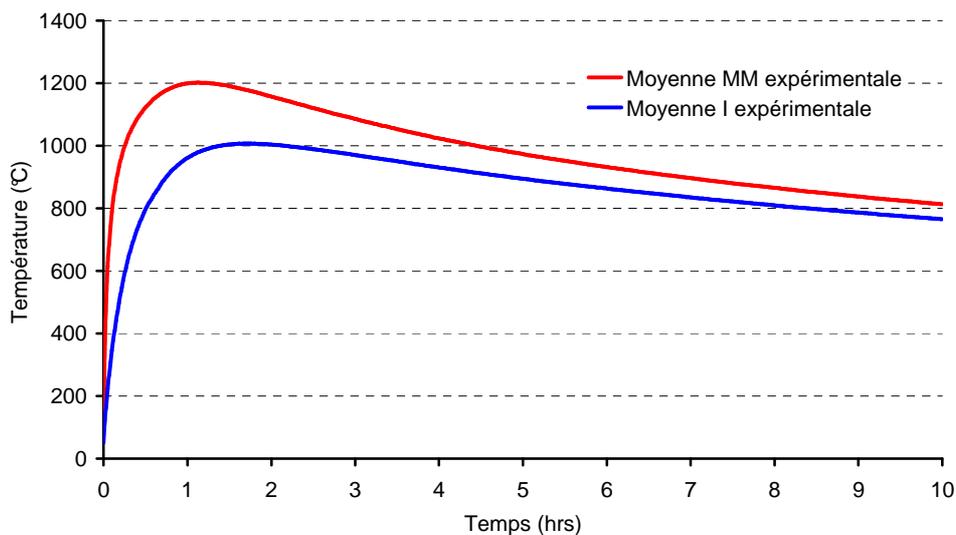


Figure 3-13 : variation de la température dans le graphite à mi-moule et à l'interface moule-sable (petite face)

Les figures 3-12 et 3-13 révèlent, pour les deux faces, une différence maximale de température d'environ 200°C pour une épaisseur de ■ mm de graphite : du fait de sa forte conductivité thermique et du caractère isolant de l'agent de calage, une isothermie plus rapide du graphite serait attendue.

Il est alors important de rappeler que la deuxième rangée de thermocouples est positionnée à l'interface entre le moule en graphite et l'agent de calage qui est un mélange ■ ayant une conductivité thermique très basse par rapport à celle du graphite. Cette position de thermocouple n'était sans doute pas judicieuse car située à une interface entre

deux matériaux de conductivités thermiques très différentes : une petite erreur de positionnement peut alors avoir une influence importante sur la mesure.

Cette idée a été vérifiée par simulation numérique. En effet, en regardant les résultats du calcul dans l'épaisseur du graphite petite face et grande face (Figure 3-14 et 3-15) on remarque que les températures à mi-graphite et à l'interface graphite-agent de calage ont une évolution similaire, ce qui prouve bien que le graphite est rapidement isotherme.

Le champ de température du nœud le plus proche de l'interface moule –agent de calage a été relevé en se déplaçant du côté de l'agent de calage. On remarque alors qu'en se décalant de seulement 2mm vers l'agent de calage on peut reproduire l'écart observé entre les résultats expérimentaux.

On retrouve ainsi, par le calcul, une explication possible de la différence de température relevée expérimentalement entre le thermocouple Mi-moule (MM) et le thermocouple placé à l'interface moule-agent de calage (I).

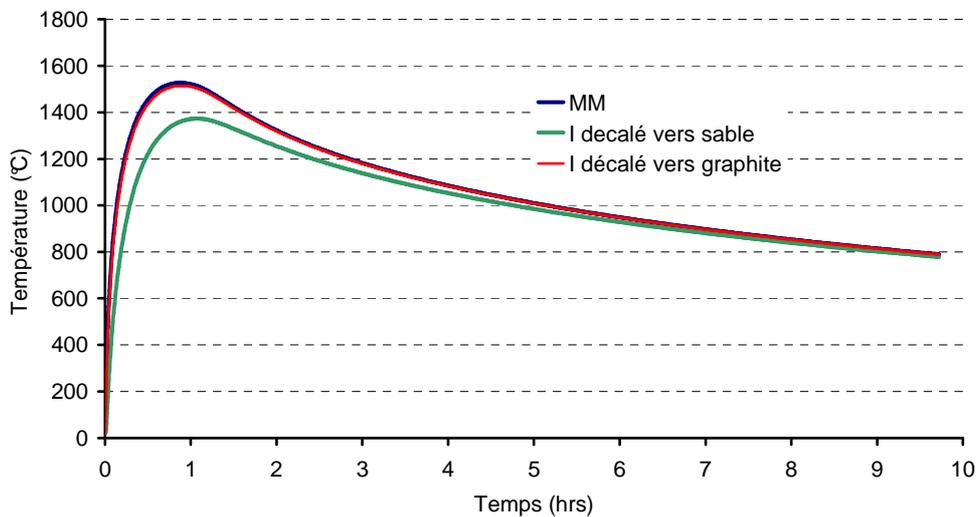


Figure 3-14 : analyse des résultats de simulation dans l'épaisseur de graphite, grande face.

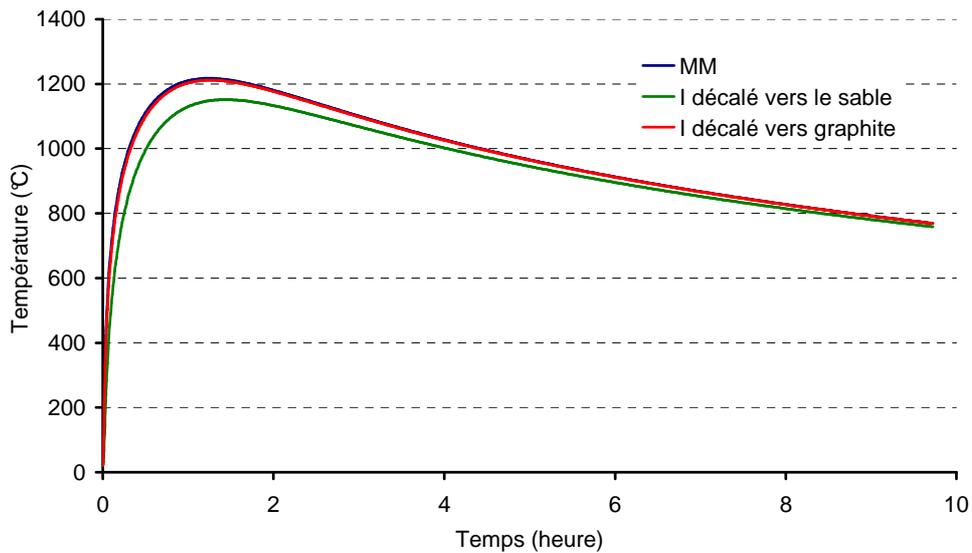


Figure 3-15 : analyse des résultats de simulation dans l'épaisseur de graphite, petite face.

### 3.2.2 Analyse des résultats expérimentaux dans la hauteur pour chacune des deux faces

Plaçons nous maintenant au milieu du moule en graphite (Figure 3-16 a pour la grande face et Figure 3-16 b pour la petite face :

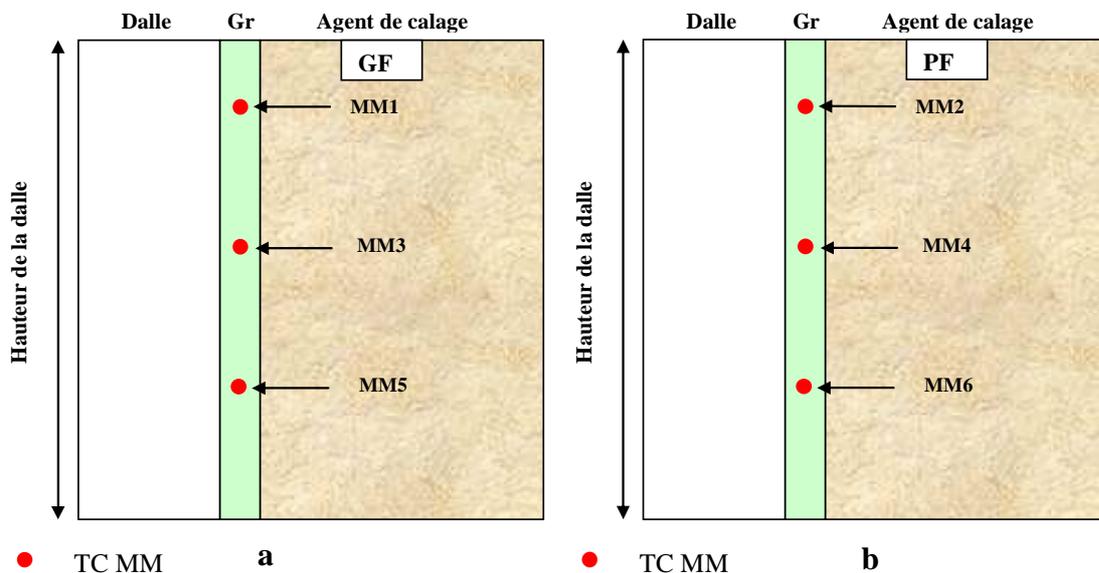
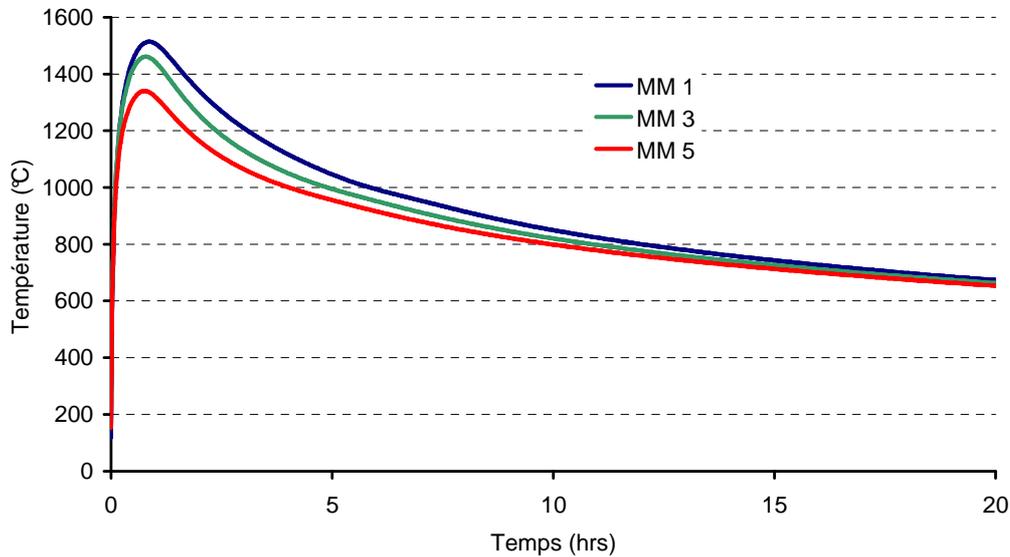
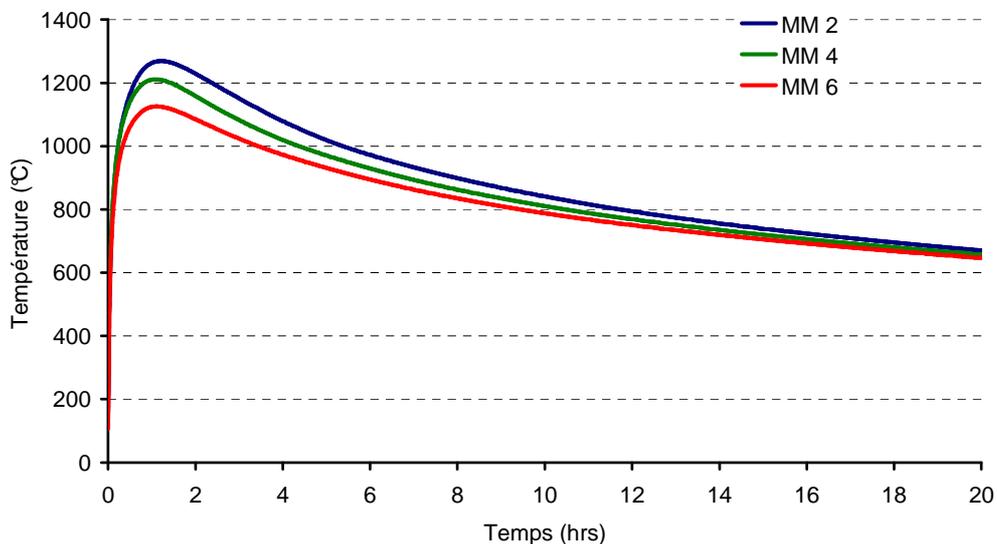


Figure 3-16 : positionnement des thermocouples considérés pour l'analyse dans la hauteur à mi-graphite pour la grande face (a) et la petite face (b).

Si l'on trace, pour chacune des faces, l'évolution des températures mesurées par les thermocouples placés à mi-graphite (figure 3-17 et figure 3-18), on remarque, dans les deux cas, que ceux placés les plus hauts sont les plus chauds (réchauffement par la masselotte) et ceux les plus bas sont les plus froids (refroidissement par le bas de la caisse de coulée).



**Figure 3-17 : évolution de la température en fonction du temps pour les thermocouples situés à la moitié du moule graphite de la grande face.**



**Figure 3-18 : évolution de la température en fonction du temps pour les thermocouples à la moitié du moule graphite de la petite face.**

Ces écarts restent toutefois très limités en intensité (de l'ordre de 10%) et strictement localisés près du pic de température. L'utilisation d'un maillage 2D considérant la dalle comme extrudée dans le sens vertical ne conduira donc pas à une erreur importante. L'évolution de température considérée comme référence sera la moyenne des trois valeurs mesurées pour chaque face.

### 3.2.3 Mise en données des calculs thermiques

Pour simuler le refroidissement, définir les échanges de chaleur entre les différents constituants de la caisse ainsi que leurs propriétés thermiques s'avère nécessaire.

En effet, comme décrit dans le paragraphe 2, la caisse de coulée d'une dalle de THTZ est constituée de plusieurs couches de matériaux différents qu'il est nécessaire de considérer comme différentes phases d'un système global dans le calcul thermique. Les transferts thermiques sont donc gérés au sein de la caisse par la conductivité thermique et la capacité calorifique de chacune des couches constitutives, et par d'éventuelles résistances thermiques aux interfaces.

#### 3.2.3.1 Propriétés thermiques des différents constituants de la caisse de coulée.

Des échantillons de graphite fournis par le CREE ont été envoyés au CEA Saclay pour effectuer des mesures de conductivité thermique et de capacité calorifique. Les résultats obtenus sont résumés sur les figures 3- 19 et 3- 20 :

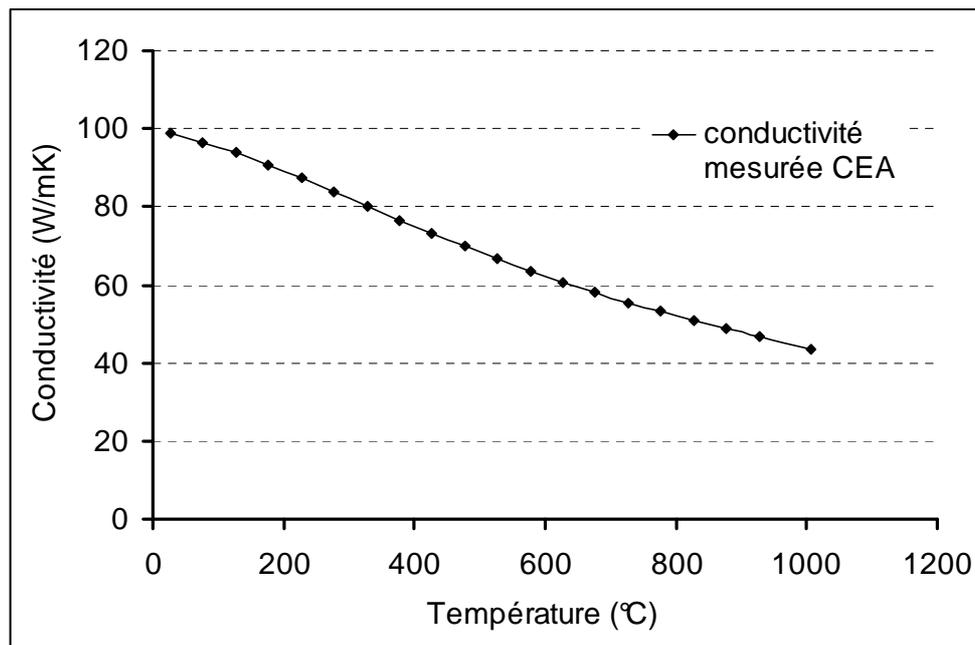


Figure 3-19 : variation de la conductivité thermique du graphite en fonction de la température.

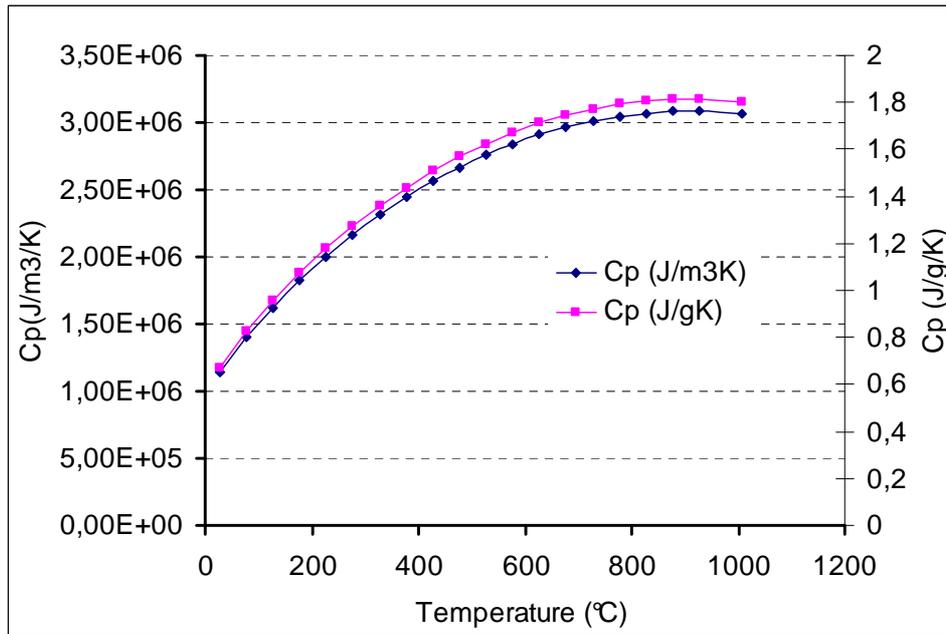


Figure 3-20 : variation de la capacité calorifique du graphite en fonction de la température.

Les mesures du CEA ont été réalisées jusqu'à 1000°C. La coulée instrumentée montre que le graphite monte à des températures supérieures.

Des résultats de la littérature ont été exploités [LUT 69, PRA 09] pour extrapoler nos mesures vers de plus hautes températures. La capacité calorifique du graphite est alors considérée comme constante entre 1000°C et 1600°C (Figure 3- 21) et la conductivité thermique comme décroissante avec la température comme illustré par la figure 3-22.

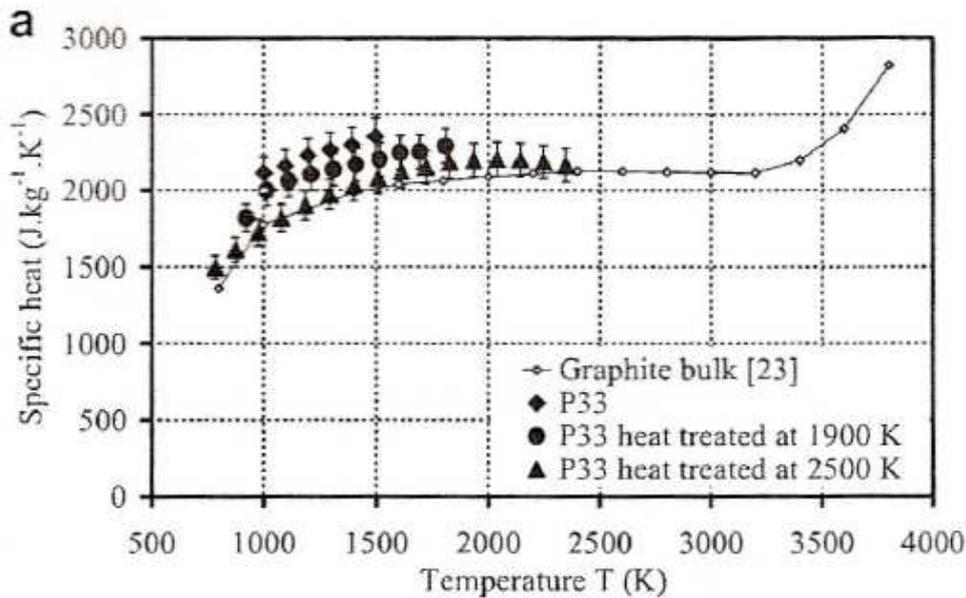


Figure 3-21 : variation de la capacité calorifique d'un graphite à haute température. (PRA09).

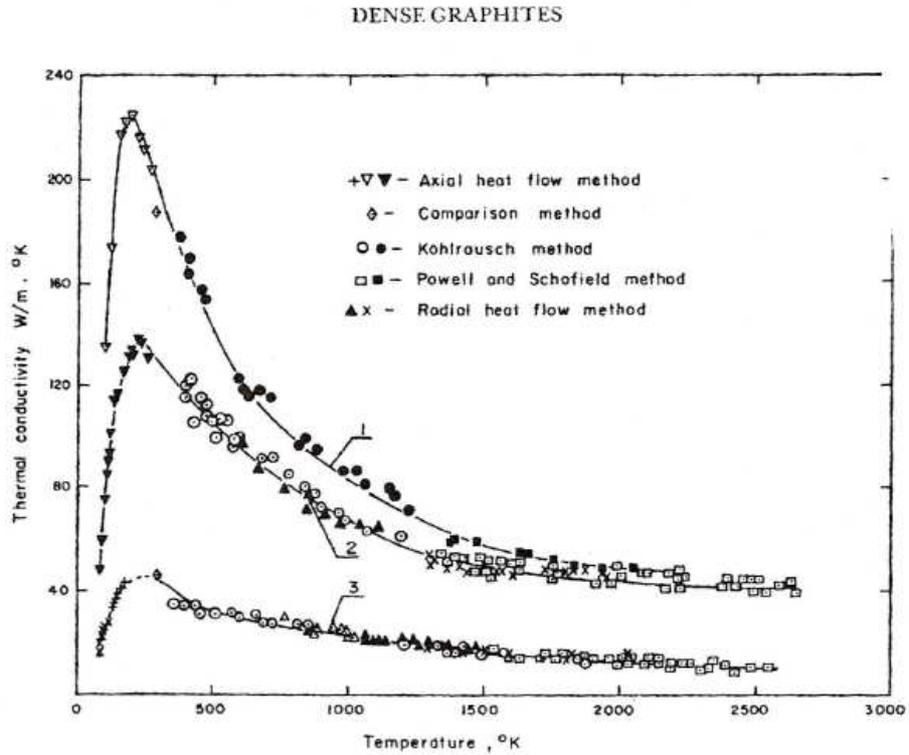


Figure 3-22 : mesure de conductivité thermique d'un graphite dense à haute température. (LUT69)

La conductivité thermique et la capacité calorifique du graphite finalement utilisées pour le modèle numérique sont représentées sur les figures 3-23 et 3-24 :

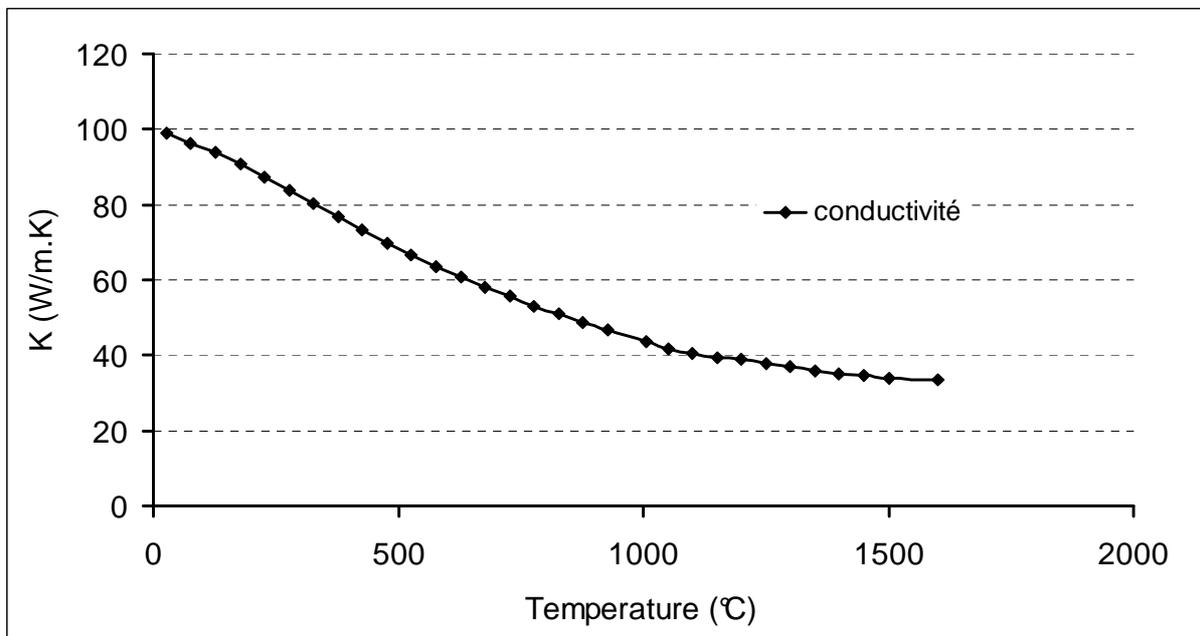


Figure 3-23 : variations de la conductivité thermique du graphite en fonction de la température considérées pour les calculs thermiques.

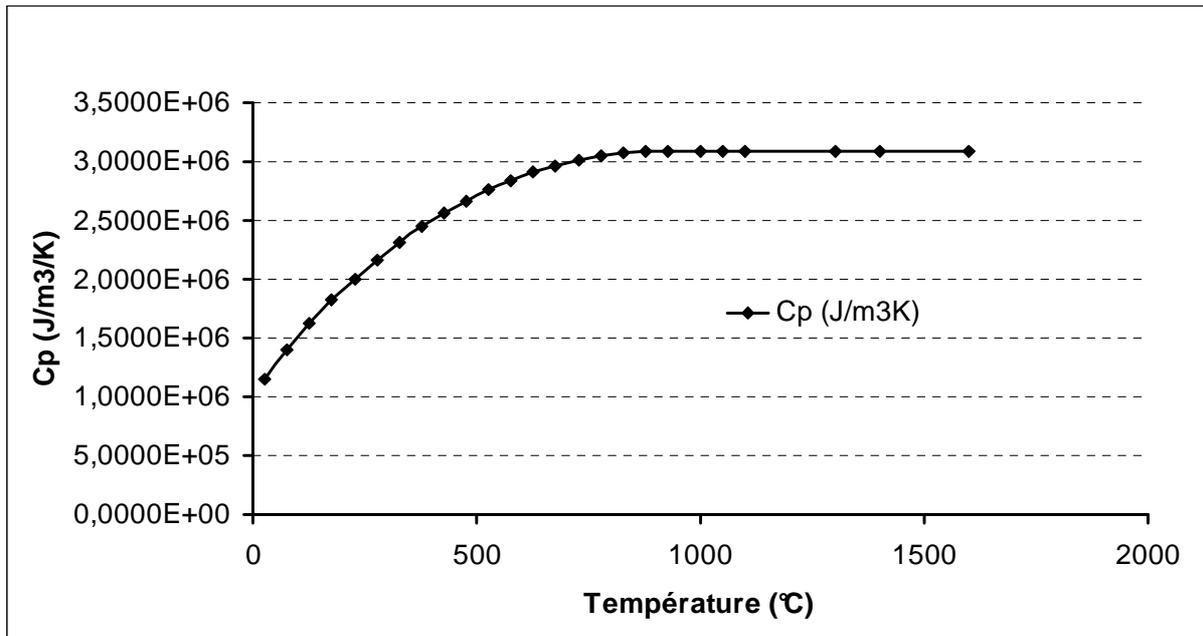


Figure 3-24 : variations de la capacité calorifique du graphite en fonction de la température considérées pour les calculs thermiques.

Les propriétés thermiques des autres constituants de la caisse de coulée ont été fournies par Saint Gobain CREE et sont rassemblées dans le tableau 3-3.

Les figures 3-23, 3-24 et le tableau 3-3 reprennent ainsi les propriétés thermiques des différents constituants de la caisse nécessaires pour la mise en données des simulations numériques.

Matériaux	Masse volumique (kg.m <sup>-3</sup> )	Capacité thermique massique Cp (J.kg <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )		Conductivité thermique λ (W.m <sup>-1</sup> .K <sup>-1</sup> )		Origine	
				T	λ		
<b>THTZ</b>	[REDACTED]	[REDACTED]		T	λ	Données fournies par le CREE	
				20	[REDACTED]		
				500	[REDACTED]		
				1000	[REDACTED]		
				1500	[REDACTED]		
				2000	[REDACTED]		
<b>Agent de calage</b> ( [REDACTED] )	[REDACTED]	T	Cp	T	λ	Données fournies par le CREE	
		160	[REDACTED]	160	[REDACTED]		
		270	[REDACTED]	270	[REDACTED]		
		370	[REDACTED]	370	[REDACTED]		
		418	[REDACTED]	418	[REDACTED]		
		605	[REDACTED]	605	[REDACTED]		
		775	[REDACTED]	775	[REDACTED]		
		<b>Agent de calage</b> ( [REDACTED] )	956	[REDACTED]	956		[REDACTED]
		1181	[REDACTED]	1181	[REDACTED]		
		1358	[REDACTED]	1358	[REDACTED]		
<b>Caisse (acier)</b>	[REDACTED]	[REDACTED]		T	λ	Données fournies par le CREE	
				20	[REDACTED]		
				750	[REDACTED]		
				1500	[REDACTED]		
				2500	[REDACTED]		

Tableau 3-3 : récapitulatif des propriétés thermiques des éléments constitutifs de la caisse de coulée.

### 3.2.3.2 Echanges de chaleur dans la caisse de coulée

Une autre donnée nécessaire à la réalisation de la simulation numérique concerne les conditions d'échange de chaleur entre la caisse de coulée et le milieu extérieur.

Seuls des échanges convectifs sur toute la surface externe de la caisse de coulée ont été considérés : la température maximale atteinte par celle-ci reste limitée à 100°C maximum. D'une manière générale, les échanges thermiques par rayonnement n'ont pas été pris en compte dans le calcul. Ces derniers ne pourraient concerner que le trou de coulée situé en haut de la masselotte. Or celui-ci est, d'une part, éloigné de la dalle, et d'autre part, recouvert d'une pelletée de sable immédiatement après la coulée. Son influence radiative sur la thermique de l'ensemble peut donc être négligée.

L'enthalpie de solidification du THTZ ( $\Delta H=663\text{kJ.kg}^{-1}$ ) a également été considérée pendant l'intervalle de solidification (2450°C-1900°C). Le dégagement de chaleur correspondant a ainsi été pris en compte par une augmentation fictive, sur tout l'intervalle de solidification, de la capacité calorifique du THTZ correspondant à la valeur de l'enthalpie de solidification.

La valeur de la chaleur spécifique du THTZ dans le domaine de solidification devient donc :

$$C_{eq} = C_p + \left( \frac{\Delta H}{\Delta T} \right)$$

Le fichier de mise en données utilisé pour le calcul devient alors :

Température (°C)	Capacité thermique massique Cp J.m <sup>-3</sup> .K <sup>-1</sup>	Capacité thermique massique Cp eq J.m <sup>-3</sup> .K <sup>-1</sup>
20		
1895		
1905		
2395		
2405		
2500		

Tableau 3-4 : mise en données de la chaleur spécifique de la dalle prenant en considération l'enthalpie de solidification.

### 3.2.4 Récapitulatif

En comparant les mesures réalisées à différentes hauteurs, il a pu être mis en évidence que celle-ci n'avait qu'une faible influence sur les évolutions de température. Cette observation légitime un calcul 2D sur une section horizontale de la caisse de coulée calée sur la moyenne des mesures.

L'analyse des mesures dans l'épaisseur de graphite nous a incité à ne pas considérer les résultats donnés par les thermocouples placés à l'interface moule-agent de calage (I), trop sensibles à leur positionnement. Le calage de la simulation numérique se fera donc sur la base des thermocouples situés à mi-épaisseur du moule, pour chacune des deux faces.

## 3.3 Simulation numérique de la partie thermique

Dans cette partie du rapport seront exposés les résultats de calculs thermiques obtenus pour les conditions aux limites et les paramètres thermiques des différents constituants de la caisse, définis dans le paragraphe précédent. Les calculs seront calés par comparaison entre les températures calculées pour des nœuds qui se rapprochent au plus près de la position réelle des thermocouples et les mesures fournies par ces derniers.

### 3.3.1 Etude de l'échange de chaleur entre la dalle et le moule en graphite au cours du refroidissement

La figure 3-25 compare les résultats d'une première simulation avec les mesures fournies par les thermocouples placés à mi- moule (MM), sur chacune des deux faces.

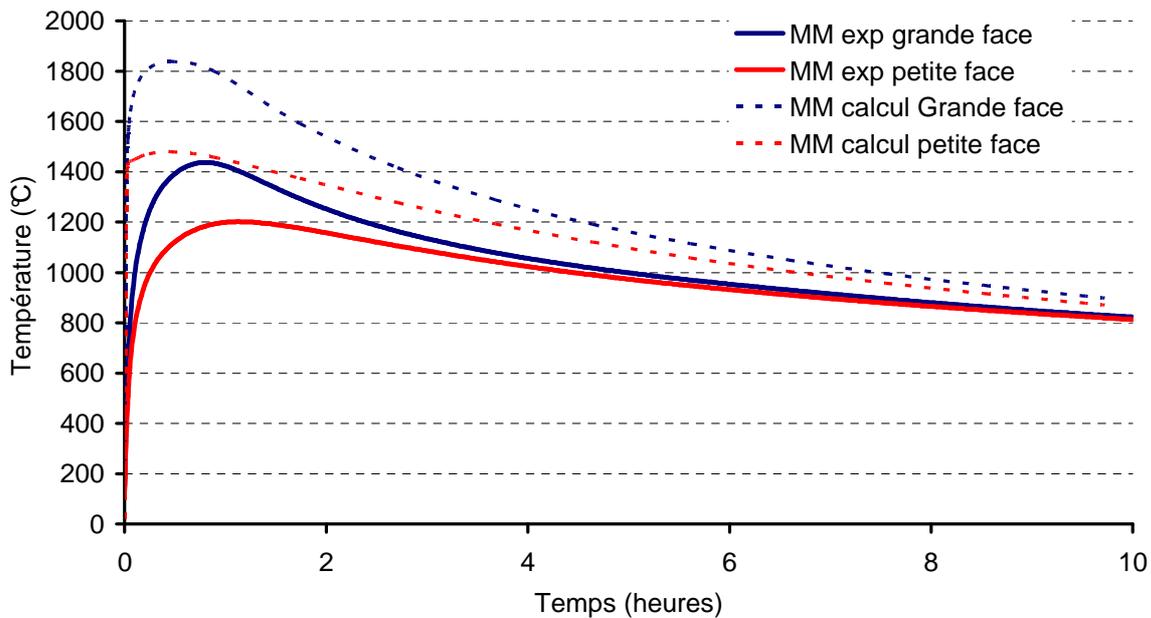


Figure 3-25 : comparaison simulation – expérience pour les thermocouples MM grande face et petite face.

La simulation numérique se caractérise, pour les premiers instants de la coulée, par une montée en température beaucoup plus rapide ainsi que par des températures maximales atteintes beaucoup plus élevées. Le calcul surestime la température du moule, donc l'échange de chaleur entre la dalle et le moule en graphite pour les deux faces.

Comme nous l'avons vu précédemment lors de notre étude bibliographique, pour freiner cet échange de chaleur, l'introduction dans le calcul d'une résistance thermique d'interface entre la dalle et le moule est nécessaire. Elle permet de prendre en compte, pour ce procédé de fabrication, la création d'une lame d'air entre la dalle et le moule, due au retrait de la dalle au cours du refroidissement.

Cette condition numérique est prise en compte grâce à un paramètre  $h$ , conductivité thermique d'interface (inverse d'une résistance), exprimée en  $W.m^{-2}.K^{-1}$ .

$$\phi = \frac{\lambda}{e} \cdot \Delta T = h \cdot \Delta T$$

Avec  $h = \frac{1}{R}$

$\Phi$  : flux de chaleur en W

R : résistance thermique  $W.m^{-2}.K^{-1}$

L'introduction de ce paramètre supplémentaire confère également un caractère d'universalité au modèle de calcul, qui devient alors capable de prendre en compte tous les types d'interaction moule-dalle et de pouvoir être transposé à n'importe quel autre type de moulage.

### 3.3.2 Etude du paramètre de résistance thermique d'interface

#### 3.3.2.1 Dans l'épaisseur de graphite (MM)

La figure 3-26 illustre l'influence sur le calcul de l'introduction d'une résistance thermique d'interface.

Avec les mêmes paramètres que pour le calcul précédent (figure 3-25), on observe bien que la considération d'une résistance thermique d'interface entre la dalle et le moule en graphite ralentit les échanges de chaleur, donc la montée en température du graphite sur chacune des deux faces.

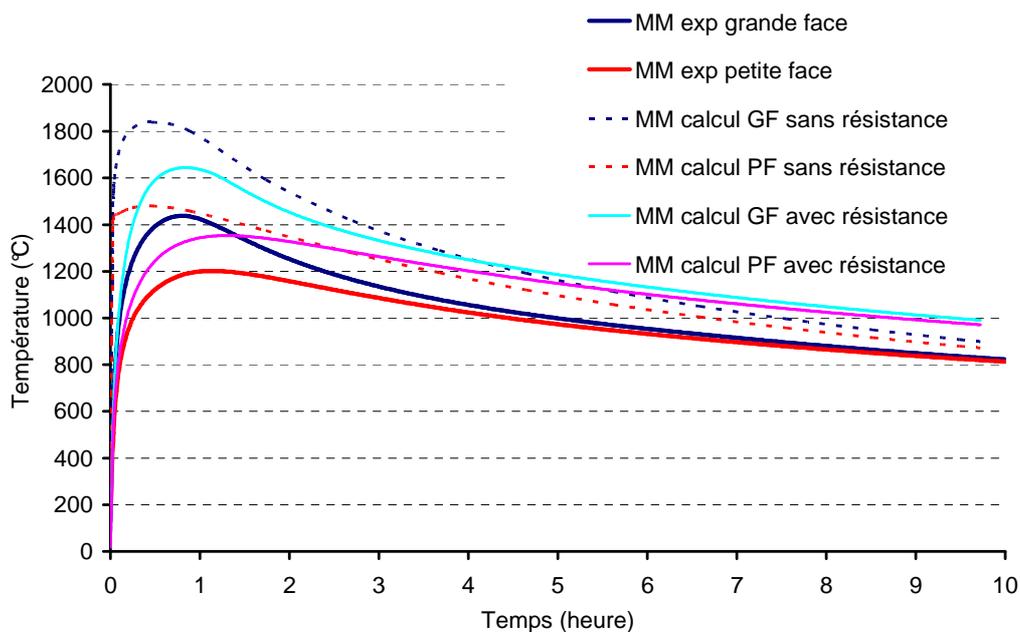


Figure 3-26 : influence de l'introduction d'une résistance thermique d'interface sur les échanges de chaleur entre la dalle et le moule.

Ces résultats montrent que l'introduction de  $h$  influence essentiellement les résultats en début de calcul, durant les premières heures.

L'influence est de deux types :

- $h$  diminue la température maximale atteinte,
- $h$  décale le maximum vers des temps plus longs.

La valeur de ce paramètre a ensuite été optimisée pour représenter au mieux l'échange thermique au cours du refroidissement en comparant les résultats avec l'expérimentation.

Cette optimisation a été réalisée par rapport au moment où le maximum de température est atteint et non pas par rapport à la valeur de la température maximale atteinte. Il sera démontré ultérieurement que la conductivité du sable influencera moins le positionnement du pic en température que la valeur maximale atteinte. A des fins de simplification, il a également été choisi de considérer une valeur de  $h$  commune aux deux faces, indépendante de la température.

Les figures 3-27 et 3-28 illustrent, pour chacune des faces, le résultat optimisé obtenu en faisant varier le paramètre d'échange thermique : cette valeur est de  $250\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ .

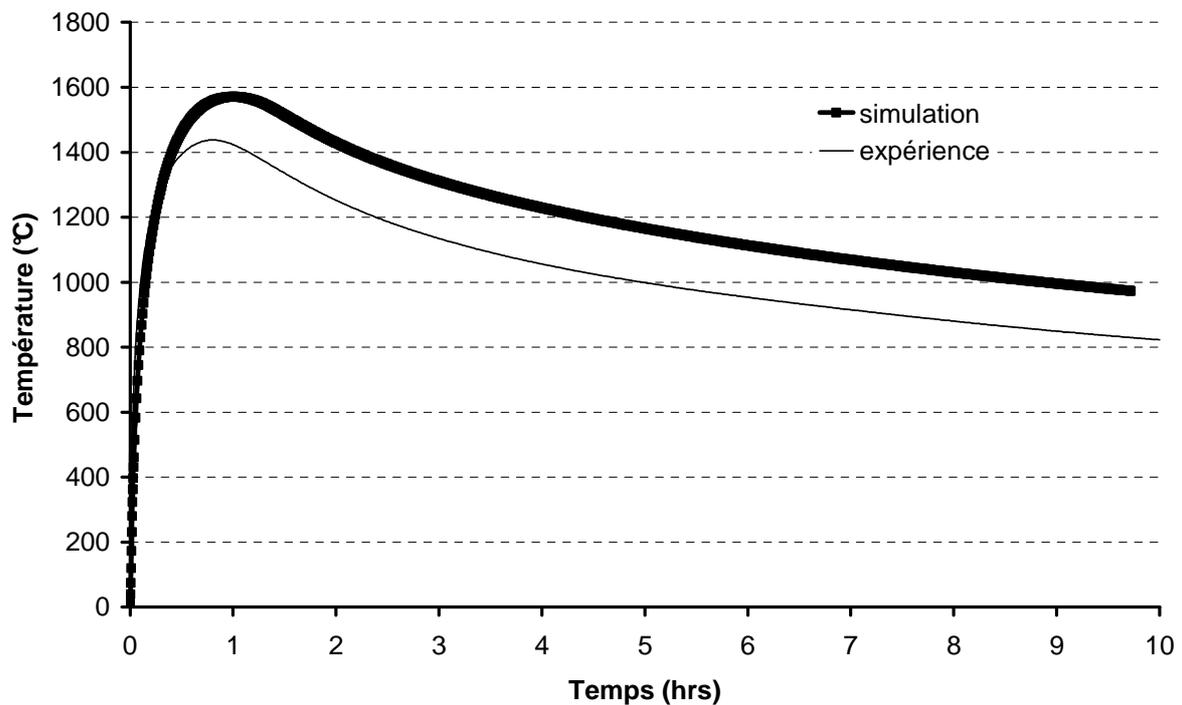


Figure 3-27 : comparaison simulation-expérience sur la grande face pour les thermocouples placés à mi moule avec un paramètre  $h$  de  $250\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ .

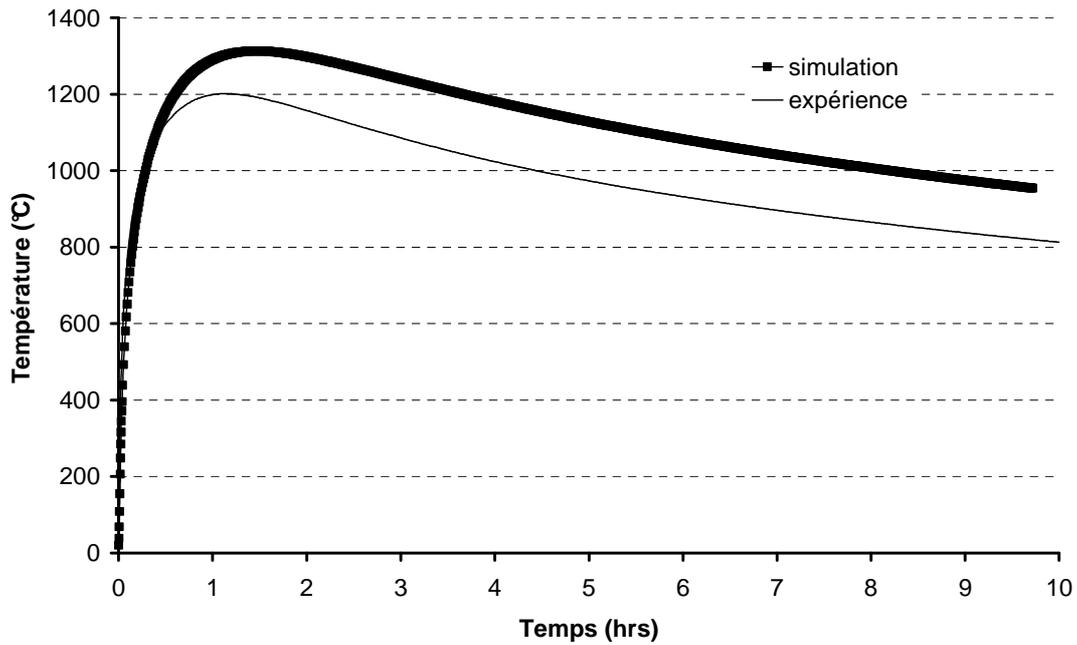


Figure 3-28 : comparaison simulation-expérience sur la petite face pour les thermocouples placés à mi moule avec un paramètre  $h$  de  $250\text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}$ .

Nous avons considéré que la description de la thermique ainsi obtenue était suffisante pour poursuivre nos calculs. Des études paramétriques préliminaires que nous avons réalisées ont toutefois prouvé que l'accord pouvait être facilement amélioré en considérant des valeurs de  $h$  différentes suivant les faces et/ou dépendantes de la température.

### 3.3.2.2 Dans l'épaisseur d'agent de calage (MA)

Si, pour ce même calcul, nous observons maintenant les valeurs fournies par les thermocouples placés à la moitié du sable (Figure 3-29 et 3-30), nous remarquons que le calcul sous-estime la température.

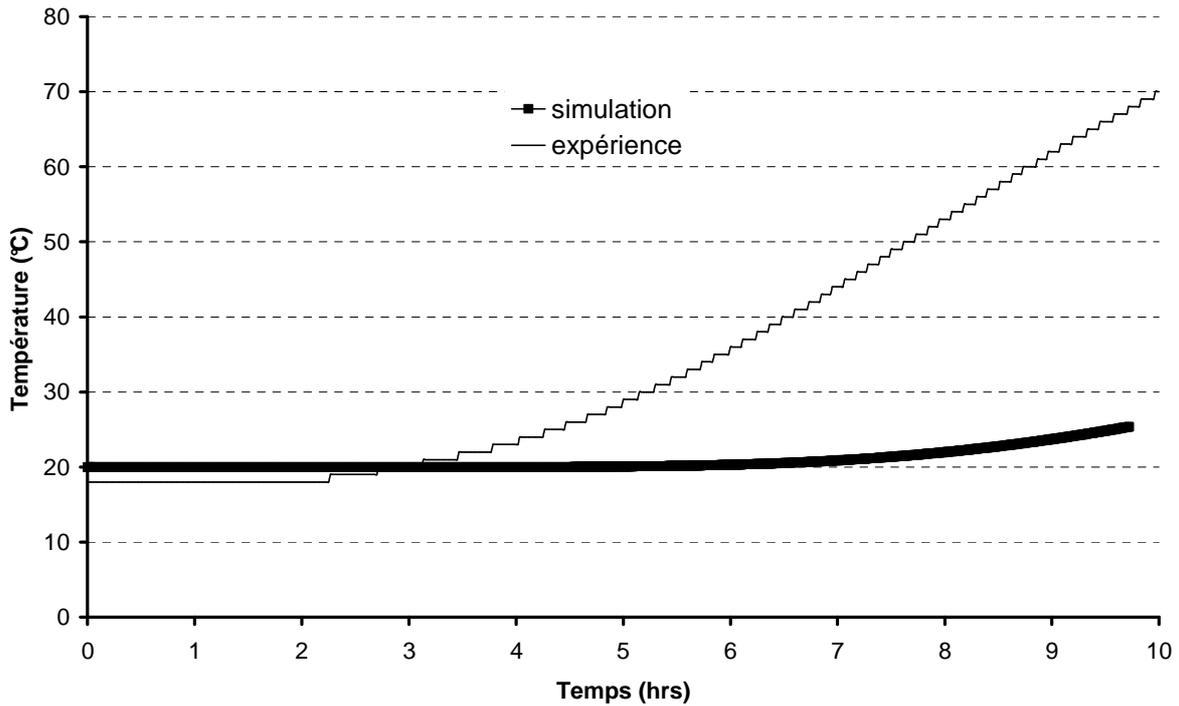


Figure 3-29 : comparaison simulation expérience sur la grande face pour les thermocouples placés à mi agent de calage, avec un paramètre  $h$  de  $250\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ .

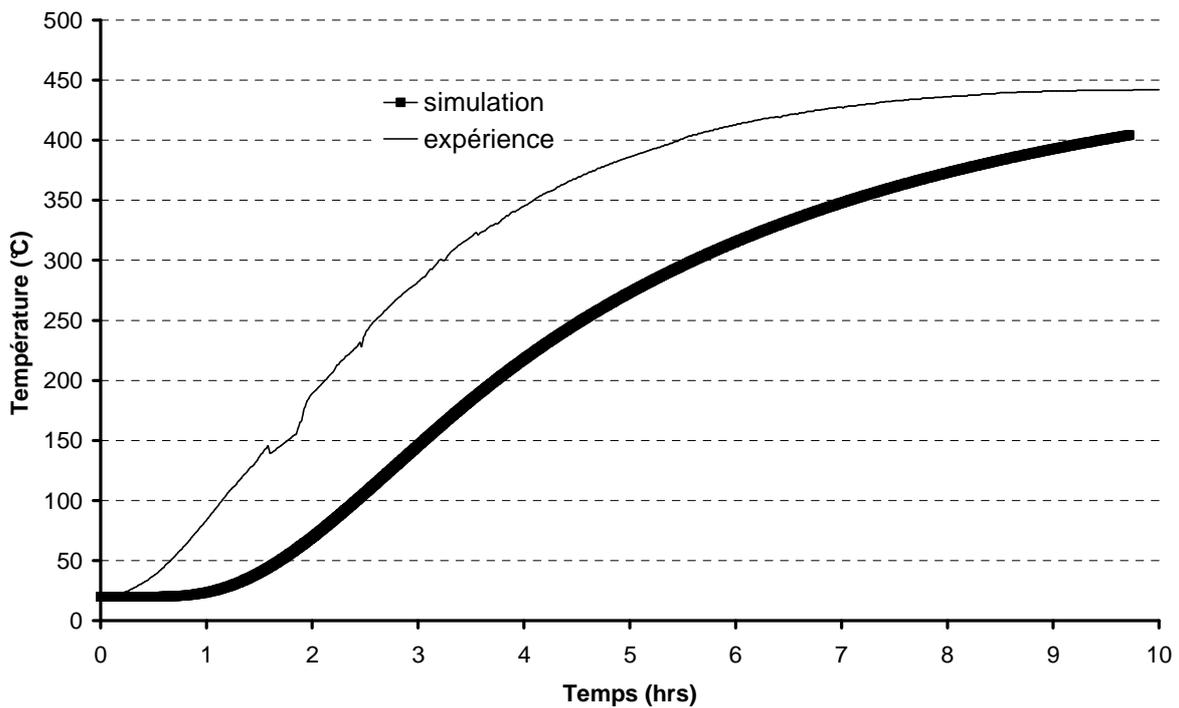


Figure 3-30 : comparaison simulation expérience sur la petite face pour les thermocouples placés à mi agent de calage, avec un paramètre  $h$  de  $250\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ .

Les figures 3-27 et 3-28 démontrent que, par le calcul, le graphite ne refroidit pas assez vite. Les figures 3-29 et 3-30, quant à elles témoignent du fait que l'agent de calage ne chauffe pas assez rapidement.

Rappelons que l'agent de calage est une poudre dont on remplit la caisse en usine après installation du moule et que sa densité et ses propriétés thermiques sont, dès lors, mal connues et peu reproductibles. Comme pour la résistance thermique d'interface, une méthode inverse pour identifier les paramètres pertinents de l'agent de calage s'avère nécessaire.

### 3.3.3 Etude des paramètres thermique du sable

#### 3.3.3.1 Méthode d'optimisation et résultats

Une optimisation de la conductivité thermique et de la capacité calorifique de l'agent de calage (mélange ██████████) a été réalisée par méthode inverse, en nous servant d'un outil d'optimisation numérique du code de calcul ZeBulon.

A partir d'une valeur initiale de ces paramètres (données fournies par le CREE), une recherche itérative de la valeur optimale des paramètres thermiques est effectuée par l'intermédiaire de l'optimiseur basé sur un algorithme de Levenberg-Marquardt. Le calcul cesse dès que l'écart entre les températures calculées par la simulation et les courbes expérimentales fournies par la coulée instrumentée devient suffisamment faible pour être considéré comme acceptable.

La conductivité thermique optimisée par le calcul est de ████████  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et la capacité calorifique de ████████  $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ .

L'étude bibliographique, ainsi que les premiers essais mécaniques en fluage anisotherme, ont permis de faire l'hypothèse que la transformation de la zircone joue très probablement un rôle important sur le développement des contraintes internes. Il était donc important et préférable d'optimiser l'accord entre calcul et mesures expérimentales sur cet intervalle de temps. Pour cette raison, la méthode inverse pour caler les résultats numériques sur les résultats expérimentaux a été calée sur les instants où se déroule la transformation de la zircone.

Or, les différents calculs effectués pour arriver à ce résultat final nous permettaient tous de situer la transformation de phase de la zircone entre 3heures et 5h30min après la coulée. Nous avons donc jugé nos résultats fiables en thermique lorsque les vitesses de refroidissement dans cet intervalle de temps étaient en accord avec les résultats de la coulée instrumentée. Ainsi, le meilleur résultat obtenu pour le calage de la simulation numérique par rapport aux résultats expérimentaux, est représenté sur la figure 3-31:

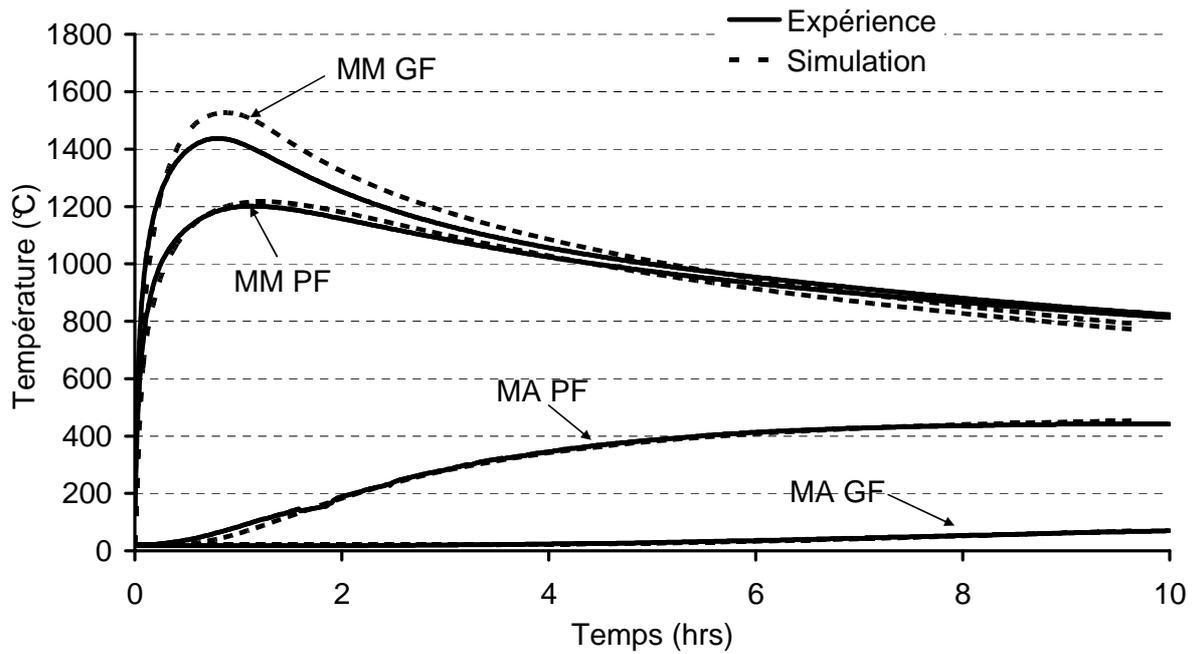


Figure 3-31 : résultat optimisé obtenu pour la comparaison simulation expérience des thermocouples MM et MA, grande face et petite face.

### 3.3.3.2 Propriétés thermo physiques du mélange [REDACTED] fournit par Saint Gobain

Le mélange [REDACTED] est un milieu poreux granulaire ou pulvérulent constitué d'un empilement de grains solides.

Les transferts thermiques au sein d'un tel milieu sont régis par plusieurs paramètres tels la porosité, la forme, la taille et la nature des particules, la topologie de l'empilement... Il en résulte que la conductivité thermique et la chaleur spécifique d'un tel milieu sont difficiles à déterminer, d'autant plus que les contrastes de propriétés entre le solide et l'air sont forts.

La porosité, définie comme la fraction de volume vide sur le volume total du milieu appelé volume apparent, est le paramètre majeur influant sur les caractéristiques thermiques :

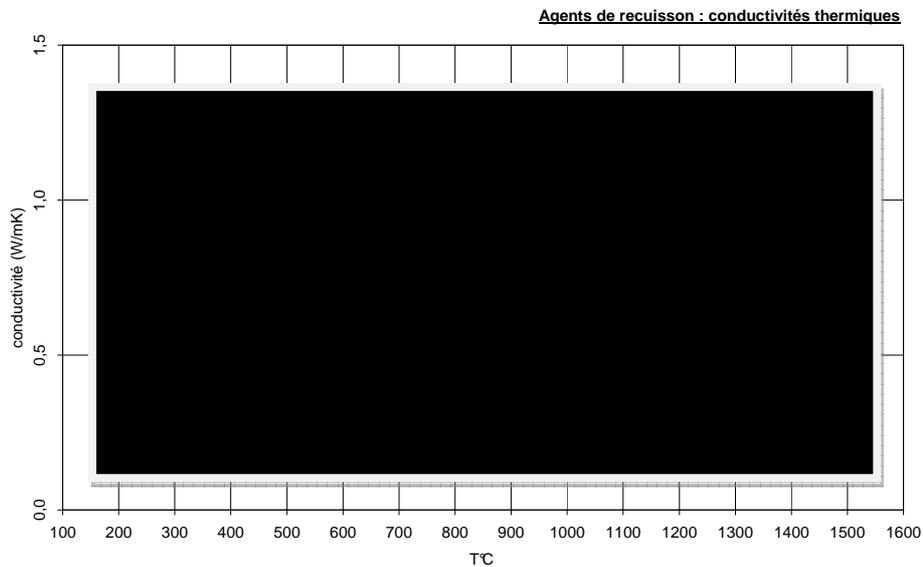
$$\varepsilon = \frac{V_{vide}}{V_{app}}$$

Elle définit un état de densification du milieu relié à la compacité :

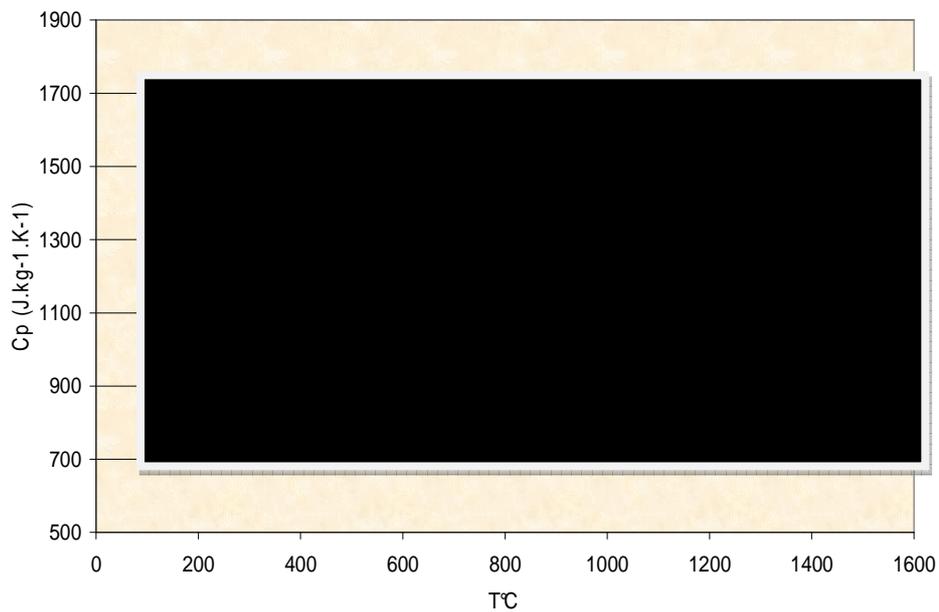
$$\alpha = 1 - \varepsilon$$

Tous les facteurs évoqués précédemment ne sont pas des paramètres connus pour notre mélange [REDACTED]. Les mesures réalisées sur le mélange n'ayant pas été faites sur site, il est nous a paru plus pertinent d'estimer les paramètres thermiques du mélange par une méthode inverse.

Les graphiques 3-32 et 3-33 résument les valeurs de la conductivité thermique et de la capacité calorifique fournies par Saint Gobain, pour une densité mesurée de  $\blacksquare \text{ kg.m}^{-3}$ .



**Figure 3-32 : valeurs de la conductivité thermique de l'agent de calage fournies par Saint Gobain en  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$ .**



**Figure 3-33 : valeurs de la chaleur spécifique de l'agent de calage fournies par Saint Gobain.**

Une densité théorique d'un mélange  $\blacksquare$  dense peut alors être calculée en se référant aux densités théoriques de chacun des constituants issues de la littérature et en appliquant une loi des mélanges :

$$\text{Densité théorique} = (0, \blacksquare * \text{densité } \blacksquare) + (0, \blacksquare * \text{densité } \blacksquare)$$

$$\text{Densité théorique} = (0, \blacksquare * \blacksquare) + (0, \blacksquare * \blacksquare)$$

$$\text{Densité théorique} = 2752 \text{ Kg.m}^{-3}$$

Le rapport Densité mesurée/Densité théorique permet le calcul d'un taux de porosité de 37% pour le mélange caractérisé par Saint Gobain.

Dans un premier temps, comme pour le calcul de la densité théorique, une loi des mélanges a été utilisée pour le calcul de la capacité calorifique théorique en faisant l'hypothèse que celle-ci varie linéairement avec la porosité, c'est-à-dire en négligeant la capacité calorifique de l'air par rapport à celle des particules.

Pour des valeurs de capacité calorifique de  $\blacksquare$  issues de la littérature, respectivement de  $\blacksquare \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et de  $\blacksquare \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ , une capacité calorifique de  $\blacksquare \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  peut être calculée pour un taux de porosité de 37%.

Le produit Saint Gobain est donc un mélange  $\blacksquare$  avec une porosité de 37%, et ayant une capacité calorifique de  $\blacksquare \text{ J.kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et une conductivité thermique de  $\blacksquare \text{ W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  en moyenne.

Grâce à toutes ces informations nous allons pouvoir maintenant étudier les valeurs de Cp et de conductivité thermique fournies par le calcul pour ce même mélange.

### 3.3.3.3 Comparaison des valeurs optimisées par simulation numérique avec les données fournies par Saint Gobain et la littérature

Dans un premier temps, on remarque que la conductivité thermique optimisée par le calcul est supérieure à celle fournie par Saint Gobain (Figure 3-34) :

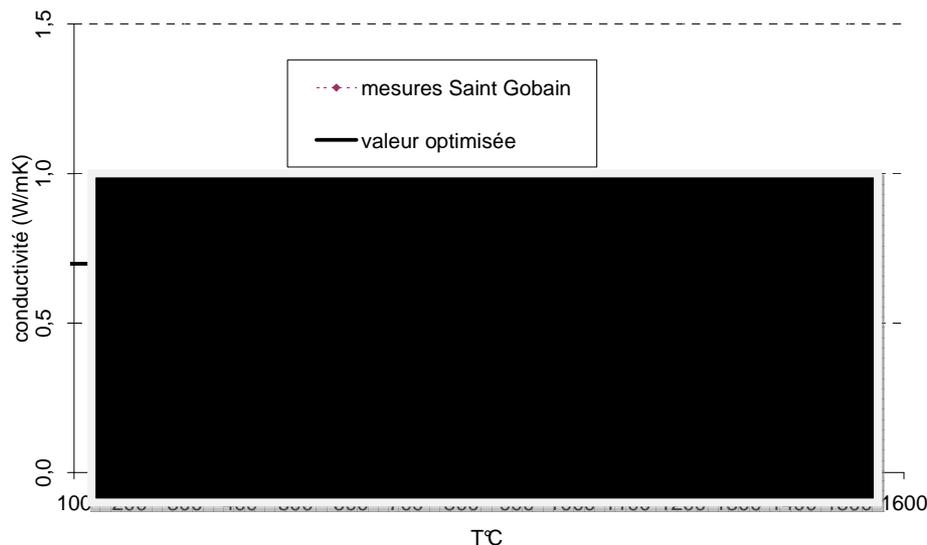


Figure 3-34 : comparaison de la conductivité thermique mesurée par Saint Gobain à celle optimisée par simulation numérique.

En se référant à la conductivité thermique apparente des milieux granulaires, beaucoup de modèles ont été développés pour des milieux diphasiques constitués d'une seule phase solide (particules solides) et d'une phase fluide (air) (FIL06).

La plupart de ces modèles, appliqués à notre mélange [REDACTED], sont représentés sur le graphique 3-35. On remarque alors, en représentant sur le même graphique les deux valeurs de conductivité thermique qu'une différence de porosité peut, à elle seule, expliquer la différence entre la valeur mesurée par Saint Gobain et la valeur optimisée par simulation numérique. En effet, l'agent de calage est recyclé après chaque coulée. Les mesures par Saint Gobain sont probablement réalisées sur un agent de calage neuf alors que le mélange utilisé pour la coulée instrumentée qui nous concerne est sans doute recyclé. La différence de porosité et donc de propriétés thermiques peut alors s'expliquer par une différence de broyage de l'agent pulvérulent ou par des impuretés venant s'introduire dans le mélange.

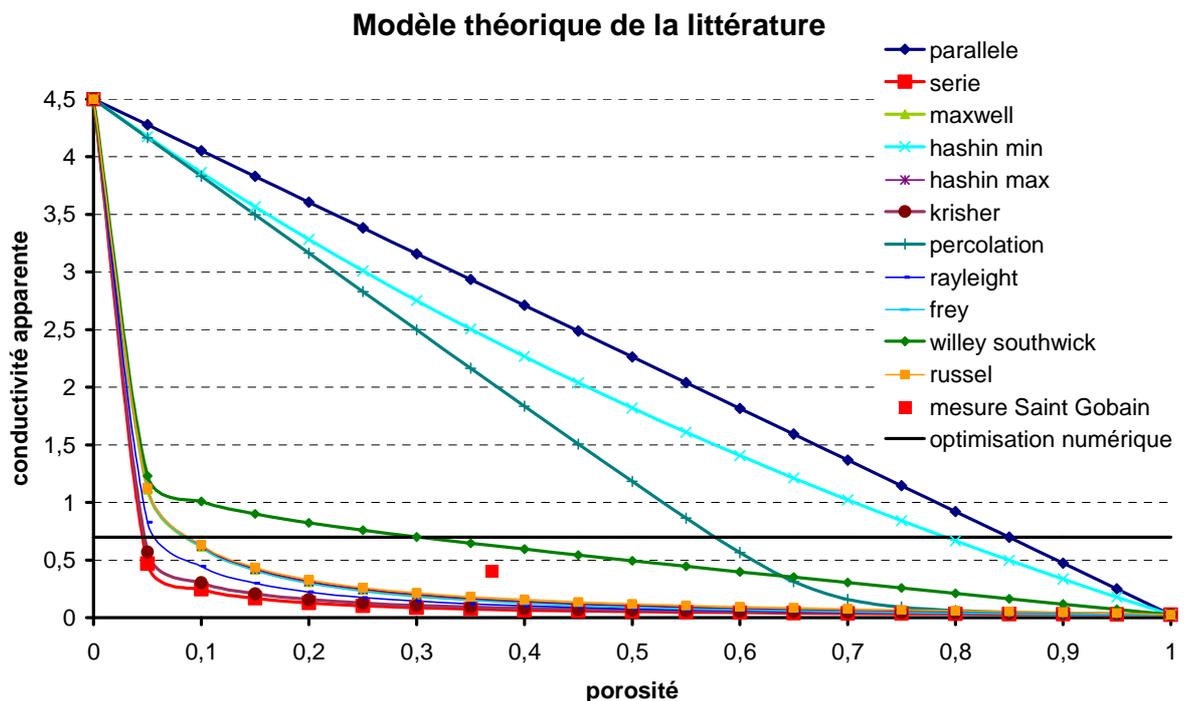


Figure 3-35 : variation de la conductivité thermique apparente en fonction de la porosité.

Cette hypothèse de différence de taux de porosité peut être confirmée par la valeur de capacité calorifique. Celle-ci est de [REDACTED]  $J.m^{-3}.K^{-1}$ . Cette valeur, rapportée à une densité théorique calculée précédemment de [REDACTED]  $kg.m^{-3}$ , permet de calculer une capacité calorifique massique de [REDACTED]  $J.kg^{-1}.K^{-1}$ .

Si l'on compare cette valeur à celle de  $C_p$  théorique d'un mélange à 37% de porosité, on en déduit que le mélange [REDACTED] tel qu'optimisé par le calcul aurait un taux de porosité de 21%.

Les valeurs optimisées par simulation numérique ont donc un sens physique si l'on considère une différence de degré de compaction donc de porosité entre le mélange sur lequel Saint Gobain a effectué les mesures initiales et le mélange présent pour la coulée instrumentée qui nous concerne.

### **3.4 Résumé**

Dans ce chapitre une étude approfondie des résultats d'une coulée instrumentée en usine a permis de faire des hypothèses réalistes pour la construction d'un modèle numérique thermique représentatif de la réalité.

Pour réduire le temps de calcul, un modèle 2D a été construit à partir d'une section bidimensionnelle horizontale de la structure de coulée.

Un paramètre d'échange thermique d'interface entre le graphite et la dalle a été déterminé par méthode inverse en calant au mieux les résultats fournis par la coulée instrumentée et la simulation numérique. Cette démarche n'a pas été suffisante pour décrire avec précision les données des thermocouples. Nous avons également été amenés à déterminer par méthode inverse la conductivité thermique et la capacité calorifique du mélange [REDACTED]. Cette démarche nous a permis de reproduire les vitesses de refroidissement de la coulée instrumentée, en particulier dans l'intervalle de temps concerné par la transformation de la zirconie.

Le modèle thermique étant défini nous nous intéresserons, dans le chapitre suivant, au champ de température au sein même de la dalle.

## Liste des figures du chapitre 3 :

Tableau 3-1: positionnement des thermocouples dans la hauteur: grande face (a), petite face (b). .....	111
Tableau 3-2 : Récapitulatif des propriétés thermiques des éléments constitutifs de la caisse de coulée.....	123
Tableau 3-3 : Mise en données de la chaleur spécifique de la dalle prenant en considération l'enthalpie de solidification .....	124
Figure 3-1 : vue de dessus d'une caisse de coulée, (Saint-Gobain, CREE). .....	107
Figure 3-2 : vue en coupe du système.                      Figure 3-3 : positionnement du moule graphite dans la caisse de coulée. ....	108
Figure 3-4 : dimensions internes du moule en graphite petite face (a) et grande face (b). .....	108
Figure 3-5 : schéma du positionnement des thermocouples dans la caisse de coulée. ....	109
Figure 3-6 : thermocouples dans la caisse de coulée avant remplissage par l'agent de calage, (Saint-Gobain, CREE). .....	109
Figure 3-7 : positionnement des thermocouples sur une vue du dessus. ....	110
Figure 3-8 : trois maillages 2D, vue petite face (a), vue grande face (b), vue dessus (c). ....	112
Figure 3-9 : élément utilisé pour le maillage. ....	112
Figure 3-10 : évolution de la température en différents points de la caisse de coulée en fonction du temps. _	113
Figure 3-11 : positionnement des thermocouples étudiés pour l'analyse dans l'épaisseur de graphite. ....	114
Figure 3-12 : Variation de la température dans le graphite à mi-moule et à l'interface moule-sable (grande face) .....	115
Figure 3-13 : Variation de la température dans le graphite à mi-moule et à l'interface moule-sable (petite face) .....	115
Figure 3-14 : Analyse des résultats de simulation dans l'épaisseur de graphite, grande face .....	116
Figure 3-15 : Analyse des résultats de simulation dans l'épaisseur de graphite, petite face .....	117
Figure 3-16 : Positionnement des thermocouples considérés pour l'analyse dans la hauteur à mi-graphite pour la grande face (a) et la petite face (b) .....	117
Figure 3-17 : Evolution de la température en fonction du temps pour les thermocouples à la moitié du moule graphite de la grande face .....	118
Figure 3-18 : Evolution de la température en fonction du temps pour les thermocouples à la moitié du moule graphite de la petite face .....	118
Figure 3-19 : variation de la conductivité thermique du graphite en fonction de la température. ....	119
Figure 3-20 : variation de la capacité calorifique du graphite en fonction de la température. ....	120
Figure 3-21 : mesure de capacité calorifique d'un graphite à haute température. (PRA09) .....	120
Figure 3-22 : mesure de conductivité thermique d'un graphite dense à haute température. (LUT69) .....	121
Figure 3-23 : variations de la conductivité thermique du graphite en fonction de la température considérée pour les calculs thermiques. ....	121
Figure 3-24 : variations de la capacité calorifique du graphite en fonction de la température considérée pour les calculs thermiques. ....	122
Figure 3-25 : comparaison simulation –expérience pour les thermocouples MM grande face et petite face. _	125
Figure 3-26 : Influence de l'introduction d'une résistance thermique d'interface sur les échanges de chaleur entre la dalle et le moule .....	126
Figure 3-27 : comparaison simulation-expérience sur la grande face pour les thermocouples placés mi moule avec un paramètre h de 250W/m <sup>2</sup> .K .....	127
Figure 3-28 : comparaison simulation-expérience sur la petite face pour les thermocouples placés mi moule avec un paramètre h de 250W/m <sup>2</sup> /K .....	128
Figure 3-29 : comparaison simulation expérience sur la grande face pour les thermocouples placés à mi agent de calage avec un paramètre h de 250W/m <sup>2</sup> /K .....	129
Figure 3-30 : comparaison simulation expérience sur la petite face pour les thermocouples placés à mi agent de calage avec un paramètre h de 250W/m <sup>2</sup> /K .....	129
Figure 3-31 : résultat optimisé obtenu pour la comparaison simulation expérience des thermocouples MM et MA grande face et petite face. ....	131
Figure 3-32 : valeurs de la conductivité thermique de l'agent de calage fournies par Saint Gobain en W/m/K	132
Figure 3-33 : valeurs de la chaleur spécifique de l'agent de calage fournies par Saint Gobain. ....	132
Figure 3-34 : comparaison de la conductivité thermique mesurée par Saint Gobain et optimisée par simulation numérique .....	133
Figure 3-35 : variation de la conductivité thermique apparente en fonction de la porosité .....	134

---

**Chapitre 4 :**

**Cinétique de refroidissement au sein de la  
dalle de THTZ**

---



**Sommaire :**

**Chapitre 4 : Cinétique de refroidissement au sein de la dalle de THTZ**

<b>Introduction :</b>	<b>141</b>
<b>4.1 Refroidissement d'une dalle de THTZ dans un moule en graphite</b>	<b>143</b>
4.1.1 Points représentatifs du refroidissement au sein de la dalle	143
4.1.2 Détermination de la durée maximale de refroidissement à simuler	148
4.1.3 Analyse des courbes de refroidissement	150
4.1.3.1 Zone pâteuse	154
4.1.3.2 Zone de transformation de phase de la zircone	158
4.1.5 Résumé	160
<b>4.2 Paramètres influençant la cinétique de refroidissement</b>	<b>160</b>
4.2.1 Influence de l'épaisseur de graphite	160
4.2.2 Influence du type d'agent de calage	163
4.2.3 Résumé	166
<b>Liste des figures du chapitre 4 :</b>	<b>167</b>



## **Introduction :**

Le chapitre précédent a décrit la démarche suivie pour construire le modèle numérique thermique, en s'appuyant sur des résultats expérimentaux de coulée instrumentée en usine.

Dans ce chapitre, c'est le refroidissement au sein même de la dalle qui sera abordé, à travers le calcul de l'évolution du champ de température en fonction du temps et des phénomènes associés. On révélera ainsi le caractère non synchrone de l'évolution des températures, et en conséquence, des transformations de phases.

Une première partie définira des points représentatifs au sein de la dalle, donc du maillage, qui nous ont servi à décrire le refroidissement au cours du temps. Nous examinerons également, dans cette première partie, la cinétique de refroidissement de la dalle. Une chronologie des phénomènes physiques intervenant au cours du refroidissement (solidification, fluage, transformation de la zircone, endommagement) sera proposée.

Dans une deuxième partie, nous utiliserons le modèle numérique thermique pour réaliser une étude paramétrique des facteurs influençant le refroidissement comme l'épaisseur du moule graphite ou encore le type d'agent de calage utilisé.



## 4.1 Refroidissement d'une dalle de THTZ dans un moule en graphite

### 4.1.1 Points représentatifs du refroidissement au sein de la dalle

Le modèle bidimensionnel construit à partir d'une section horizontale est représenté sur la figure 4-1. Les conditions de symétrie permettent de ne mailler qu'un quart de la structure.

La partie maillée est la partie inférieure droite du maillage 2DD : dans toute la suite du document, c'est celle-ci qui sera étudiée :

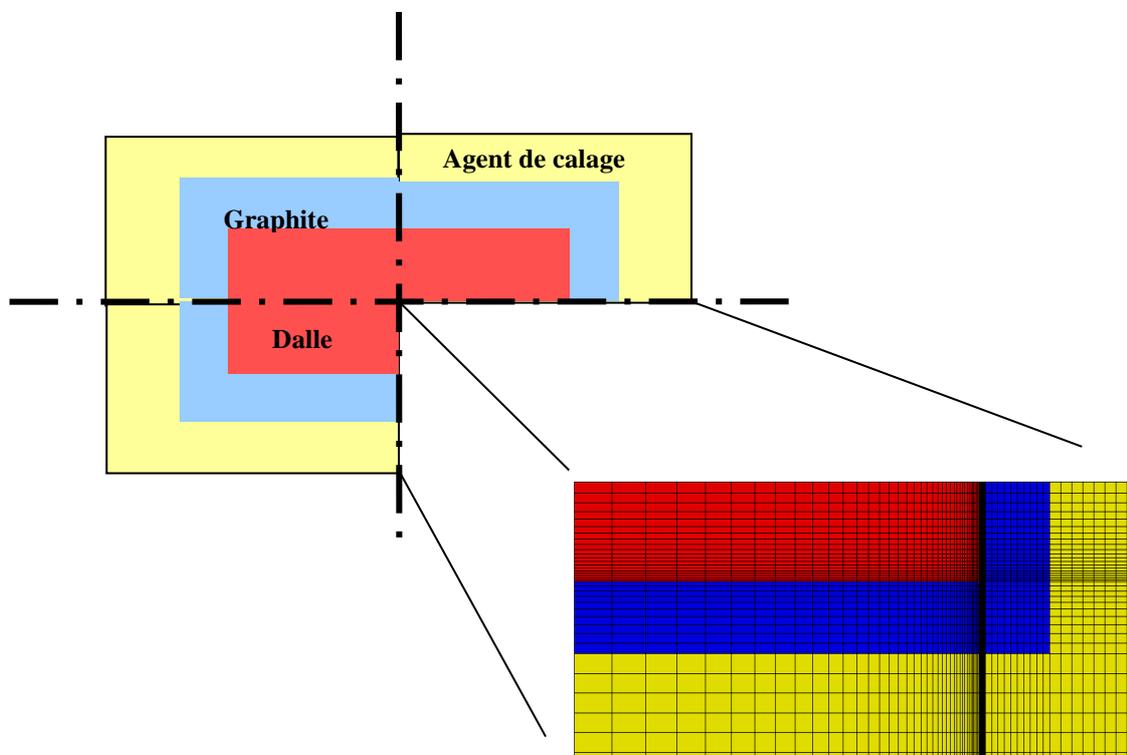


Figure 4-1 : schéma représentant la vue de dessus de la caisse de coulée (2DD) avec la partie maillée pour la simulation numérique.

La figure 4-2 rappelle le maillage à partir duquel a été réalisé le calcul. Les figures 4-3, 4-4 et 4-5 illustrent l'évolution des températures dans la dalle et dans les différents constituants du moule. Le moule est à 20°C au début de la coulée et commence à se réchauffer dès les premiers instants qui suivent la coulée du THTZ. La dalle est à une température uniforme de 2450°C en fin de coulée, soit soixante secondes plus tard. Progressivement, la chaleur se dissipe vers le moule, l'ensemble se refroidissant finalement jusqu'à température ambiante.

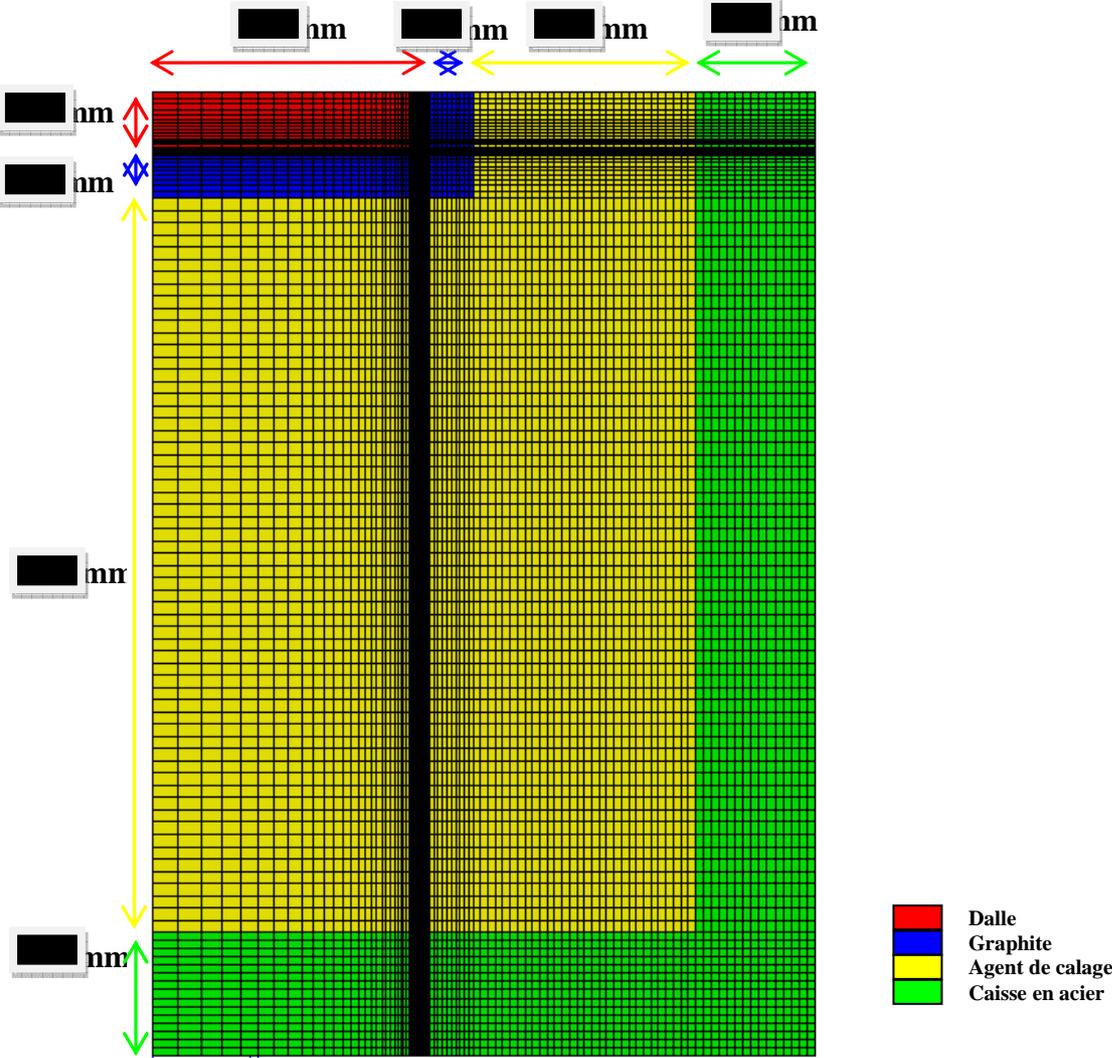


Figure 4-2 : maillage du quart de la structure de coulée.

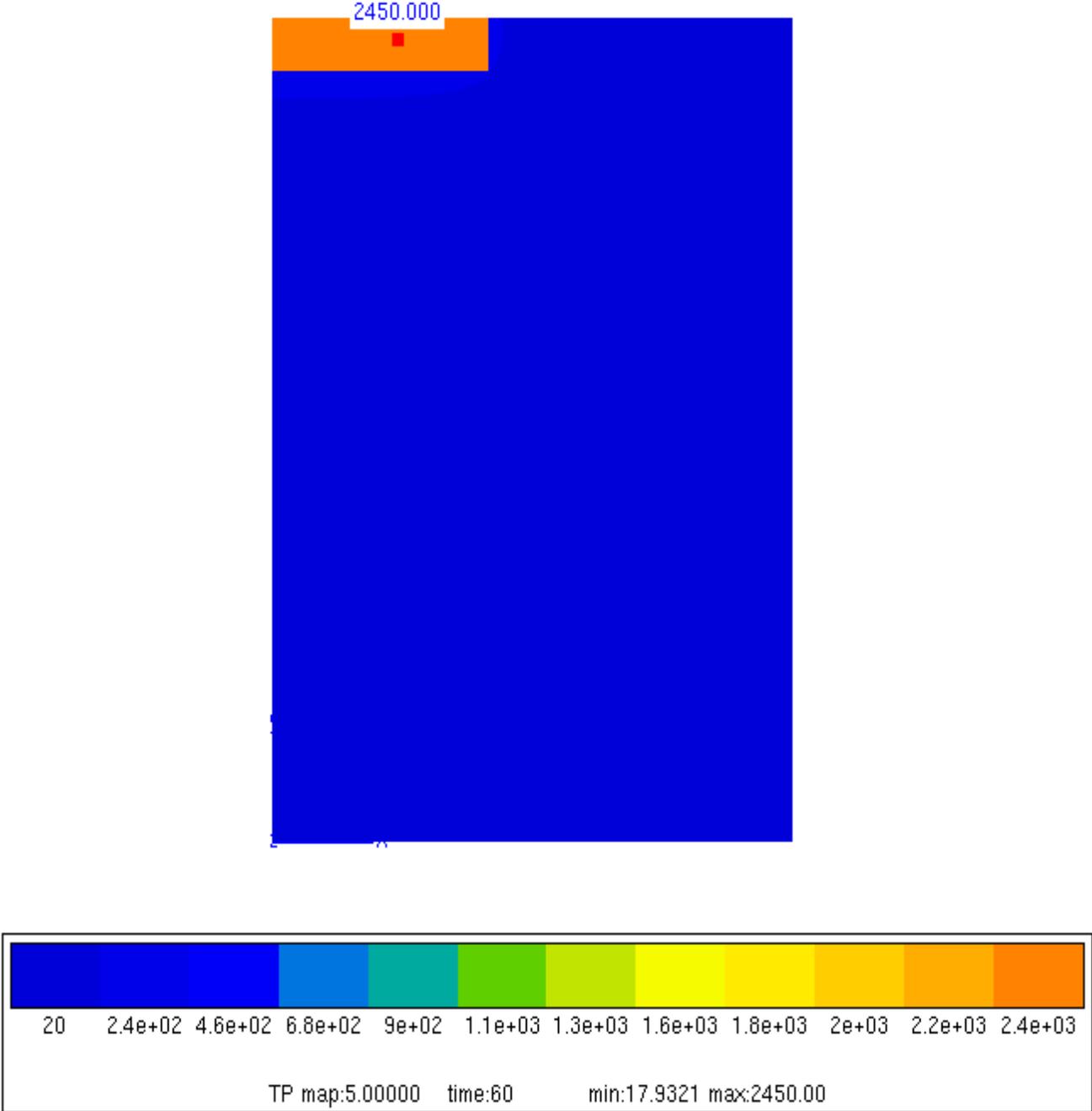


Figure 4-3 : carte des températures au sein de la structure de coulée en fin de coulée, 60s.

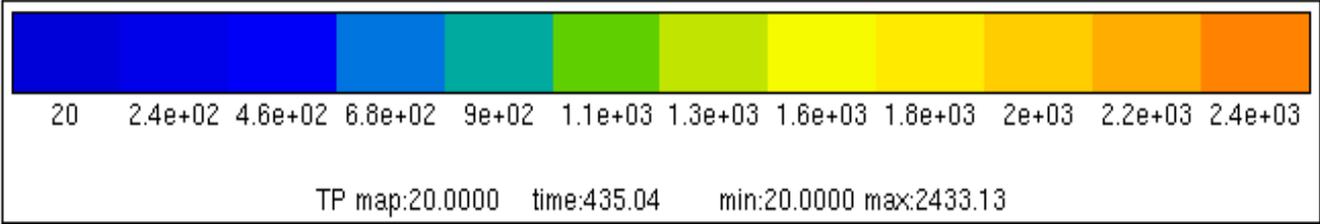


Figure 4-4 : carte des températures au sein de la structure environ 7min après la coulée

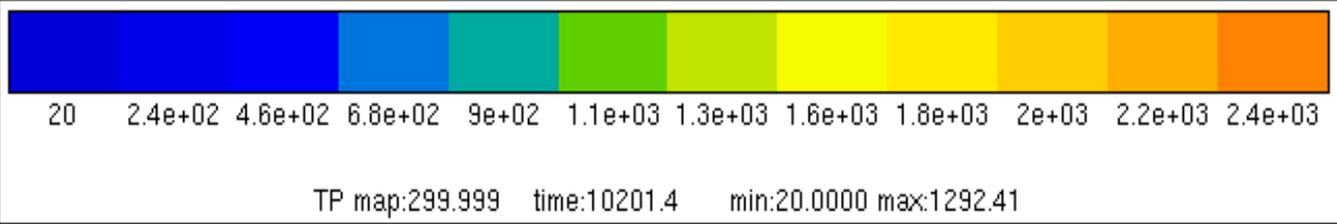
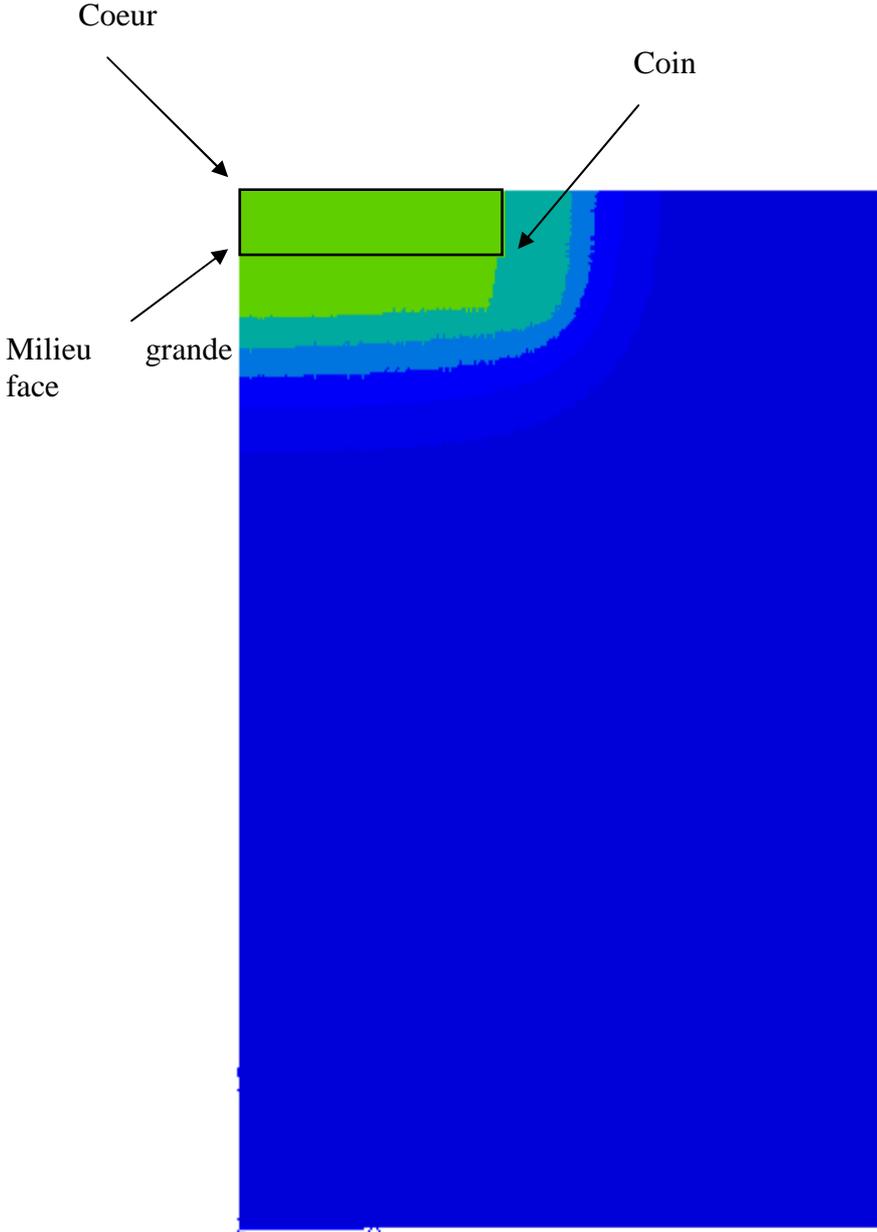


Figure 4-5 : carte des températures au sein de la structure environ 3heures après la coulée

Pour étudier le refroidissement de la dalle, nous avons choisi de nous intéresser à trois points représentatifs du maillage (Figure 4-6) :

-le barycentre de la dalle : ce point, situé au cœur, est celui qui aura la cinétique de refroidissement la plus lente. Lors du refroidissement, il sera donc le point le plus chaud où se termineront tous les phénomènes physiques intervenant au cours du refroidissement (solidification, fluage, transformation de phase,...).

-le coin de la dalle : ce point situé tout contre la paroi du moule et situé sur une arête aura la cinétique de refroidissement la plus rapide, en raison d'un échange de chaleur particulièrement intense avec le graphite. L'évolution de la température de ce point le plus froid de la dalle apportera des informations sur l'apparition des phénomènes physiques. Il aidera aussi à comprendre le rôle joué par le graphite au cours du refroidissement.

-le milieu de la grande face : dans le cas d'apparition de défauts, ceux-ci sont le plus fréquemment retrouvés sur cette grande face à travers laquelle s'effectue la très grande majorité du transfert de chaleur (épaisseur de la dalle faible par rapport aux autres dimensions).

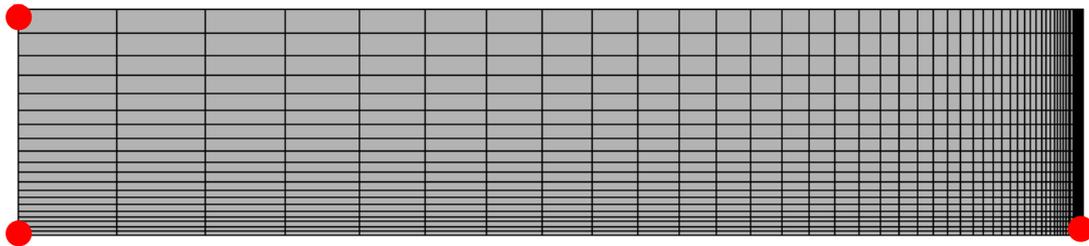


Figure 4-6 : maillage du quart de la dalle. Représentation des trois points cœur, coin et milieu de la grande face de la dalle

### 4.1.2 Détermination de la durée de refroidissement à simuler

La figure 4-7 représente la différence de température au cours du refroidissement entre le cœur et le coin de la dalle, c'est-à-dire l'écart maximal existant entre deux points de la dalle.

L'écart de température en fin de coulée peut dépasser 1400°C (la température de coulée est de 2450°C). Au bout de 10 heures, ces derniers n'excèdent pas quelques dizaines de degrés.

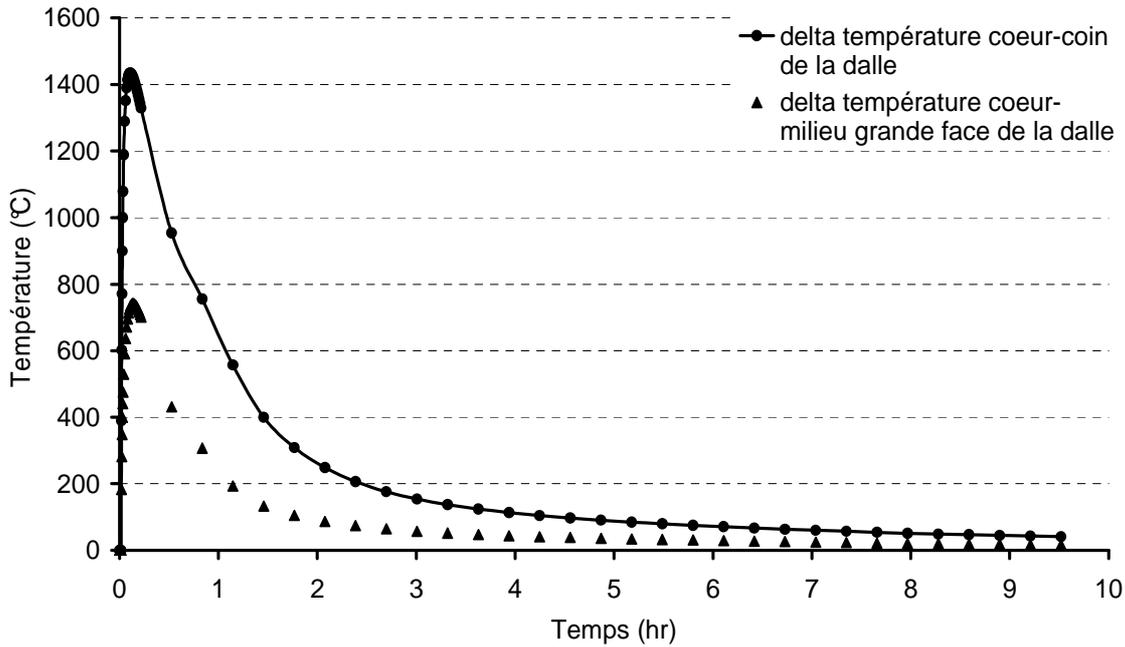


Figure 4-7 : gradients de température au cours du temps au sein de la dalle.

Nous avons voulu vérifier que de tels gradients ne pouvaient engendrer de contraintes thermomécaniques significatives dans la dalle par un calcul préliminaire thermoélastique avec un module d'Young macroscopique de 5 GPa. Le résultat prouve que les contraintes d'origine thermique se limitent à quelques MPa dix heures après le début du refroidissement (Figure 4-8) :

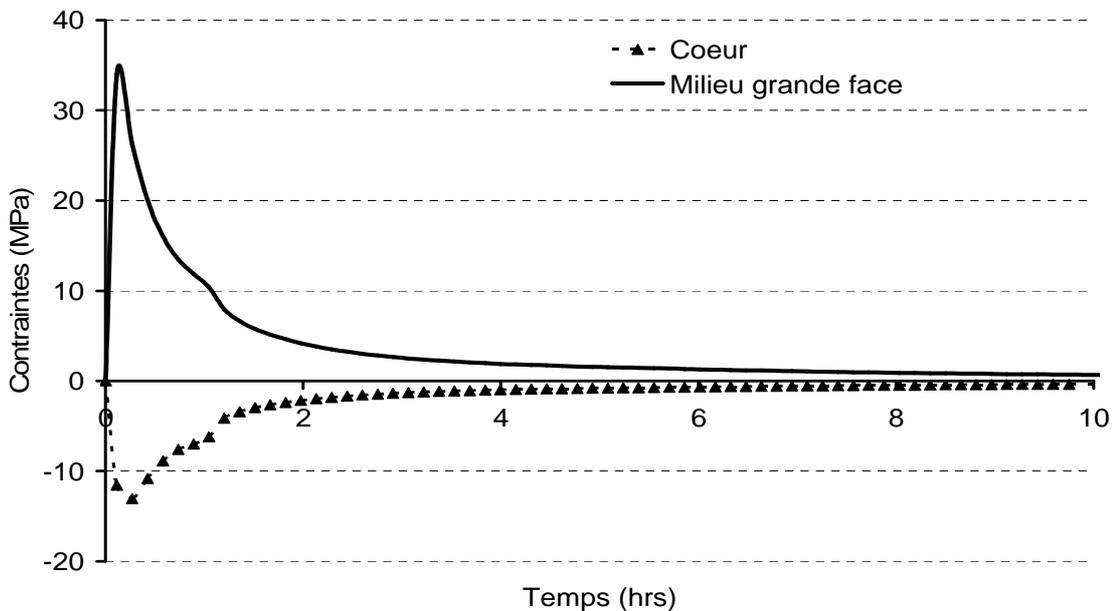


Figure 4-8 : évolution de la plus grande des contraintes principales en fonction du temps, pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle, loi de comportement élastique.

Par ailleurs, au bout de dix heures, le cœur de la dalle a atteint une température inférieure à 800°C (Figure 4-9) à laquelle la transformation de la zircone est achevée pour tous les matériaux. Le seul phénomène pouvant ensuite affecter le matériau étant une baisse de module d'élasticité associée à un endommagement, nous avons donc choisi d'arrêter les calculs dès lors que dix heures de refroidissement avaient été atteintes.

### 4.1.3 Analyse des courbes de refroidissement

La figure 4-9 représente la cinétique de refroidissement, fournie par la simulation numérique, pour les trois points représentatifs de la dalle :

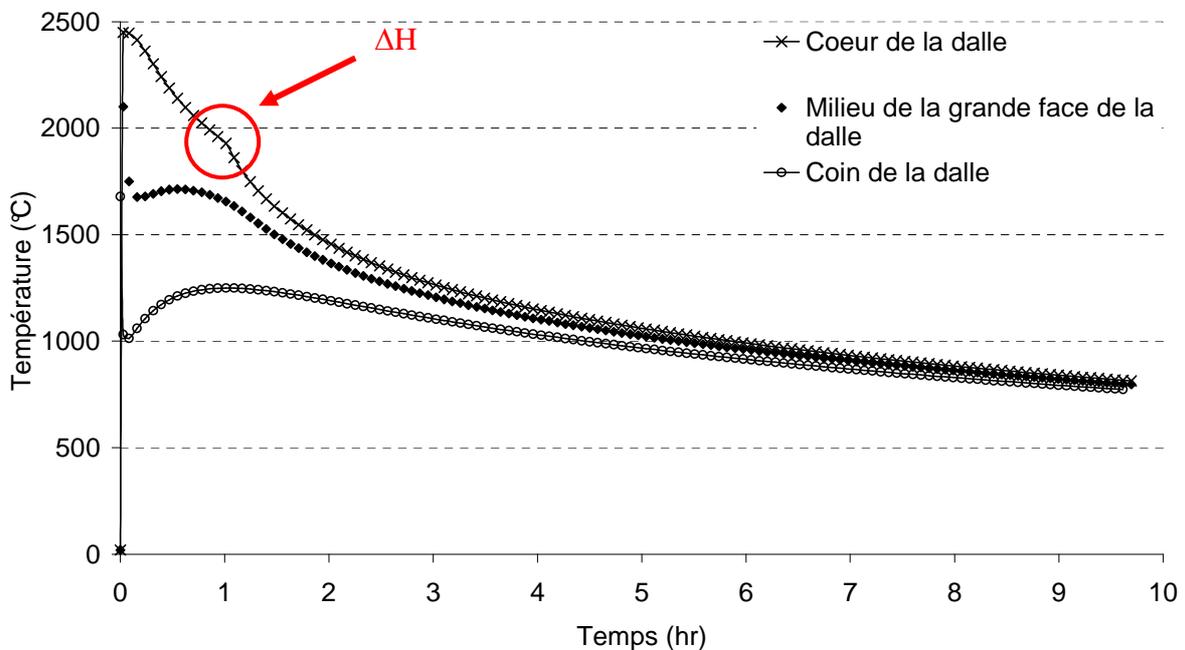


Figure 4-9 : évolution de la température en fonction du temps pour le cœur, le coin et le milieu de la grande face d'une dalle de THTZ.

L'effet de l'enthalpie de solidification sur la cinétique de refroidissement est visible sur ce graphique. Une augmentation de pente, donc de vitesse de refroidissement, marque la fin de la solidification de la dalle, lorsque le cœur atteint 1900°C (Figure 4-9) : jusqu'à cet instant, la solidification apporte de l'énergie au système et contribue donc à ralentir le refroidissement.

Un autre effet probablement associé à l'enthalpie de solidification est visible au coin et au milieu de la grande face. Après un refroidissement très rapide au contact du moule en graphite dont la diffusivité thermique est très grande, on constate un réchauffement préalable au refroidissement (effet « rebond » de température).

Cet effet « rebond » a lieu pour le milieu de la grande face à des températures supérieures à 1500°C (Figure 4-9). A cette température, le matériau est capable d'accommoder les déformations et le cyclage thermique du milieu de la grande face n'aura pas de conséquence significative en termes de contrainte mécanique. Il pourrait n'en être pas de même pour le coin de la dalle, le rebond ayant lieu aux alentours de la transformation de phase de la zircone (autour de 1000°C). Comme l'illustre la figure 4-9, le coin de la dalle commence la transformation de la zircone puis remonte au dessus de 1150°C, température de la transformation monoclinique – tétragonale. Avant de nous intéresser aux conséquences mécaniques de ce phénomène, nous avons étudié la surface qu'il concerne. Comme l'illustre la figure 4-10, la partie de la dalle qui subira ce phénomène est très petite devant les dimensions de la dalle. Par ailleurs, on peut penser que le long recuit à haute température ultérieur dans la zone de stabilité de la phase tétragonale suffit pour restaurer un endommagement local éventuel du matériau.

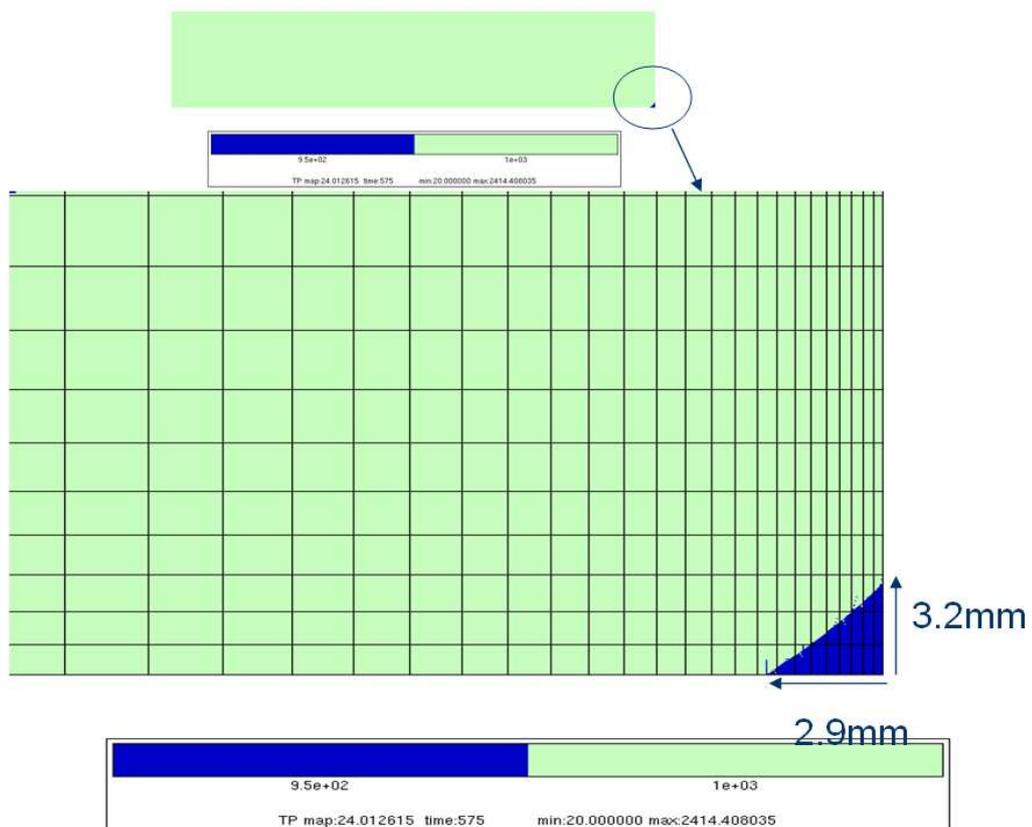


Figure 4-10: zone au coin de la dalle dans laquelle l'effet « rebond » provoque la transformation de phase.

Nous venons de voir l'influence de la solidification sur la cinétique de refroidissement de la dalle. Ce qu'il est important de retenir, c'est l'influence de la solidification de la dalle sur la cinétique de refroidissement. L'effet « rebond » illustre bien que ce qui se produit à un instant donné à un endroit de la dalle peut avoir des conséquences plus ou moins importantes à un autre emplacement dans la dalle.

Dans un deuxième temps nous avons étudié les différents phénomènes physiques comme la solidification, le fluage et la transformation de la zircone, en fonction du temps et de la position dans la dalle.

Pour les trois points représentatifs de la dalle, nous avons situé dans le temps les différents phénomènes physiques (Figure 4-11) intervenant lors du refroidissement. Les températures de début et de fin considérées pour chaque phénomène sont indiquées dans le tableau 4-1.

	Température de début (°C)	Température de fin (°C)
Solidification	2400	1900
Fluage	1500	1200
Transformation t→m de la zirconne non yttrée	1050	950

**Tableau 4-1 : températures caractéristiques de la solidification, du fluage et de la transformation t→m de la zirconne.**

Grâce à la simulation numérique, nous avons situé dans le temps, pour les trois points représentatifs de la dalle, la solidification, le fluage et la transformation de phase.

La figure 4-11 représente du haut vers le bas, dans l'ordre précité, ces trois phénomènes. Les temps (sur l'échelle horizontale) sont indiqués pour le cœur, le milieu de la grande face et le coin de la dalle. Ainsi, en se plaçant à un instant donné sur l'échelle horizontale on peut connaître l'état dans lequel se trouve chacun de ces trois points et donc, par interpolation, celui des autres points de la dalle. Chaque phénomène physique commence donc au coin de la dalle (point le plus froid) pour se propager vers le cœur (point le plus chaud). Par exemple, une heure après le début du refroidissement, le cœur de la dalle n'est pas encore solidifié, alors que le coin de la dalle est déjà capable de supporter des contraintes mécaniques.

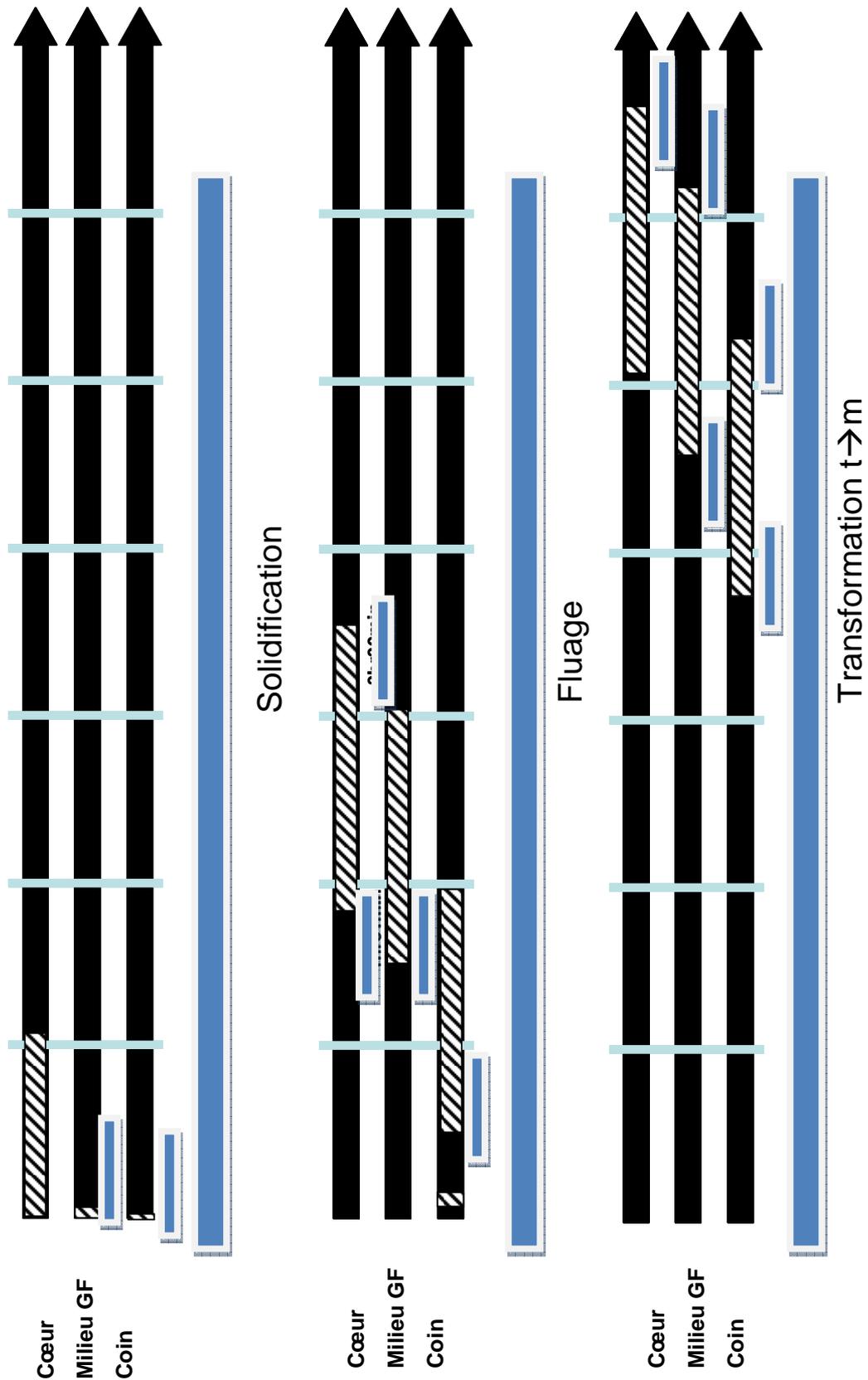


Figure 4-11 : représentation schématique temporelle de la solidification, du fluage et de la transformation de la zirconie pour trois points représentatifs de la dalle (cœur, milieu de la grande face et coin).

4.1.3.1 Zone pâteuse

Au cours de la solidification, une zone pâteuse est créée, où les dendrites déjà formées sont entourées de phase encore liquide. On nomme alors « intervalle de solidification » le domaine délimitant le début et la fin de la solidification. Dans le cas des aciers, M.Wintz (WIN94) divise la zone pâteuse en trois régions (Figure 4-12) :

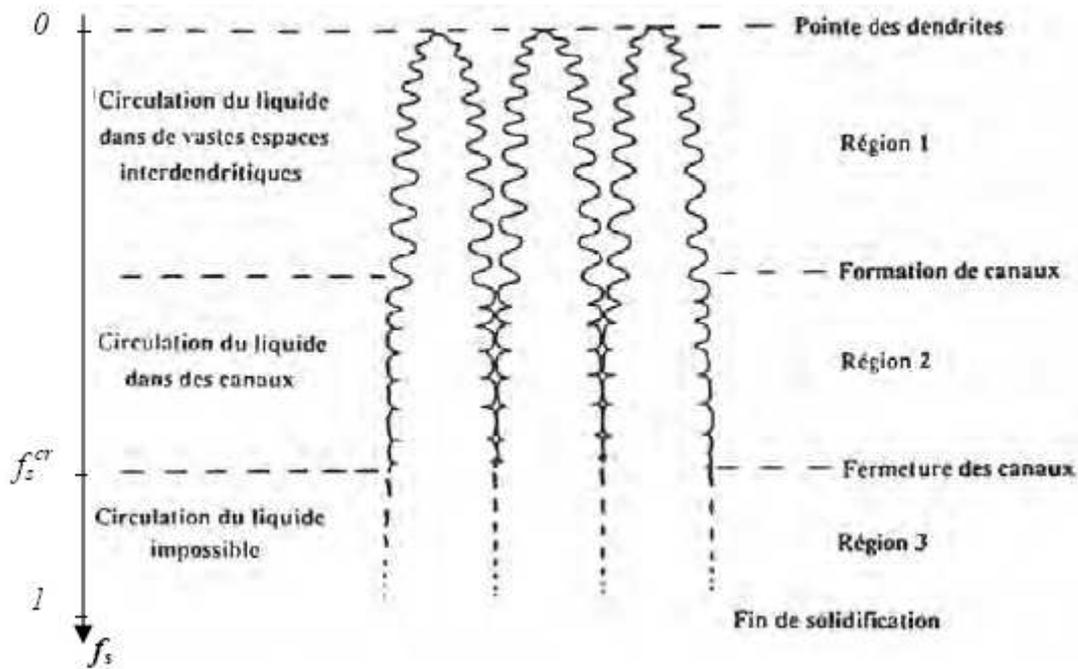


Figure 4-12 : différentes régions constituant la zone pâteuse (WIN 94).

Pour la fabrication des dalles de THTZ, Saint Gobain utilise différents procédés de fabrication, certains faisant appel à un transfert de la dalle dans un agent de recuisson (milieu pulvérulent, plus isolant que l'agent de calage) ou un four à arche, quelques heures après la coulée. Ce transfert s'effectue à l'aide d'une pince mécanique qui vient appuyer sur les faces de la dalle encore très chaude. Pour pouvoir estimer la résistance mécanique de la dalle, il est alors important de connaître approximativement l'épaisseur des zones solidifiées et en cours de solidification.

La figure 4-13 représente les isothermes 2200°C et 1900°C qui, dans le cas des matériaux THTZ, délimitent la zone pâteuse. On visualise alors l'avancée de cette zone du coin de la dalle vers le cœur de la dalle en fonction du temps :

<p><b>Légende</b></p>	<p><b><u>Zone foncée</u></b> : zone comprise entre 1900°C et 2200°C. Zone en cours de solidification  <b><u>Zone claire</u></b> : T&gt;2200°C (liquide) ou T&lt;1900°C (solide)</p> 
<p><b>2 min</b></p>	
<p><b>4 min</b></p>	
<p><b>10 min</b></p>	
<p><b>16 min</b></p>	
<p><b>22 min</b></p>	
<p><b>27 min</b></p>	

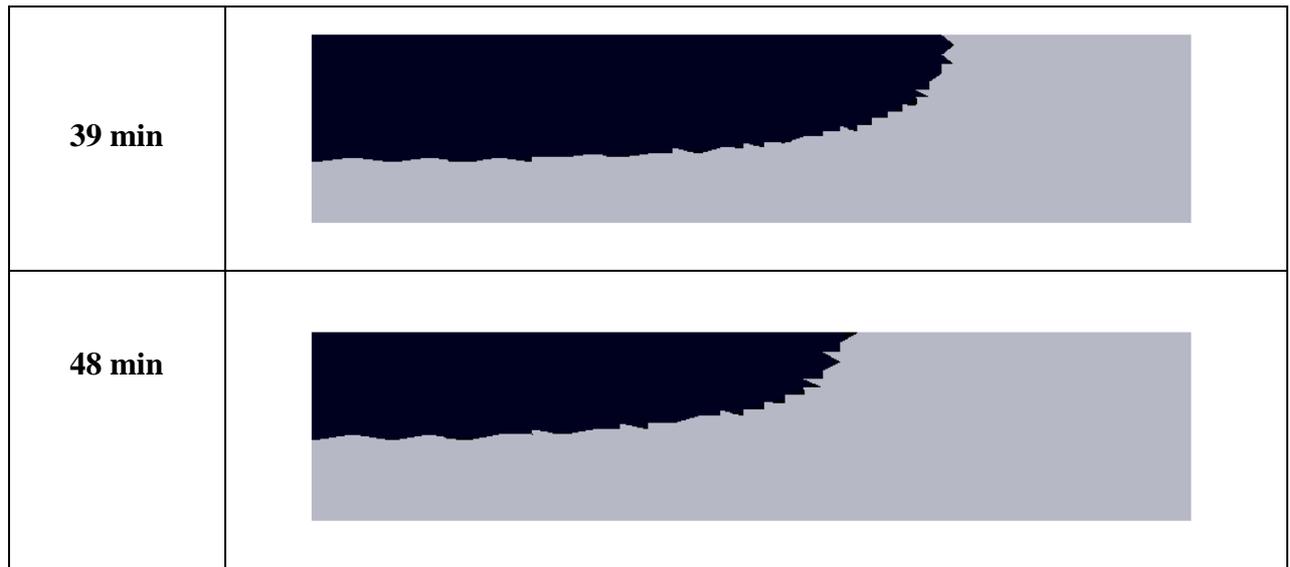


Figure 4-13 : évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse au cours du temps.

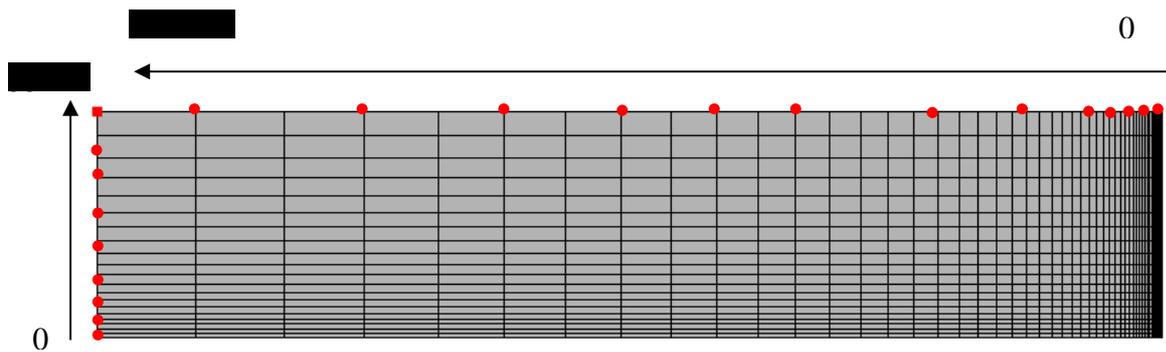


Figure 4-14 : nœuds du maillage considérés pour tracer l'épaisseur de la zone pâteuse côtés grande face et petite face

Afin d'évaluer l'épaisseur de la zone pâteuse au cours du temps, nous avons tracé les isothermes 1900°C et 2200°C. Les figures 4-15 et 4-16 représentent l'évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse au cours du temps, pour la grande face et la petite face.

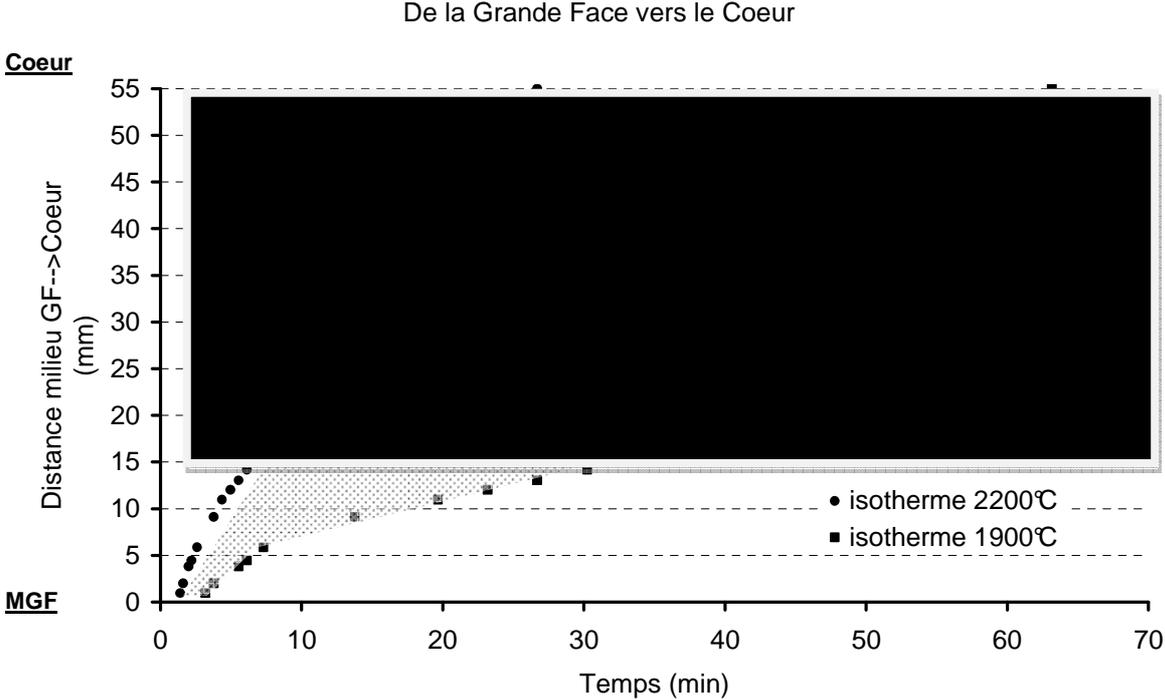


Figure 4-15 : évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse en fonction du temps, à partir du milieu de la grande face.

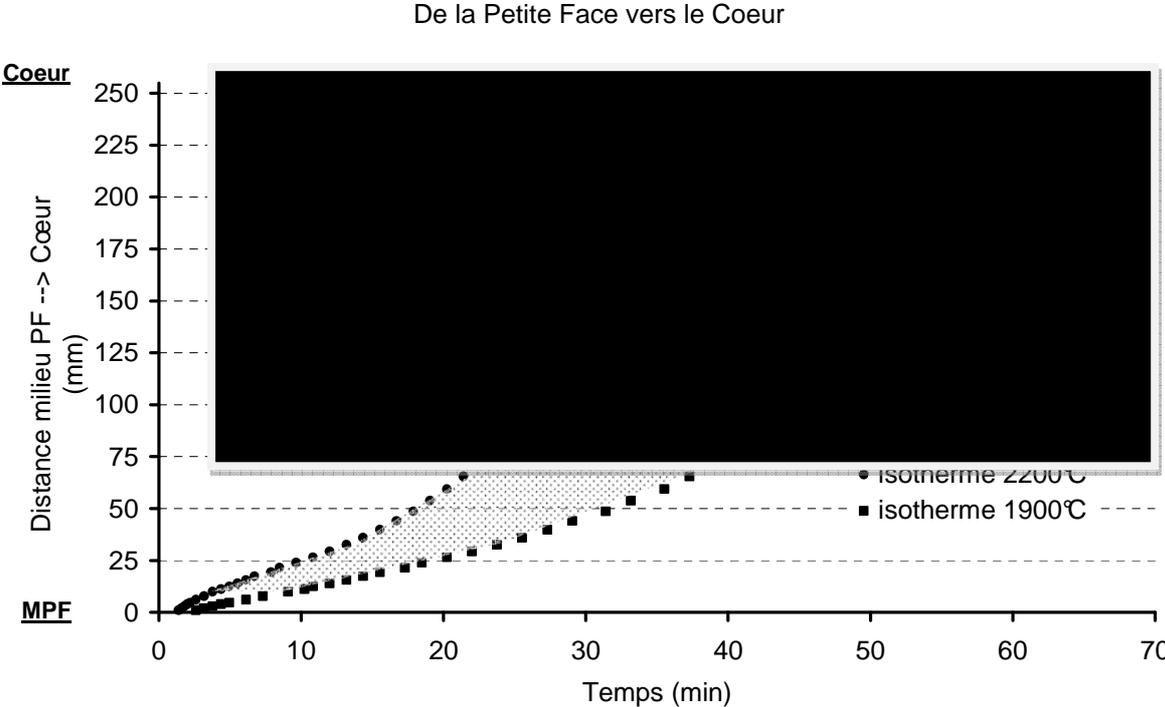


Figure 4-16 : évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse en fonction du temps à partir du milieu de la petite face.

4.1.3.2 Zone de transformation de phase de la zircon

La figure 4-11 prouve qu'un autre phénomène peut prendre fin à un endroit dans la dalle, alors qu'il débute à peine à un autre : c'est le cas de la transformation de la zircon qui, au bout d'environ cinq heures de refroidissement, se termine au coin de la dalle alors qu'elle vient tout juste de commencer au cœur de la dalle. La figure 4-17 représente les isothermes 1050°C et 950°C au sein de la dalle pour différents instants. La zone gris foncé de chaque figure est la partie de la dalle qui est en cours de transformation (entre 1050°C et 950°C). La transformation commence au coin de la dalle 3 heures et 47 min après la coulée. Elle se propage progressivement vers le cœur de la dalle. L'épaisseur en cours de transformation augmente jusqu'à ce que cette dernière concerne toute la dalle. Pendant un court laps de temps, peu après cinq heures de refroidissement, toute la dalle est en cours de transformation. Enfin, la transformation s'achève au coin et, progressivement, l'état monoclinique de la zircon se propage vers le cœur de la dalle qui se retrouvera totalement sous forme monoclinique 6 heures 40 min après le début du refroidissement.

<p><b>Légende</b></p>	<p><u>Zone foncée</u> : zone entre 950°C et 1050°C, en cours de transformation</p> <p><u>Zone claire</u> : T&gt;1050°C ou T&lt;950°C</p> 
<p><b>3hrs 50min</b></p>	
<p><b>3hrs 56min</b></p>	
<p><b>4hrs 05min</b></p>	
<p><b>4hrs 28min</b></p>	

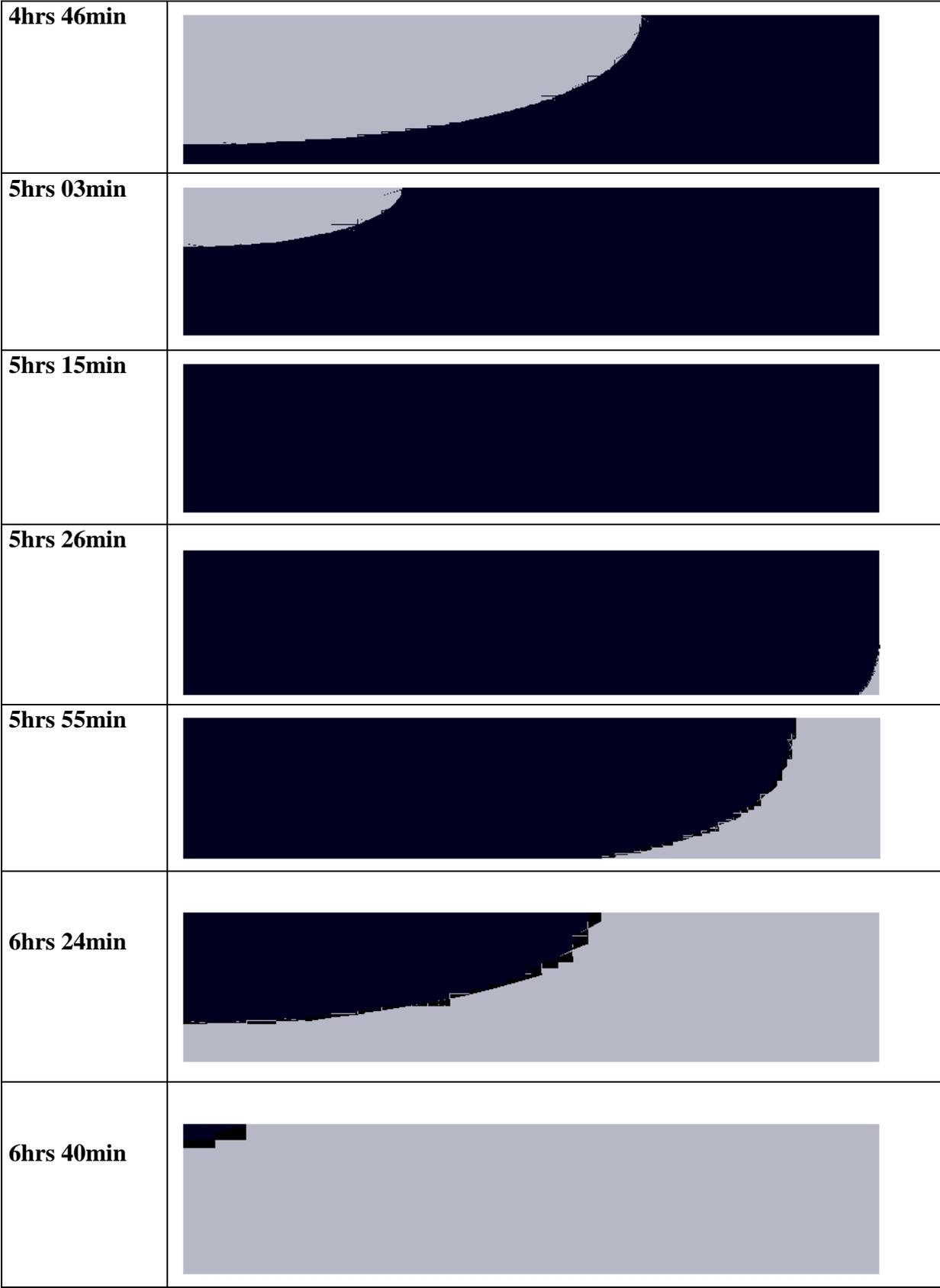


Figure 4-17: évolution de l'épaisseur de la zone en cours de transformation au cours du temps.

### 4.1.5 Résumé

Grâce au modèle numérique thermique, construit à partir d'un relevé des températures dans le moule au cours de la cuisson, nous avons reconstruit la cinétique de refroidissement de la dalle de THTZ.

Dix heures après la coulée, la température dans la dalle de THTZ peut être considérée comme quasiment uniforme, à une température inférieure à 800°C. L'ensemble de la dalle a alors subi les différents changements d'état associés à son refroidissement depuis l'état liquide : solidification, viscoplasticité et transformation de la zirconie.

Le résultat essentiel de cette étude est la concomitance des différents états physiques du réfractaire intervenant lors du refroidissement.

## ***4.2 Paramètres influençant la cinétique de refroidissement***

Grâce au modèle numérique thermique développé, des études paramétriques de la cinétique de refroidissement de la dalle de THTZ peuvent être réalisées. On peut ainsi quantifier les influences d'une modification du moule et/ou d'un changement de propriétés du matériau coulé sur les temps caractéristiques auxquels interviennent les différents phénomènes lors du refroidissement.

### 4.2.1 Influence de l'épaisseur de graphite

Nous avons choisi, dans un premier temps, d'étudier l'influence de l'épaisseur de graphite. En effet, nous avons vu que le graphite, de par sa diffusivité et sa capacité thermique importantes, accumulait rapidement de la chaleur dès les premiers instants qui suivaient la coulée (effet de « trempe » pour la surface de la dalle) pour ensuite contribuer, de par son inertie thermique, à ralentir le refroidissement de l'ensemble dalle/moule. Pour cela, le refroidissement d'une géométrie de moule avec une épaisseur de [REDACTED] de graphite a été simulé, avec les mêmes conditions de calcul que pour la référence d'épaisseur [REDACTED]. Les propriétés thermiques de chaque constituant du moule et de la dalle, ainsi que la valeur de la résistance thermique d'interface, ont été conservés identiques.

Les figures 4-18 et 4-19 représentent la descente en température en fonction du temps pour les deux épaisseurs de graphite, au cœur et au coin de la dalle. Sur ces graphiques est également représenté l'intervalle de température concernant la transformation de phase de la zirconie. Sur ces graphiques, deux remarques peuvent être faites, concernant la cinétique de refroidissement dans la dalle :

- En début de calcul la cinétique de refroidissement avec une épaisseur de [REDACTED] mm de graphite est plus rapide puisque l'effet de trempe du graphite est alors plus important ;
- Dès lors que l'ensemble dalle/moule devient quasiment isotherme (4heures environ), l'inertie thermique supérieure pour le moule de [REDACTED] mm tend à ralentir le refroidissement.

Augmenter l'épaisseur de graphite semble dès lors être une bonne solution pour accélérer le refroidissement dans la gamme des températures élevées, où les contraintes générées pourront être facilement accommodées par fluage. Cela permettrait par ailleurs de diminuer la vitesse de refroidissement dans l'intervalle de température où se produit la transformation de phase de la zircon. Cependant, comme l'illustre la figure 4-20 où sont représentées, pour les trois points représentatifs de la dalle, les durées de chaque phénomène physique, on remarque que  $\blacksquare$  mm de plus ne suffisent pas pour obtenir des effets significatifs : la transformation de phase de la zircon dure, dans les deux cas, environ 1h30min.

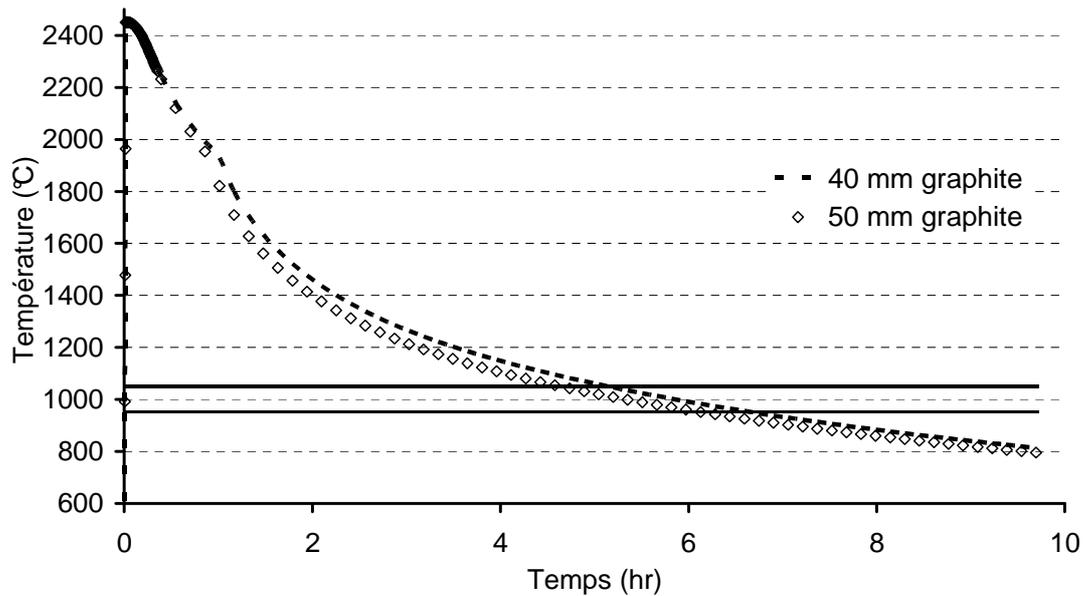


Figure 4-18 : comparaison de la cinétique de refroidissement du cœur de la dalle avec un moule de  $\blacksquare$  mm et de  $\blacksquare$  mm de graphite, agent de calage  $\blacksquare$ .

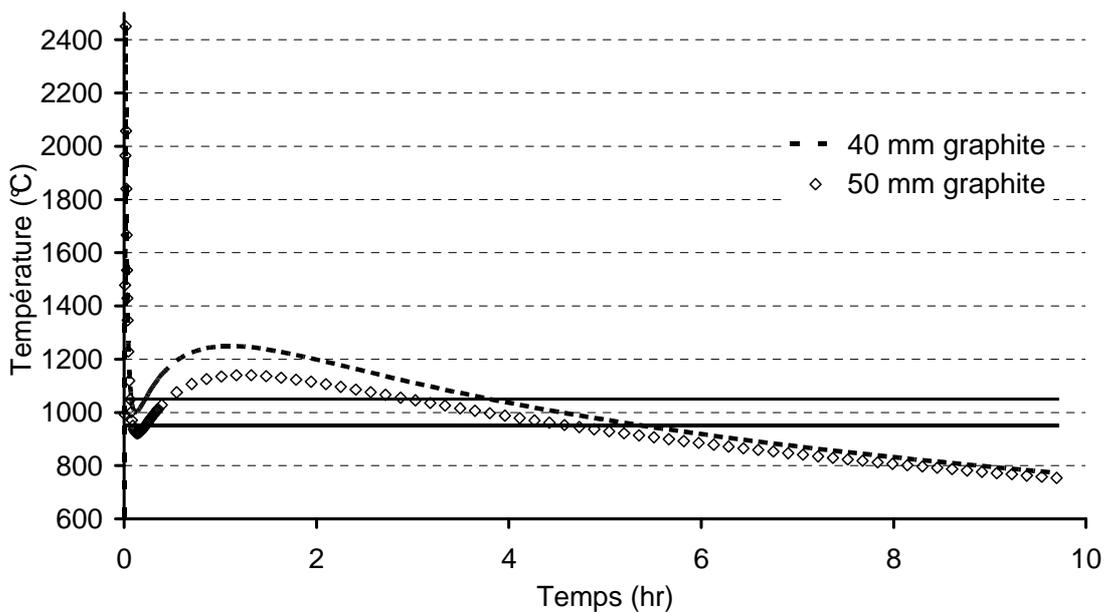


Figure 4-19 : comparaison de la cinétique de refroidissement du coin de la dalle avec un moule de  $\blacksquare$  mm et de  $\blacksquare$  mm de graphite, agent de calage  $\blacksquare$ .

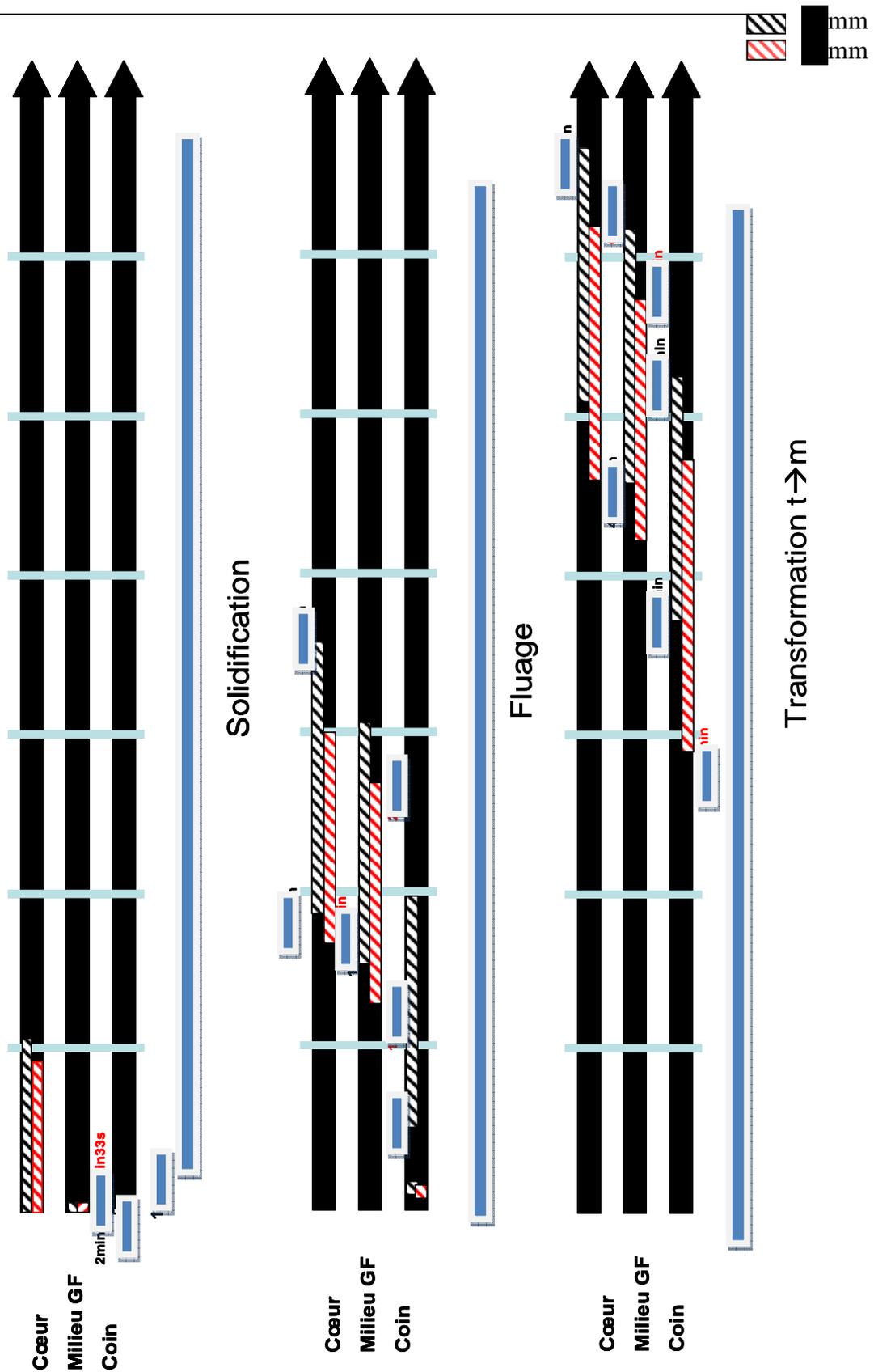


Figure 4-20 : représentation schématique temporelle de la solidification, du fluage et de la transformation de la zircone pour trois points représentatifs de la dalle (cœur, milieu de la grande face et coin), influence de l'épaisseur de graphite.

### 4.2.2 Influence du type d'agent de calage

L'ajustement des résultats numériques sur les résultats expérimentaux de la coulée instrumentée en usine a révélé l'influence de la conductivité de l'agent de calage sur la cinétique de refroidissement des thermocouples placés au sein du moule. Cette influence était particulièrement sensible dans la deuxième partie du refroidissement, lorsque c'est la diffusion de la chaleur dans l'agent de calage qui contrôle le refroidissement de l'ensemble dalle-moule. Nous avons donc choisi de mener, à partir de notre modèle thermique, une étude paramétrique sur l'influence des propriétés thermiques de l'agent de calage sur la cinétique de refroidissement de la dalle.

Pour mener cette étude, nous avons considéré une épaisseur standard de  $10\text{ mm}$  de graphite. L'étude a été menée sur un agent de calage plus conducteur (agent de calage A) et un agent de calage moins conducteur (agent de calage B). Les conductivités thermiques et les capacités calorifiques de ces deux agents de calage sont indiquées dans le tableau 4-2 :

	Agent de calage de référence Mélange	Agent de calage A	Agent de calage B
Conductivité thermique ( $\text{W}\cdot\text{m}^{-1}\cdot\text{K}^{-1}$ )		1	0.4
Capacité calorifique ( $\text{J}\cdot\text{m}^{-3}\cdot\text{K}^{-1}$ )		$2.6\cdot 10^6$	$1.026\cdot 10^6$

**Tableau 4-2 : conductivité thermique et capacité calorifique des différents agents de calage de l'étude paramétrique thermique**

Les résultats présentés sur les figures 4-21, 4-22 et 4-23 illustrent l'influence du type d'agent de calage sur la cinétique de refroidissement. Cette influence s'inscrit sur une durée beaucoup plus longue que celle de l'épaisseur de graphite : les vitesses de refroidissement demeurent très différentes au bout de dix heures de refroidissement.

La durée du fluage et de la transformation de la zircone passent en moyenne d'une heure à plus de quatre heures dans le cas d'un agent de calage moins conducteur.

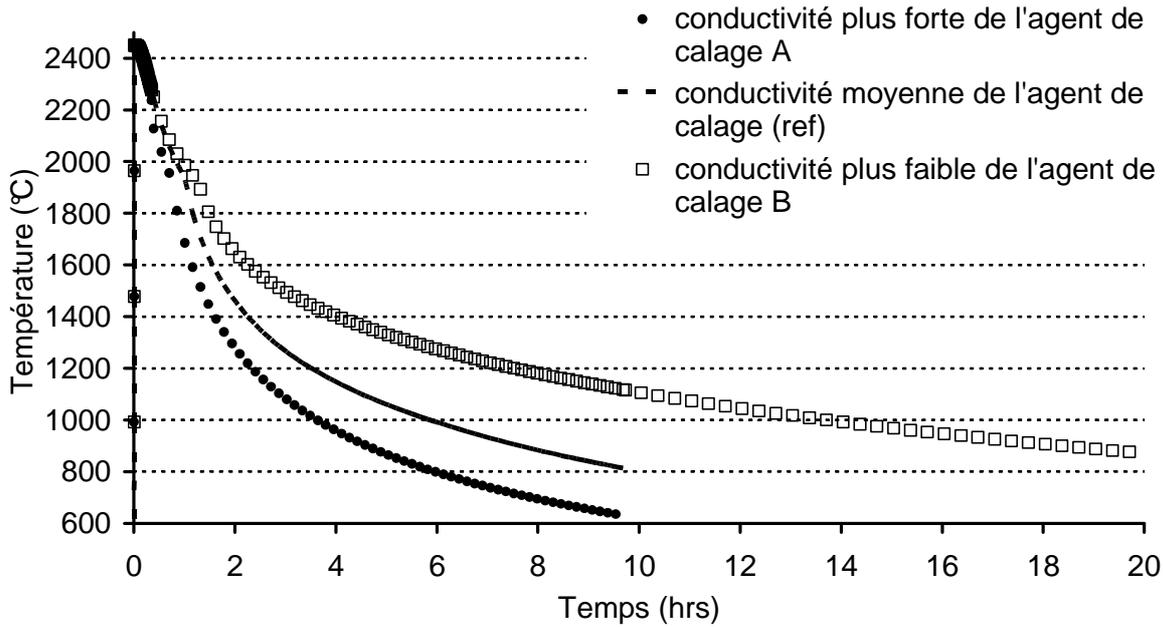


Figure 4-21 : comparaison de la cinétique de refroidissement du cœur de la dalle avec un moule de 100 mm pour trois types d'agents de calage.

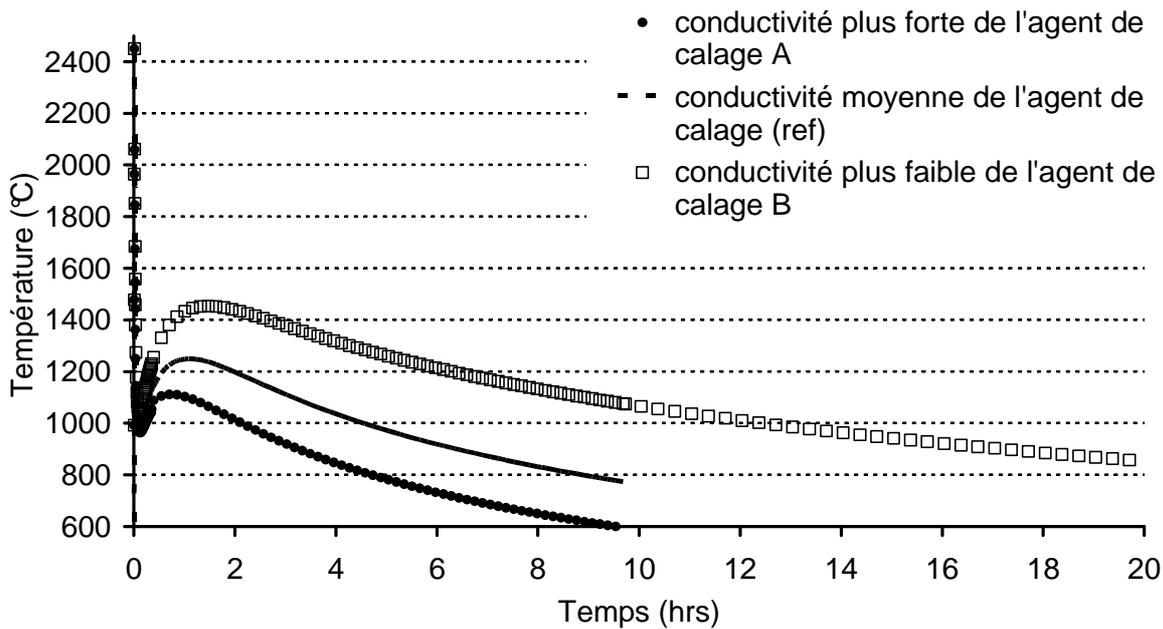


Figure 4-22: comparaison de la cinétique de refroidissement du coin de la dalle avec un moule de 100 mm pour trois types d'agents de calage.

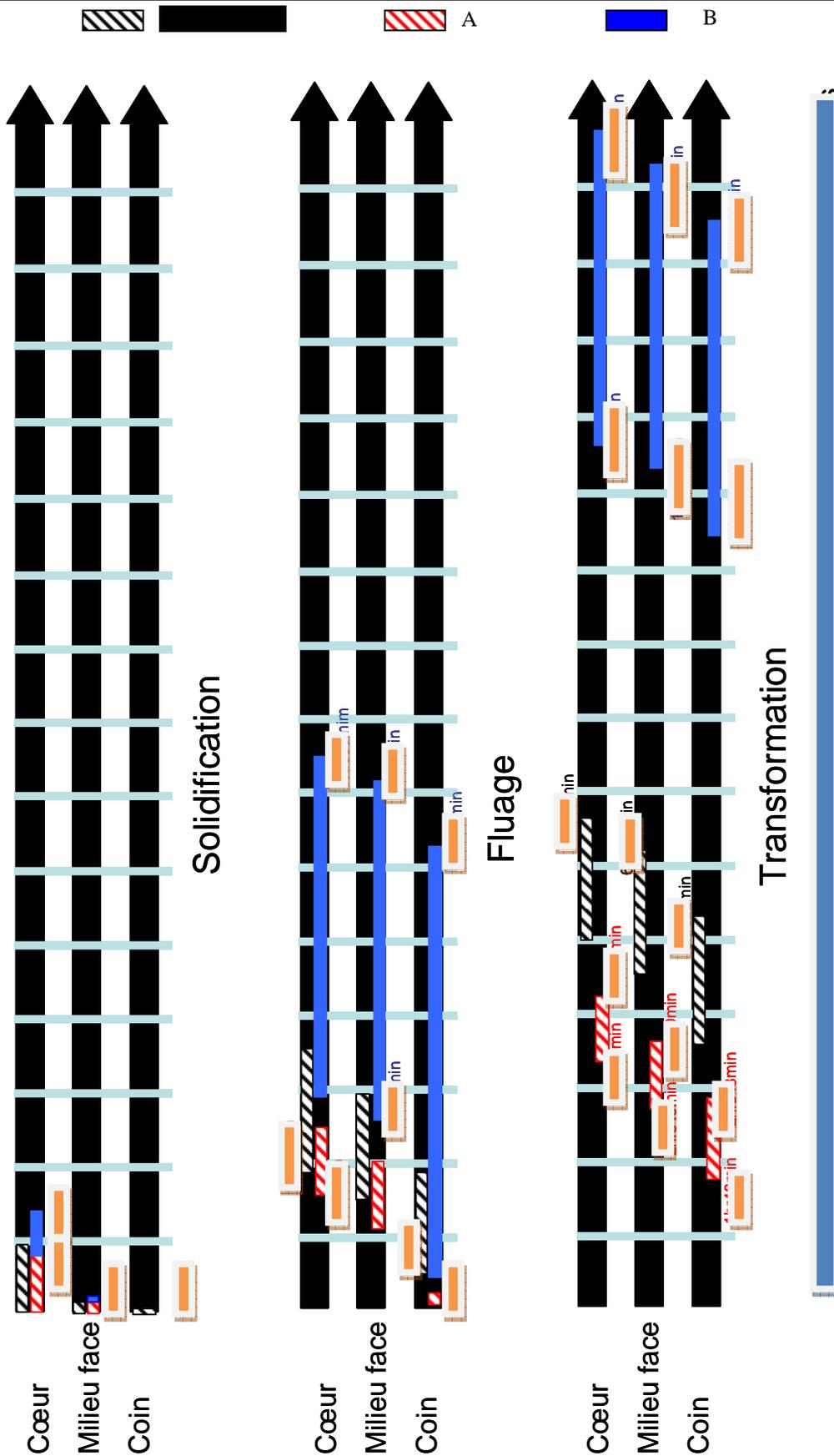


Figure 4-23 : représentation schématique temporelle de la solidification, du fluage et de la transformation de la zirconie pour trois points représentatifs dans la dalle (cœur, milieu de la grande face et coin), influence de l'agent de calage.

### 4.2.3 Résumé

Le modèle numérique thermique construit nous permet de situer dans le temps et dans l'espace les différents phénomènes physiques intervenant au cours du refroidissement. De plus, il a permis, à titre d'exemple, d'évaluer l'influence, sur la cinétique de refroidissement, du type d'agent de calage et de l'épaisseur de graphite du moule. Ce type d'étude peut, bien sûr, être étendu à d'autres modifications de géométrie et/ou de propriétés des composants de la caisse de coulée.

Si l'on considère la transformation de phase comme le phénomène physique qui engendrera le plus de contraintes au sein de la dalle (ce qui, nous le verrons par la suite, constitue actuellement l'hypothèse la plus probable), cet outil peut être utilisé pour optimiser deux contraintes industrielles :

- Une contrainte temporelle : le but est de minimiser le temps de fabrication, donc de refroidissement. Dans ce cas, on peut augmenter l'épaisseur du moule en graphite qui permet d'augmenter la vitesse de refroidissement dans les premières heures après la coulée (pour les hautes températures), instant où les contraintes générées seront accommodées par le comportement en fluage. À noter que cette démarche pourrait améliorer la durée de vie des moules, ceux-ci montant moins haut en température pendant un temps plus court, et donc s'oxydant moins.
- Une contrainte de qualité : plus le passage de la transformation de la zirconite se fera sur une durée longue, moins la dalle subira de contraintes. Dans ce cas, on peut diminuer la conductivité de l'agent de calage ce qui permet de diminuer la cinétique de refroidissement tout au long de la fabrication et notamment lors du passage de la transformation de la zirconite.

## Liste des figures du chapitre 4 :

Tableau 4-1 : températures caractéristiques de la solidification, du fluage et de la transformation $t \rightarrow m$ de la zircone.....	152
Tableau 4-2 : conductivité thermique et capacité calorifique des différents agents de calage de l'étude paramétrique thermique.....	163
Figure 4-1 : schéma représentant la vue de dessus de la caisse de coulée (2DD) avec la partie maillée pour la simulation numérique.....	143
Figure 4-2 : maillage du quart de la structure de coulée.....	144
Figure 4-3 : température au sein de la structure de coulée en fin de coulée, 60s.....	145
Figure 4-4 : température au sein de la structure environ 7min après la coulée.....	146
Figure 4-5 : température au sein de la structure environ 3heures après la coulée.....	147
Figure 4-6 : maillage du quart de la dalle. Représentation des trois points cœur, coin et milieu de la grande face de la dalle.....	148
Figure 4-7 : gradients de température au cours du temps au sein de la dalle.....	149
Figure 4-8 : évolution de la plus grande des contraintes principale en fonction du temps pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle. Loi de comportement élastique.....	149
Figure 4-9 : évolution de la température en fonction du temps pour le cœur, le coin et le milieu de la grande face de la dalle de THTZ.....	150
Figure 4-10 : zone au coin de la dalle dans laquelle l'effet « rebond » provoque la transformation de phase.....	151
Figure 4-11 : représentation schématique temporelle de la solidification, du fluage et de la transformation de la zircone pour trois points représentatifs de la dalle (cœur, milieu de la grande face et coin).....	153
Figure 4-12 : différentes régions constituant la zone pâteuse (WIN 94).....	154
Figure 4-13 : évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse au cours du temps.....	156
Figure 4-14 : nœuds du maillage considérés pour tracer l'épaisseur de la zone pâteuse côtés grande face et petite face.....	156
Figure 4-15 : évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse en fonction du temps, à partir du milieu de la grande face.....	157
Figure 4-16 : évolution de l'épaisseur de la zone pâteuse en fonction du temps à partir du milieu de la petite face.....	157
Figure 4-17 : évolution de l'épaisseur de la zone en cours de transformation au cours du temps.....	159
Figure 4-18 : comparaison de la cinétique de refroidissement du cœur de la dalle avec un moule de ■ mm et de ■ mm de graphite, agent de calage ■.....	161
Figure 4-19 : comparaison de la cinétique de refroidissement du coin de la dalle avec un moule de ■ mm et de ■ mm de graphite, agent de calage ■.....	161
Figure 4-20 : représentation schématique temporelle de la solidification, du fluage et de la transformation de la zircone pour trois points représentatifs de la dalle (cœur, milieu de la grande face et coin). Comparaison ■ mm de graphite et ■ mm de graphite.....	162
Figure 4-21 : comparaison de la cinétique de refroidissement du cœur de la dalle avec un moule de ■ mm pour trois types d'agents de calage.....	164
Figure 4-22 : comparaison de la cinétique de refroidissement du coin de la dalle avec un moule de ■ mm pour trois types d'agents de calage.....	164
Figure 4-23 : représentation schématique temporelle de la solidification, du fluage et de la transformation de la zircone pour trois points représentatifs dans la dalle (cœur, milieu de la grande face et coin). Comparaison de trois agents de calage.....	165



---

## **Chapitre 5 :**

# **Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement**

---



## Sommaire :

### Chapitre 5 : Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement

<b>Introduction :</b>	<b>173</b>
<b>5.1. Etude de l'intervalle de température où le comportement est viscoplastique</b>	<b>175</b>
5.1.1 Mise en données	175
5.1.1.1 Variables d'élasticité	175
5.1.1.2 Lois de comportement viscoplastique	176
5.1.2 Module d'Young constant en fonction de la température	176
5.1.2.1 Cas de l'élasticité	176
5.1.2.2 Cas viscoplastique	178
5.1.3 Module d'Young variable en fonction de la température	180
5.1.4 Influence de la loi de viscoplasticité	183
5.1.5 Résumé	186
<b>5.2. Etude de la transformation de phase de la zircon</b>	<b>188</b>
5.2.1 Expansion volumique	188
5.2.1.1 Mise en données	188
5.2.1.2 Résultats	189
5.2.1.3 Conclusion	198
5.2.2 Déformations irréversibles induites par la transformation de phase de la zircon	199
5.2.2.1 Première étude : Conséquence de la plasticité de transformation sur les contraintes	199
5.2.2.2 Comparaison des deux modèles de plasticité identifiés expérimentalement	202
5.2.2.3 Deuxième étude : influence de la plasticité de transformation sans fluage actif	203
5.2.3 Résumé	204
<b>5.3. Etude du comportement à basse température</b>	<b>206</b>
5.3.1 Mise en données	206
5.3.2 Résultats	206
<b>5.4. Application du modèle thermomécanique au cas du moulage en moule céramique</b>	<b>207</b>
5.4.1 Etude thermique	208
5.4.1.1 Géométrie de la caisse de coulée	208
5.4.1.2 Coulée instrumentée en usine	208
5.4.1.3 Maillage et données thermiques	211
5.4.1.4 Ajustement du modèle thermique	212
5.4.1.5 Comparaison des deux procédés de fabrication	215
5.4.2 Mécanique	222
5.4.3 Résumé	223
<b>5.5. Résumé</b>	<b>224</b>
<b>Liste des figures du chapitre 5 :</b>	<b>226</b>



## **Introduction :**

Le dernier chapitre de ce mémoire s'intéressera aux résultats mécaniques du modèle de simulation thermomécanique simulant le refroidissement d'une dalle de THTZ après coulée.

Pour cette étude, nous avons choisi de procéder à une étude chronologique des phénomènes physiques intervenant successivement au cours du refroidissement, et de leurs conséquences sur le développement de contraintes dans la dalle (l'étude thermique a prouvé que ces phénomènes n'intervenaient pas de manière concomitante).

La première partie sera consacrée à l'intervalle de température dans lequel le matériau présente une viscoplasticité, entre 1500°C et 1200°C. Les trois lois de comportement identifiées pour les trois nuances de THTZ (Chapitre 2) ont été implémentées dans le calcul, afin d'étudier l'influence du comportement en fluage sur la création des contraintes dans la dalle.

Dans un deuxième temps, nous avons étudié la transformation de phase de la zirconie (1150°C-950°C), en introduisant tout d'abord uniquement l'expansion volumique de 4% due à la transformation, puis en considérant la plasticité induite par cette transformation de phase de type martensitique.

Enfin, la troisième partie sera consacrée à l'étude du refroidissement sous comportement élastique, après la transformation de phase jusqu'à température ambiante. Les trois variations-types de module d'Young macroscopique entre 800°C et 20°C, déterminées dans le chapitre 2, seront implémentées dans le calcul mécanique.

Nous concluons ce chapitre en appliquant le modèle thermomécanique à un autre procédé de fabrication : le moulage en moule céramique.



L'étude mécanique du refroidissement de la dalle de THTZ a été effectuée avec le même maillage que celui utilisé pour l'étude thermique (33637 nœuds). Les éléments considérés sont de type quadrangulaire à interpolation quadratique, avec une hypothèse de contraintes planes. En effet, pour conserver un modèle 2D, il nous a semblé plus juste de négliger l'effet de la pesanteur et les effets induits par le gradient vertical de température plutôt que de brider les déplacements verticaux. Nous recommandons néanmoins une modélisation 3D pour les études à venir, afin de prendre en compte ces effets.

Dans ce cas, les déformations et les contraintes sont définies par des tenseurs de la forme :

$$\boldsymbol{\varepsilon} = \begin{pmatrix} \varepsilon_{xx} & \varepsilon_{xy} & 0 \\ \varepsilon_{xy} & \varepsilon_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & \varepsilon_{zz} \end{pmatrix} \quad \text{et} \quad \boldsymbol{\sigma} = \begin{pmatrix} \sigma_{xx} & \sigma_{xy} & 0 \\ \sigma_{xy} & \sigma_{yy} & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

Les propriétés mécaniques du matériau THTZ, nécessaires à la mise en données du calcul mécanique ont été répertoriées dans le chapitre 2 de ce mémoire. Aucune condition de liaison mécanique n'est prise en compte entre la dalle et le moule. Ainsi, la dalle est libre de se déformer sous l'influence du chargement thermique, sans subir aucune contrainte mécanique de la part du moule de coulée.

## **5.1 Etude de l'intervalle de température où le comportement est viscoplastique**

Dans un premier temps, nous avons étudié la zone de comportement viscoplastique du matériau. Nous nous intéressons, dans cette partie, à des températures variant de 1500°C (au dessus, le matériau est supposé ne pas développer de contraintes) jusqu'aux environs de 1000°C, avant que ne débute la transformation de phase de la zircone.

### **5.1.1 Mise en données**

#### 5.1.1.1 Variables d'élasticité

Comme nous l'avons décrit dans le chapitre 2, dans cet intervalle de température ( $T > 1000^\circ\text{C}$ ), le module d'Young macroscopique est commun à tous les THTZ. Le tableau 5.1 résume les valeurs de module d'Young utilisées, en fonction de la température. Le coefficient de Poisson a été supposé indépendant de la température et fixé à une valeur de 0.24.

	<b>Température (°C)</b>	<b>Module d'Young (GPa)</b>
Module variable en fonction de la température	2450	5
	1500	5
	1300	5
	1200	5
	1100	12
	1000	32

Tableau 5-1 : évolution du module d'Young en fonction de la température entre 2450°C et 1000°C.

### 5.1.1.2 Lois de comportement viscoplastique

Trois résultats de calcul mécanique ont été comparés pour les trois lois de comportement en fluage, toutes les autres données d'entrée étant identiques. Le tableau 5-2 récapitule les paramètres des lois de comportement viscoplastique des matériaux ZS, ZB et ZBY1 :

<b>Paramètres</b>	<b>ZS</b>	<b>ZB</b>	<b>ZBY1</b>
<b>n</b>	1	1	1
<b>A<sub>0</sub></b>	30.4	6.4	14.7
<b>Q (kJ.mol<sup>-1</sup>)</b>	641	319	423
<b>H</b>	783.8	764.4	286.3
<b>R<sub>0</sub></b>	~0	~0	~0

Tableau 5-2 : paramètres des lois de comportement viscoplastique des trois nuances de THTZ.

## 5.1.2 Module d'Young constant en fonction de la température

### 5.1.2.1 Cas de l'élasticité

Une étude préliminaire sur la base d'un calcul purement élastique avec un module d'Young constant (5GPa) en fonction de la température a été réalisée, afin de révéler les changements induits par l'introduction d'une viscoplasticité.

Comme l'illustrent les figures 5- 1 a et 5-1 b, les contraintes maximales sont les contraintes  $\sigma_{11}$  parallèles à la grande face de la dalle. Nous nous référerons systématiquement, dans la suite du manuscrit, à cette contrainte.

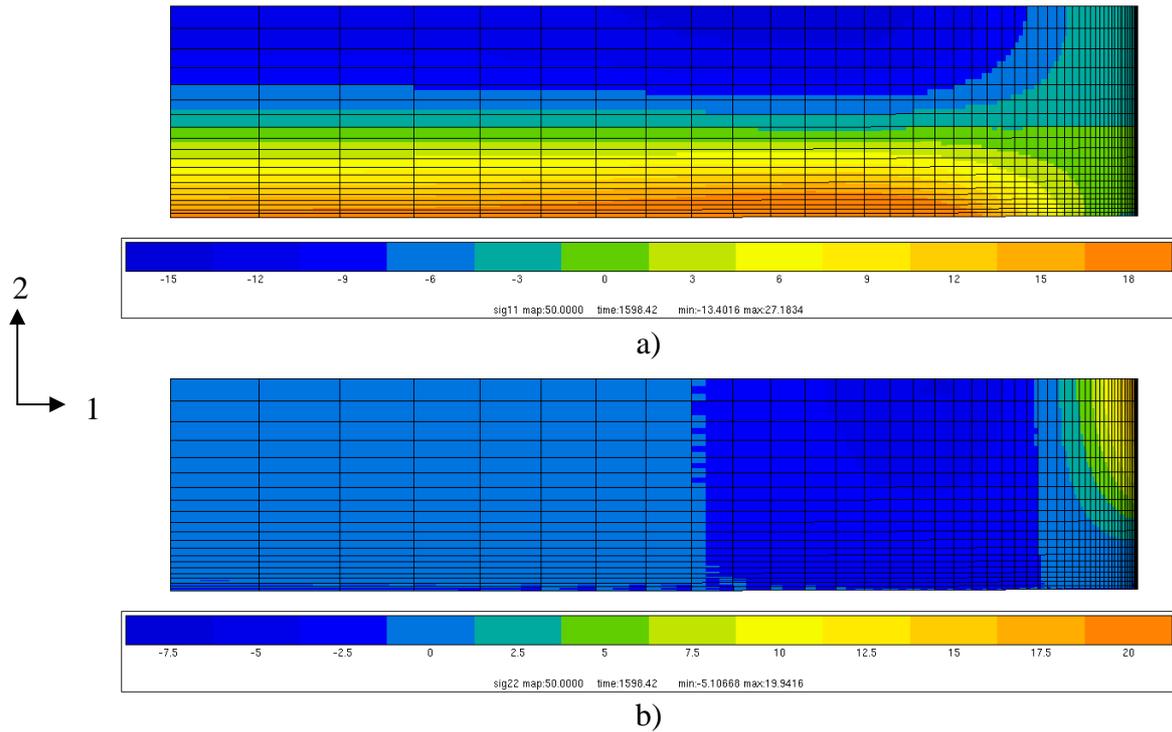


Figure 5-1 : contraintes sigma11 (a) et sigma22 (b) dans la dalle au cours du refroidissement.

Les figures 5-2 et 5-3 représentent l'évolution de la contrainte  $\sigma_{11}$  en fonction du temps pour le cœur de la dalle et le milieu de la grande face pour 40 heures et 10 heures de refroidissement :

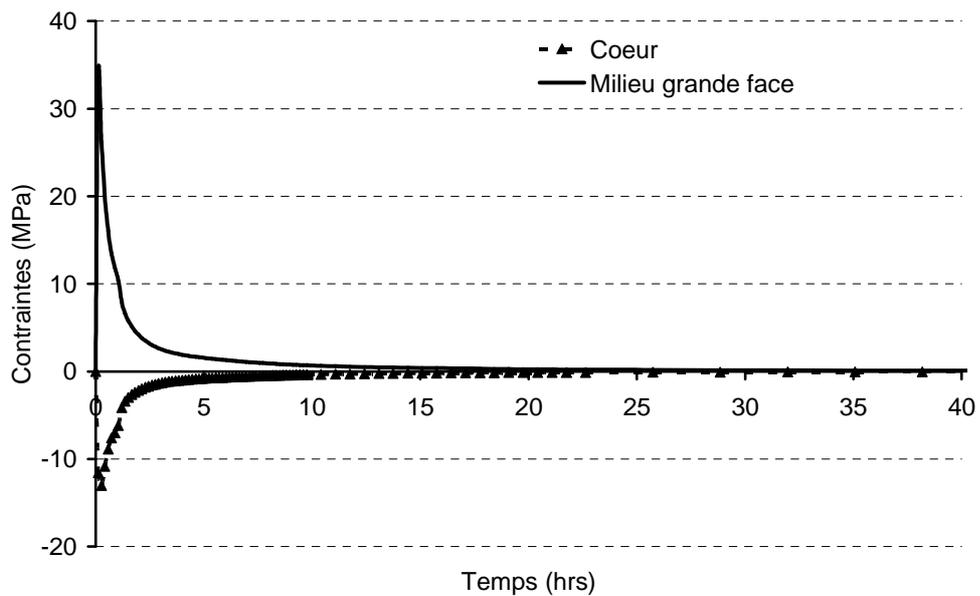


Figure 5-2 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle, calcul élastique avec un module d'Young constant de 5GPa. 40 heures.

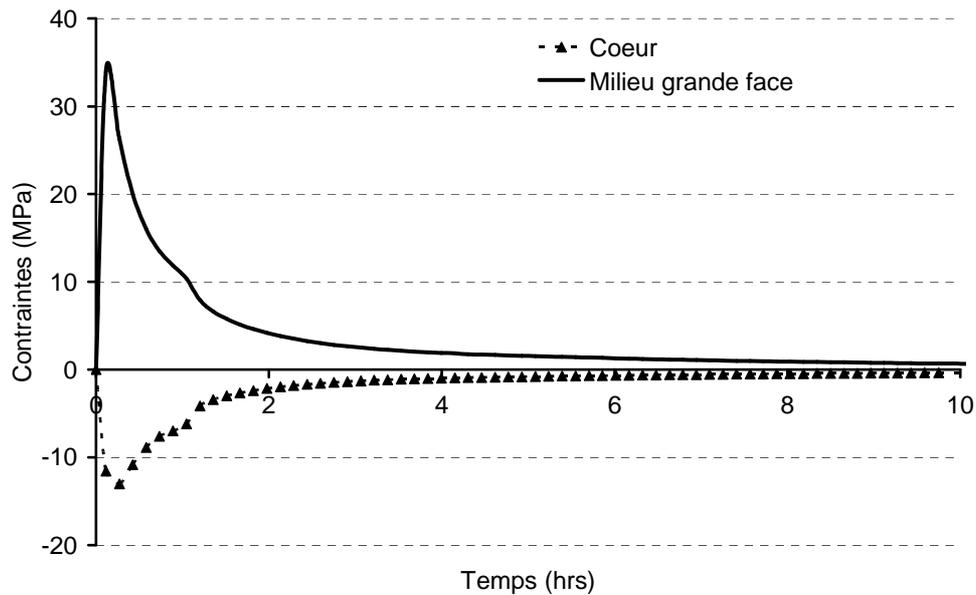


Figure 5-3 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle, calcul élastique avec un module d'Young constant de 5GPa. 10 heures.

On vérifie qu'après être passées par un maximum, les contraintes tendent vers zéro au fur et à mesure que les gradients thermiques diminuent au sein de la dalle, ce qui était attendu. Les valeurs des contraintes ne sont naturellement pas réalistes, la dalle étant dans la réalité à l'état liquide ou pâteux. On remarque sur la figure 5-3, environ une heure après la coulée, une rupture de pente pour les deux points considérés. Cette rupture de pente est associée à la fin de la solidification et à la diminution de la vitesse de refroidissement associée (fin de la libération de l'enthalpie de solidification). Le gradient thermique de l'interface vers le cœur toujours plus chaud engendre temporairement des contraintes de compression au cœur de la dalle et des contraintes de traction en surface, ce qui est physiquement réaliste pour un refroidissement.

#### 5.1.2.2 Cas viscoplastique

Afin de mettre en évidence les modifications induites par le fluage, nous avons, par la suite, effectué un calcul mécanique dans les mêmes conditions élastiques (module d'Young constant de 5GPa), en introduisant la loi de comportement viscoplastique du matériau ZS. Les figures 5-4 et 5-5 comparent, respectivement pour le cœur et pour le milieu de la grande face de la dalle, l'évolution des contraintes  $\sigma_{11}$  en fonction du temps, avec et sans prise en compte du comportement viscoplastique :

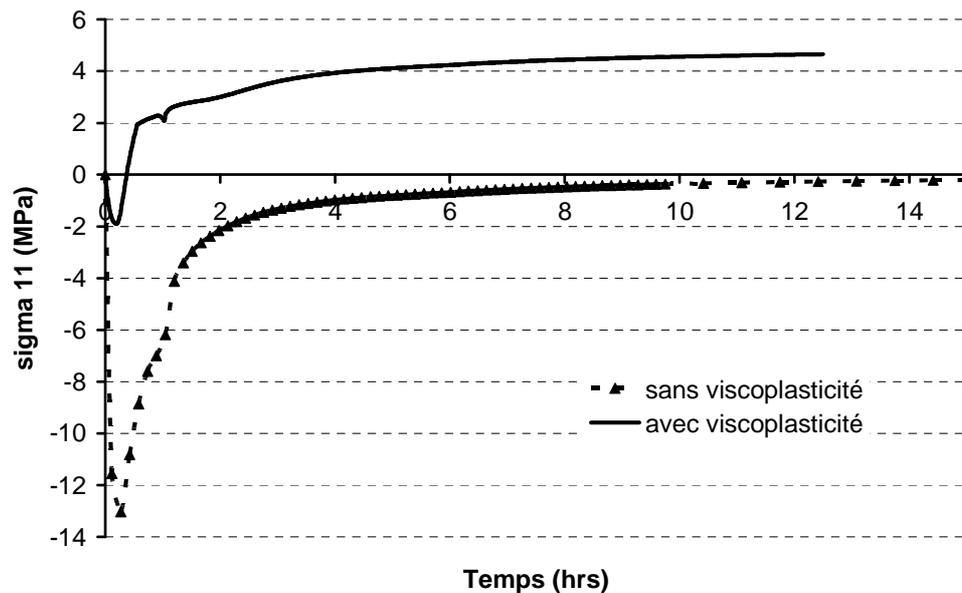


Figure 5-4 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle avec et sans prise en compte du comportement viscoplastique, module d'Young constant 5GPa.

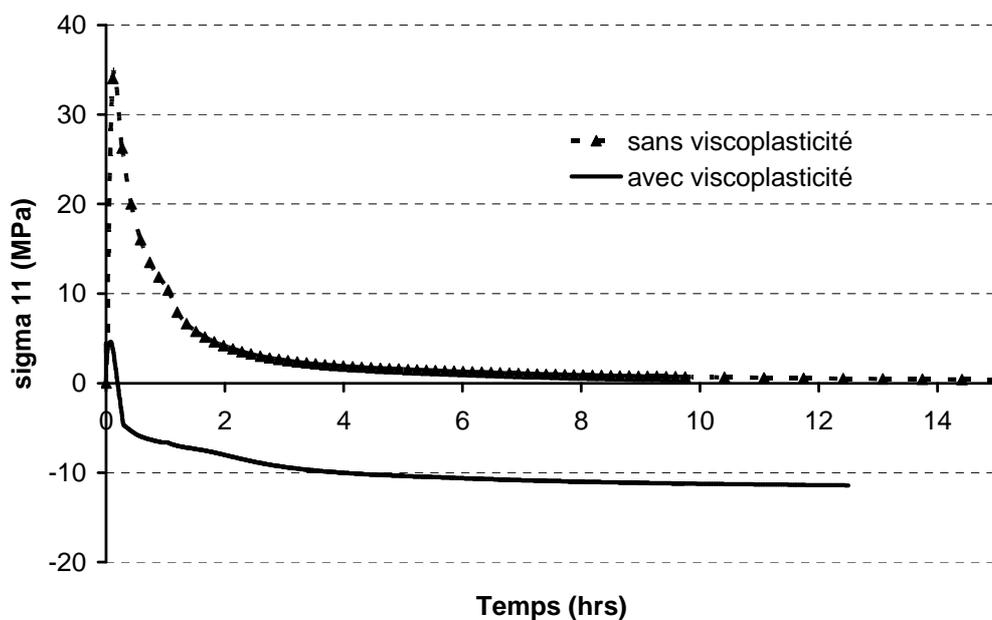


Figure 5-5 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle avec et sans prise en compte du comportement viscoplastique, module d'Young constant 5GPa.

L'introduction du comportement viscoplastique permet au matériau d'accommoder les contraintes en se déformant plastiquement : au début du refroidissement, les contraintes sont nettement diminuées par l'introduction de la loi viscoplastique. Des contraintes résiduelles apparaissent au cœur et au milieu de la grande face de la dalle en fin de refroidissement : on se retrouve alors, en fin de solidification, avec un cœur en traction et une surface en compression. Nous retrouvons là un résultat classique exploité, par exemple, pour la fabrication du verre trempé (« Securit »). Les contraintes résiduelles (internes) en fin de refroidissement sont d'environ 5MPa au cœur de la dalle et de -11MPa au milieu de la grande face.

### 5.1.3 Module d'Young variable en fonction de la température

Nous avons ensuite étudié l'influence de la loi de comportement en fluage avec un module d'Young macroscopique qui varie en fonction de la température. Cette variation est déterminée à partir des résultats d'essais mécaniques de traction-compression alternée décrits au chapitre 2.

Les résultats expérimentaux sont relativement fiables entre la température ambiante et 1300°C. Au-delà, les déformations viscoplastiques des matériaux interdisent toute mesure.

Il était donc nécessaire d'extrapoler une variation de module d'Young à haute température, c'est-à-dire entre 1300°C et 2450°C. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur les dernières valeurs expérimentales des matériaux ZS et ZB (cf. Chapitre 2, figure 2-40). Si l'on trace l'évolution du module d'Young macroscopique entre 1100°C et 1300°C dans des échelles semi-logarithmiques, on remarque une variation quasi-linéaire du logarithme du module en fonction de la température. Pour extrapoler la variation de module, nous avons donc choisi de prolonger empiriquement cette pente entre 1300°C et 2450°C pour le matériau ZS et le matériau ZB. Nous avons également choisi un cas intermédiaire, entre l'évolution déterminée pour le matériau ZS et celle déterminée pour le matériau ZB. Les figures 5-6 et 5-7 représentent les trois évolutions de module d'Young à haute température, respectivement dans des repères semi-logarithmique et linéaire. Le tableau 5-3 résume les valeurs de module d'Young en fonction de la température entre 1100°C et 2450°C pour les trois cas étudiés. En dessous de 1100°C, les variations sont similaires pour tous les matériaux.

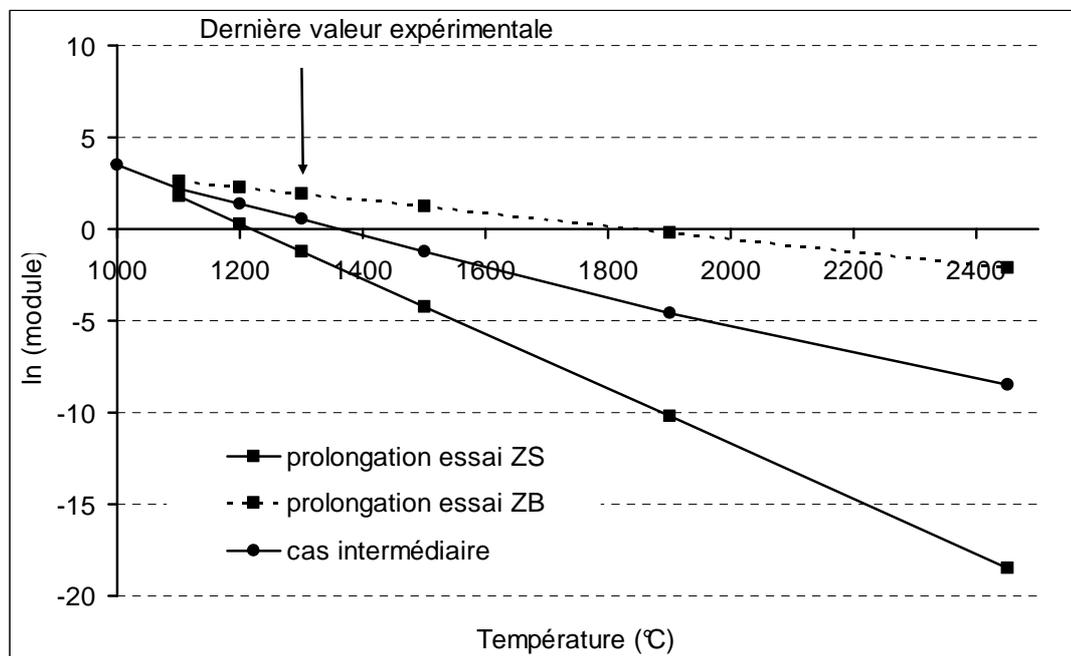


Figure 5-6 : évolutions du logarithme du module d'Young en fonction de la température étudiées pour l'étude paramétrique de l'influence du module d'Young à haute température.

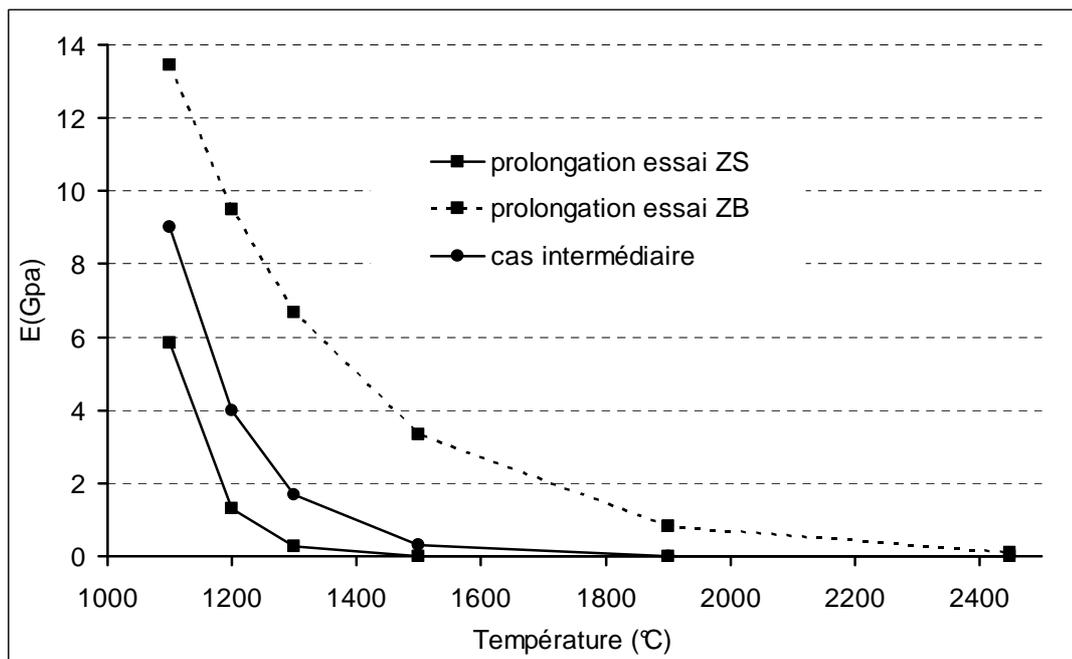


Figure 5-7: évolutions du module d'Young en fonction de la température étudiées pour l'étude paramétrique de l'influence du module d'Young à haute température.

Température (°C)	Cas 1 : extrapolation essai ZS	Cas 2 : extrapolation essai ZB	Cas 3 : cas intermédiaire
1100	5.8	13	9
1200	1.3	9.5	4
1300	0.29	6.7	1.7
1500	0.014	3.3	0.3
1900	3.5 <sup>e-5</sup>	0.8	0.01
2450	9.4 <sup>e-9</sup>	0.12	0.0002

Tableau 5-3 : Valeurs de module d'Young (GPa) en fonction de la température utilisées pour l'étude paramétrique.

Nous avons donc étudié les trois évolutions de module d'Young macroscopique en fonction de la température, définies dans le tableau 5-3. Les figures 5-8 et 5-9 comparent les résultats obtenus avec la même loi viscoplastique dans les trois cas, pour le cœur et le milieu de la grande face respectivement.

On remarque une influence importante de l'évolution du module d'Young à haute température sur les contraintes résiduelles à température ambiante. Plus le module d'Young macroscopique décroît lentement lorsque la température augmente, plus les contraintes résiduelles sont élevées. Dans les cas extrêmes, à cœur, on passe de 0.7MPa pour le cas 1 à 28MPa pour le cas 2 et, au milieu de la grande face, on passe de -2MPa pour le cas 1 à -92MPa pour le cas 2.

Cette influence sur les contraintes résiduelles à température ambiante vient de l'évolution des contraintes au tout début du refroidissement. En effet, plus le module est élevé à haute température, plus le développement des contraintes débute tôt. Le matériau conserve le souvenir de ces déformations irréversibles à haute température, ce qui aura pour effet d'augmenter les contraintes résiduelles en fin de calcul.

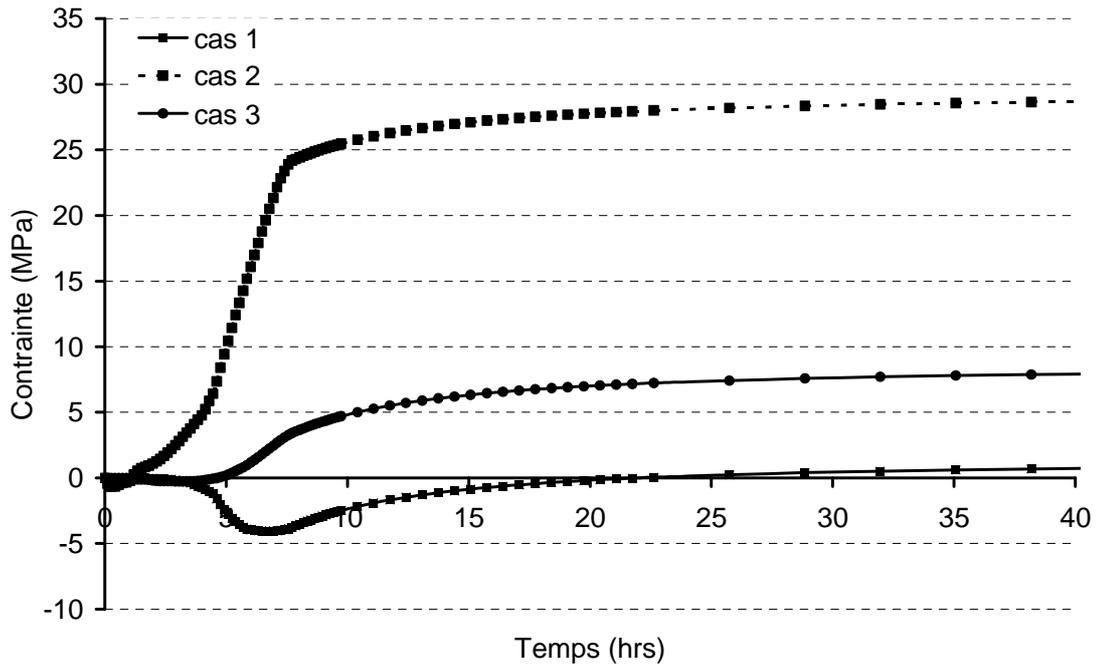


Figure 5-8 : évolutions de la contrainte au cœur de la dalle en fonction du temps pour les trois variations de module d'Young à haute température.

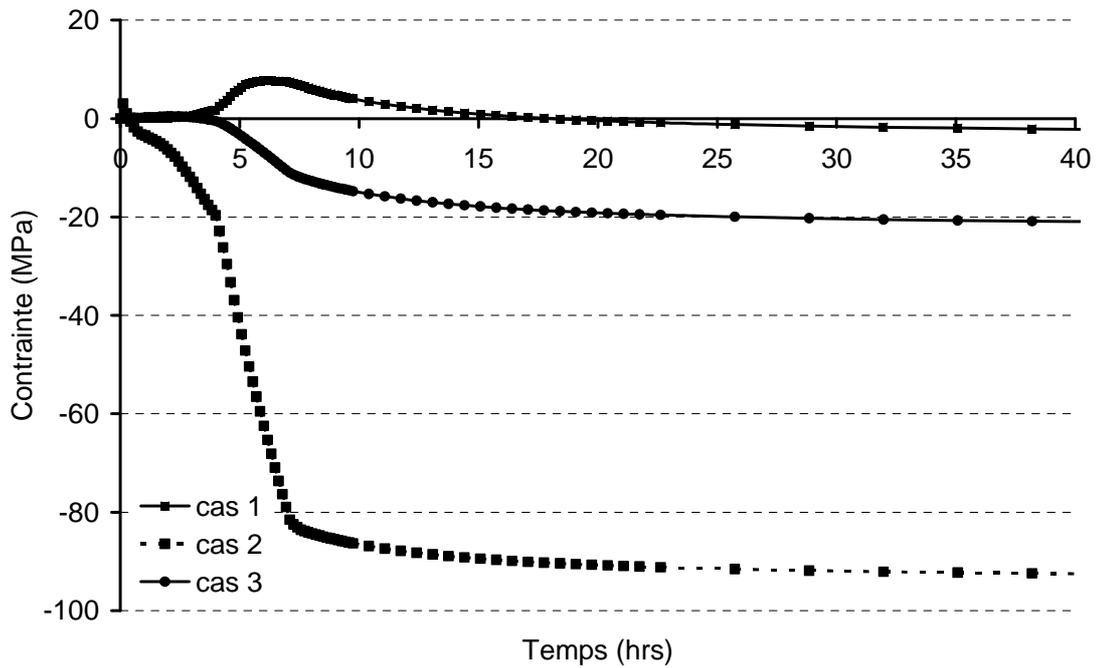


Figure 5-9 : évolutions de la contrainte au milieu de la grande face de la dalle en fonction du temps pour les trois variations de module d'Young à haute température.

Cette influence importante vient du fait que le code de calcul par éléments finis utilisé ne permet pas de prendre en compte de manière rigoureuse le passage de l'état liquide à l'état solide. Nous avons cependant cherché à simuler ce changement d'état avec le code de calcul de deux façons.

Dans un premier temps, les calculs mécaniques ont été démarrés à un temps tel que la dalle puisse être considérée comme un solide élastique ou élasto-viscoplastique. En effet, à partir de 1300°C, le module d'Young est mesurable expérimentalement, et plus aucune hypothèse sur son évolution n'est alors nécessaire. Cette démarche est malheureusement inapplicable à notre cas, puisque, d'une part, nous perdriions les informations concernant le comportement viscoplastique entre 1500°C et 1300°C et, d'autre part, parce que les gradients thermiques au sein de la dalle sont trop importants. A l'instant où le cœur de la dalle atteint 1300°C, le coin et le milieu de la grande face sont déjà à des températures très basses : débiter le calcul à cet instant amènerait à négliger abusivement l'histoire thermomécanique antérieure d'une grande partie de la dalle.

Dans un deuxième temps, nous avons tenté de considérer la dalle comme un fluide incompressible entre 2450°C et 1500°C. Pour cela nous avons calculé un coefficient de compressibilité isotrope à 1500°C avec les dernières valeurs de modules d'Young disponibles, et nous avons fait évoluer le coefficient de Poisson en fonction de la température, en gardant le coefficient de compressibilité constant. Cependant, la variation du coefficient de Poisson en fonction de la température n'a pas eu l'influence escomptée sur les résultats obtenus.

Une des perspectives pour créer un modèle thermomécanique représentatif du procédé de fabrication de coulée est la réduction d'un modèle 3D. D.Ryckelynck (*RYC 05*, *RYC 10*) a développé une méthode de réduction de modèle (APHR, A Priori HyperReduction method), capable de simplifier la simulation de procédés de fabrication. Cette méthode est une méthode d'adaptation du modèle de taille réduite, de façon à maîtriser les résidus des équations de mouvement au cours de la résolution simplifiée du problème non linéaire.

Faute de temps, nous n'avons pu investiguer cette solution et nous avons gardé le modèle mécanique tel qu'il est décrit précédemment. De ce fait, les résultats fournis par notre modèle mécanique auront une vocation plus qualitative et comparative que quantitative.

### 5.1.4 Influence de la loi de viscoplasticité

Nous avons ensuite mené une étude paramétrique sur les contraintes résiduelles laissées par le fluage. Pour cela, nous nous sommes appuyés sur les trois lois de comportements déterminées au chapitre 2 pour les matériaux ZS, ZB et ZBY1.

Nous avons arbitrairement choisi d'étudier l'influence de la loi de viscoplasticité en gardant l'évolution de module du cas 3. Sur la base commune de cette loi, nous avons cherché à voir si les différentes lois de comportement viscoplastique des matériaux avaient une influence significative sur le développement des contraintes internes.

Les figures 5-10 et 5-11 comparent, pour le cœur de la dalle, l'évolution de la contrainte  $\sigma_{11}$  en fonction du temps, pour les matériaux ZS, ZB et ZBY1. Les figures 5-12 et 5-13 illustrent les résultats analogues pour le milieu de la grande face :

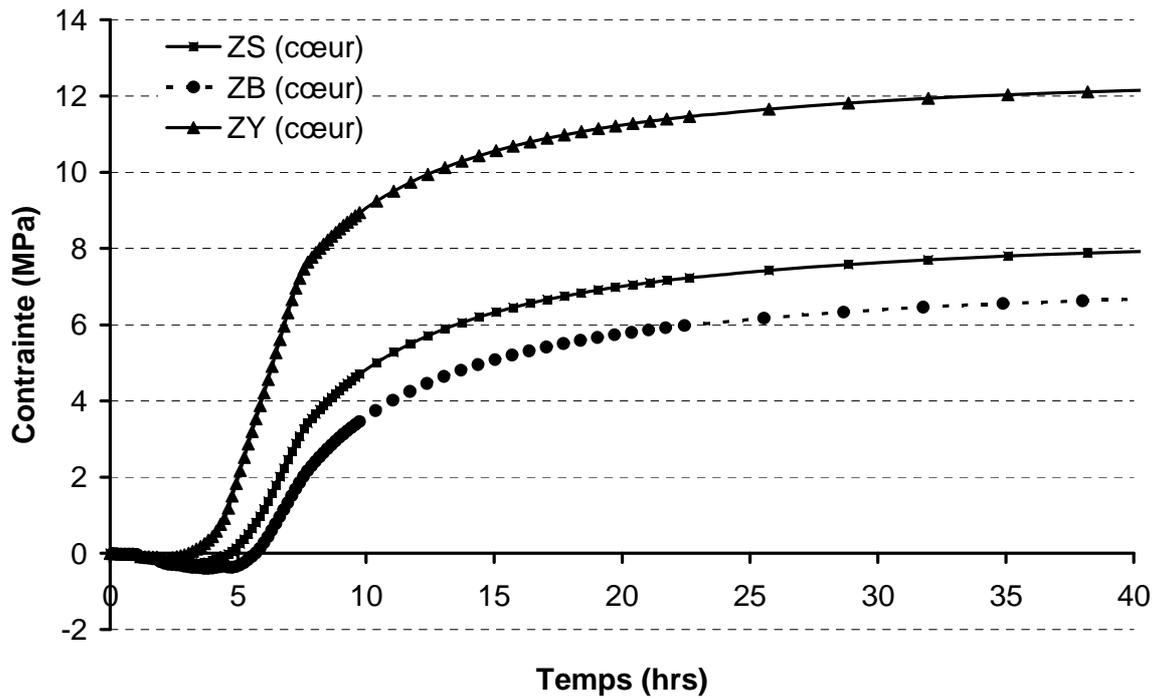


Figure 5-10 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle en fonction de la nuance de THTZ.

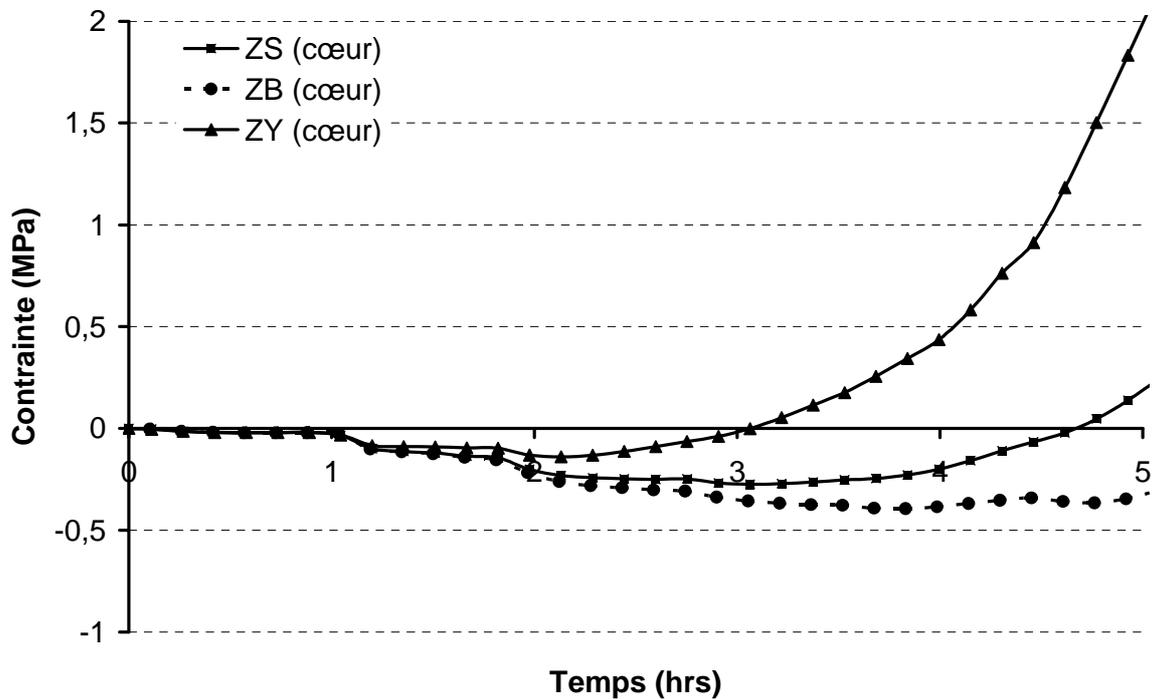


Figure 5-11 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle en fonction de la nuance de THTZ au début du refroidissement.

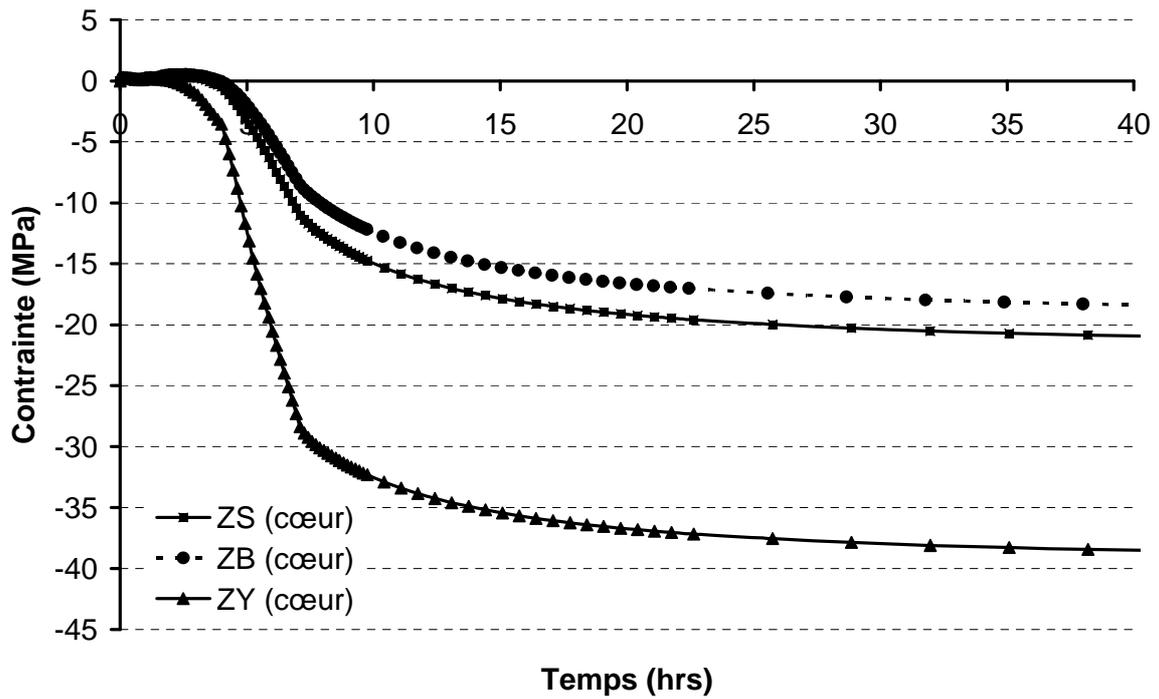


Figure 5-12 : Comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle en fonction de la nuance de THTZ.

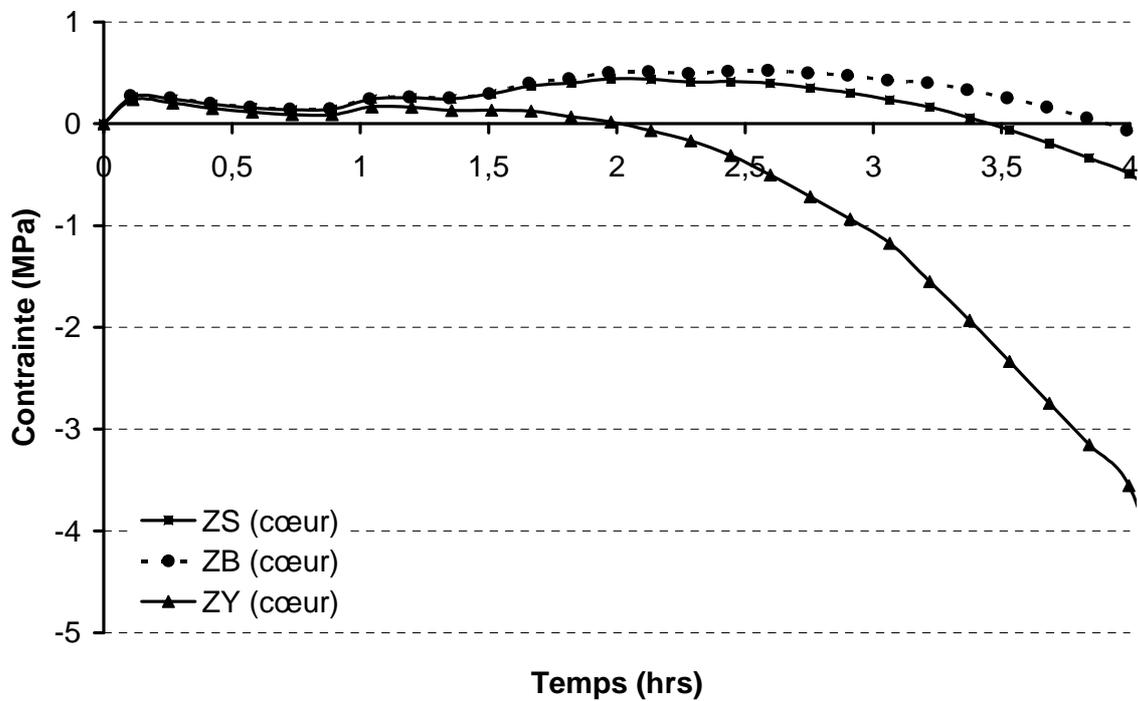


Figure 5-13 : Comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle en fonction de la nuance de THTZ au début du refroidissement.

En premier lieu, on peut constater, en surface et à cœur, deux changements de pente importants dans l'évolution de la contrainte au cours du refroidissement. Ces deux effets sont dus à l'évolution du module d'Young en fonction de la température, à 1200°C et 900°C.

En deuxième lieu, on remarque bien, en début de refroidissement, l'intervalle de temps où le fluage est actif c'est à dire où les contraintes peuvent être accommodées.

D'autre part, cette étude révèle des réponses quasi identiques entre les matériaux ZS et ZB. Dans les deux cas, les contraintes résiduelles sont d'environ 8MPa à cœur et -20MPa sur la surface de la dalle. En revanche, le matériau ZBY1 qui, expérimentalement, se caractérise par un fluage plus rapide que les deux autres nuances (cf. chapitre 2), a un comportement distinct. Les contraintes résiduelles sont plus élevées avec 12 MPa à cœur et -40MPa au milieu de la grande face.

### **5.1.5 Résumé**

Les différents résultats obtenus dans ce paragraphe sont résumés par la figure 5- 14 qui schématise les différents calculs effectués :

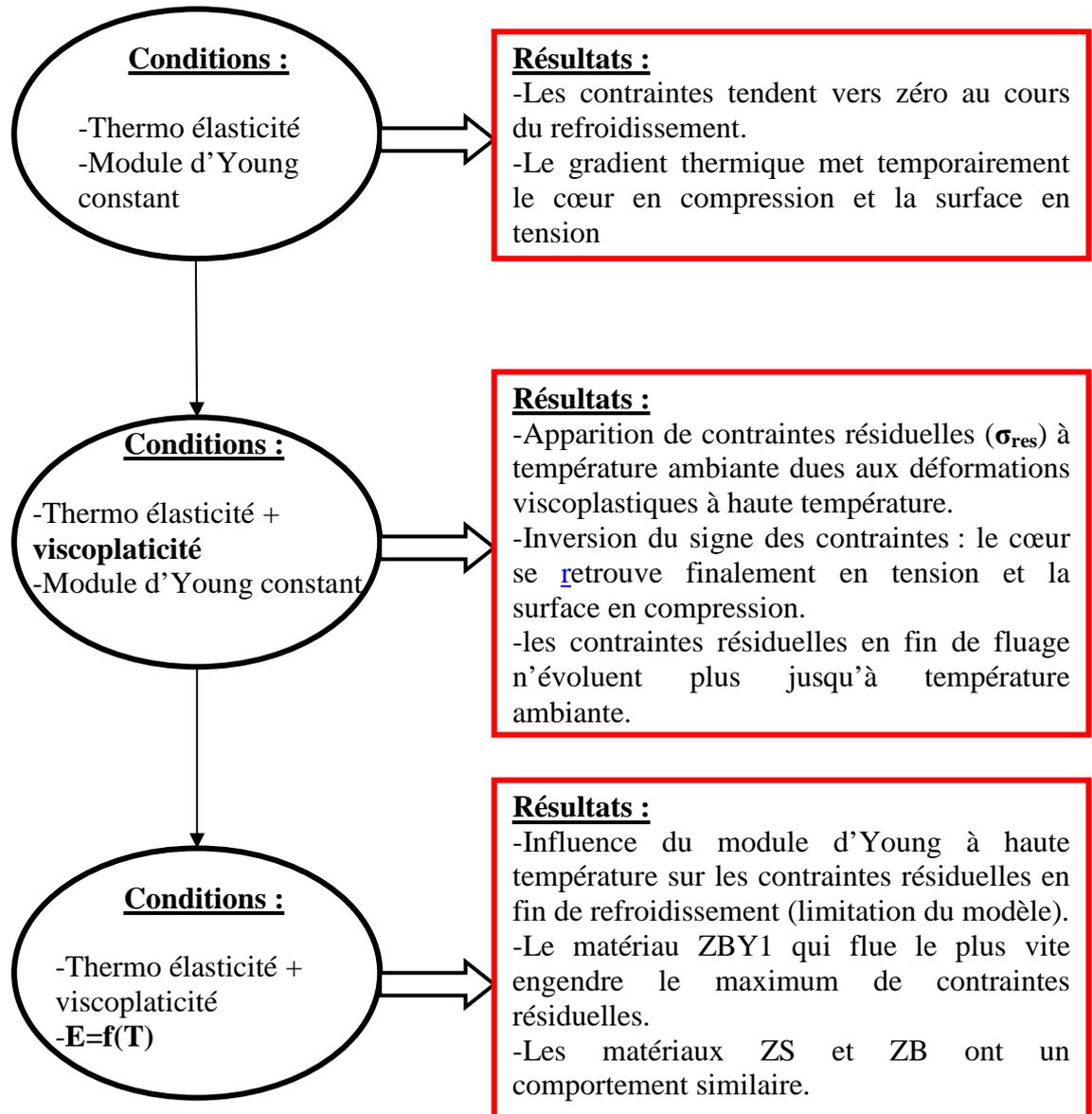


Figure 5-14 : schéma récapitulatif des différents calculs menés pour l'étude mécanique à hautes températures et des conclusions associées.

## 5.2 Etude de la transformation de phase de la zircon

Nous avons continué cette étude en évaluant les effets de la transformation de phase de la zircon sur les contraintes. Dans un premier temps, nous avons considéré uniquement l'expansion volumique par une variation fictive du coefficient de dilatation thermique. Dans un deuxième temps, nous avons pris en compte l'effet de la plasticité induite par la transformation de la zircon.

### 5.2.1 Expansion volumique

#### 5.2.1.1 Mise en données

L'étude du comportement en fluage n'a pas révélé de différence significative entre les matériaux ZS et ZB. La transformation de phase a également des effets similaires sur ces deux matériaux. Nous avons donc étudié l'influence de l'expansion volumique due à la transformation de la zircon uniquement pour les nuances ZS et ZBY1, cette dernière présentant un intervalle de transformation différent. La variation de module d'Young est identique dans les deux cas.

Les figures 5-15 et 5-16 représentent les courbes de dilatation thermique des matériaux ZS et ZBY1 prises en considération pour la simulation numérique (fournies par Saint Gobain CREE) :

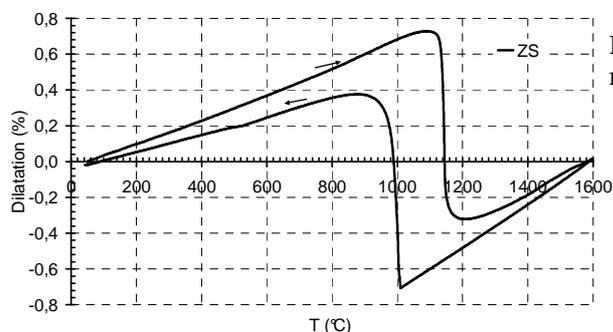
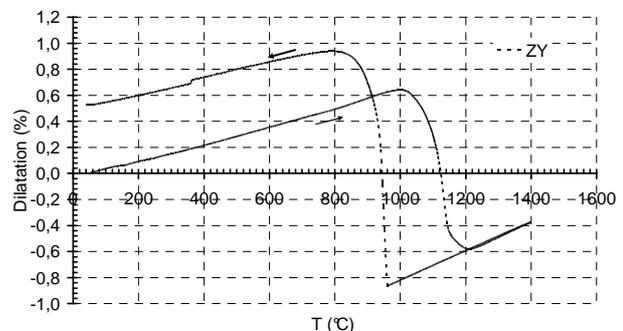


Figure 5-15 : courbe de dilatation thermique du matériau ZS.

Figure 5-16 : courbe de dilatation thermique du matériau ZBY1.



Seule la partie refroidissement a été prise en compte dans le modèle de la dilatation volumique :

$$\frac{\delta L}{L_0} = \alpha(T) \cdot (T - T_0) \quad \text{avec } T_0 = 20^\circ\text{C}$$

$$\alpha(T) = \frac{\delta L(T)}{L_0(T - T_0)} \quad \text{pour } T_0 = 20^\circ\text{C et } \dot{T} < 0$$

### 5.2.1.2 Résultats

Les figures 5-17 et 5-18 comparent, pour le matériau ZS, l'évolution des contraintes  $\sigma_{11}$  en fonction du temps, avec et sans expansion volumique, respectivement pour le cœur de la dalle et le milieu de la grande face. Une représentation similaire pour le matériau ZBY1 constitue les figures 5-19 et 5-20 :

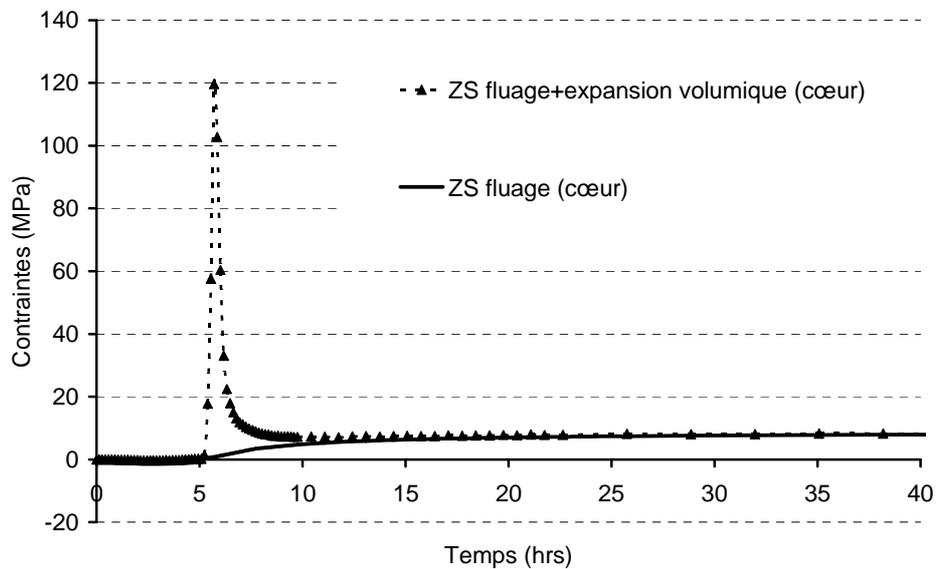


Figure 5-17: comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZS au cœur de la dalle, avec et sans expansion volumique.

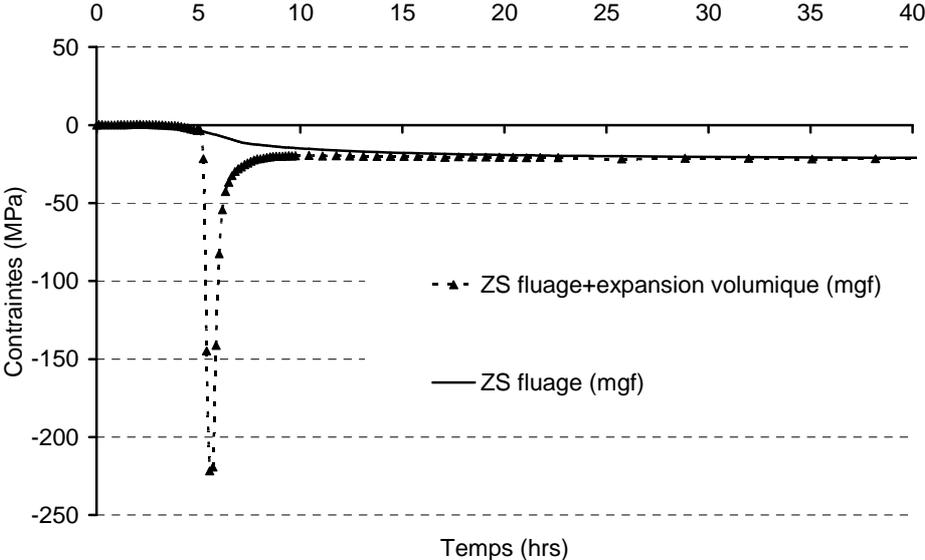


Figure 5-18 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZS au milieu de la grande face de la dalle, avec et sans expansion volumique.

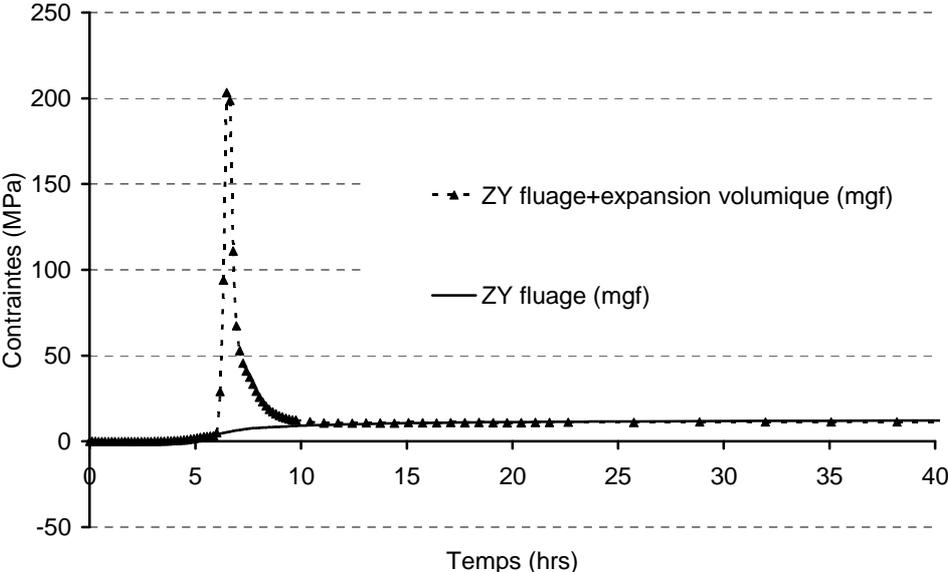


Figure 5-19 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZBY1 au cœur de la dalle, avec et sans expansion volumique.

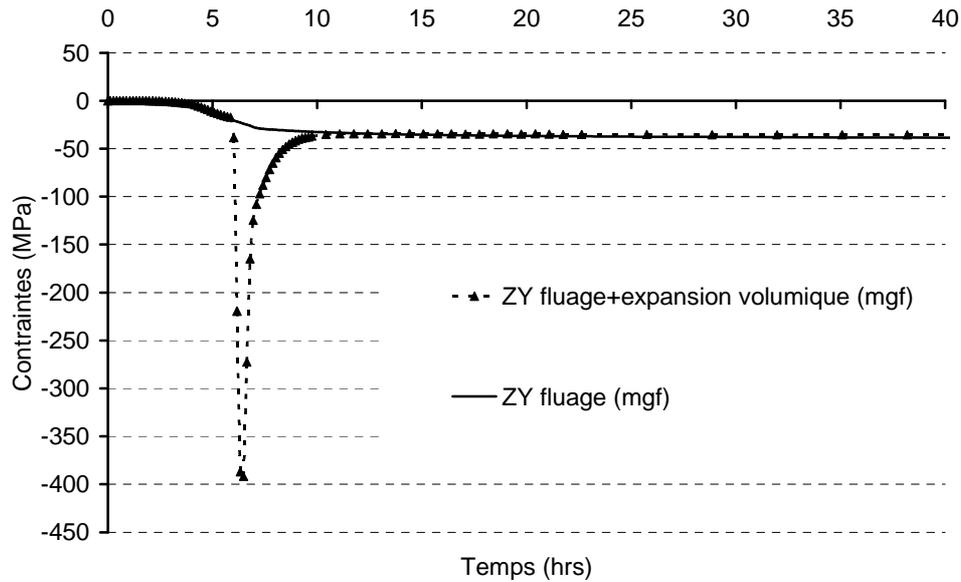


Figure 5-20 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZBY1 au milieu de la grande face de la dalle, avec et sans expansion volumique.

Aussi bien pour le matériau ZS que pour le matériau ZBY1, on remarque une chose importante : les contraintes résiduelles sont identiques avec et sans expansion volumique. Autrement dit, introduire la seule expansion volumique isotrope causée par la transformation de la zircone n'aura pas d'influence sur la valeur des contraintes résiduelles obtenue à température ambiante. Les phénomènes de fluage et de dilatation peuvent alors être découplés avec l'hypothèse des contraintes planes. Le gonflement de 4% entraîne, pour les deux nuances de THTZ, un pic de contrainte (compression en surface, traction à cœur) au passage de la transformation de la zircone. La figure 5-21 compare l'évolution des contraintes  $\sigma_{11}$  des matériaux ZS et ZBY1, à cœur et au milieu de la grande face, en fin de refroidissement. La figure 5-22 illustre l'évolution des contraintes dans toute la dalle en fonction du temps, donc de l'avancée de la vague de transformation de la zircone. Pour ce graphique, le niveau de contrainte est imposé entre -10MPa et 10MPa pour représenter les zones en traction et les zones en compression.

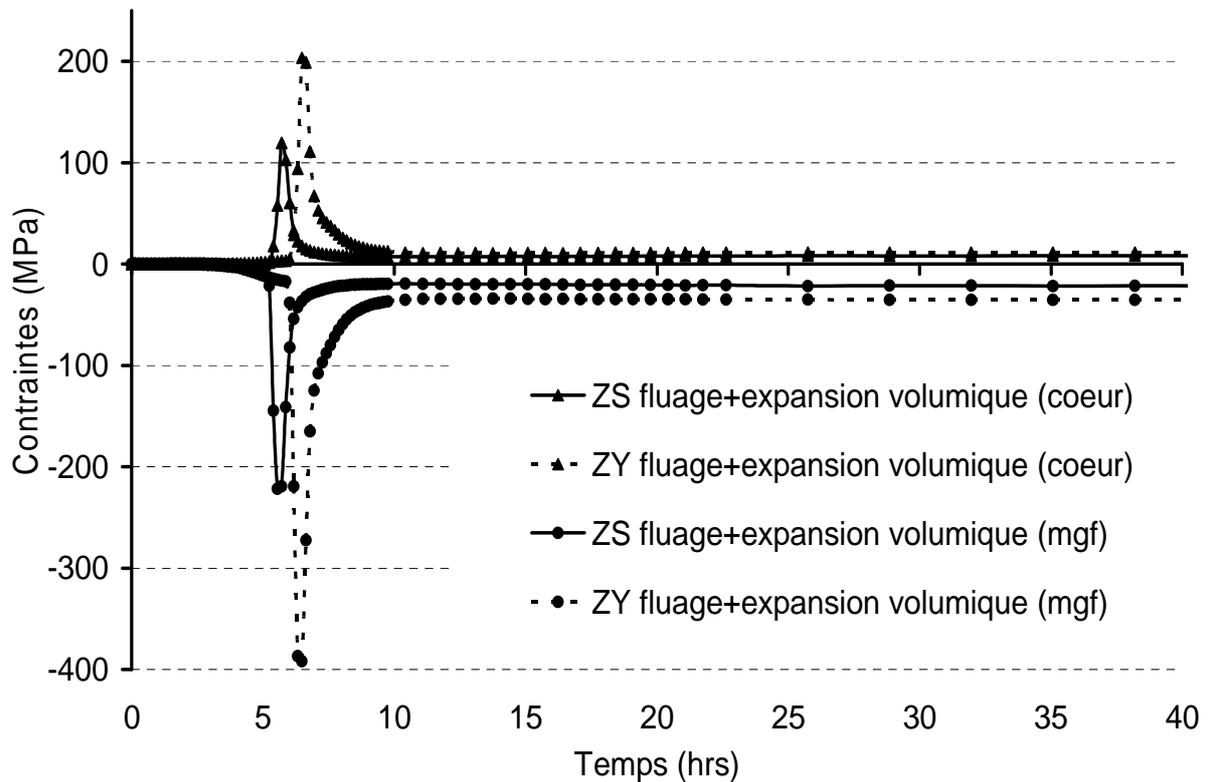
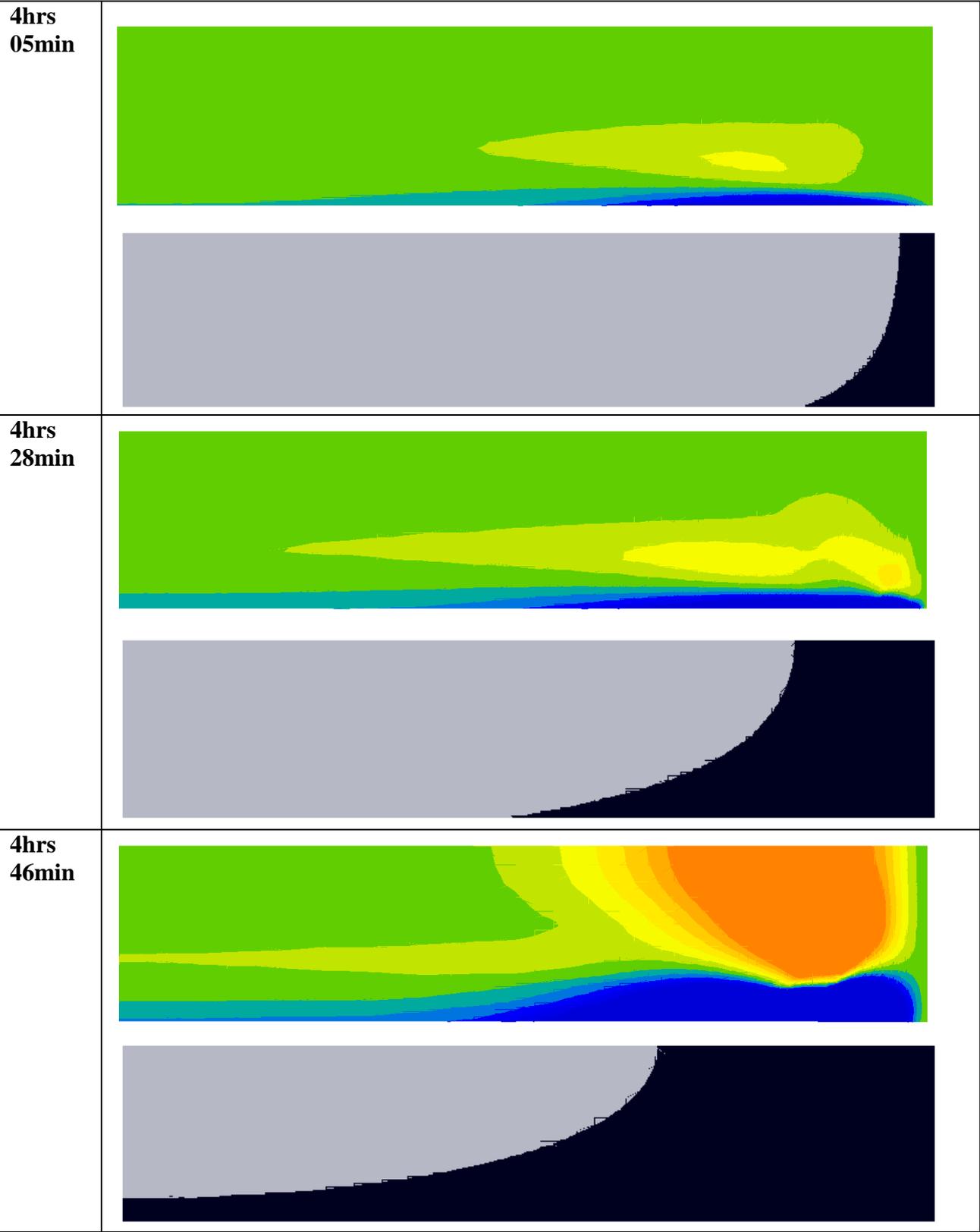


Figure 5-21 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps au cœur de la dalle et au milieu de la grande face entre le matériau ZS et le matériau ZBY1.

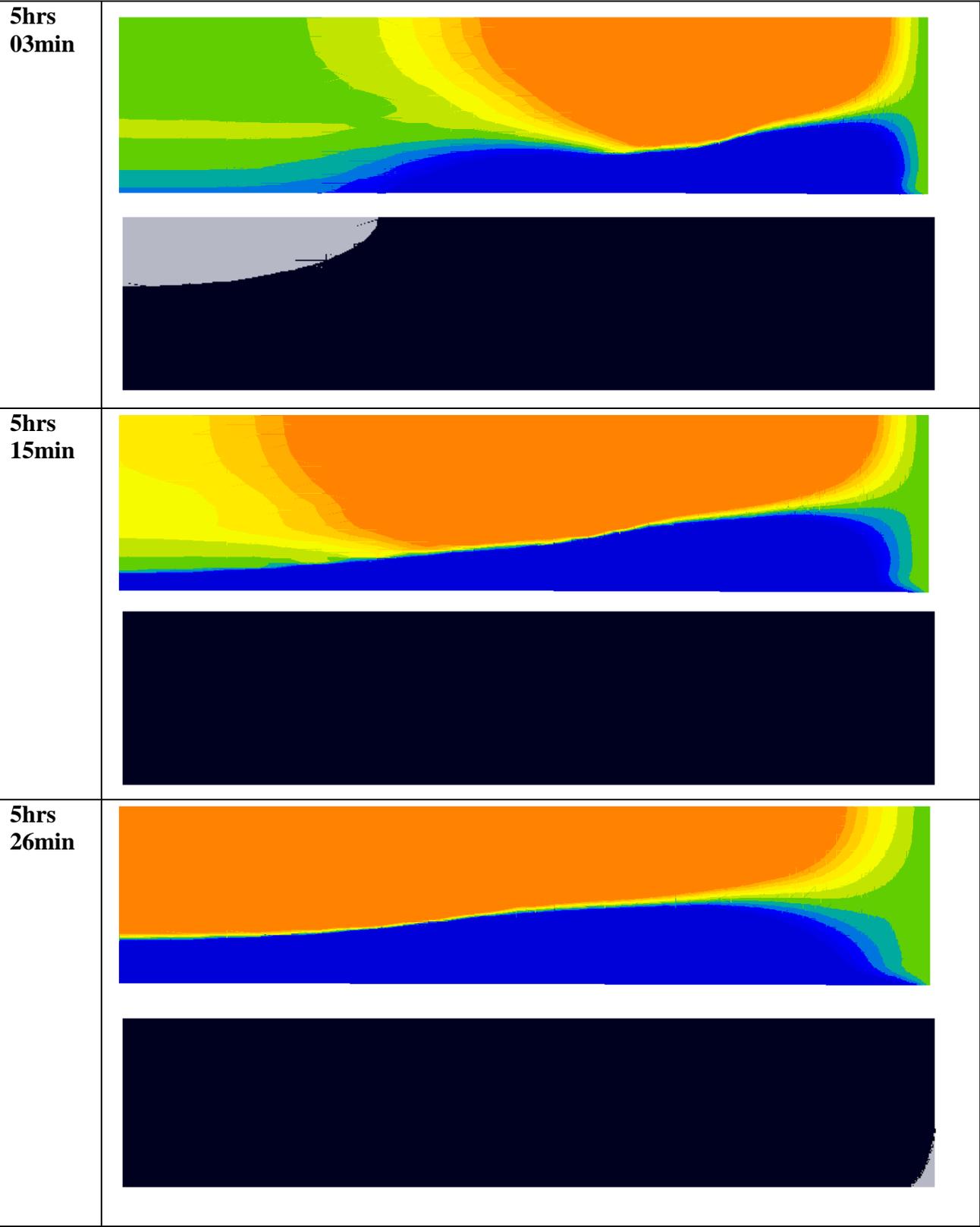
Le pic de contraintes est décalé dans le temps entre les deux matériaux puisque la transformation de phase du matériau ZBY1 opère à une température  $100^{\circ}\text{C}$  inférieure à celle du matériau ZS. Le pic de contrainte est environ deux fois plus élevé pour le matériau ZBY1. Ceci est dû au fait que la transformation de phase de la zircone a lieu pour ce matériau dans une gamme de température où le module d'Young est plus élevé.



CHAPITRE 5 : Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement



CHAPITRE 5 : Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement



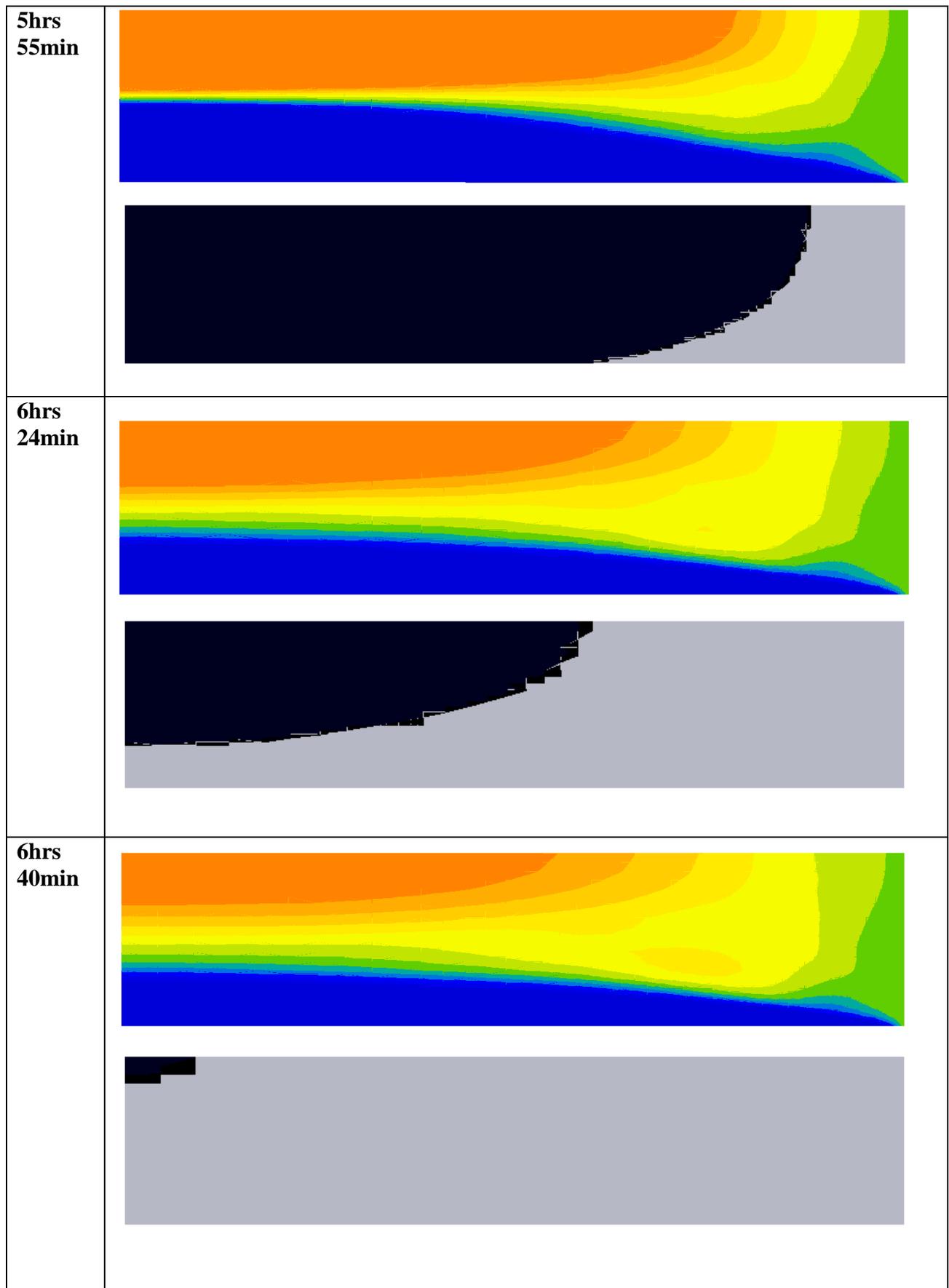
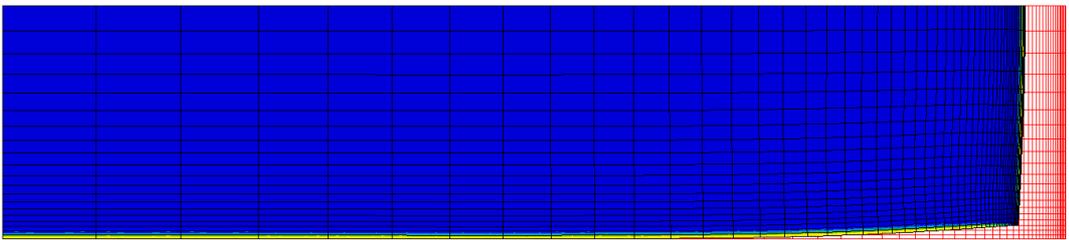
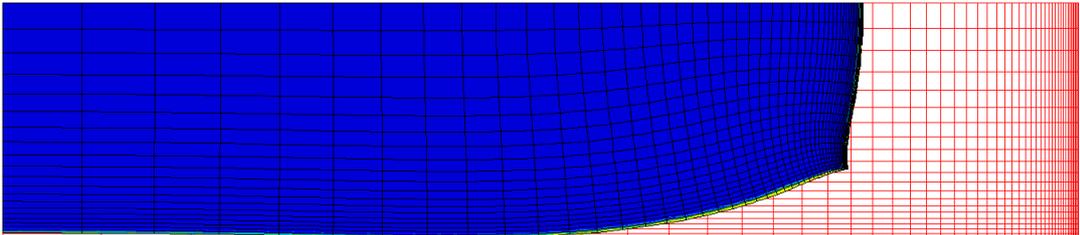
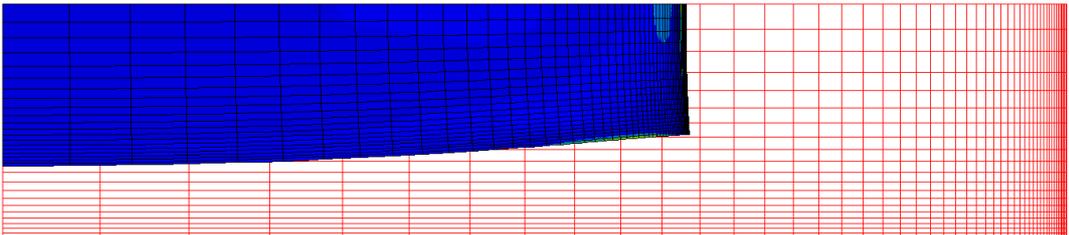
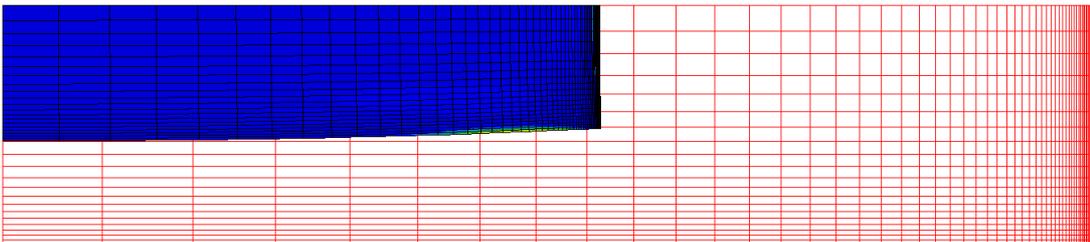


Figure 5-22 : évolution de la contrainte sigma 11 en fonction de l'avancée de la transformation de phase de la zircone dans la dalle.

Il est important de noter que, durant la transformation de phase, comme durant un choc thermique de chauffage, les contraintes de traction se situent toujours à l'intérieur de la dalle et donc que, si un endommagement se crée à cet instant, il ne sera pas visible à l'extérieur de la dalle.

Une autre visualisation de l'effet de la vague de transformation de la zircone, consiste à représenter la déformation (amplifiée ici d'un facteur 30) de la forme initiale de la dalle illustrée par la figure 5-23 à différents instants :

Temps	Maillage en Rouge : Maillage initiale
24s	A cet instant : retrait de la dalle du au refroidissement 
235s	A cet instant : retrait de la dalle du au refroidissement 
5000s	A cet instant : retrait de la dalle du au refroidissement 
10000s	A cet instant : retrait de la dalle du au refroidissement 

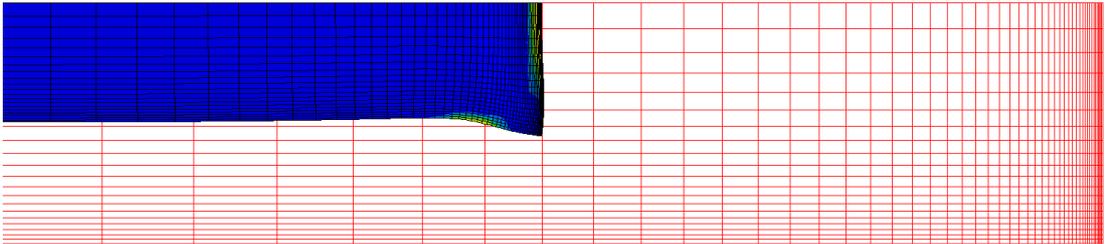
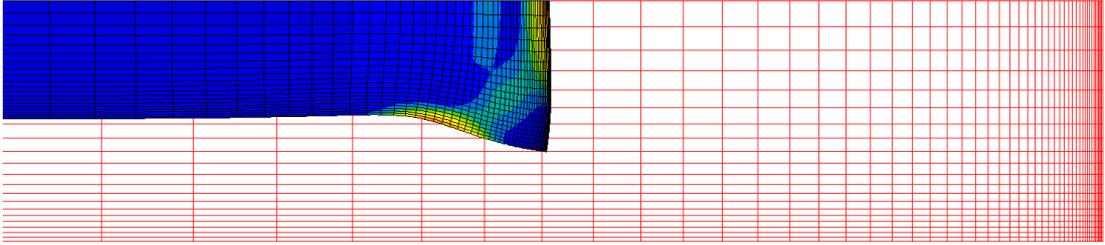
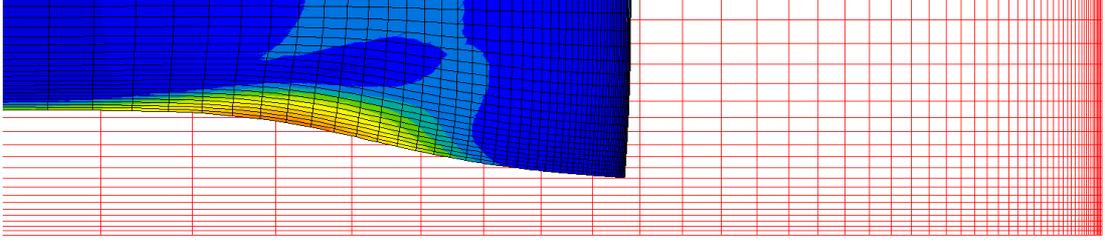
16850s	<p>La vague de transformation débute : gonflement de la dalle, apparition de fortes contraintes au niveau des faces.</p> 
17400s	<p>La vague de transformation débute : gonflement de la dalle, apparition de fortes contraintes au niveau des faces.</p> 
19250s	<p>La vague de transformation débute : gonflement de la dalle, apparition de fortes contraintes au niveau des faces.</p> 

Figure 5-23: évolution de la déformation (\*30) en fonction de l'avancée de la transformation de phase de la zirconie dans la dalle.

### 5.2.1.3 Conclusion

Dans cette étude, nous avons mis en évidence l'influence de l'expansion volumique due à la transformation de la zirconie au cours du refroidissement. Celle-ci engendre un pic de contrainte très élevé de traction à cœur et de compression en surface. Ce pic est d'autant plus important que la transformation de la zirconie est décalée vers les basses températures, comme dans le cas du matériau ZBY1.

Le maximum de contraintes atteint au passage de la transformation de la zirconie est sans aucun doute surestimé par la seule prise en compte de l'expansion volumique comme conséquence de la transformation de la zirconie. En effet, les valeurs de contraintes calculées justifieraient largement la rupture du matériau. Dans la réalité, il est donc certain que le matériau bénéficie d'une possibilité d'accommodation des contraintes supplémentaire. Cette observation nous a amenés, dans un deuxième temps, à introduire une plasticité irréversible induite associée à la transformation tétragonale-monoclinique de la zirconie.

## 5.2.2 Déformations plastiques induites par la transformation de phase de la zirconie

Comme évoqué dans le premier chapitre de ce document, une transformation de phase de type martensitique est souvent associée à un phénomène de plasticité de transformation. Cette dernière est une déformation irréversible qui se produit sous l'action d'une contrainte (même très faible) appliquée lors de la transformation de phase.

L'étude de l'influence de la plasticité de transformation sur le comportement de la dalle au refroidissement sera découpée en deux parties pour comparer, in fine, l'influence du modèle de plasticité de transformation sur la valeur des contraintes résiduelles :

-une première partie qui prendra en compte le fluage, à l'origine de contraintes résiduelles. Ce cas sera traité avec la variation de module d'Young à haute température du cas 3 (Tableau 5-3, Figure 5-6 et 5-7).

-une deuxième partie qui prendra en compte un état sans contraintes résiduelles laissées par le fluage. Nous débutons donc la transformation de la zirconie dans un état de contrainte quasi-nul en prenant la variation de module d'Young à haute température du cas 1 (Tableau 5-3, Figure 5-6 et 5-7). Cette étude permettra de partitionner les contraintes résiduelles finales en contraintes dues au fluage et en contraintes dues à la plasticité irréversible induite par la transformation de phase.

Pour les deux études nous garderons la loi de fluage déterminée pour le matériau ZS. Nous ne ferons varier dans les calculs qui suivront que la loi de plasticité de transformation.

### 5.2.2.1 Première étude : conséquence de la plasticité de transformation sur les contraintes

Les figures 5-24 et 5-25 comparent les résultats sans plasticité de transformation et avec plasticité de transformation (loi du matériau ZS), pour le cœur de la dalle et le milieu de la grande face respectivement :

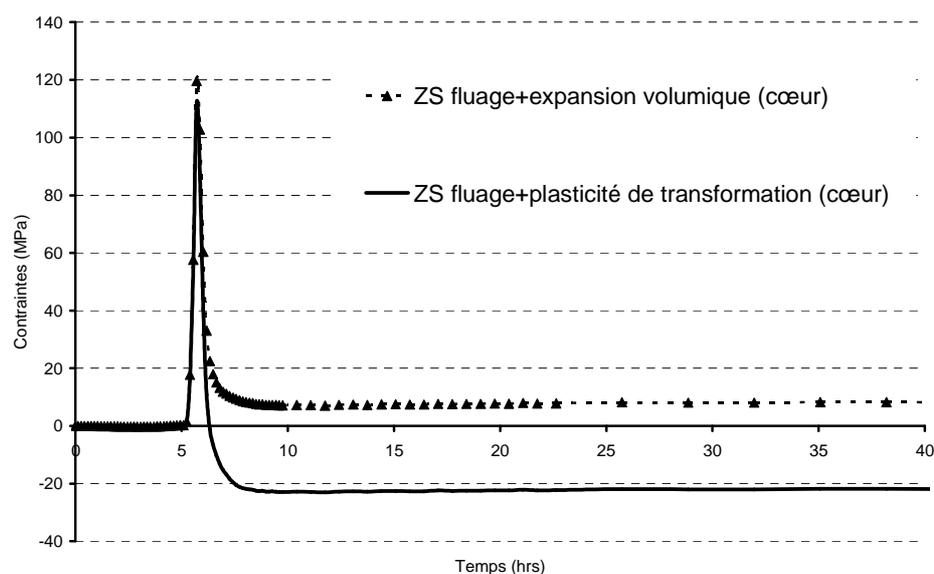


Figure 5-24 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au cœur de la dalle, avec et sans plasticité de transformation.

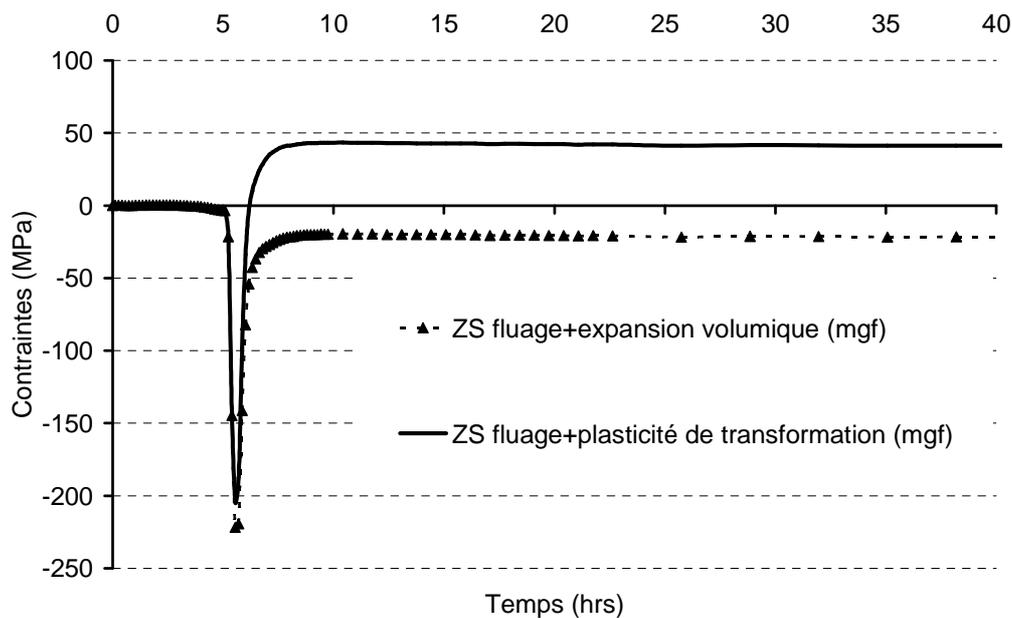


Figure 5-25 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au milieu de la grande face de la dalle, avec et sans plasticité de transformation.

L'introduction d'une plasticité irréversible induite par la transformation de phase a comme premier effet une inversion du signe des contraintes résiduelles qui deviennent de compression à cœur et de traction au milieu de la grande face : elles varient de 8MPa à -20MPa à cœur et de -20MPa à 40MPa en surface de la dalle.

Le deuxième effet est la diminution de l'ordre de 10% du pic de contraintes  $\sigma_{11}$  au passage de la transformation de la zircone. On passe de 120MPa à 110MPa à cœur et de 220MPa à 200MPa au milieu de la grande face. Ce maximum de contraintes demeure irréaliste car il serait synonyme d'une rupture certaine du matériau au cours du refroidissement.

Face à cet effet limité de l'introduction de la plasticité de transformation, il est important de rappeler que l'identification de la loi de plasticité de transformation n'est basée que sur deux résultats d'essais et que la cinétique de transformation de la zircone n'a jamais été caractérisée. Pour mieux cerner les effets potentiels du modèle de plasticité de transformation, nous avons réalisé une simulation en augmentant arbitrairement l'influence de la plasticité de transformation. Les figures 5-26 et 5-27 représentent, pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle, la comparaison de l'évolution des contraintes entre la loi de plasticité de transformation que nous avons déterminée et une loi de plasticité de transformation choisie arbitrairement. Cette étude met bien en évidence l'effet important que peut avoir la plasticité de transformation sur le pic de contraintes.

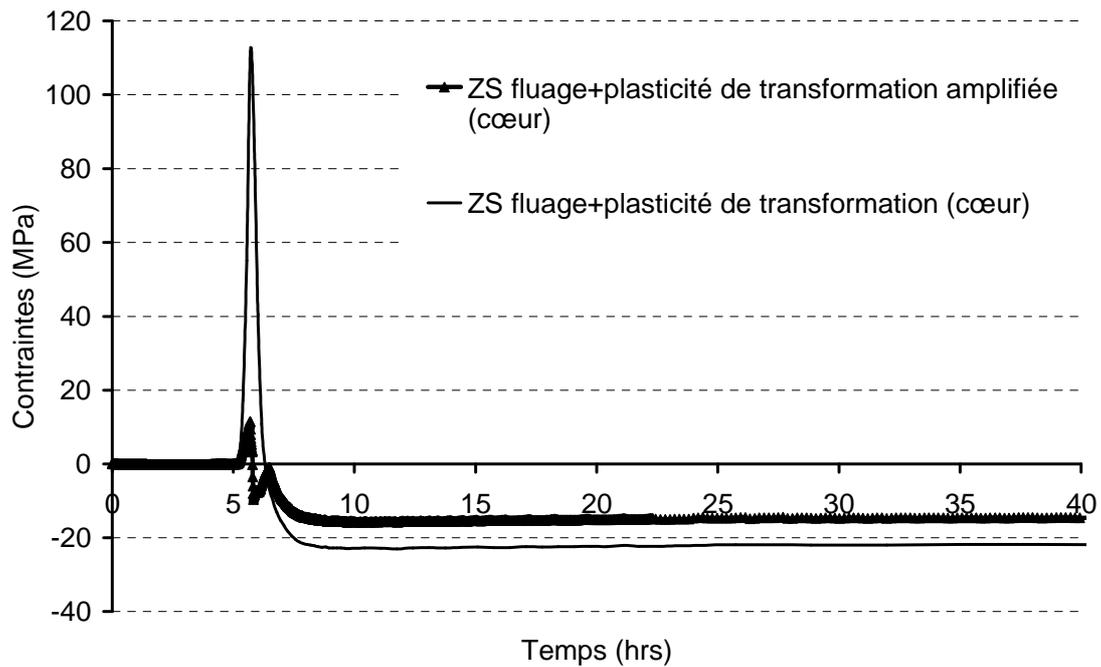


Figure 5-26 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au cœur de la dalle, pour deux paramètres différents de loi de plasticité de transformation.

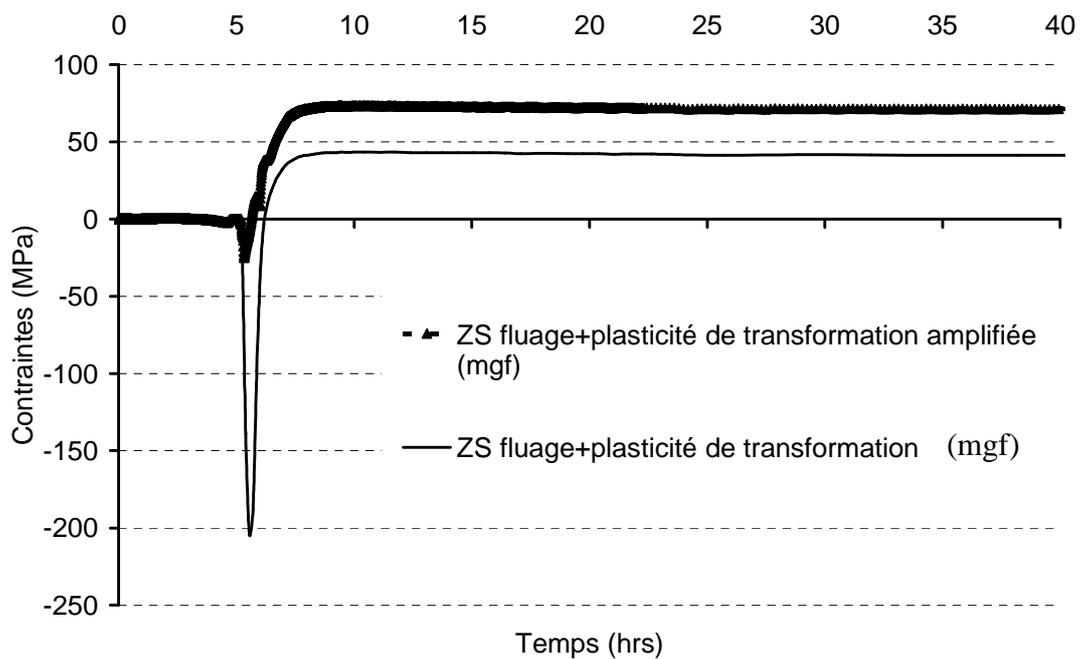


Figure 5-27 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au milieu de la grande face de la dalle, pour deux paramètres différents de loi de plasticité de transformation.

5.2.2.2 Comparaison des deux modèles de plasticité identifiés expérimentalement

Nous comparons ici deux simulations pour lesquelles nous avons gardé la même loi de viscoplasticité, la même expansion volumique et la même variation de module d'Young macroscopique à haute température. L'unique différence entre les deux simulations est donc la loi de plasticité de transformation. Ces deux lois sont celles déterminées par les essais de transformation sous contraintes sur les matériaux ZS (loi 1) et ZB (loi 2).

Les figures 5-28 et 5-29 comparent les résultats à cœur et au milieu de la grande face :

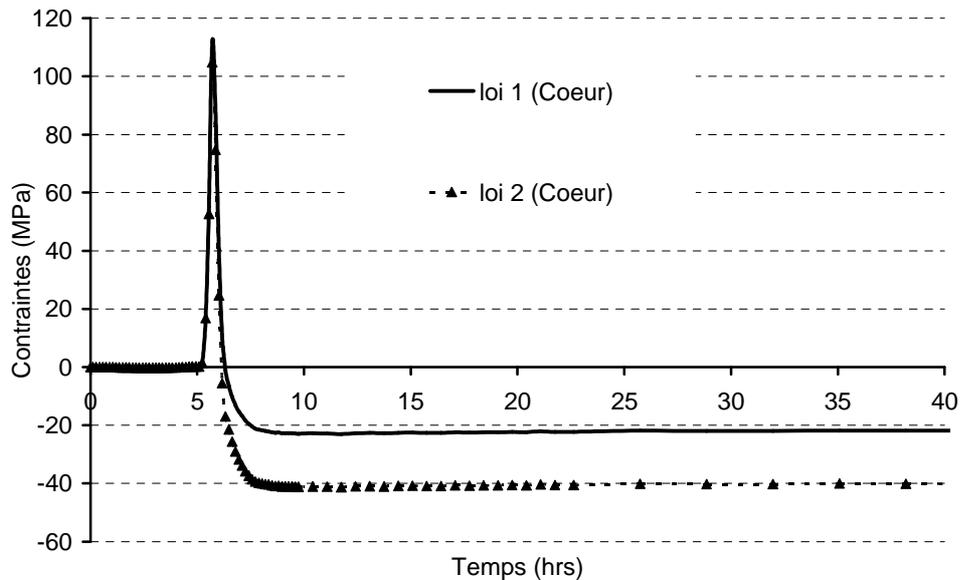


Figure 5-28 : influence de la loi de plasticité de transformation sur l'évolution des contraintes au passage de la transformation au cœur de la dalle. Comparaison de la loi 1 (ZS) et la loi 2 (ZB).

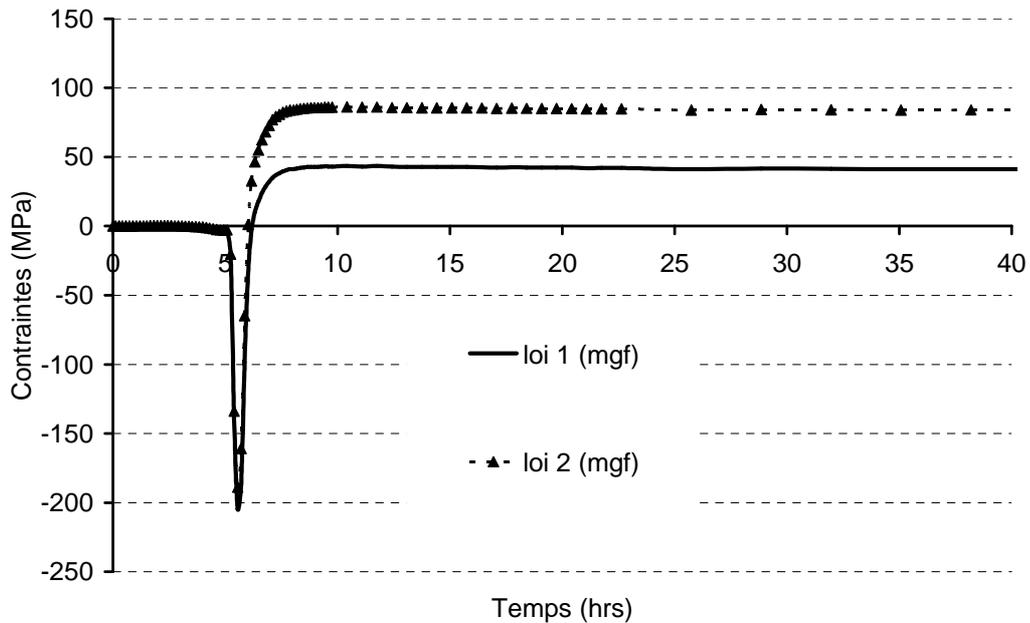


Figure 5-29 : influence de la loi de plasticité de transformation sur l'évolution des contraintes au passage de la transformation au milieu de la grande face de la dalle. Comparaison de la loi 1 (ZS) et la loi 2 (ZB).

Nous savons, par les essais de transformation sous contrainte, que le matériau ZB est le matériau qui se déforme le plus sous une contrainte de 1MPa au passage de la transformation

de phase (cf. chapitre 2). La loi 2 est donc la loi qui engendre le plus de plasticité de transformation : son paramètre K est le double de celui de la loi 1. La comparaison des résultats révèle que le pic de contrainte au passage de la transformation de la zircone n'est que très peu différent entre les deux simulations. En revanche, les contraintes résiduelles, elles, varient du simple au double : elles passent de -20MPa à -40MPa à cœur et de 40MPa à 80MPa au milieu de la grande face.

En conclusion, même si la plasticité de transformation a un effet réduit sur le pic de contrainte au moment de la transformation, elle peut avoir un effet spectaculaire sur les contraintes résiduelles en fin de refroidissement.

### 5.2.2.3 Deuxième étude : influence de la plasticité de transformation sans fluage actif

Sur les résultats représentés par les figures 5-24 et 5-25 nous avons voulu différencier la part des contraintes résiduelles imputable au fluage de celle imputable à la plasticité de transformation. Pour cela, nous avons réalisé un calcul où la transformation de la zircone débute dans un état quasiment nul de contraintes. Pour obtenir cet état, nous utilisons la variation de module d'Young à haute température décrite par le cas 1 (Tableau 5-3). En effet, comme nous l'avons mis en évidence sur les figures 5-9 et 5-10, cette variation de module d'Young n'engendre pas de contraintes résiduelles dues au fluage en fin de calcul.

Nous comparons alors deux simulations, avec la même loi de comportement viscoplastique (ZS) et la même loi de plasticité de transformation (ZS), mais avec une variation de module d'Young à haute température différente (Cas 1 et Cas 3). Les figures 5-30 et 5-31 comparent l'évolution des contraintes en fonction du temps pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle.

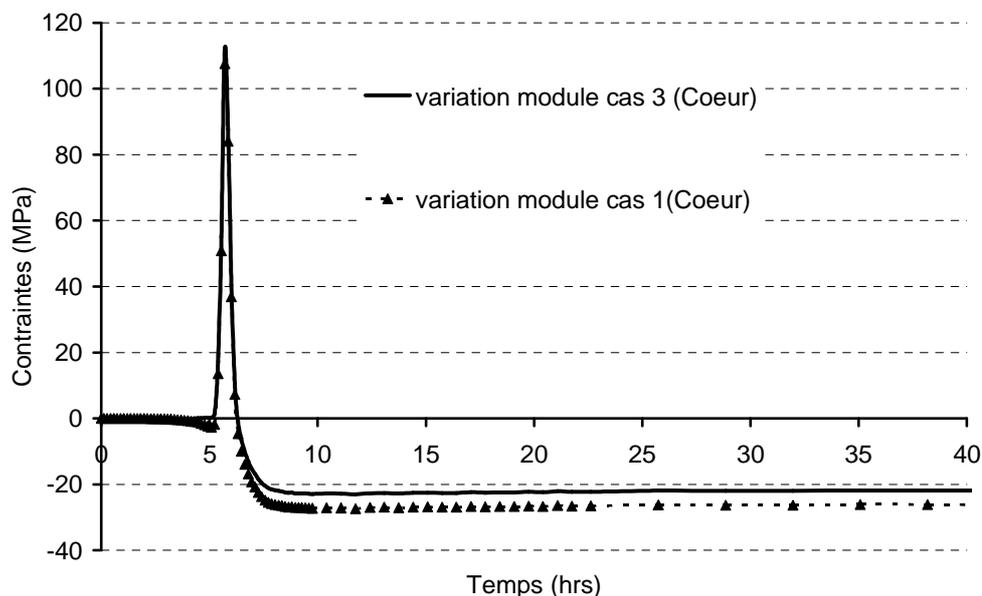


Figure 5-30 : influence du fluage et de la plasticité de transformation sur les contraintes résiduelles au cœur de la dalle.

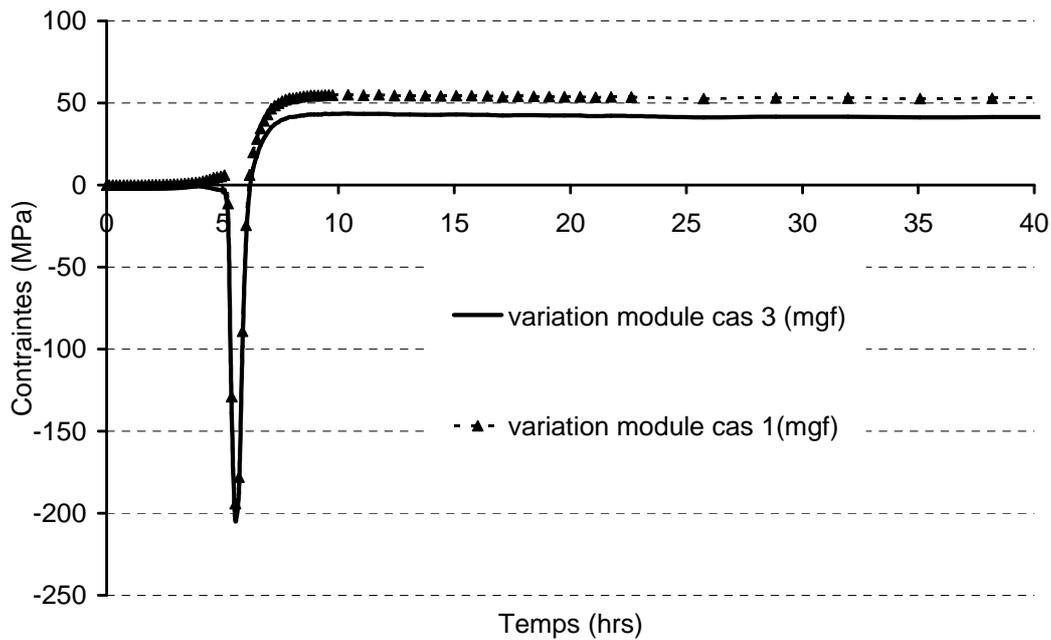


Figure 5-31 : influence du fluage et de la plasticité de transformation sur les contraintes résiduelles au milieu de la grande face de la dalle.

On remarque que les contraintes résiduelles finales sont augmentées lorsque le fluage est le moins actif, c'est-à-dire lorsque les contraintes résiduelles sont les plus faibles au moment où l'on débute la transformation de phase. Cette augmentation demeure faible : environ 5MPa à cœur et 8MPa au milieu de la grande face. La différence de module d'Young entre le cas 1 et le cas 3, qui engendrait une forte différence de valeur de contraintes résiduelles à température ambiante pour le calcul viscoplastique sans plasticité de transformation (§ 5.1.3), n'entraîne en revanche qu'une faible différence de contraintes résiduelles lorsque la plasticité de transformation est prise en compte. L'influence de la valeur du module d'Young à haute température sur les contraintes résiduelles en fin de fluage se trouve donc fortement relativisée par l'introduction de la plasticité de transformation dans les calculs.

### 5.2.3 Résumé

Comme dans le cas de l'étude viscoplastique, le résumé de l'étude de la transformation de la zirconie et les principaux résultats sont schématisés par la figure 5- 32.

Si le phénomène de plasticité de transformation peut être sans doute être décrit, dans le cas des matériaux THTZ, par un modèle de Leblond, le faible nombre d'essais disponible n'en a pas permis une identification réaliste.

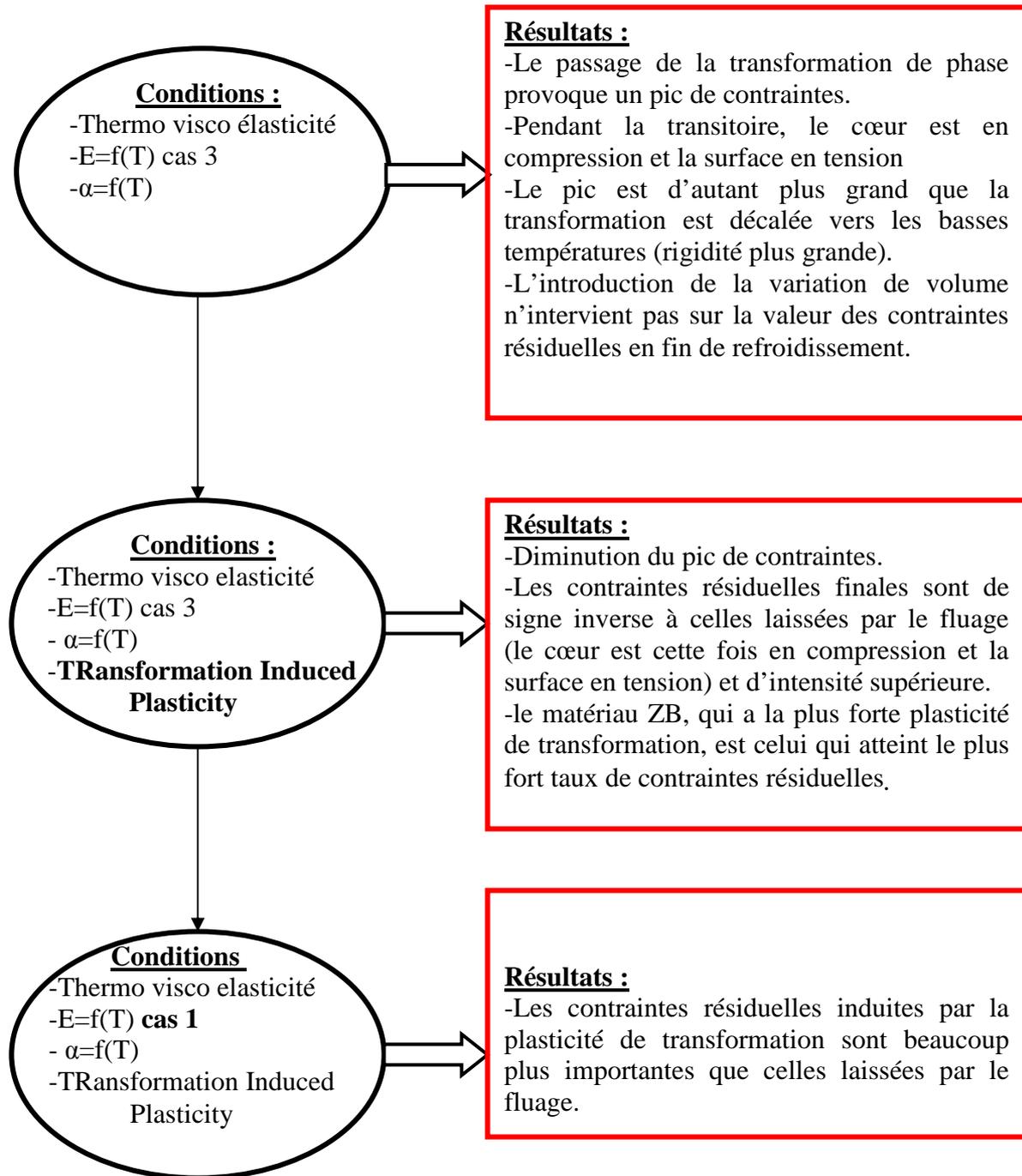


Figure 5-32 : schéma récapitulatif des différents calculs menés pour l'étude de la viscoplasticité et des conclusions associées.

### 5.3 Etude du comportement à basse température

#### 5.3.1 Mise en données

Comme nous l'avons expliqué dans le chapitre 2, les mesures de modules d'Young à basse températures sont très dispersées et dépendent en particulier du type d'essai réalisé.

Pour cette raison, nous avons étudié trois types de variation de module d'Young à basse température, deux encadrant les cas réels et une intermédiaire :

-Une hypothèse de matériau « mou », où le module d'Young atteint après transformation un maximum de 50GPa et reste constant jusqu'à température ambiante,

-Une hypothèse de matériau « rigide » où le module d'Young atteint un maximum de 160GPa et reste constant jusqu'à température ambiante,

-Une hypothèse de matériau « endommageable » où le module d'Young atteint un maximum de 160GPa pour diminuer linéairement jusqu'à 80MPa à température ambiante.

Les trois variations de module d'Young étudiées sont celles représentées dans la figure 2-39 du chapitre 2 de ce manuscrit.

Dans cette étude, seule la variation de module d'Young à basse température sera différente pour les trois calculs. La loi de viscoplasticité (matériau ZS), l'expansion volumique (matériau ZS), la plasticité de transformation (matériau ZS) ainsi que la variation de module d'Young à haute température (cas 3) sont identiques pour les trois simulations.

#### 5.3.2 Résultats

Les figures 5-33 et 5-34 illustrent les résultats obtenus pour le cœur et le milieu de la grande face :

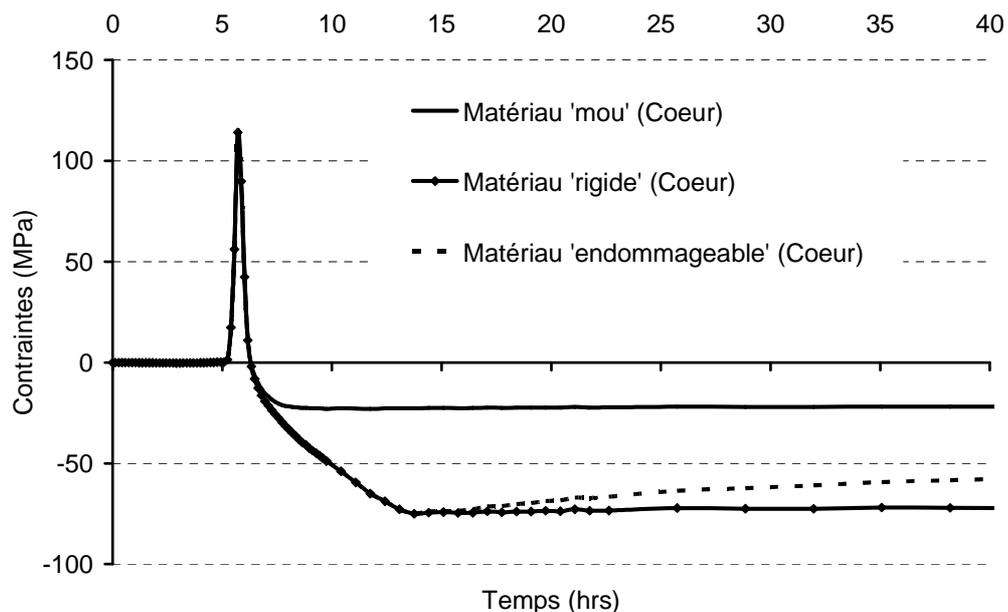


Figure 5-33 : variation de la contrainte en fonction du temps au cœur de la dalle pour les trois hypothèses de variation de module d'Young à basse température.

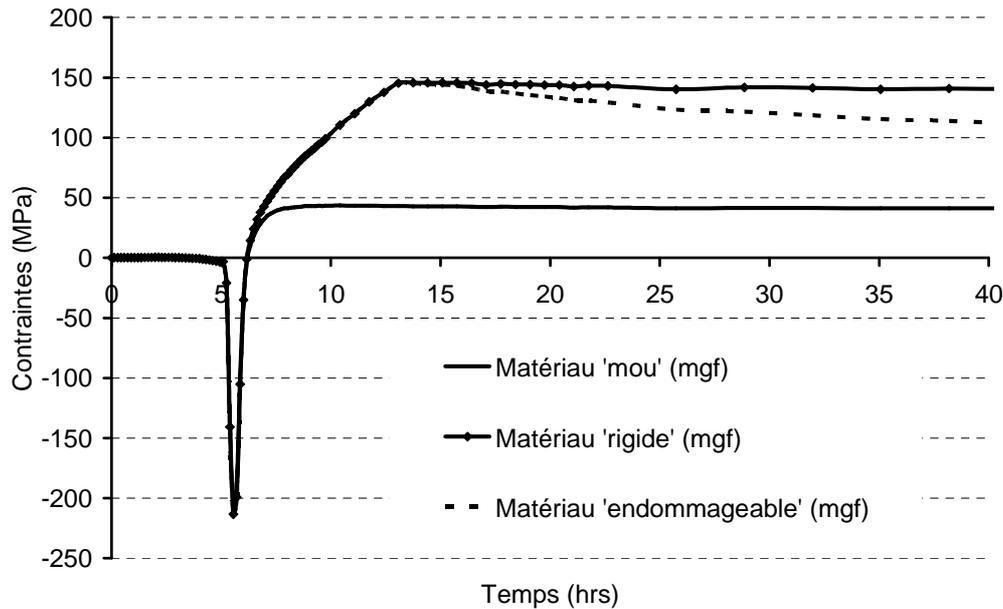


Figure 5-34 : variation de la contrainte en fonction du temps au cœur de la dalle pour les trois hypothèses de variation de module d'Young à basse température.

Les modules d'Young ne commençant à se différencier que pour des températures inférieures à 800°C, les trois simulations ne révèlent aucune différence jusqu'à ce que la transformation de la zircone soit achevée. Ensuite, on remarque que, plus le module d'Young est élevé, plus les contraintes résiduelles sont, elles aussi, importantes. Dans le cas où le matériau présente une diminution de rigidité en fonction de la température, on note une diminution des contraintes résiduelles jusqu'à l'ambiante.

#### 5.4 Application du modèle thermomécanique au cas du moulage en moule céramique

Pour la fabrication des dalles de THTZ, Saint Gobain utilise un autre procédé de fabrication que nous appellerons ici Moulage Céramique. Même si ce procédé est de moins en moins usité au profit du Moulage Graphite que nous avons étudié jusqu'à maintenant, nous avons décidé d'appliquer le modèle proposé à ce procédé de fabrication pour, d'une part, valider la description numérique du refroidissement et, d'autre part, mettre en évidence les principales différences entre les deux procédés de fabrication.

## 5.4.1 Etude thermique

### 5.4.1.1 Géométrie de la caisse de coulée

Les dimensions de la dalle de THTZ obtenue avec ce procédé de fabrication sont identiques à celle du moulage graphite, soit  $1000 \text{ mm}^3$ . Le moule est constitué d'une première couche d'épaisseur 25mm d'un matériau céramique puis d'une seconde couche de  $10 \text{ mm}$  de  $1000 \text{ mm}^3$ . Le tout est maintenu dans la caisse de coulée en acier par un agent de calage d'une épaisseur de  $10 \text{ mm}$  côté grande face et de  $10 \text{ mm}$  côté petite face. Cet agent de calage est constitué ici aussi d'un mélange de  $1000 \text{ mm}^3$ . La figure 5-35 représente, en vue de face, la géométrie de la dalle et de la caisse de coulée associée :

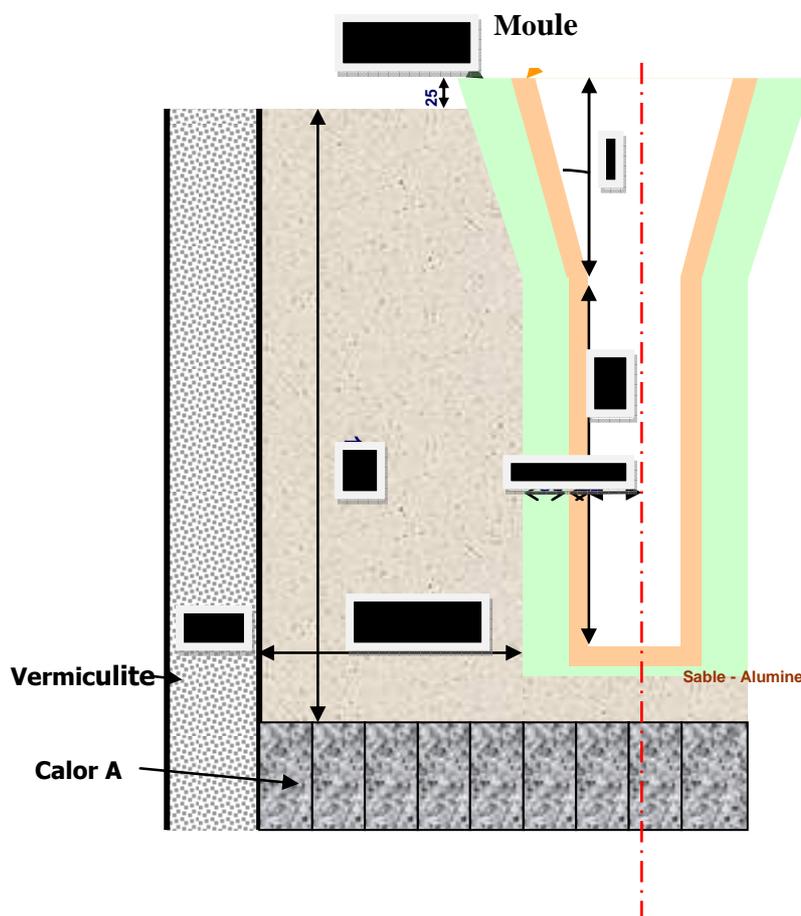


Figure 5-35 : géométrie de la dalle et du moule de coulée du procédé de moulage céramique.

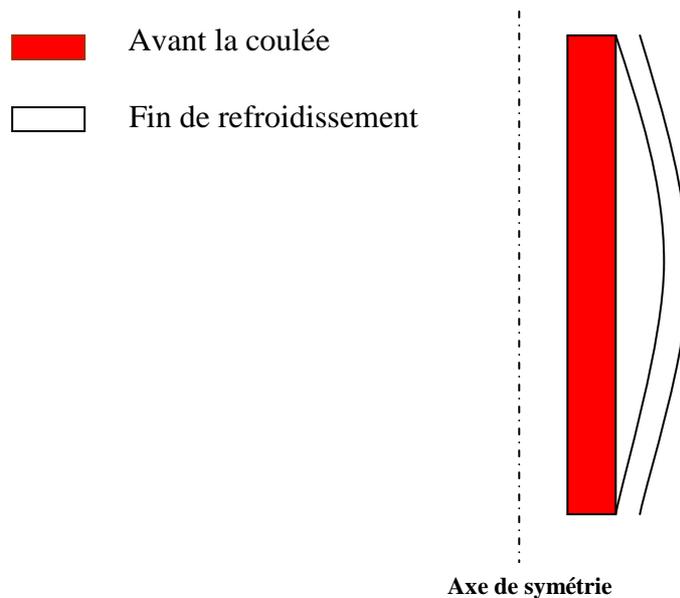
### 5.4.1.2 Coulée instrumentée en usine

Comme dans le cas du moulage graphite, une coulée a été effectuée en usine (SEPR, Le Pontet), au cours de laquelle un relevé des températures en différents points de la structure de coulée a été réalisé.

En dehors des thermocouples placés à l'interface du moule et du  $1000 \text{ mm}^3$  (première rangée de thermocouples), l'influence de la hauteur du thermocouple sur

l'évolution de température est, comme dans le cas du moulage graphite, négligeable devant la dispersion des résultats. De ce fait, nous avons choisi ici aussi de considérer la moyenne des résultats des thermocouples situés à différentes hauteurs, pour chacune des rangées localisée à une distance donnée interface/moule, pour les deux faces.

Le matériau céramique supporte beaucoup moins bien que le graphite l'effet des hautes températures en début de coulée. Il va avoir tendance à se déformer et à se densifier par frittage, et sa géométrie et ses propriétés thermiques vont s'en retrouver altérées. En fin de refroidissement, il est courant de retrouver le moule diminué d'épaisseur et bombé à mi-hauteur de la dalle (Figure 5-36) :



**Figure 5-36: représentation schématique de la déformation du moule céramique après coulée et refroidissement.**

Comme dans le cas du moulage graphite, cet effet de la température sur les interactions dalle-moule céramique va être pris en compte dans la simulation numérique par une résistance thermique d'interface.

Comme précédemment, nous avons analysé le positionnement des thermocouples et les résultats expérimentaux fournis. Une particularité, dans le cas du moulage graphite, avait été de ne pas tenir compte des données recueillies par les thermocouples positionnés à l'interface entre le graphite et l'agent de calage, en raison de la grande différence de conductivité thermique entre les deux matériaux, qui entraînait une erreur de mesure importante. Dans le cas du moulage céramique, le cas est différent. Le [ ] et l'agent de calage sont des milieux poreux et ont des propriétés thermiques très proches. De ce fait, les thermocouples placés à cette interface produisent des résultats qui présentent une dispersion raisonnable et qui seront donc considérés pour le calage du modèle thermique.

En revanche, en raison des déformations du moule céramique, la rangée de thermocouples la plus proche de l'interface dalle-moule génère des résultats expérimentaux très variables en fonction de la hauteur : elle ne sera donc pas prise en considération pour le calage de la simulation numérique.

Ainsi, pour chacune des faces, les résultats de la simulation numérique thermique seront comparés aux données expérimentales fournies par trois rangées de thermocouples (figure 5-37) :

- Moule ou M : ces thermocouples sont placés à mi-épaisseur du [redacted], soit à [redacted] mm de l'interface dalle/moule. Nous rappelons que, dans le cas du moulage graphite, la première rangée de thermocouples située à mi-épaisseur dans le graphite (appelés MM) étaient à [redacted] mm de l'interface dalle/moule.
- Interface [redacted]/agent de calage ou I : ces thermocouples se situent à [redacted] mm de l'interface dalle/moule.
- Mi-agent de calage ou MA : ces thermocouples se situent au milieu de l'agent de calage, soit à [redacted] mm pour la petite face et [redacted] mm pour la grande face de l'interface dalle/moule.

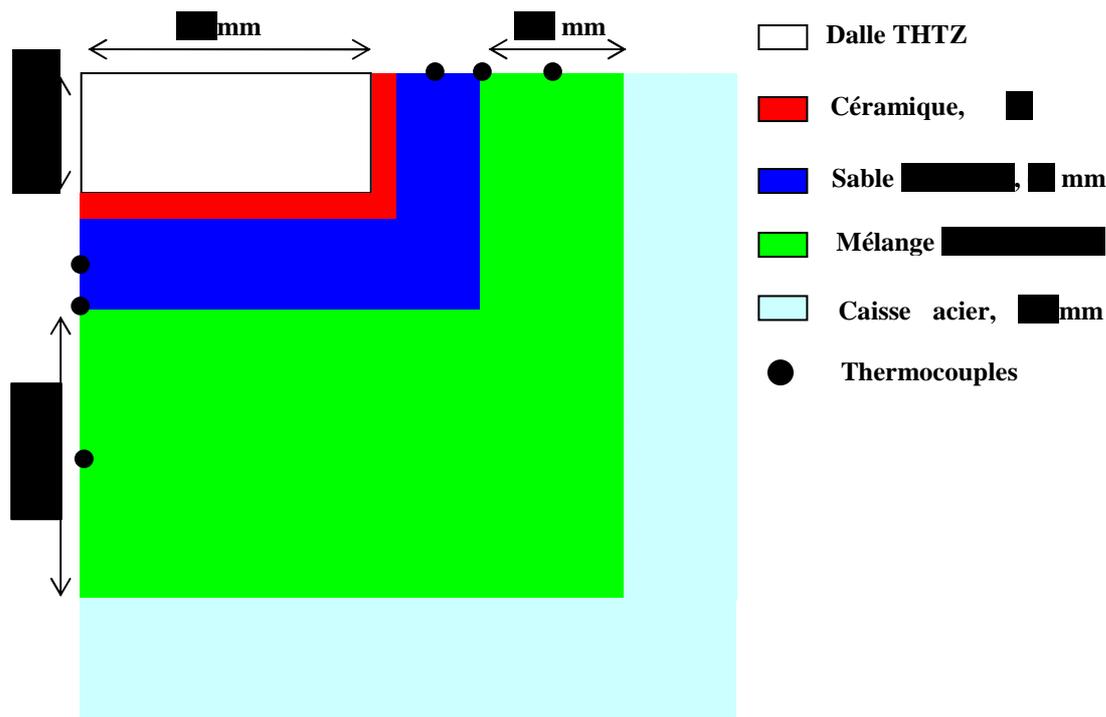


Figure 5-37: schéma représentant un quart de la structure de coulée en vue de dessus dans le cas du moulage céramique.

Les figures 5-38 et 5-39 représentent l'évolution de la température en fonction du temps pour les trois positions de thermocouples (moyenne des mesures dans la hauteur), côté grande face et côté petite face, respectivement. Ces résultats expérimentaux seront utilisés pour le calage du modèle numérique thermique.

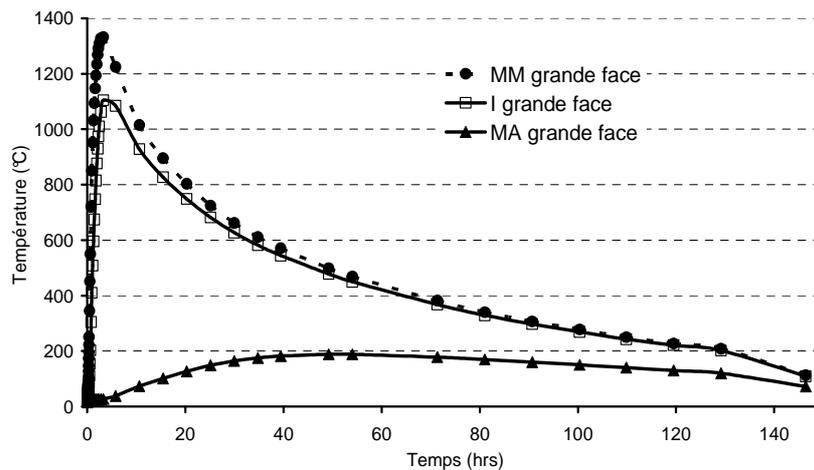


Figure 5-38 : évolution des températures mesurées en fonction du temps pour la grande face.

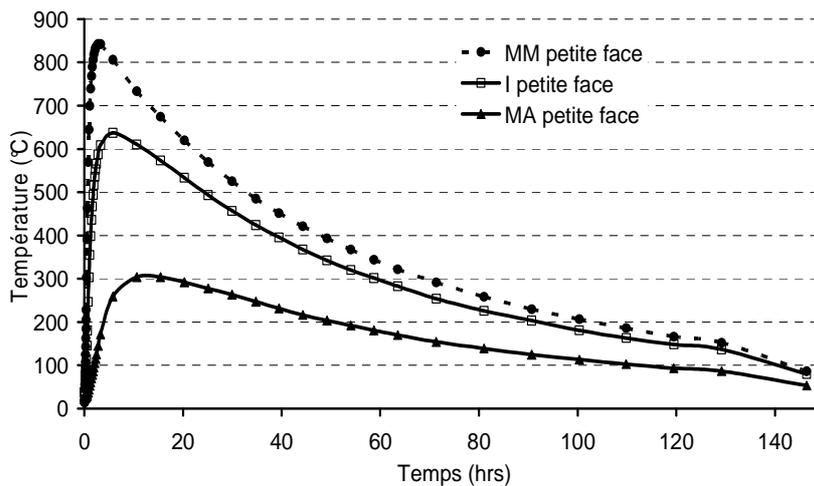


Figure 5-39 : évolution des températures mesurées en fonction du temps pour la petite face.

#### 5.4.1.3 Maillage et données thermiques

Comme dans le cas du moule graphite, nous avons maillé un quart de la structure en coupe horizontale.

Les données thermiques de départ sont indiquées dans le tableau 5-4. En ce qui concerne le matériau THTZ coulé, les données thermiques sont identiques à celles utilisées dans le cas du moulage en moule graphite (chapitre3) :

	Dalle THTZ				Agent de calage	
	T (°C)	$\lambda$	T (°C)	$\lambda$	T (°C)	$\lambda$
Conductivité thermique ( $\text{Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$ ) (données fournies par Saint Gobain CREE)	20		20		160	
	500		500		270	
	1000		1000		370	
	1500		1800		418	
	2000		2500		605	
	2500				775	
					956	
					1181	
				1358		
Chaleur spécifique ( $\text{J.Kg}^{-1}.\text{K}^{-1}$ ) (données fournies par Saint Gobain CREE)			T (°C)	$C_p$	T	$C_p$
			20		160	
			1500		270	
			2500		370	
					418	
				605		
				775		
				956		
				1181		
				1358		
Masse volumique ( $\text{Kg.m}^{-3}$ ) (données fournies par Saint Gobain CREE)						

Tableau 5-4 : caractéristiques thermiques des différents constituants de la caisse de coulée du moulage céramique (données Saint Gobain CREE).

#### 5.4.1.4 Ajustement du modèle thermique

Avec les données thermiques de départ indiquées dans le tableau 5-4, nous avons, comme pour le moulage graphite, optimisé par méthode inverse une résistance thermique d'interface. Pour une valeur optimisée de  $1000\text{Wm}^{-2}\text{K}^{-1}$ , les figures 5-40 et 5-41 représentent respectivement les confrontations entre expérience et simulation pour la grande face et la petite face.

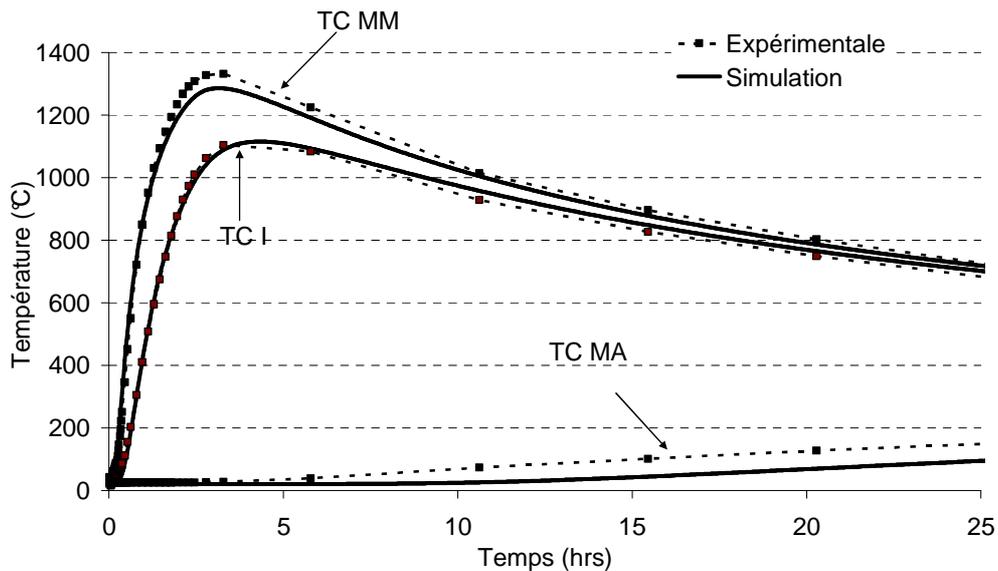


Figure 5-40 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [ ] (MM), à l'interface entre le [ ] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la grande face (propriétés thermiques du [ ] et de l'agent de calage fournies par Saint Gobain CREE).

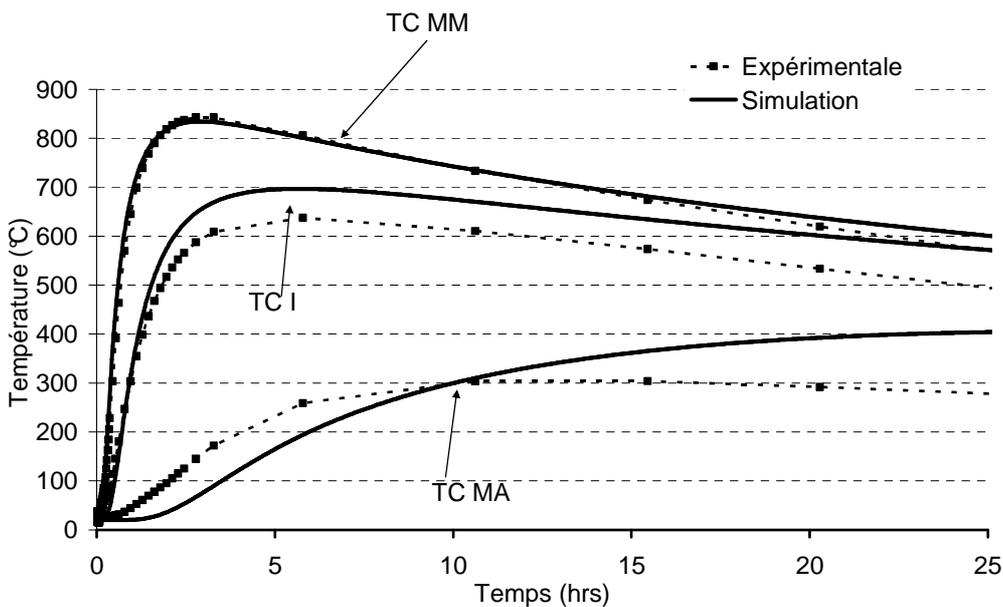


Figure 5-41 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [ ] (MM), à l'interface entre le [ ] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la petite face (propriétés thermiques du [ ] et de l'agent de calage fournies par Saint Gobain CREE).

On remarque, pour les deux faces, que les températures mesurées et simulées au milieu de l'agent de calage (MA) ne sont pas en bon accord. Comme dans le cas du moulage graphite, nous avons donc été amenés à ajuster les paramètres thermiques de l'agent de calage. Cet agent de calage ayant la même composition que dans le cas du moulage graphite, nous avons repris les valeurs de conductivité thermique et de chaleur spécifique optimisées pour ce procédé.

Nous avons également optimisé par méthode inverse les propriétés thermiques du [REDACTED]. Les meilleurs résultats sont obtenus avec une conductivité du [REDACTED] de [REDACTED]  $\text{W.m}^{-1}.\text{K}^{-1}$  et une chaleur spécifique de [REDACTED]  $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$  : ils sont présentés sur les figures 5-42 et 5-43 pour la grande face et la petite face. Une optimisation sur une durée de 16 heures est suffisante car toute la dalle se trouve alors à une température inférieure à  $800^\circ\text{C}$  et la transformation de phase est donc achevée.

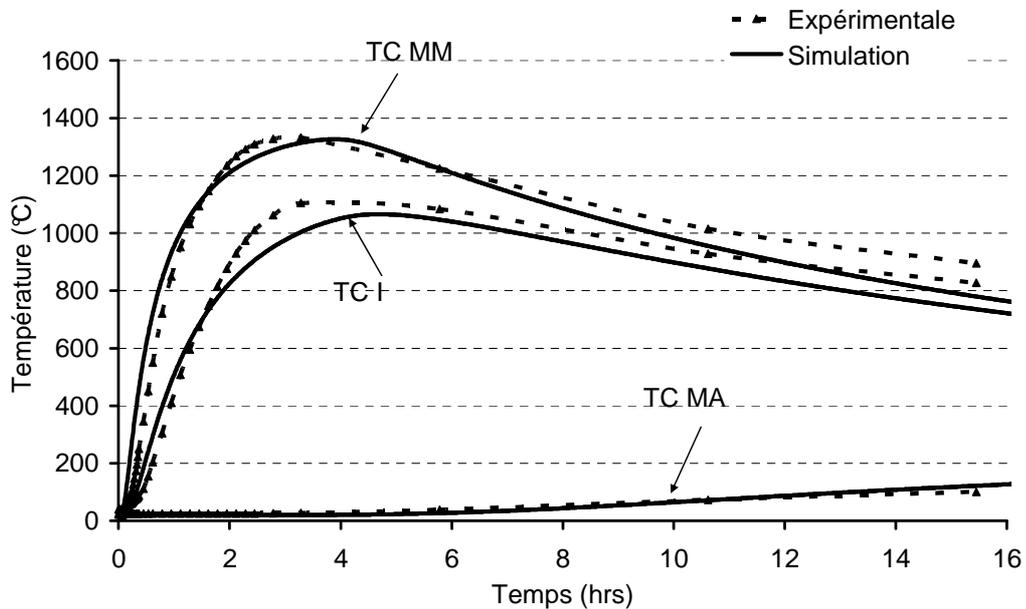


Figure 5-42 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [REDACTED] (MM), à l'interface entre le [REDACTED] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la grande face (propriétés thermiques du [REDACTED] optimisées par méthode inverse).

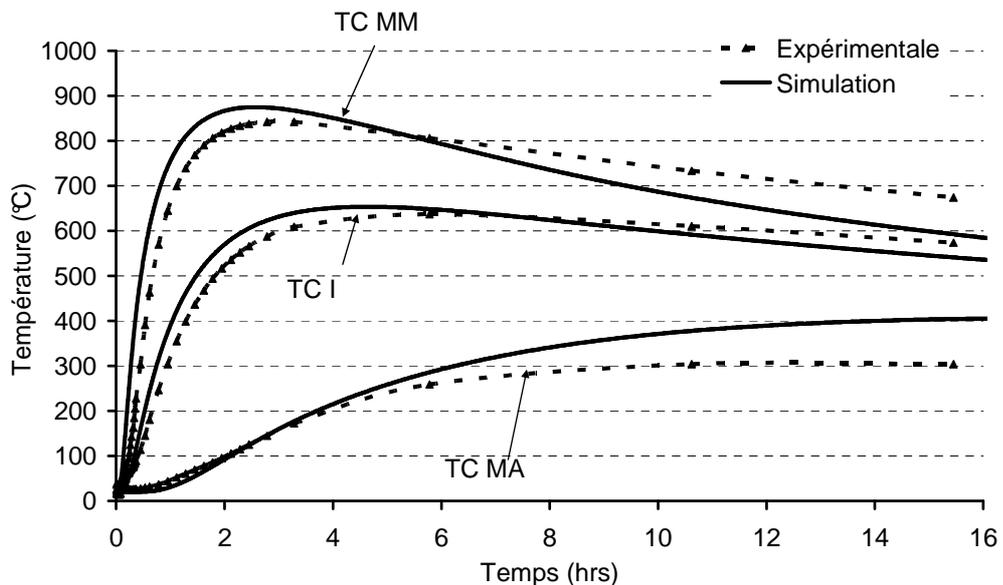


Figure 5-43 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [REDACTED] (MM), à l'interface entre le [REDACTED] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la petite face (propriétés thermiques du [REDACTED] optimisées par méthode inverse).

Au cours du projet, la société ICAR a mesuré expérimentalement les valeurs de conductivité thermique et de chaleur spécifique du mélange [REDACTED] et du [REDACTED]. En annexe C, une comparaison entre ces valeurs expérimentales et les valeurs optimisées par méthode inverse est faite : les valeurs optimisées par méthode inverse sont en bon accord avec les mesures réalisées pour les deux matériaux.

#### 5.4.1.5 Comparaison des deux procédés de fabrication

Comme pour le moulage en moule graphite, nous nous sommes intéressés à trois points représentatifs de la dalle : cœur, milieu de la grande face et coin. Les figures 5-44, 5-45 et 5-46 comparent les évolutions de la température au cours du temps de ces trois points pour les deux procédés de fabrication :

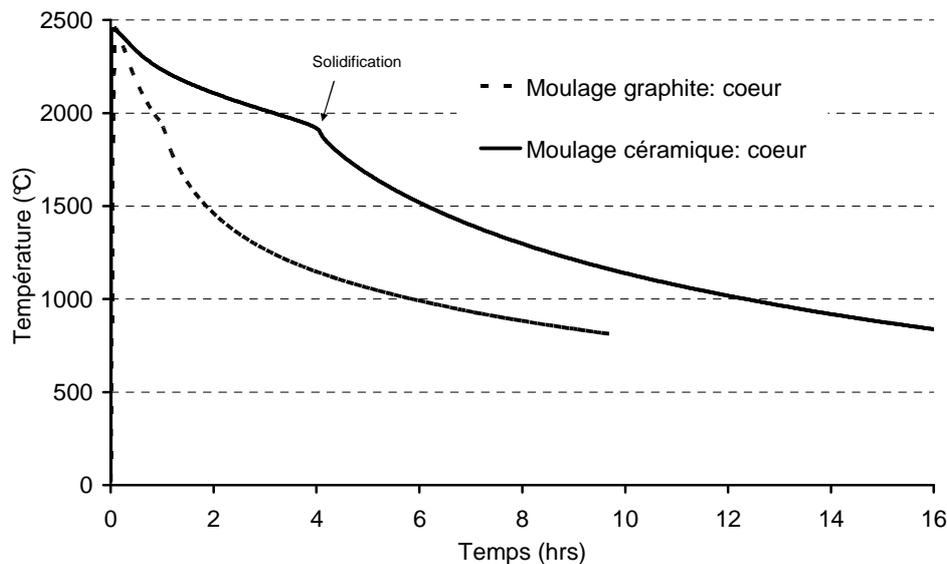


Figure 5-44 : évolution de la température en fonction du temps au cœur de la dalle. Comparaison entre les deux procédés de fabrication.

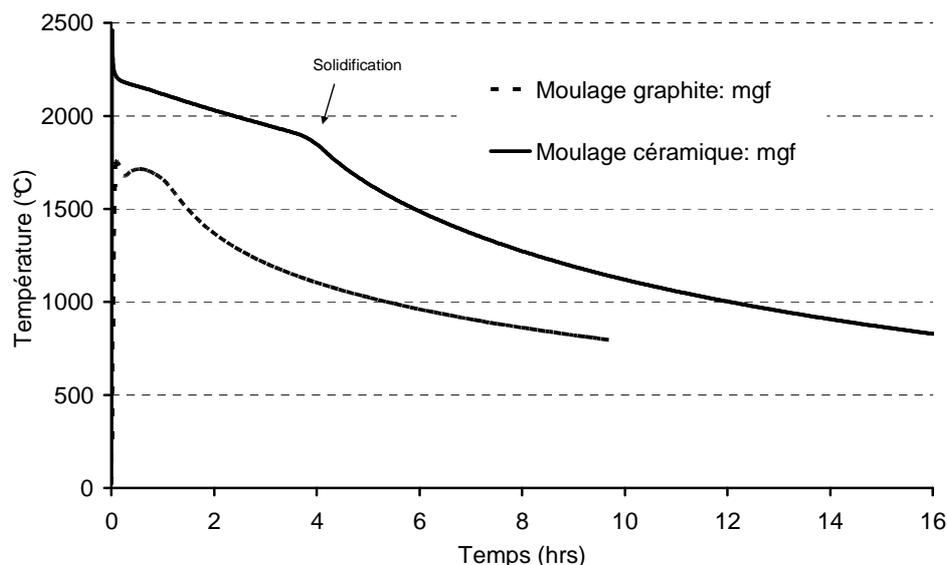


Figure 5-45 : évolution de la température en fonction du temps au milieu de la grande face de la dalle. Comparaison entre les deux procédés de fabrication.

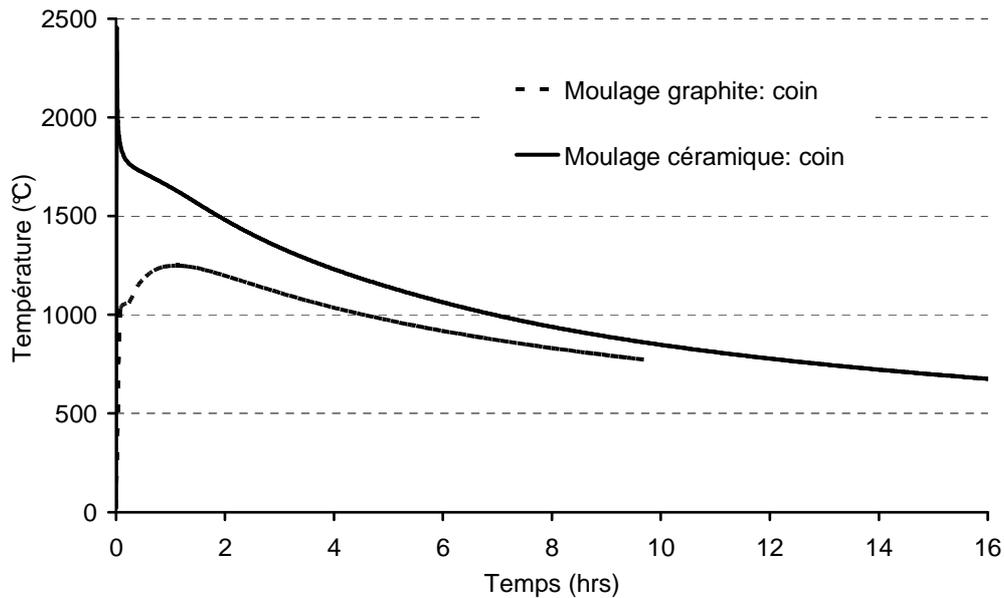


Figure 5-46 : évolution de la température en fonction du temps au coin de la dalle. Comparaison entre les deux procédés de fabrication.

Dans un premier temps, on remarque que, dans le cas du moulage céramique, on ne retrouve pas l'effet « rebond » observé dans le cas du moulage graphite, phénomène lié aux effets de trempe et de capacité thermique induit par le graphite (Chapitre 4).

Un autre point important concerne le temps nécessaire à l'obtention d'une température quasi-homogène de 800°C dans la dalle, plus important dans le cas du moulage céramique. Si dix heures suffisent dans le cas du moulage graphite, seize heures sont nécessaires dans le cas du moulage céramique. Le moule en céramique étant plus isolant thermique, à chaque instant, tous les points de la dalle sont à une température inférieure dans le cas du moulage en moule graphite.

Cet allongement de la durée de refroidissement n'implique pas nécessairement que la vitesse de refroidissement soit plus lente à chaque instant pour le moulage céramique. En effet, les figures 5-47 et 5-48 comparent respectivement, pour le cœur et le milieu de la grande face, les vitesses de refroidissement pour chacun des moules. Les pics présents sur ces courbes correspondent aux changements de pente induits par la solidification. La vitesse de refroidissement du graphite est supérieure à celle du moulage céramique au début du refroidissement, typiquement pour des temps inférieurs à environ quatre heures : ceci vient du fait que le graphite est meilleur conducteur thermique que la céramique. Après quatre heures, l'inertie thermique que représente la masse de graphite chaude ralentit le refroidissement, et la vitesse de refroidissement de la dalle devient inférieure à celle du moulage céramique.

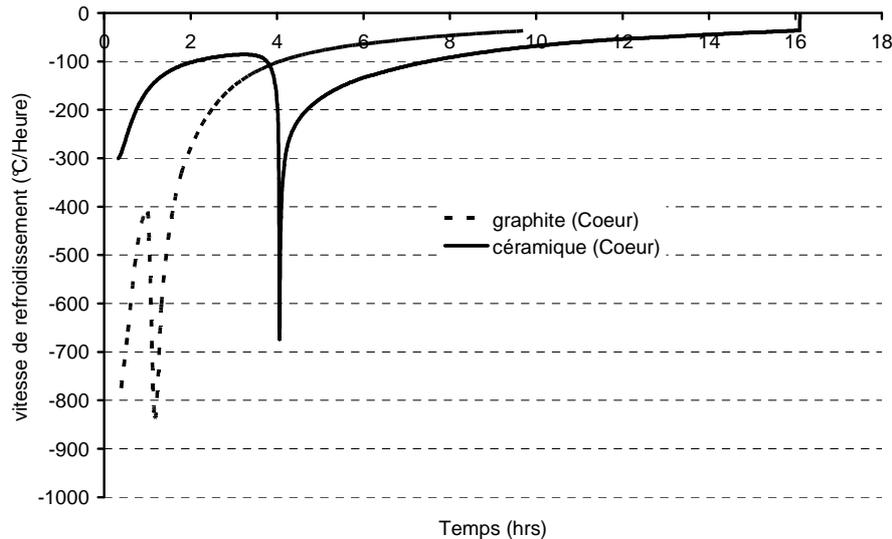


Figure 5-47: comparaison des vitesses de refroidissement du cœur de la dalle entre le moulage graphite et le moulage céramique.

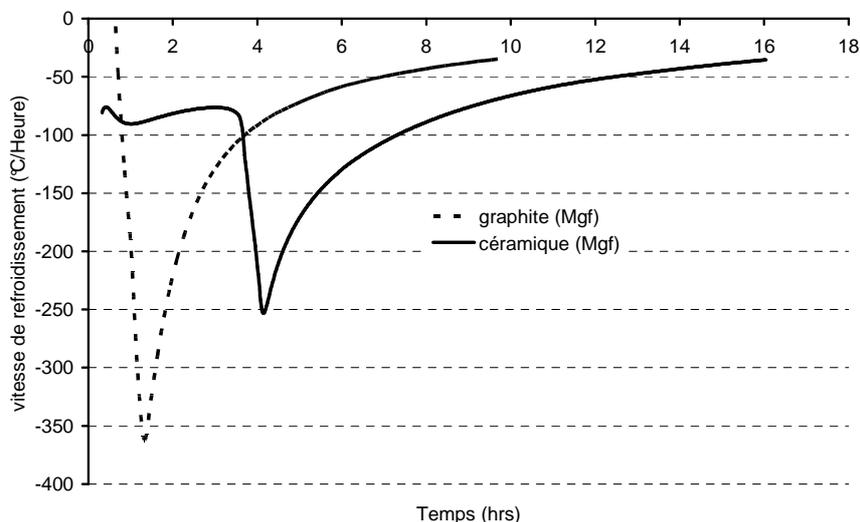


Figure 5-48 : comparaison des vitesses de refroidissement en surface de la dalle entre le moulage graphite et le moulage céramique.

Il est également important de comparer la vitesse de refroidissement au moments des différents phénomènes physiques concernés. Pour cela, nous devons situer dans le temps chaque phénomène physique dans le cas du moulage céramique, comme nous l'avons fait dans le cas du moulage graphite. La figure 5-49 présente les temps caractéristiques de chaque phénomène physique (solidification, fluage et transformation de phase de la zircone) pour les trois points représentatifs de la dalle. La figure 5-50, quant à elle, compare la différence de température entre le coin et le cœur de la dalle entre un moulage graphite et un moulage céramique.

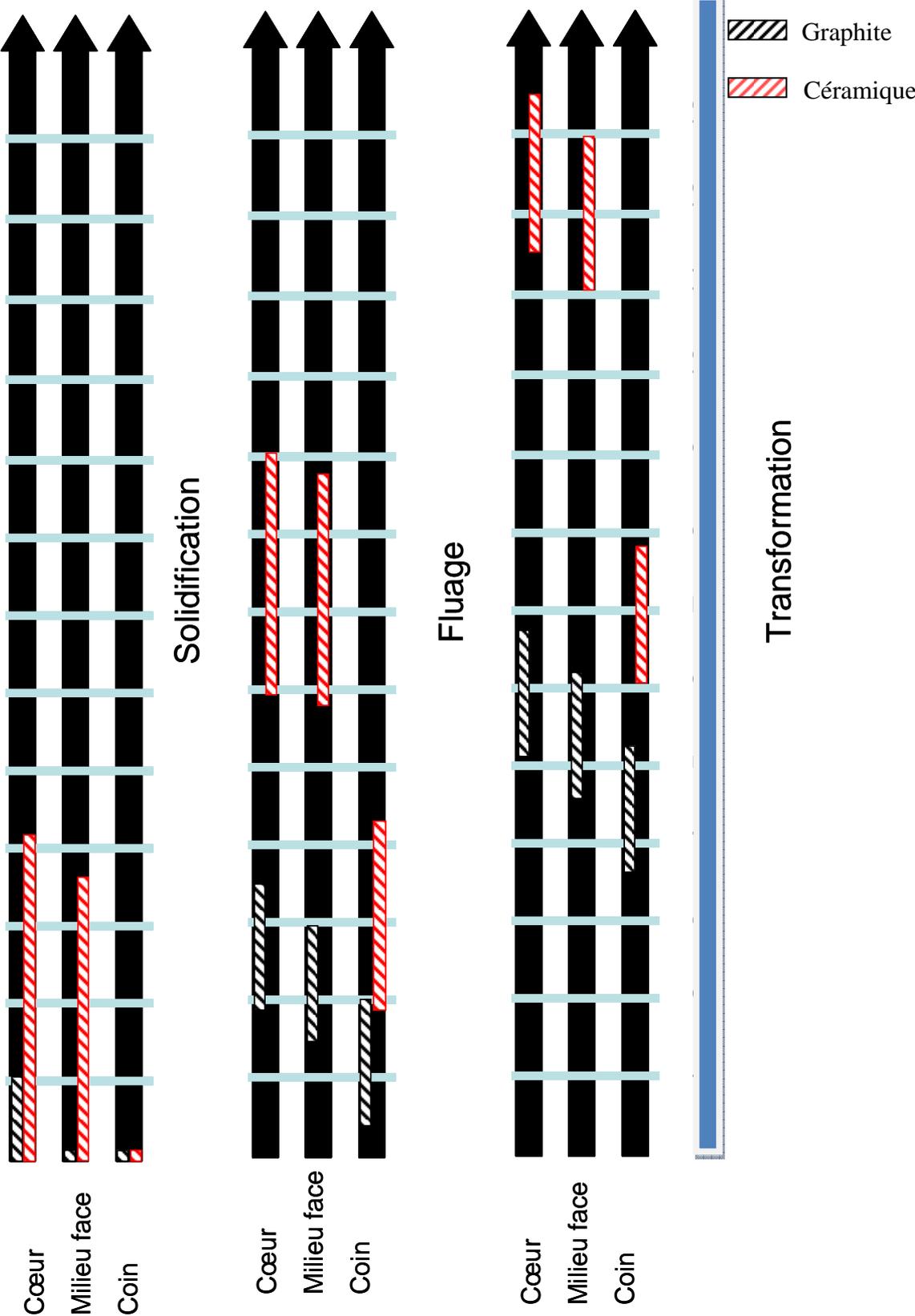


Figure 5-49 : schéma représentant l'intervalle de temps correspondant à la solidification, au fluage et à la transformation de phase de la zircone des trois points représentatifs de la dalle. Comparaison des deux procédés de fabrication : moulage graphite et moulage céramique.

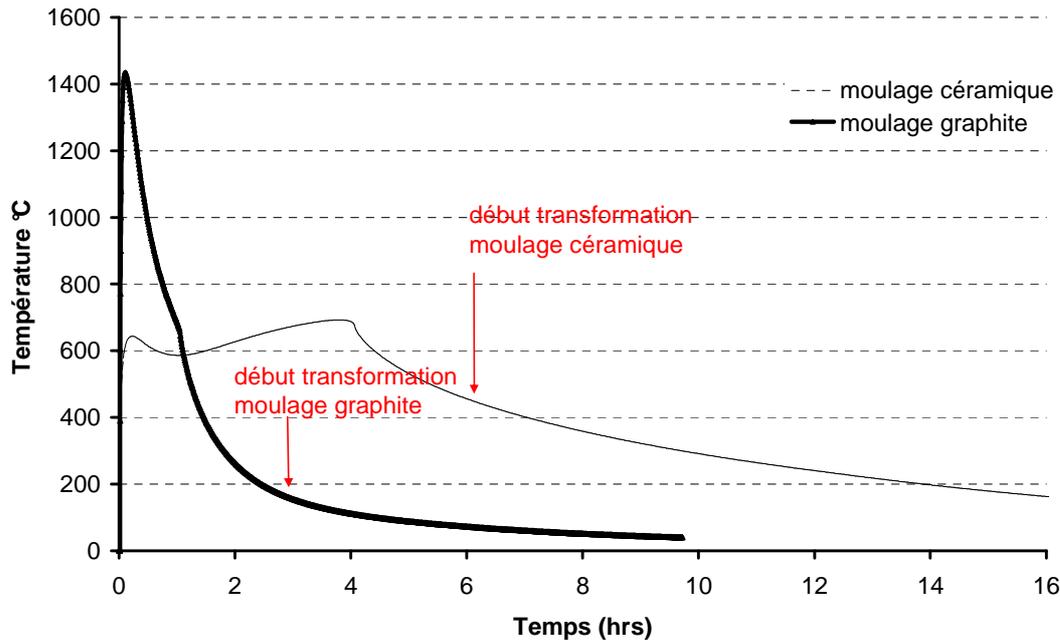
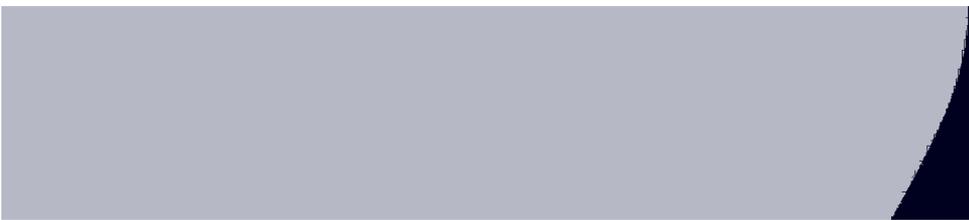
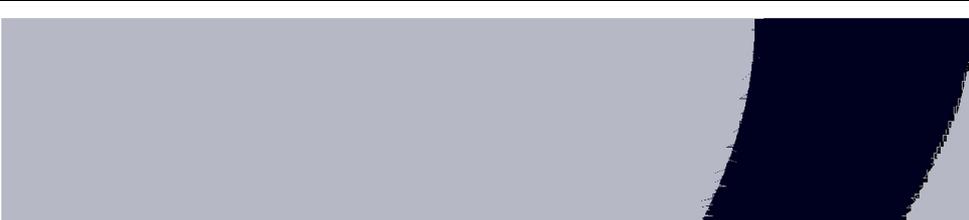


Figure 5-50 : comparaison de la différence de température entre le cœur et le coin entre le moulage graphite et le moulage céramique.

Dans le moulage graphite, l'effet de trempe provoque, en début de refroidissement, des gradients thermiques importants dans la dalle. Par la suite, la forte conductivité thermique du graphite contribue à l'isothermie du moule et, par là même, à l'homogénéisation de la température des surfaces de la dalle. Au bout de une heure trente, les gradients de température dans la dalle deviennent très inférieurs dans le cas du moulage graphite, d'autant plus que l'inertie thermique du graphite contribue sur le long terme à ralentir le refroidissement. Cette différence de gradients de température dans la dalle joue un rôle particulièrement important au moment de la transformation de phase de la zircone. Alors que celle-ci se fait dans des conditions quasi-isothermes dans le cas du moulage graphite (pendant quelque temps, tous les points de la dalle sont simultanément en cours de transformation (figure 4-17), elle opère, dans le cas du moulage céramique, sous forme d'une vague partant du coin de la dalle qui met environ trois heures trente à arriver jusqu'au cœur (figure 5-51) : pendant ce temps, les trois états tétragonal, monoclinique et partiellement transformé coexistent dans la dalle. Cette différence a naturellement des conséquences sur les contraintes associées, que nous allons étudier dans le paragraphe suivant.

CHAPITRE 5 : Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement

---

Légende	<p><u>Zone foncée</u> : zone entre 950°C et 1050°C, en cours de transformation  <u>Zone claire</u> : <math>T &gt; 1050^{\circ}\text{C}</math> ou <math>T &lt; 950^{\circ}\text{C}</math></p> 
Environ 6hrs 30min	
Environ 7 hrs	
Environ 7hrs 50 min	
Environ 8 hrs	
Environ 8 hrs 45min	
Environ 9 hrs 40 min	

CHAPITRE 5 : Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement

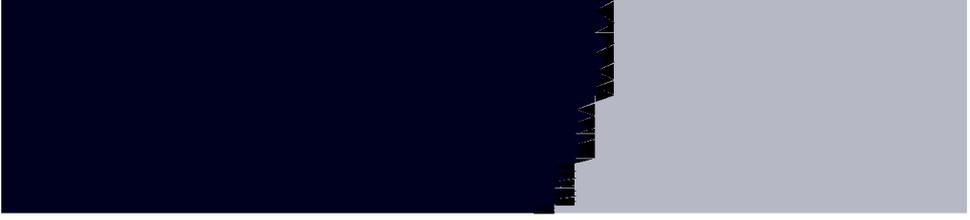
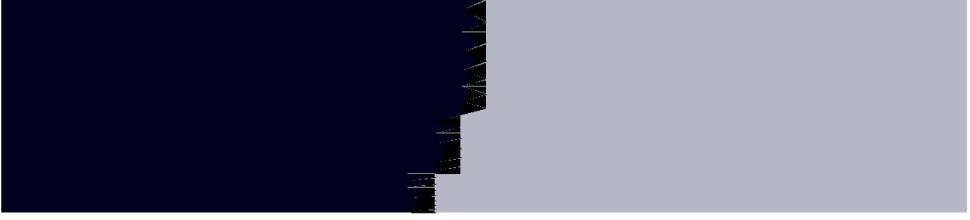
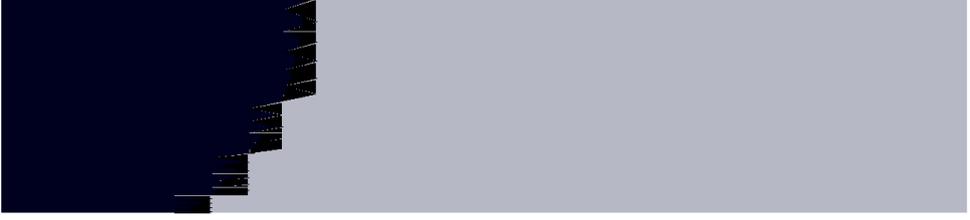
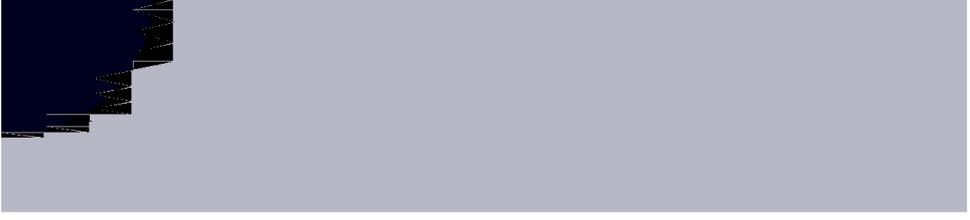
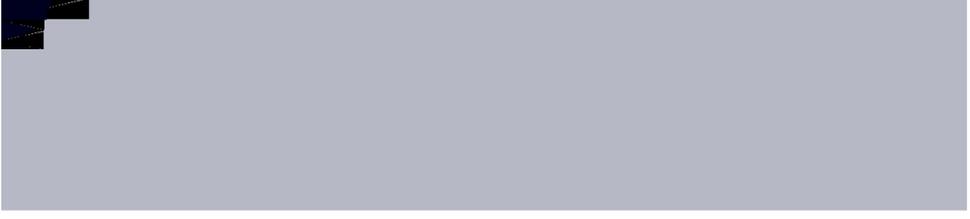
Environ 10 hrs 30 min	
Environ 11 hrs	
Environ 11 hrs 30 min	
Environ 12 hrs	
Environ 13 hrs	
Environ 13 hrs 15 min	
Environ 13 hrs 19 min	



Figure 5-51: progression de la zone en cours de transformation au cours du temps, moulage céramique.

### 5.4.2 Mécanique

Dans cette partie, nous allons étudier l'évolution des contraintes au sein de la dalle au cours du refroidissement. Toutes les étapes précédemment décrites dans le cas du moulage graphite ne seront pas détaillées pour le procédé céramique. Nous considérerons donc uniquement un calcul prenant en compte le comportement viscoplastique (loi du matériau ZS), le gonflement de la zircone (coefficient de dilatation thermique du matériau ZS), la plasticité de transformation (loi du matériau ZS) et une variation de module d'Young à haute température correspondant au cas 3. Les deux simulations sont basées sur des propriétés mécaniques identiques et ne diffèrent donc que par le chargement thermique.

La comparaison des résultats fournis par la simulation des deux procédés de fabrication, pour le cœur et le milieu de la grande face, est illustrée par les figures 5-52 et 5-53 :

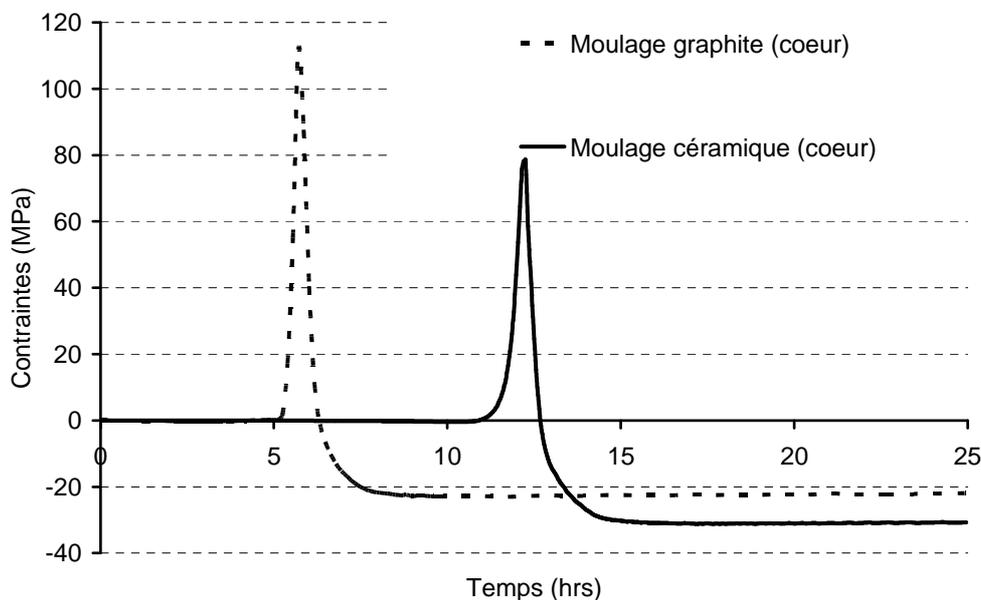


Figure 5-52 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle. Comparaison des résultats pour les deux procédés de fabrication.

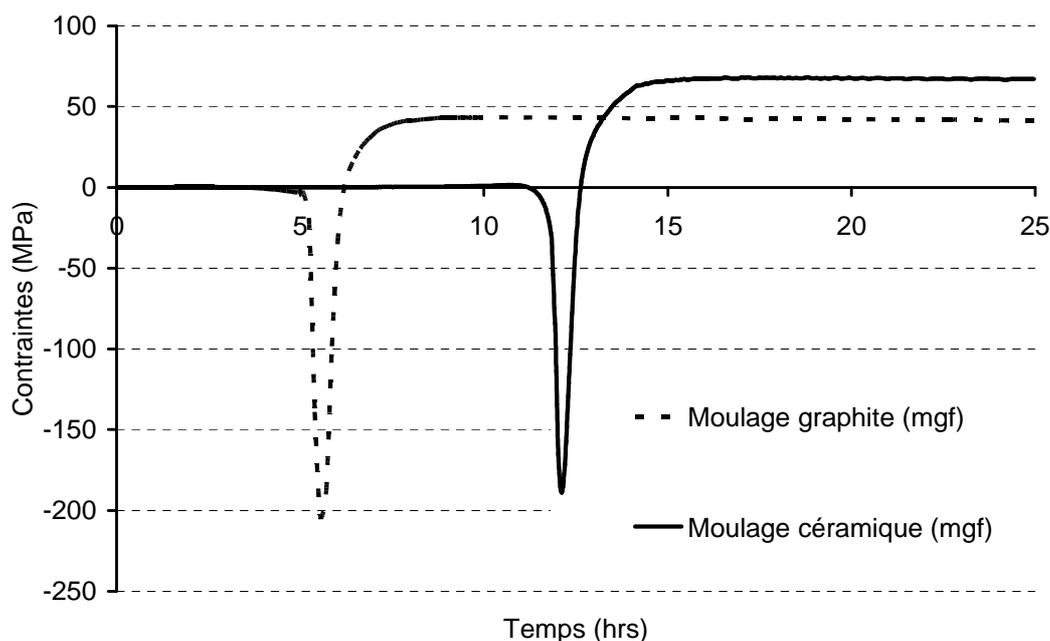


Figure 5-53 : comparaison des évolutions de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle entre les deux procédés de fabrication.

Les contraintes principales au passage de la transformation de la zirconite sont plus faibles dans le cas du moulage céramique. Cependant, les contraintes résiduelles à cœur et au milieu de la grande face de la dalle sont plus élevées pour ce procédé de fabrication.

### 5.4.3 Résumé

Le modèle numérique thermomécanique construit à partir d'une coulée instrumentée en usine dans un moule type graphite est transposable au cas d'une coulée dans un moule différent, ici en céramique.

Dans la partie thermique, le coefficient de résistance thermique d'interface permet, dans le cas du graphite, de prendre en compte la création d'une lame d'air entre la dalle et le moule. Dans celui de la céramique, de la même manière, il est capable de rendre compte de la déformation du moule et de l'altération de ses propriétés thermiques.

L'effet « trempant » du graphite permet d'augmenter la vitesse de refroidissement tout de suite après la coulée lorsque les conséquences sur les contraintes sont faibles, puisque le matériau est capable de les accommoder. En revanche, au moment critique de la transformation de la zirconite, le moulage graphite permet d'obtenir une meilleure homogénéité de température dans la dalle et de développer ainsi moins de contraintes résiduelles à température ambiante que dans le cas du moulage céramique. L'intérêt industriel du moulage graphite est ici mis en évidence, car il permet d'avoir des temps de refroidissement plus courts (baisse du temps de production) tout en minimisant le développement des contraintes résiduelles.

## 5.5 *Résumé*

Dans ce chapitre nous avons étudié l'évolution des contraintes au sein de la dalle soumise au champ de température défini dans le chapitre précédent.

Nous avons réalisé cette étude par étape, c'est-à-dire en étudiant successivement chaque phénomène physique intervenant au cours du refroidissement (viscoplasticité, transformation de phase de la zircone, endommagement) en partant des hautes températures vers les basses températures. Pour chaque phénomène, nous avons réalisé une étude paramétrique portant sur 6 paramètres. Choisir trois niveaux de valeur par paramètres aurait conduit à la simulation de 729 cas d'étude. Les cas que nous avons choisi d'étudier nous ont permis une compréhension progressive des phénomènes mis en jeu lors du refroidissement à l'aide d'une vingtaine de simulations.

Nous avons, dans un premier temps, étudié le comportement viscoplastique de la dalle. Ce comportement entraîne l'apparition de contraintes résiduelles en fin de refroidissement : le cœur de la dalle est en traction et la surface en compression. Les contraintes résiduelles dépendent de la loi de comportement viscoplastique. Ainsi nous avons mis en évidence que le matériau qui présente le plus fort taux de déformation en fluage (ZBY1) serait celui qui développerait le plus de contraintes résiduelles en cours de refroidissement.

Dans un deuxième temps nous avons réalisé une étude sur les conséquences mécaniques de la transformation de phase de la zircone. Cette étude a été menée en deux temps, en prenant en considération, d'une part, l'expansion volumique isotrope de 4% et, d'autre part, la plasticité de transformation.

Le gonflement entraîne, au passage de la transformation de la zircone, un pic de contraintes important de traction à cœur et de compression en surface. Cependant, il n'influence pas les contraintes résiduelles en fin de refroidissement. Ainsi l'étude viscoplastique et l'étude du gonflement de la zircone peuvent être découplées. Nous avons mis en évidence que le pic de contrainte est plus important dans le cas où la transformation est décalée vers les basses températures, car le matériau est alors plus rigide (cas du matériau ZBY1).

A partir de résultats d'essais de transformation sous contraintes, nous avons déterminé deux lois de comportement de plasticité de transformation, pour le matériau ZS et pour le matériau ZB. Introduire le phénomène de plasticité de transformation dans le modèle amène une inversion des contraintes résiduelles par rapport à celles développées par le fluage : après la transformation de la zircone, le cœur se retrouve en compression et la surface en traction. Plus le matériau présente un taux de déformation de plasticité de transformation importante (ZB), plus les contraintes résiduelles sont importantes. Les contraintes résiduelles en fin de refroidissement sont imputables essentiellement au phénomène de plasticité de transformation, l'effet de la viscoplasticité restant comparativement plus faible.

La dernière étude concerne l'évolution du module d'Young à basse température. Les contraintes résiduelles dépendent aussi de ce paramètre. Plus le matériau est rigide, plus les contraintes résiduelles sont importantes. Dans le cas d'un matériau endommageable, la diminution du module d'Young entraîne celle des contraintes résiduelles en fonction de la température.

Enfin, nous avons transposé notre modèle thermomécanique à un autre procédé de fabrication : le moulage en moule céramique. Cette étude a mis en évidence l'importance de

la vitesse de refroidissement sur le développement des contraintes résiduelles à température ambiante. Par rapport au graphite, le moule céramique retarde considérablement l'homogénéisation de la température dans la dalle et est à l'origine de gradients thermiques plus importants au moment de la transformation de phase de la zircone. Ceci a pour effet d'augmenter les contraintes résiduelles à température ambiante. Ainsi, nous avons pu expliquer l'intérêt constaté industriellement du moulage graphite, qui diminue le temps de fabrication (refroidissement plus rapide à haute température) et développe moins de contraintes internes susceptibles de nuire à la qualité des dalles.

## Liste des figures du chapitre 5 :

Tableau 5-1 : évolution du module d'Young en fonction de la température entre 2450°C et 1000°C.....	176
Tableau 5-2 : Paramètres des lois de comportement viscoplastique des trois nuances de THTZ. ....	176
Tableau 5-3 : Valeurs de module d'Young (GPa) en fonction de la température pour l'étude paramétrique....	181
Tableau 5-4 : caractéristiques thermiques des différents constituants de la caisse de coulée du moulage céramique. Données Saint Gobain CREE.....	212
Figure 5-1 : contraintes $\sigma_{11}$ (a) et $\sigma_{22}$ (b) dans la dalle au cours du refroidissement. ....	177
Figure 5-2 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle. Cas d'un calcul élastique avec un module d'Young constant de 5GPa. 40 heures.....	177
Figure 5-3 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur et le milieu de la grande face de la dalle. Cas d'un calcul élastique avec un module d'Young constant de 5GPa. 10 heures.....	178
Figure 5-4 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle avec et sans prise en compte du comportement viscoplastique. Module d'Young constant 5GPa.....	179
Figure 5-5 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle avec et sans prise en compte du comportement viscoplastique. Module d'Young constant 5GPa....	179
Figure 5-6 : évolutions du log du module d'Young en fonction de la température étudiées pour l'étude paramétrique de l'influence du module d'Young à haute température.....	180
Figure 5-7 : évolutions du module d'Young en fonction de la température étudiées pour l'étude paramétrique de l'influence du module d'Young à haute température. ....	181
Figure 5-8 : évolution de la contrainte au cœur de la dalle en fonction du temps pour les trois variations de module d'Young à haute température. ....	182
Figure 5-9 : évolution de la contrainte au milieu de la grande face de la dalle en fonction du temps pour les trois variations de module d'Young à haute température. ....	182
Figure 5-10 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle en fonction de la nuance de THTZ.....	184
Figure 5-11 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle en fonction de la nuance de THTZ au début du refroidissement. ....	184
Figure 5-12 : Comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle en fonction de la nuance de THTZ. ....	185
Figure 5-13 : Comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle en fonction de la nuance de THTZ au début du refroidissement. ....	185
Figure 5-14 : schéma récapitulatif des différents calculs menés pour l'étude de la viscoplasticité et des conclusions associées.....	187
Figure 5-15 : courbe de dilatation thermique du matériau ZS. ....	188
Figure 5-16 : courbe de dilatation thermique du matériau ZBY1.....	188
Figure 5-17 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZS au cœur de la dalle, avec et sans expansion volumique.....	189
Figure 5-18 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZS au milieu de la grande face de la dalle, avec et sans expansion volumique.....	190
Figure 5-19 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZBY1 au cœur de la dalle, avec et sans expansion volumique.....	190
Figure 5-20 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZBY1 au milieu de la grande face de la dalle, avec et sans expansion volumique. ....	191
Figure 5-21 : comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps au cœur de la dalle et au milieu de la grande face entre le matériau ZS et le matériau ZBY1. ....	192
Figure 5-22 : évolution de la contrainte $\sigma_{11}$ en fonction de l'avancée de la transformation de phase de la zirconie dans la dalle. ....	196
Figure 5-23 : évolution de la déformation (*30) en fonction de l'avancée de la transformation de phase de la zirconie dans la dalle. ....	198
Figure 5-24 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au cœur de la dalle, avec et sans plasticité de transformation. ....	199
Figure 5-25 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au milieu de la grande face de la dalle, avec et sans plasticité de transformation. ....	200
Figure 5-26 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au cœur de la dalle, pour deux paramètres différents de loi de plasticité de transformation.....	201

## CHAPITRE 5 : Calcul et analyse des contraintes dans la dalle de THTZ au cours du refroidissement

Figure 5-27 : comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au milieu de la grande face de la dalle, pour deux paramètres différents de loi de plasticité de transformation.....	201
Figure 5-28 : influence de la loi de plasticité de transformation sur l'évolution des contraintes au passage de la transformation au cœur de la dalle. Comparaison de la loi 1 (ZS) et la loi 2 (ZB). ....	202
Figure 5-29 : influence de la loi de plasticité de transformation sur l'évolution des contraintes au passage de la transformation au milieu de la grande face de la dalle. Comparaison de la loi 1 (ZS) et la loi 2 (ZB).....	202
Figure 5-30 : influence du fluage et de la plasticité de transformation sur les contraintes résiduelles. Cœur de la dalle .....	203
Figure 5-31 : influence du fluage et de la plasticité de transformation sur les contraintes résiduelles. Milieu de la grande face de la dalle.....	204
Figure 5-32 : schéma récapitulatif des différents calculs menés pour l'étude de la viscoplasticité et des résultats.....	205
Figure 5-33 : variation de la contrainte en fonction du temps au cœur de la dalle pour les trois hypothèses de variation de module d'Young à basse température.....	206
Figure 5-34 : variation de la contrainte en fonction du temps au cœur de la dalle pour les trois hypothèses de variation de module d'Young à basse température.....	207
Figure 5-35 : géométrie de la dalle et du moule de coulée du procédé de moulage céramique.....	208
Figure 5-36 : représentation schématique de la déformation du moule céramique après coulée et refroidissement.....	209
Figure 5-37 : schéma représentant un quart de la structure de coulée en vue de dessus dans le cas du moulage céramique.....	210
Figure 5-38 : évolution des températures mesurées en fonction du temps pour la grande face.....	211
Figure 5-39 : Evolution des températures mesurées en fonction du temps pour la petite face.....	211
Figure 5-40 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [REDACTED] (MM), à l'interface entre le [REDACTED] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la grande face (propriétés thermiques du [REDACTED] et de l'agent de calage fournies par Saint Gobain CREE). ....	213
Figure 5-41 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [REDACTED] (MM), à l'interface entre le [REDACTED] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la petite face (propriétés thermiques du [REDACTED] et de l'agent de calage fournies par Saint Gobain CREE). ....	213
Figure 5-42 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu [REDACTED] (MM), à l'interface entre le [REDACTED] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la grande face (propriétés thermiques du [REDACTED] optimisées par méthode inverse).....	214
Figure 5-43 : comparaison simulation-expérience de la température en fonction du temps pour les thermocouples placés au milieu du [REDACTED] (MM), à l'interface entre le [REDACTED] et l'agent de calage (I) et au milieu de l'agent de calage (MA), pour la petite face (propriétés thermiques du [REDACTED] optimisées par méthode inverse).....	214
Figure 5-44 : évolution de la température en fonction du temps au cœur de la dalle. Comparaison entre les deux procédés de fabrication.....	215
Figure 5-45 : évolution de la température en fonction du temps au milieu de la grande face de la dalle. Comparaison entre les deux procédés de fabrication.....	215
Figure 5-46 : évolution de la température en fonction du temps au coin de la dalle. Comparaison entre les deux procédés de fabrication.....	216
Figure 5-47 : comparaison des vitesses de refroidissement du cœur de la dalle entre le moulage graphite et le moulage céramique.....	217
Figure 5-48 : comparaison des vitesses de refroidissement en surface de la dalle entre le moulage graphite et le moulage céramique.....	217
Figure 5-49 : schéma représentant l'intervalle de temps correspondant à la solidification, au fluage et à la transformation de phase de la zircone des trois points représentatifs de la dalle. Comparaison des deux procédés de fabrication : moulage graphite et moulage céramique. ....	218
Figure 5-50 : comparaison des gradients de températures dans la dalle (cœur-coin) entre le moulage graphite et le moulage céramique.....	219
Figure 5-51 : évolution de l'épaisseur de la zone en cours de transformation au cours du temps.....	222
Figure 5-52 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le cœur de la dalle. Comparaison des résultats pour les deux procédés de fabrication.....	222
Figure 5-53 : évolution de la contrainte en fonction du temps pour le milieu de la grande face de la dalle. Comparaison des résultats pour les deux procédés de fabrication.....	223



## Résumé et Perspectives

Le travail réalisé au cours de cette thèse a concerné l'étude du refroidissement post-coulée de réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircon (THTZ). Notre étude s'est appuyée sur la construction d'un modèle numérique thermomécanique décrivant le développement des contraintes dans la pièce coulée au cours et à la fin de son refroidissement. Le modèle a été bâti sur la base de mesures de températures réalisées lors d'une coulée instrumentée en usine.

La haute température de coulée (2450°C) ne permettant pas de réaliser des mesures de température directement au sein de la dalle coulée, nous avons reconstitué, grâce au modèle, la cinétique de refroidissement de celle-ci. Le modèle a été conçu pour prendre en compte les phénomènes physiques intervenant au cours du refroidissement : solidification, fluage et transformation de la zircon. Les lois de comportements ont été identifiées sur la base d'essais mécaniques réalisés en laboratoire.

Nous nous sommes particulièrement intéressés au phénomène de transformation de phase de la zircon. Si, dans les études précédentes, le gonflement volumique lié à la transformation était parfois pris en considération, il n'en était pas de même de la plasticité de transformation induite. En prenant celle-ci en compte, notre modèle numérique a mis en avant l'impact important de la transformation de phase dans la zircon sur l'état de contrainte dans la dalle, pendant le refroidissement et après retour à température ambiante.

Les résultats obtenus sur le refroidissement post-coulée de réfractaires électrofondus concernent trois axes : la cinétique de refroidissement de la dalle, la caractérisation mécanique expérimentale du matériau et enfin le calcul des contraintes au cours du refroidissement.

- **Cinétique de refroidissement**

A partir de mesures de températures réalisées en usine dans le moule, par méthode inverse, nous avons défini un paramètre d'échange thermique d'interface permettant de caler les résultats numériques sur résultats expérimentaux. Ce paramètre permet de rendre compte de la lame d'air créée à l'interface dalle/moule par le retrait du matériau et la dilatation du moule. Dans le cas du moulage céramique, ce paramètre prend une valeur différente et permet de traduire les effets de la déformation et du changement de propriétés thermiques induits par la haute température.

En étudiant la cinétique de refroidissement de trois points représentatifs de la dalle (cœur, coin et milieu de la grande face), nous avons pu situer dans le temps et dans l'espace les survenues de la solidification, du fluage et de la transformation de la zircon. Nous avons ainsi pu mettre en évidence que, dix heures après le début du refroidissement, la température de la dalle peut être considérée comme uniforme et inférieure à 800°C. Dans ce procédé, tous les phénomènes physiques à considérer dans le modèle numérique ont donc eu lieu avant. Cette caractérisation spatiale et temporelle des phénomènes physiques nous permet d'affirmer aujourd'hui que, s'ils opèrent successivement pour un point donné de la dalle, ils peuvent coexister à un instant donné. Ainsi, par exemple, lorsqu'une partie de la dalle est encore dans

le domaine viscoplastique (entre 1500°C et 1200°C), une autre peut être déjà en train de subir la transformation de la zirconie (entre 1050°C et 950°C).

Un autre résultat important de l'étude thermique concerne le caractère « trempant » du graphite. En effet, la comparaison des cinétiques de refroidissement dans le cas du moulage graphite et du moulage céramique a mis en évidence un phénomène de « rebond » thermique dans le cas du moulage graphite, effet inexistant dans le cas du moulage céramique. Ce phénomène est causé par la forte conduction et la capacité calorifique du graphite, combinées à l'enthalpie élevée de solidification de la zirconie.

A travers deux études paramétriques, nous avons également investigué l'influence de l'épaisseur du moule en graphite et du type d'agent de calage sur la cinétique de refroidissement de la dalle. Notre partenaire industriel pourra ainsi utiliser notre modèle pour optimiser son procédé en modifiant la géométrie et la composition de la caisse de coulée. Parmi les critères d'optimisation, on peut par exemple imaginer la diminution du temps de refroidissement, celle de la quantité d'agent de calage, celle du temps passé par le graphite à haute température (responsable d'une consommation du moule par oxydation).

Le modèle thermique 2D construit est donc un modèle simple d'utilisation, permettant de répondre à des contraintes industrielles (temps, coût) constituant une aide pour l'amélioration du procédé de fabrication.

### • Propriétés mécaniques

Grâce à des essais de flexion trois points réalisés au laboratoire, nous avons caractérisé le comportement en fluage de trois nuances de matériau THTZ (ZS, ZB et ZBY1) en fluage. Les essais ont été réalisés à température constante, sous différentes contraintes et à différentes températures. Eu égard à la forte dispersion observée sur les résultats, les matériaux ZS et ZB ont révélé un comportement très voisin, le matériau ZBY1 présentant quant à lui un taux de déformation en fluage beaucoup plus important. Une loi de comportement de type fluage à écrouissage isotrope a été établie pour chacune des nuances.

La transformation de phase de la zirconie a été investiguée par des essais de flexion trois points anisothermes. La descente en température appliquée lors des essais est une descente en température représentative de la réalité, calquée sur celle mesurée par les thermocouples situés à mi-moule dans la coulée instrumentée. Une déformation importante au passage de la transformation de phase a été révélée, même sous une contrainte appliquée très faible. Cette déformation, typique d'un phénomène de plasticité de transformation, diffère suivant la nuance de THTZ. Le matériau ZBY1, qui possédait le plus fort taux de déformation en fluage, est celui qui se déforme le moins pendant la transformation sous contrainte, suivi du matériau ZS et du matériau ZB. Par méthode inverse, en se basant sur un modèle de Leblond très simplifié, nous avons estimé une loi de comportement de plasticité de transformation qui a été implémentée dans le modèle mécanique.

Nous avons également étudié, en collaboration avec les laboratoires partenaires, l'évolution du module d'Young au cours du refroidissement. Les différents types d'essais réalisés (flexion- traction compression) ont tous mis en évidence une rigidification du matériau de 1500°C jusqu'à 800°C. En dessous, une constance du module ou une diminution par endommagement ont pu être observés, traduisant une dispersion de comportement.

- **Calcul des contraintes**

Les champs thermiques précédemment déterminés ont été utilisés comme chargement pour calculer les contraintes développées au cours du refroidissement.

Cette étude a été réalisée en faisant intervenir successivement chaque phénomène physique (solidification, viscoplasticité, expansion volumique et plasticité de transformation, endommagement), des hautes températures vers les basses températures.

Des calculs préliminaires étudiant un cas élastique pur nous ont permis de valider la pertinence des calculs mécaniques.

Dans un premier temps, nous avons investigué le comportement viscoplastique entre 1500°C et 1200°C. Nous avons mis en évidence l'accommodation des contraintes dans cet intervalle de températures avec, pour conséquence, l'apparition de contraintes résiduelles laissées par le fluage en fin de refroidissement. Ces contraintes sont des contraintes de traction à cœur et de compression en surface.

L'analyse en fonction de la nuance de matériau a révélé que le matériau ZBY1, qui présente expérimentalement le plus fort taux de fluage, est celui qui engendre le plus de contraintes résiduelles à température ambiante. Les nuances ZS et ZB présentent, quant à elles, un comportement similaire.

Par la suite, c'est à la transformation de phase de la zircone que nous nous sommes intéressés. L'étude des conséquences de cette transformation a été réalisée en deux phases : en premier lieu, nous avons étudié le gonflement volumique de 4% induit par la transformation puis, dans un deuxième temps, nous avons pris en considération le phénomène de plasticité de transformation lié à la transformation de phase de type martensitique.

Le gonflement volumique engendre un pic de contrainte très élevé (traction à cœur, compression en surface) au passage de la transformation de la zircone. Ce pic de contrainte n'a en revanche aucune influence sur la valeur des contraintes résiduelles à température ambiante. En raison d'une rigidité plus grande, ce pic de contrainte est plus élevé dans le cas du matériau ZBY1 qui a une transformation décalée de 100°C vers les basses températures.

La plasticité de transformation abaisse le pic de contrainte au passage de la transformation, mais dans des proportions très faibles. En revanche, elle inverse le signe des contraintes résiduelles laissées par le fluage et augmente leur valeur absolue. Cette étude semble prouver que c'est la transformation de la zircone qui serait le phénomène dominant quant au développement des contraintes résiduelles dans les dalles.

Cette dernière observation semble être confirmée par la comparaison des deux procédés de fabrication : moulage graphite et moulage céramique. La grande différence réside dans les propriétés thermiques du moule, qui est plus isolant dans le cas du moulage céramique. Les cinétiques de refroidissement sont donc différentes dans les deux cas. Le moulage céramique conduit à un champ de température dans la dalle beaucoup plus hétérogène lors du passage de la transformation de la zircone. Ceci a pour effet d'augmenter les contraintes résiduelles en fin de refroidissement dans le cas du moulage céramique, même si la cinétique globale de refroidissement est plus longue.

L'intérêt du moulage graphite est donc mis en évidence : il augmente la vitesse de refroidissement au début, ce qui permet d'avoir une durée de refroidissement totale plus courte, donc plus avantageuse pour l'industriel. Cette augmentation de vitesse n'a pas d'influence sur les contraintes mécaniques puisque la dalle est alors dans un état capable

## RESUME ET PERSPECTIVES

d'accommoder les contraintes. Le graphite tend ensuite à homogénéiser la température dans la dalle durant la transformation de la zirconite, limitant ainsi les contraintes résiduelles à température ambiante.

Le modèle mécanique 2D construit permet de comparer les différentes nuances de matériaux et d'étudier les conséquences en termes de contraintes au cours du refroidissement et après retour à température ambiante.

### PERSPECTIVES

L'outil numérique développé au cours de cette thèse permet une meilleure compréhension des phénomènes physiques intervenant au cours du refroidissement et ouvre des perspectives sur la fabrication de nouvelles nuances de matériaux THTZ.

- **Moule de fabrication :**

Le modèle développé permet de comprendre l'influence du(des) matériau(x) constitutif(s) du moule de coulée sur la cinétique de refroidissement d'une dalle de THTZ et, par conséquent, sur son état de contrainte en fin de fabrication. Un des résultats fondamentaux de cette thèse a été d'explicitier les différences entre un moule isolant (céramique) et un moule conducteur (graphite) sur le développement des contraintes tout au long du refroidissement.

L'outil numérique permet ainsi d'explorer les conséquences de modification du moule de coulé (épaisseur de graphite, type d'agent de calage,...) sur le développement des contraintes dans la dalle.

- **Transformation de phase de la zirconite**

La fin de cette étude a essentiellement concerné l'intégration originale, dans le modèle numérique, d'un modèle de plasticité de transformation tenant compte du phénomène de transformation de phase de la zirconite au cours du refroidissement. Ce modèle est néanmoins construit aujourd'hui sur un trop petit nombre de résultats d'essais de laboratoires. Etant donné l'impact important de la transformation de phase de la zirconite sur les contraintes résiduelles en fin de refroidissement mis en évidence au cours de mes travaux, ce phénomène complexe mériterait une étude plus approfondie, au plan expérimental aussi bien que numérique. La multiplication et l'amélioration des essais de transformation sous contraintes permettraient une identification plus robuste des paramètres de la loi de plasticité de transformation actuelle et une meilleure prise en compte du phénomène dans la simulation numérique. Il serait sans doute possible d'utiliser d'autres modèles numériques que celui de Leblond permettant de prendre en compte le comportement du matériau au passage de la transformation de la zirconite. Le développement d'un modèle dissymétrique en traction-compression pourrait également être envisagé.

---

**Références bibliographiques**

---



- (AU 02) **D.AU, S.COCKCROFT and D.MAIJER, 2002**, Crack defect formation during manufacture of fused cast alumina refractories, Metallurgical and materials transactions, Vol 33A, p 2053-2065.
- (BAR 72) **JP.BARDON, 1972**, Introduction à l'étude des résistances thermiques de contact, Rev Générale de Thermique, Vol 125, p 429-447.
- (BAS 05) **B.BASU, 2005**, Toughening of Yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics, International Materials Reviews, vol 50 n° 4, p 239-256.
- (BEC 92) **P.F.BECHER, M.V.SWAIN, 1992**, Grain size dependent transformation behaviour in polycrystalline tetragonal zirconia, Journal of the American Ceramic Society, Vol 75, p 493-502.
- (CAN 83) **W.R.CANNON, T.G.LANGDON, 1983**, Review creep of ceramics- 1, mechanical characteristics, Journal of Materials Science, Vol 18, p 1-50.
- (CAN 88) **W.R.CANNON, T.G.LANGDON, 1988**, Review creep of ceramics- 2, an examination of flow mechanisms, Journal of Materials Science, Vol 23, p 1-20
- (CHE 86) **I.W.CHEN, P.E.REYES MOREL, 1986**, Implications of transformation plasticity in ZrO<sub>2</sub>-Containing ceramics:I, Shear and dilatation effects, Journal of the American Ceramic Society, Vol 69, n°3, p 181-189.
- (COC 94I) **S.L.COCKCROFT, J.K.BRIMACOMBE, D.G.WALROD, T.A.MYLES, 1994**, Thermal stress analysis of fused cast AZS refractories during production: Part I: Industrial study, Journal of the American Ceramic Society, Vol 77, n°6, p 1505-1511.
- (COC 94II) **S.L.COCKCROFT, J.K.BRIMACOMBE, D.G.WALROD AND T.A.MYLES, 1994**, Thermal stress analysis of fused cast AZS refractories during production: Part II: Development of thermo-elastic stress model, Journal of the American Ceramic Society, Vol 77, n°6, p 1512-1521.
- (COR 07) **M.CORET, S.CALLOCH, A.COMBESCURE, 2004**, Experimental study of the phase transformation plasticity of 16MnD5 low carbon steel induced by proportional and nonproportional biaxial loading paths, European Journal of Mechanics A/Solids, Vol 23, p 823-842.
- (CRO 92) **D.CROIZET, 1992**, Etude expérimentale et numérique du comportement à haute température d'un nitrure de Silicium, Thèse, Ecole des Mines de Paris.
- (DAN 09) **J.A.DANTZIG, M.RAPPAZ, 2009**, Solidification, EPFL Press
- (DRY 89) **J.R.DRYDEN, D.KUCEROVSKY, D.S.WILKINSON, D.F.WATT, 1989**, Creep deformation due to a viscous grain boundary phase, Acta.Metallurgica, Vol 37, n°7, p 2007-2015.

- (EVA 80)** A.G.EVANS, A.H.HEUER, 1980, Review-Transformation toughening in ceramics: martensitic transformation in crack-tip stress fields, Journal of the American Ceramic Society, Vol 63, p 241-248.
- (EVA 86)** A.G.EVANS, R.M.CANNON, 1986, Toughening of brittle solids by martensitic transformations, Acta Metallurgica, Vol 34, n°5, p 761-800.
- (FIL 06)** M.FILALI, 2006, Conductivité thermique apparente des milieux granulaires soumis à des contraintes mécaniques : modélisation et mesures, thèse, université de Toulouse.
- (FIS 00)** F.D.FISCHER, G.REISNER, E.WERNER, K.TANAKA, G.CAILLETAUD, T.ANTRETTTER, 2000, A new view on transformation induced plasticity (TRIP), International Journal of Plasticity, Vol 16, p 723-748.
- (GAB 97)** F.GABRIEL, JP.BARDON, D.GUILBAUD, JC.ROUFFIGNAC, 1997, Etude expérimentale de la résistance thermique de contact entre l'étain en cours de fusion et un creuset refroidi, Revue Générale de Thermique, Vol 36, p 354-370.
- (GOU 07)** S.GOUTTEBROZE, M.BELLET, H.COMBEAU, 2007, 3D macro-segregation simulation with anisotropic remeshing, C.R. Mecanique, Vol 335, p 269-279.
- (GRE 65)** G.W.GREENWOOD and R.H.JOHNSON, 1965, The deformation of metals under small stresses during phase transformations, Proceedings of the Royal Society of London, Vol A 283, p 403-422.
- (GUP 78)** T.K.GUPTA, F.F.LANGE, J.H.BECHTOLD, 1978, Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase, Journal of Materials Science, Vol 13, p 1464-1470.
- (HAC 10)** E. HACHEM, T. KLOCZKO, H. DIGONNET, T. COUPEZ, 2010, Stabilized finite element solution to handle complex heat and fluid flows in industrial furnace using the immersed volume method, International Journal for Numerical Methods in Fluids, in press.
- (HAN 00)** R.H.J.HANNINK, P.M.KELLY, B.C.MUDDLE, 2000, Transformation toughening in zirconia containing ceramics, Journal of the American Ceramic Society, Vol 83, p 461-487.
- (HEU 86)** A.H.HEUER, F.F.LANGE, M.V.SWAIN, A.G.EVANS, 1986, Transformation toughening: an overview, Journal of the American Ceramic Society, Vol 69, p . I-IV.
- (HEU 87)** A.H.HEUER, 1987, Transformation toughening in ZrO<sub>2</sub>-containing ceramics, Journal of the American Ceramic Society, Vol 70, n°10, p 689-698.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- (HO 83)** K.HO, R.D.PEHLKE, 1983, Transient methods for determination of metal-mold interfacial heat transfer, AFS Trans. (American Foundry Society) Vol 91, p 689-698.
- (HO 84)** K.HO, R.D.PEHLKE, 1984, Mechanisms of heat transfer at a metal-mold interface, AFS Trans., Vol 92, p 587-598.
- (HO 85)** K.HO, R.D.PEHLKE, 1985, Metal-mold interfacial heat transfer, Metallurgical and Materials Transactions. B, Vol 16B, p 585-594.
- (HWA 94)** J.C.HWANG, H-T.CHUANG, S-H.JONG, W-S.HWANG, 1994, Measurement of heat transfer coefficient at metal/mold interface during casting, AFS Trans., Vol 102, p 877-883.
- (KEL 08)** J.R.KELLY, I.DENRY, 2008, Stabilized zirconia as a structural ceramic: an overview, Dental Materials, Vol 24, p 289-298.
- (KER 08)** A.KERMANPUR, Sh.MAHMOUDI, A.HAJIPOUR, 2008, Numerical simulation of metal flow and solidification in the multi-cavity casting moulds of automotive components, Journal of Materials Processing Technology, Vol 206, p. 62-68.
- (KIN 68)** A.G.KING, P.J.YAVORSKY, 1968, Stress relief mechanisms in magnesia and yttria-stabilized zirconia, Journal of the American Ceramic Society, Vol 51 n°1, p 38-42.
- (KRI 88)** W.M.KRIVEN, 1988, Possible alternative transformation tougheners to Zirconia: crystallographic aspects, Journal of the American Ceramic Society, Vol 71, n°12, p 1021-1029.
- (KRI 94)** M.KRISHNAN, DGR.SHARMA, 1994, Determination of heat transfer coefficient between casting and chill in unidirectional heat flow, AFS Trans. Vol 102, p 769-774.
- (LAN 83)** J.LANKFORD, 1983, Plastic deformation of partially stabilized zirconia, Journal of the American Ceramic Society, Vol 63, C212-C213.
- (LAT05)** E.LATASTE, 2005, Comportement mécanique et endommagement de réfractaires électrofondus sous sollicitation thermomécanique, thèse, Institut National des Sciences Appliquées de Lyon.
- (LEB 89II)** J.B.LEBLOND, 1989, Mathematical modelling of transformation plasticity in steels II : Coupling with strain hardening phenomena, International Journal of Plasticity, Vol 5, p 573-591.
- (LEB 89I)** J.B.LEBLOND, J.DEVAUX, J.C.DEVAUX, 1989, Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: case of ideal-plasticity phases, International Journal of Plasticity, Vol 5, p 551-572.

## REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

---

- (LEF 09) **M.Le FLEM, S.URVOY, 2009**, Mesures de diffusivité thermique et chaleur spécifique sur Graphite, Document confidentiel CEA, DEN/DMN/SRMA/LA2M.
- (LEM 96) **J.LEMAITRE, J.L.CHABOCHE, 1996**, Mécanique des matériaux solides, 2<sup>ème</sup> ed., Dunod.
- (MAD 06) **K.MADI, 2006**, Influence de la morphologie tridimensionnelle des phases sur le comportement mécanique de réfractaires électrofondus, Thèse, Mines ParisTech.
- (MAG 66) **C.L.MAGEE, 1966**, Transformation kinetics, microplasticity and aging of martensite in FE31Ni, Ph.D Thesis, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh.
- (MAR 00) **M.A.MARTORANO, J.D.T.CAPOCCHI, 2000**, Heat transfer coefficient at the metal-mould interface in the unidirectional solidification of Cu-8%Sn alloys, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol 43, p 2541-2552.
- (MAS 05) **L.MASSARD, 2005**, Etude du fluage de réfractaires électrofondus du système Alumine-Zircone-Silice, thèse, Mines ParisTech.
- (McC 59) **J.D.McCULLOUGH and K.N.TRUEBLOOD, 1959**, Crystal structure of baddeleyite (Monoclinic ZrO<sub>2</sub>), Acta Crystallographica, Vol 12, p 507-511.
- (MIR 04) **S.M.H.MIRBAGHERI, M.DADASHZADEH, S.SERAJZADEH, A.K.TAHERI, P.DAVAMI, 2004**, Modeling the effect of mould wall roughness on the melt flow simulation in casting process, Applied Mathematical Modelling, Vol 28, p 933-956.
- (MIT 87) **W.MITTER, 1987**, Umwandlungsplastizität und ihre Berücksichtigung bei der Berechnung von Eigenspannungen, Materialkundlich-Technische Reihe 7, Gebr. Borntraeger, Berlin, Stuttgart.
- (NAK 10) **K.NAKAJIMA, H.ZHANG, K.OIKAWA, M.OHNO, P.G.JONSSON, 2010**, Methodological progress for computer simulation of solidification and casting, ISIJ International, Vol. 50, No. 12, pp. 1724-1734.
- (NIS 86) **Y.NISHIDA, W.DROSTE, S.ENGLER, 1986**, The air gap formation process at the casting-mold interface and the heat transfer mechanism through the gap, Metallurgical and Materials Transactions. B, Vol 17B, p 833-844.
- (PAT 10) **C.PATAPY, 2010**, Comportement thermomécanique et transformation de phase de matériaux réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircane (THTZ), Thèse, université de Limoges.
- (PIW 00) **T.S.PIWONKA, K.A.WOODBURY, J.M.WIEST, 2000**, Modeling casting dimensions: effect of wax rheology and interfacial heat transfer, Materials and Design, Vol 21, p 365-372.

- (PHA 83) **G.M.PHARR, M.F.ASHBY, 1983**, On creep enhanced by a liquid phase, Acta Metallurgica, Vol 31, n°1, p 129-138.
- (POI 85) **J.P.POIRIER, 1985**, Creep on crystals, high temperature deformation processes in metals, ceramics and minerals, Cambridge University Press.
- (PRA 09) **C.PRADERE, J.C.BATSALE, J.M.GOYHENECHÉ, R.PAILLER, S.DILHAIRE, 2009**, Thermal properties of carbon fibers at very high temperature, Carbon, Vol 47, p 737-743.
- (RAF 09) **M.M.A.RAFIQUE, J.IQBAL, 2009**, Modeling and simulation of heat transfer phenomena during investment casting, International Journal of Heat and Mass Transfer, Vol 52, p 2132-2139.
- (RAJ 81) **R.RAJ, C.K.CHYUNG, 1981**, Solution-precipitation creep in glass ceramics, Acta Metallurgica, Vol 29, p 159-166.
- (RAJ 07) **T.P.D.RAJAN, K.NARAYAN PRABHU, R.M.PILLAI, B.C.PAI, 2007**, Solidification and casting/mould interfacial heat transfer characteristics of aluminium matrix composites, Composites Science and Technology, Vol 67, p 70-78.
- (ROG 90) **W.P.ROGERS, S.NEMAT-NASSER, 1990**, Transformation plasticity at high strain rate in Magnesia-Partially-Stabilized Zirconia, Journal of the American Ceramic Society, Vol 73 n°1, p 136-139.
- (ROH 00) **J.ROHDE, A. JEPPSSON, 2000**, Literature review of heat treatment simulations with respect to phase transformation, residual stresses and distortion, Scandinavian Journal of Metallurgy, Vol 29, p 47-62.
- (ROS 10) **F.ROSSI, J.LAZAR, S.IGNAT, J.QUESADA, 2010**, Heat transfer coefficient measurements (HTC) at the metal-mould interface in permanent mould casting, Materials Science Forum, Vol 638-642, p 2718-2723.
- (RUF 29) **O.RUFF, F.EBERT, 1929**, Refractory Ceramics: I, The forms of zirconium dioxide, Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie, 180, n°1, p 19-41.
- (RYC 05) **D.RYCKELYNCK, 2005**, A priori hyperreduction method: an adaptative approach, Journal of Computational Physics, Vol 202, p 346-366.
- (RYC 10) **D.RYCKELYNCK, D.MISSOUM BENZIANE, 2010**, Multi-level A Priori Hyper-Reduction of mechanical models involving internal variables, Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering, Vol 199, p 1134-1142.

- (SAH 06) **H.M.SAHIN, K.KOCATEPE, R.KAYIKCI, N.AKAR, 2006**, Determination of unidirectional heat transfer coefficient during unsteady-state solidification at metal casting-chill interface, Energy Conversion and Management, Vol 47, p 19-34.
- (SAN 00) **C.A.SANTOS, J.M.V.QUARESMA, A.GARCIA, 2001**, Determination of transient interfacial heat transfer coefficients in chill mold castings, Journal of Alloys and Compounds, Vol 319, p 174-186.
- (SMI 62) **D.K.SMITH and C.F.CLINÉ, 1962**, Verification of existence of cubic zirconia at high temperature, Journal of the American Ceramic Society, Vol 45, p 249-250.
- (STA 87) **R.O.STAFFORD, A.B.RICE, D.F.PINELLA, 1987**, Investment casting process design, part 2 : solidification simulation, in : ASME International Computers in Engineering conference, Vol 2, p 435-445.
- (STE 91) **R.STEVENS, 1991**, Engineering properties of zirconia, Engineered Materials Handbook : ceramics and glasses, Vol 4, p 775-786.
- (SUL 01) **S.SULAIMAN, A.M.S.HAMOUDA, 2001**, Modeling of the thermal history of the sand casting process, Journal of Materials Processing Technology, Vol 113, p 245-250.
- (TAL 01) **L.TALEB, N.CAVALLO, F.WAECKEL, 2001**, Experimental analysis of transformation plasticity, International Journal of Plasticity, Vol 17, p 1-20.
- (TEU 62) **G.TEUFER, 1962**, Crystal structure of tetragonal ZrO<sub>2</sub>, Acta Crystallographica, Vol 15, p 1187.
- (TRI 08) **N.C.TRINH, 2008**, Modélisation du comportement thermomécanique et métallurgique des aciers, Thèse, Ecole Polytechnique.
- (TRA99) **D.TRACEY, 1999**, Unicor-1 Annealing and residual stress study, Rapport confidentiel Saint-Gobain, Northboro Research and Development Center.
- (UPA 95) **G.K.UPADHYA, S.DAS, U.CHANDRA and A.J.PAUL, 1995**, Modelling the investment casting process: a novel approach for view factor calculations and defect prediction, Applied Mathematical Modelling, Vol 19, p 354-362.
- (VID 94) **J.Ch.VIDEAU, G.CAILLETAUD, A.PINEAU, 1994**, Modélisation des effets mécaniques des transformations de phases pour le calcul de structures, Journal de Physique IV, Colloque C3, Vol III, C3-227- C3-232.
- (VID 96) **J.Ch.VIDEAU, G.CAILLETAUD, A.PINEAU, 1996**, Experimental study of the Transformation-Induced Plasticity in a Cr-Ni-Mo-Al-Ti steel, Journal de Physique IV, Colloque C1, Vol 6, C1-465- C1-474.
- (WOL 63) **G.M.WOLTEN, 1963**, Diffusionless phase transformations in Zirconia and Hafnia, Journal of the American Ceramic Society, Vol 46, p 418-422.

- (YEU06) **E.YEUGO-FOGAING, 2006**, Caractérisation à haute température des propriétés d'élasticité de réfractaires électrofondus et de bétons réfractaires, thèse, Université de Limoges.
- (YEU07) **E.YEUGO-FOGAING, 2007**, Simulation numérique thermomécanique de la coulée et du refroidissement de réfractaires électrofondus de type AZS, Rapport Saint-Gobain CREE.



---

**ANNEXES**

---



---

## **ANNEXE A**

### **Mesures de module d'Young macroscopique en fonction de la température**

---



**ANNEXE A :**  
**Mesures de Module d'Young macroscopique**  
**en fonction de la température**



## Sommaire :

<b>Mesures de Module d'Young en fonction de la température</b>	<b>247</b>
<b>A.1. Méthodes de mesures</b>	<b>251</b>
A.1.1 Flexion trois points, cyclage par palier (F3P <sub>palier</sub> )	251
A.1.2 Flexion trois points, cyclage constant (F3P <sub>cst</sub> )	252
A.1.3 Traction-compression alternée (TC <sub>alt</sub> )	254
A.1.4 Récapitulatif	255
<b>A.2. Résultats : Matériau ZS</b>	<b>256</b>
A.2.1 Méthode F3P <sub>palier</sub>	256
A.2.2 Méthode F3P <sub>cst</sub> et F3P <sub>cst800</sub> .	257
A.2.3 Méthode TC <sub>alt</sub> (GEMH)	258
A.2.4 Récapitulatif des résultats du matériau ZS et conclusions	259
<b>A.3. Résultat : Matériau ZB</b>	<b>260</b>
A.3.1 Méthode F3P <sub>palier</sub>	260
A.3.2 Méthode F3P <sub>cst</sub> et F3P <sub>cst800</sub> .	262
A.3.3 Méthode TC <sub>alt</sub> (GEMH) et ultrasonore	262
A.3.4 Récapitulatif des résultats du matériau ZB et conclusions	264
<b>A.4. Comparaison matériau ZS et matériau ZB</b>	<b>264</b>



## A.1 Méthodes de mesures

Les mesures de module d'Young ont été effectuées au Centre des Matériaux (MINES-ParisTtech) ainsi qu'au laboratoire GEMH de l'Université de Limoges. Plusieurs méthodes d'essais ont été utilisées, avec cependant, dans tous les cas, le même protocole d'essai décrit en introduction : Chaque éprouvette est chauffée à 1500 °C et maintenue à cette température pendant une heure avant d'être portée à la température d'essai. Néanmoins, dans certains cas, pour conserver à la zircone sa forme monoclinique, la température de palier a été limitée à 800°C.

### A.1.1 Flexion trois points, cyclage par palier (F3P<sub>palier</sub>)

Les éprouvettes utilisées sont de mêmes dimensions que celles utilisées pour les essais de fluage : 150\*25\*15mm<sup>3</sup> (cf. chapitre 2).

Après le palier d'une heure à 1500°C, plusieurs autres paliers d'environ une heure sont effectués à 1300°C, 1100°C, 900°C, 700°C, 500°C, 300°C, 100°C et température ambiante. Au cours de ces différents paliers, un cyclage de contrainte entre 0 et 2 ou 20MPa (suivant la température) est réalisé à une vitesse de 0,1MPa.s<sup>-1</sup> en moyenne (Figure A1). Le déplacement est alors mesuré et, en restant dans l'hypothèse de l'élasticité, nous pouvons calculer la déformation et tracer les courbes sigma=f(déformation) dont la pente sera le module d'Young.

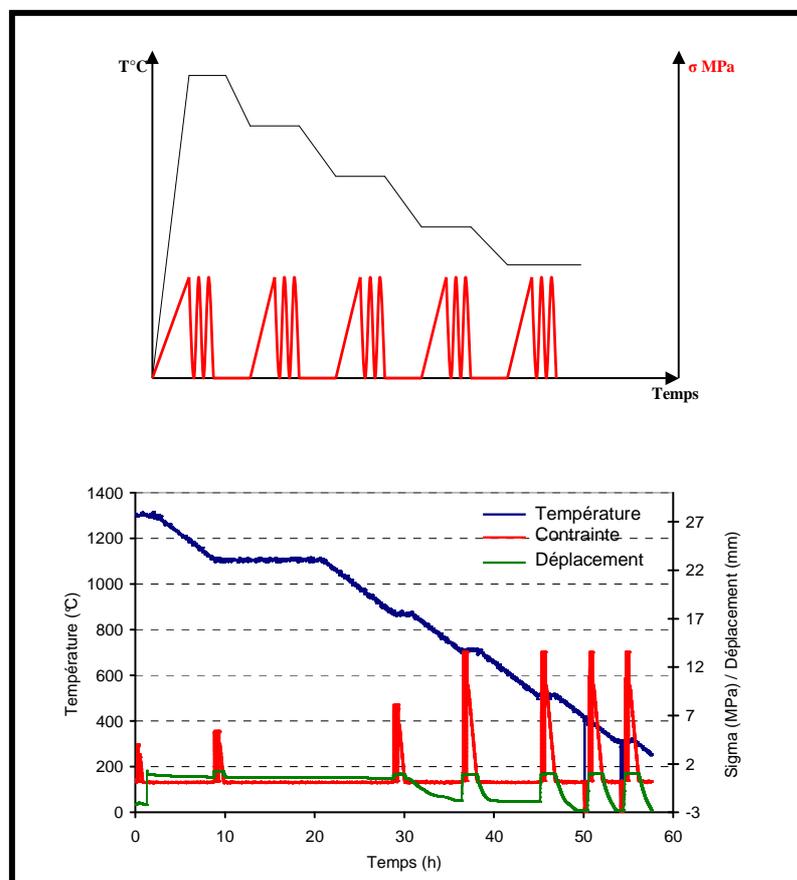


Figure A-1 : température et application de la contrainte dans le cas de la méthode F3P<sub>palier</sub>.

La figure A-2 représente un exemple de mesure de module à une température donnée, par cette méthode :

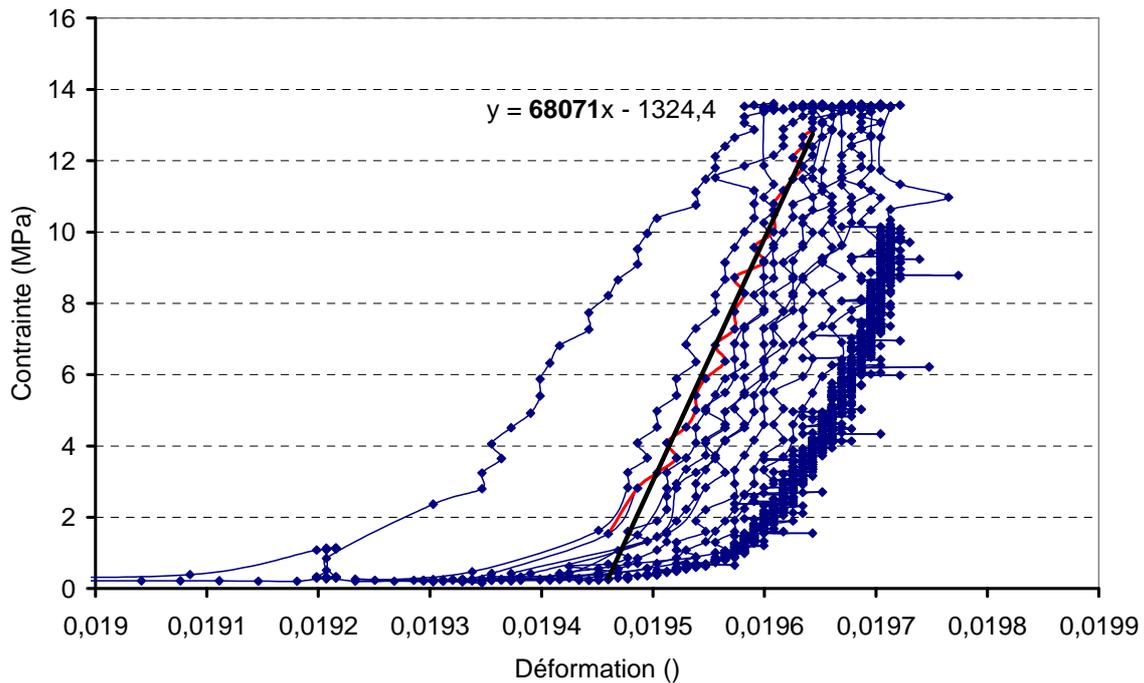


Figure A-2 : exemple de mesure de module d'Young dans le cas de la méthode F3P<sub>palier</sub>.

### A.1.2 Flexion trois points, cyclage constant (F3P<sub>cst</sub>)

Dans le cas de cette méthode, les éprouvettes sont chauffées à 1500°C, maintenues une heure à cette température, puis descendues jusqu'à température ambiante en suivant cette fois une vitesse de refroidissement déterminée par la modélisation numérique. De cette façon, nous refroidissons l'éprouvette dans les conditions les plus proches possibles du refroidissement industriel lors de la fabrication (Figure A-3).

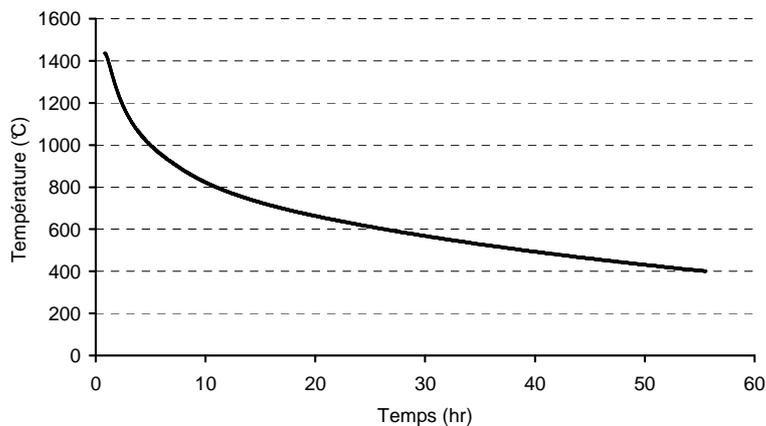


Figure A-3 : descente en température dans les conditions réelles de refroidissement.

Pour ces essais, nous avons décidé de ne mesurer le module d'Young qu'à partir de 800°C. Le cyclage en contrainte, qui s'effectue entre 0 et 5MPa, est donc appliqué à partir de

cette température jusqu'à température ambiante sans interruption (figure A-4). La vitesse de chargement est de  $1,6\text{N}\cdot\text{s}^{-1}$  ou de  $0,05\text{MPa}\cdot\text{s}^{-1}$ .

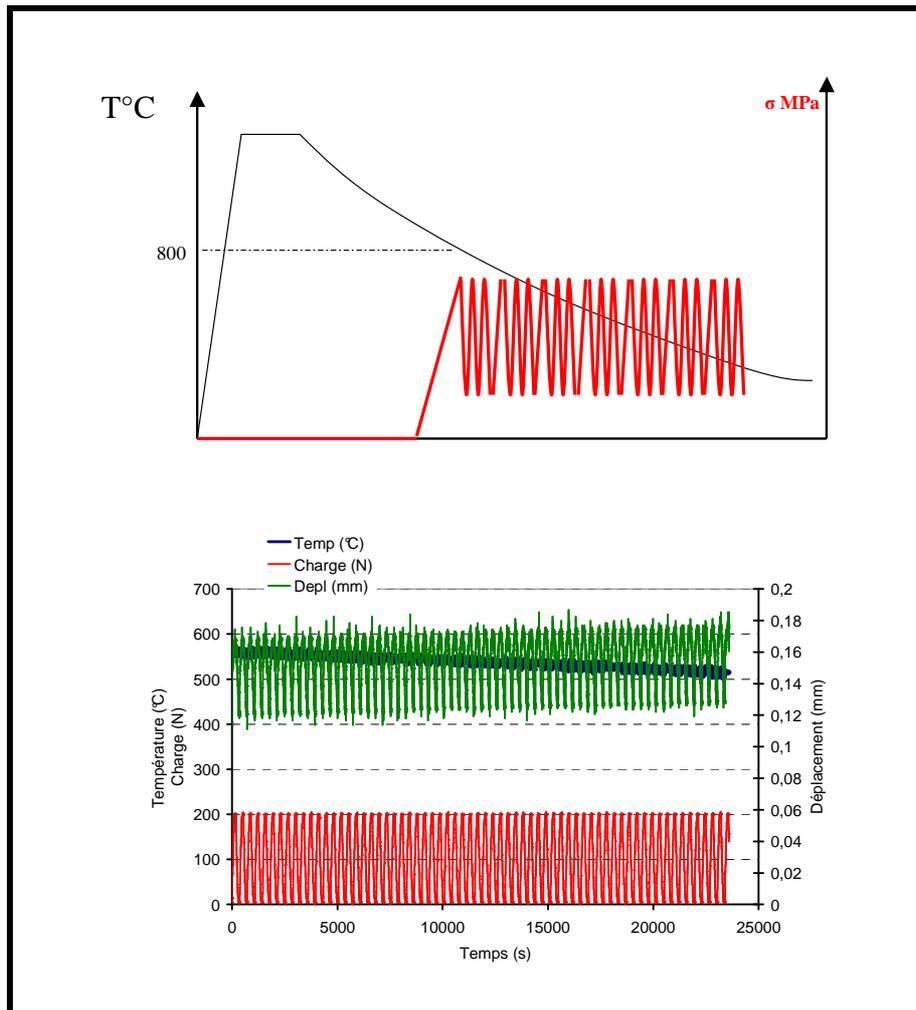


Figure A-4 : température et application de la contrainte dans le cas de la méthode F3P<sub>cst</sub>.

Pour une température donnée, le module d'Young se mesure par la pente de la courbe  $\sigma=f(\text{déformation})$ . Comme le cyclage est permanent, afin de minimiser les erreurs, nous avons choisi de prendre en compte au moins quatre cycles pour chaque température, et de moyenner les quatre pentes (Figure A-5) :

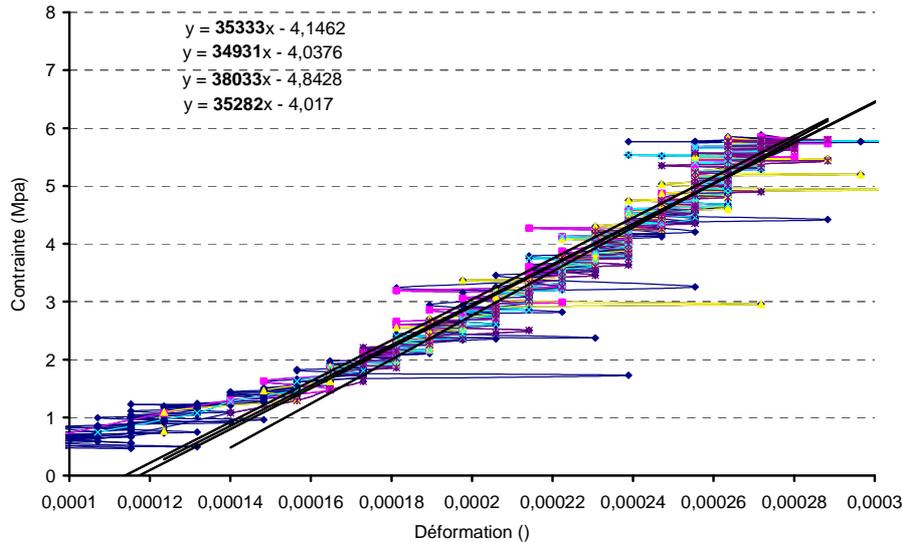


Figure A-5 : Exemple de mesure de module d'Young dans le cas de la méthode F3Ppalier.

Pour étudier l'influence du passage de la transformation de la zircone sur le module d'Young, nous avons également réalisé des essais sur la base de **F3P<sub>cst</sub>**, mais en chauffant uniquement jusqu'à 800°C et non pas jusqu'à 1500°C. De cette manière, l'éprouvette reste dans les conditions réelles d'après élaboration sans repasser la transformation de la zircone avant mesure de module (**F3P<sub>cst</sub>800**).

### A.1.3 Traction-compression alternée (TC<sub>alt</sub>)

Ces essais effectués sur des éprouvettes cylindriques d'un diamètre de 16mm et d'une longueur utile de 25mm ont été réalisés au GEMH de Limoges (*PAT 10*)

En fonction du matériau, voici les cyclages effectués avec une vitesse de 0,02MPa.s<sup>-1</sup> (ou 0,05 kN.s<sup>-1</sup>) :

- Matériau ZS : de 20°C à 900°C (+2 ; -2 MPa), et de 1100°C à 1300°C (+0,5 ; -0,5 MPa)
- Matériau ZB : 20°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 250°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 250°Cbis (+2 ; -2 MPa), 500°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 700°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 700°Cbis (+2 ; -2 MPa), 800°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 800°Cbis (+2 ; -2 MPa), 900°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 900°Cbis (+2 ; -2 MPa), 1100°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 1300°C (+0,5 ; -0,5 MPa), 1500°C (+0,2 ; -0,2 MPa)

Un exemple de résultat est présenté sur la figure A-6 :

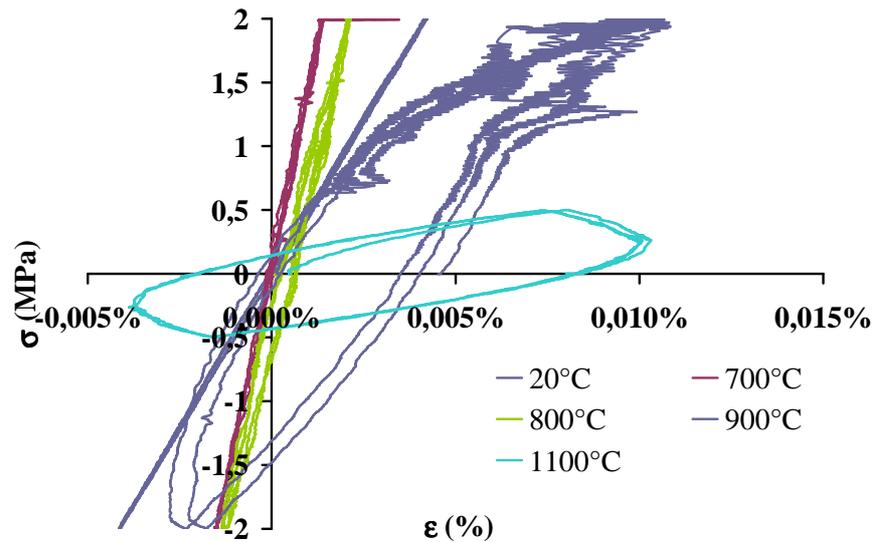


Figure A-6 : Exemple de courbes  $\sigma=f(\epsilon)$  dans le cas de la méthode  $TC_{alt}$ .

Pour tous les essais, les modules d'Young sont mesurés de manière empirique.

- si le chargement s'effectue entre +2 et -2 MPa :

$E_{traction\ init}$  : pente de la courbe de régression linéaire entre 0 et 0,5 MPa à la charge

$E_{compression}$  : pente de la courbe de régression linéaire entre 1,8 et 1,3 MPa à la décharge

$E_{traction}$  : pente de la courbe de régression linéaire entre -1,8 et -1,3 MPa à la charge

- si le chargement s'effectue entre +0,5 et -0,5 MPa :

$E_{traction\ init}$  : pente de la courbe de régression linéaire entre 0 et 0,5 MPa à la charge

$E_{compression}$  : pente de la courbe de régression linéaire entre 0 et -0,5 MPa à la décharge

$E_{traction}$  : pente de la courbe de régression linéaire entre -0 et -0,5 MPa à la charge

- si le chargement s'effectue entre +0,2 et -0,2 MPa :

Pas d'évaluation de module d'Young.

#### A.1.4 Récapitulatif

Le tableau A-1 propose un récapitulatif de toutes les méthodes utilisées dans le cadre du programme NOREV. Aux procédures précédemment décrites basées sur l'application d'une sollicitation mécanique, s'ajoute la méthode ultrasonore utilisée au GEMH :

	Température de chauffe	Descente en température	Contraintes		
<b>F3P<sub>palier</sub></b>	-Montée à 1500°C	-Descente par palier -durée palier : 1heure	-Flexion trois points -Cyclage de la contrainte uniquement sur les paliers de températures  -0,1MPa/s		
<b>F3P<sub>cst</sub></b>	-Montée à 1500°C	-Descente continue conforme au refroidissement réel	- Flexion trois points -Cyclage permanent de 800°C à TA -1,6N/s ou 0,05MPa/s		
<b>F3P<sub>cst</sub>800</b>	-Montée à 800°C	-Descente continue conforme au refroidissement réel	- Flexion trois points -Cyclage permanent de 800°C à TA -1,6N/s ou 0,05MPa/s		
<b>TC<sub>alt</sub></b>	-Montée à 1500°C		-Chargement alterné traction-compression -une éprouvette par température -0,02MPa/s ou 0,05kN/s		
			Mesure E <sub>trac init</sub>	Mesure E <sub>tract</sub>	Mesure E <sub>comp</sub>
<b>Ultrasonore</b>	Mesure ultrasonore				

Tableau A-4 : récapitulatif des différentes méthodes utilisées pour la mesure de Module d'Young.

## A.2 Résultats : Matériau ZS

### A.2.1 Méthode F3P<sub>palier</sub>

La figure A-7 représente les modules mesurés à partir de quatre essais par la méthode F3P<sub>palier</sub>. Pour les quatre éprouvettes, on remarque une augmentation du module au cours du refroidissement jusqu'à environ 800°C. Le durcissement du matériau au cours de la descente en température est donc transcrit ici par une augmentation du module jusqu'aux environs de 800°C, température de transition vitreuse du verre.

En dessous de 800°C et jusqu'à température ambiante, seul l'essai 2 révèle une baisse de module d'Young, les autres gardant un module sensiblement constant dans cet intervalle de température. Au cours de son refroidissement, le matériau THZ se rigidifie du fait de la diminution de la température (augmentation du module d'Young), mais il s'endommage également par microfissuration du fait de la différence de dilatation thermique entre la zircone et la phase vitreuse et d'anisotropie dilatométrique de dilatation des variants monocliniques (diminution du module d'Young).

Nous avons choisi de moyenniser les résultats des quatre éprouvettes et de déterminer une variation de module d'Young en fonction de la température par la méthode F3P<sub>palier</sub> (Figure A-8).

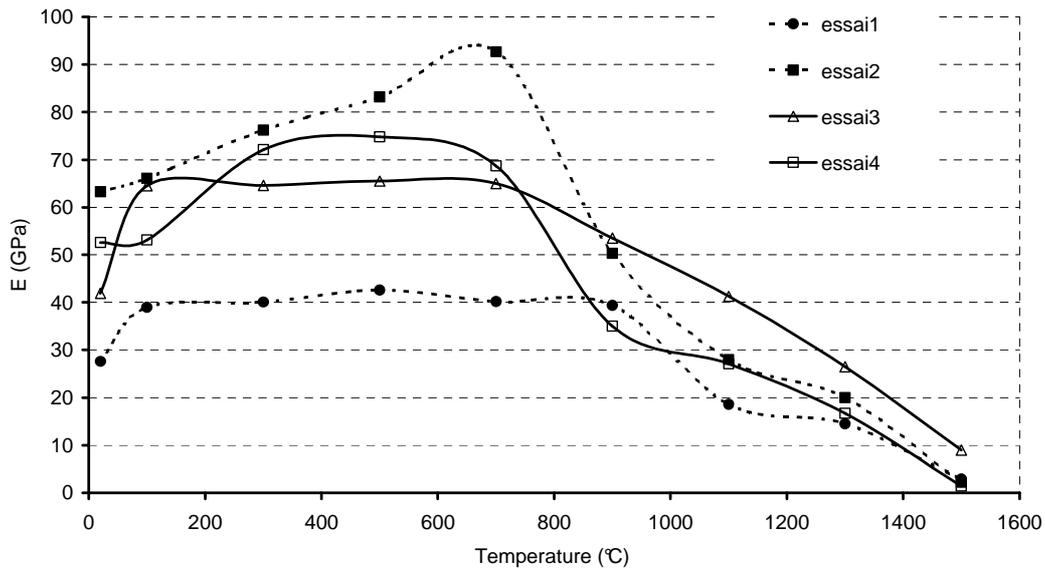


Figure A-7 : mesure de module d'Young par la méthode  $F3P_{\text{Palier}}$  (MINES-ParisTech) sur le matériau ZS, quatre essais.

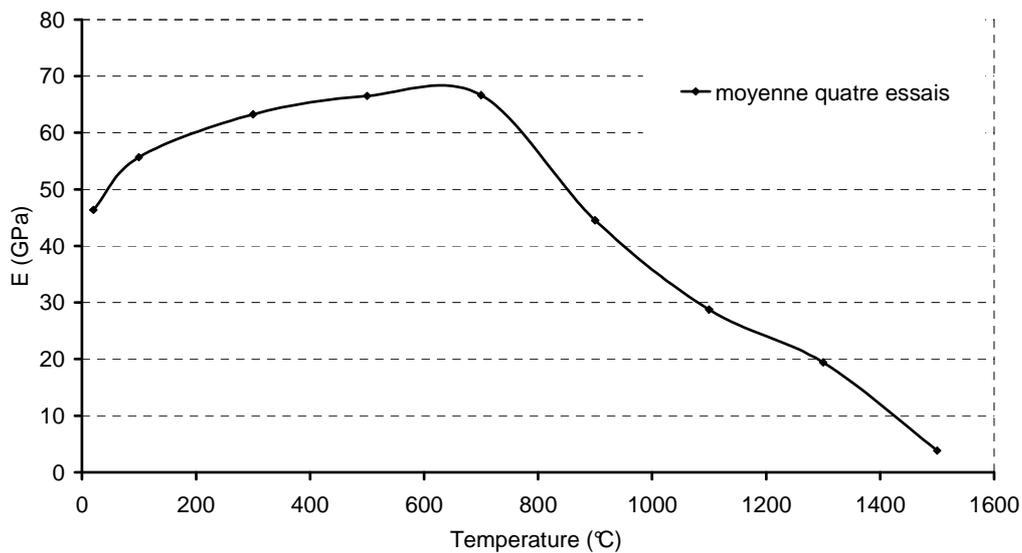


Figure A-8 : moyenne des mesures de module d'Young par la méthode  $F3P_{\text{Palier}}$  (MINES-ParisTech) sur le matériau ZS, quatre essais.

### A.2.2 Méthode $F3P_{\text{cst}}$ et $F3P_{\text{cst}800}$ .

Pour affiner les résultats entre 800°C et la température ambiante, nous avons appliqué au matériau ZS, la méthode  $F3P_{\text{cst}}$ . Cette méthode est plus précise puisque la descente en température n'est plus empirique et par palier mais défini par les conditions réelles de refroidissement. Le cyclage est permanent afin d'éviter des paliers de mesures. De plus, pour étudier l'influence de la transformation de la zircone, nous avons appliqué la méthode  $F3P_{\text{cst}800}$  où l'éprouvette n'est chauffée que jusqu'à 800°C, afin de la garder sous sa forme monoclinique et la méthode  $F3P_{\text{cst}}$ , avec un palier de plusieurs heures à 800°C pour éliminer les traces de la transformation de la zircone et restaurer ainsi le matériau. Trois essais ont

donc été réalisés et répertoriés sur la figure A-9, chaque méthode correspondant à une éprouvette différente :

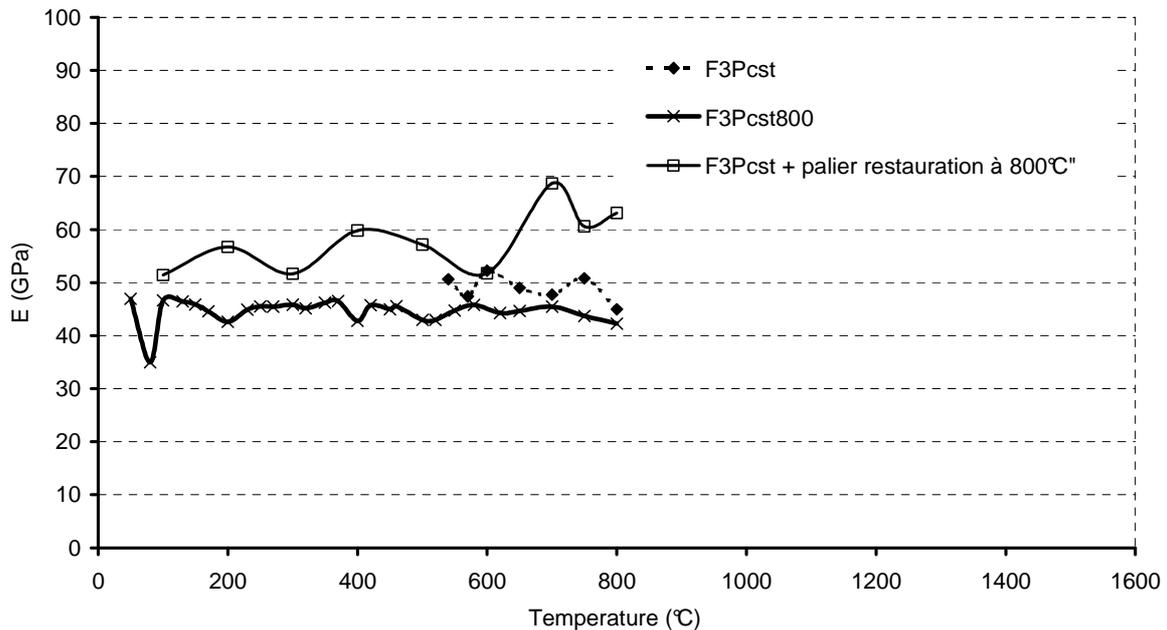


Figure A-9 : mesure de module d'Young par la méthode F3P<sub>cst</sub> et F3P<sub>cst</sub> 800 (MINES-ParisTech) sur le matériau ZS, trois essais.

Ces mesures appellent deux observations :

- un module constant entre 800°C et la température ambiante. Il semblerait, que l'endommagement par microfissuration soit compensé par la rigidification du matériau due au refroidissement.
- il n'existe pas d'influence manifeste de la transformation de la zircone.

Les essais de flexion trois points réalisés au Centre des Matériaux indiquent donc une augmentation du module de 1500°C jusqu'à 800°C puis un maintien de ce module autour de 60GPa jusqu'à température ambiante.

### A.2.3 Méthode TC<sub>alt</sub> (GEMH)

Suivant la pente de régression linéaire considérée, il existe trois évolutions de module d'Young en fonction de la température :  $E_{\text{traction init}}$ ,  $E_{\text{traction}}$  et  $E_{\text{compression}}$ . Les résultats pour le matériau ZS sont présentés sur la figure A-10 :

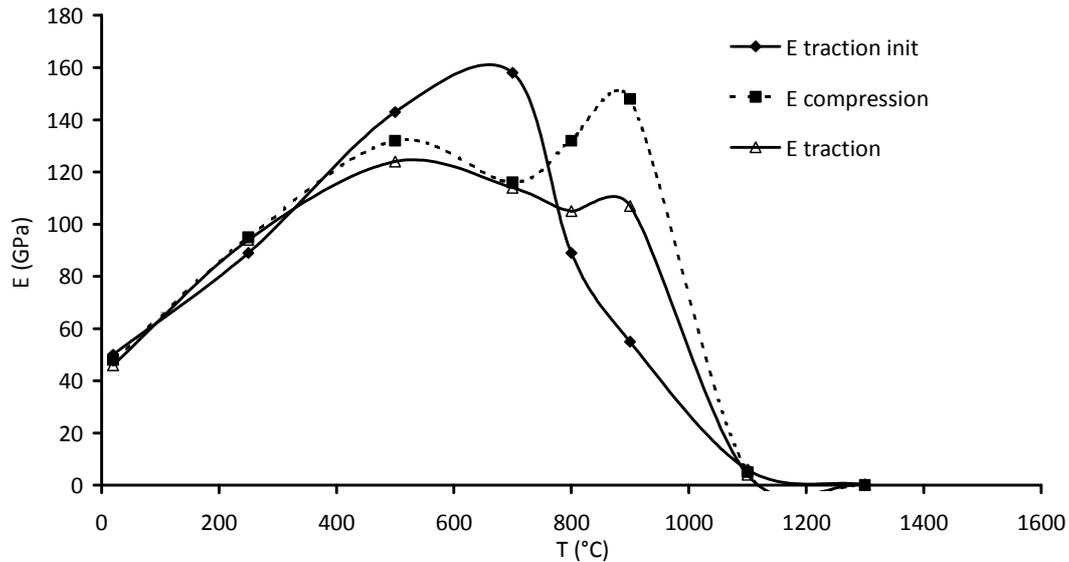


Figure A-10 : mesure de module d'Young par la méthode  $TC_{alt}$  (GEMH) sur le matériau ZS.

On retrouve, avec cette méthode, une augmentation du module d'Young de 1300°C à 800°C environ. La rigidification du matériau avec le refroidissement est ici aussi mise en évidence. Cependant, la valeur maximale atteinte à 800°C est beaucoup plus élevée en traction et compression qu'en flexion trois points. Elle peut atteindre 160GPa contre un maximum de 70GPa en flexion trois points. La discussion reste ouverte quant à cette valeur très élevée, peut-être dû à l'alternance de la contrainte qui développerait une forme d'écrasement. Des essais de cyclage en traction-traction et compression-compression permettraient de confirmer ou d'infirmer cette hypothèse.

De 800°C à température ambiante, on observe pour les trois courbes une diminution du module d'Young jusqu'à une valeur de 50GPa, valeur que l'on retrouve dans le cas de la flexion trois points. L'endommagement se manifeste donc à travers les trois méthodes de mesure entre 800°C et la température ambiante.

Comme l'auteur de ces essais (C.Patapy 10), nous avons fait le choix de ne considérer que les valeurs de E traction init pour la comparaison avec les autres méthodes.

#### A.2.4 Récapitulatif des résultats du matériau ZS et conclusions

La figure A-11 retrace les évolutions du module d'Young en fonction de la température pour le matériau ZS par les différentes méthodes précédemment citées, ainsi que par la méthode ultrasonore :

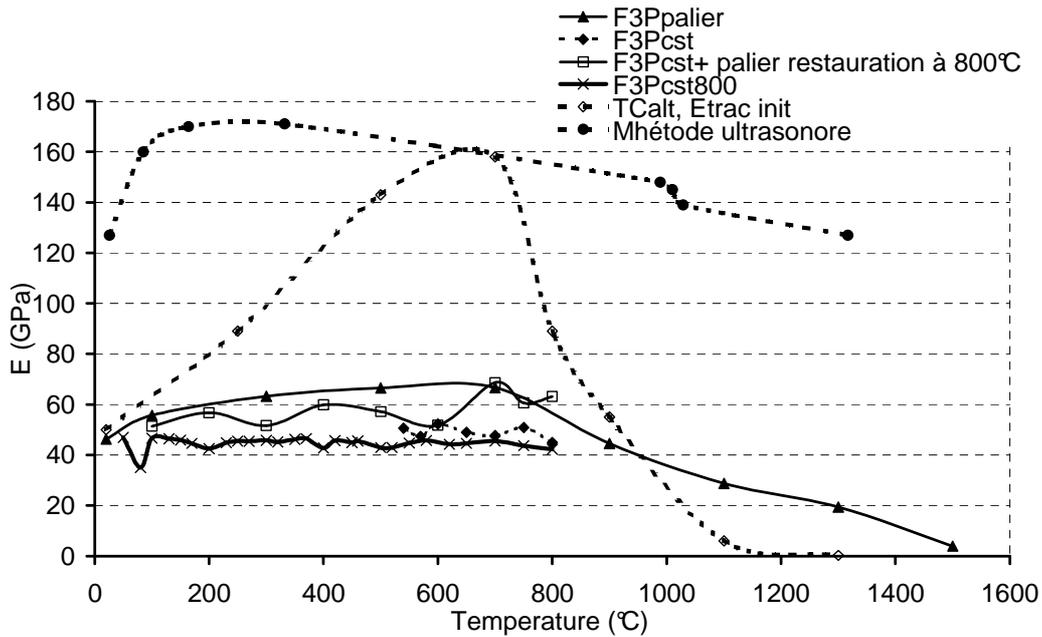


Figure A-11 : récapitulatif des mesures de module d'Young sur le matériau ZS. (MINES-ParisTtech et GEMH)

Les mesures ultrasonores à haute températures ne révèlent pas de rigidification du matériau : entre 1500°C et 800°C les valeurs restent très élevées. Ce phénomène est sans doute à rapprocher du comportement de la phase vitreuse qui, n'ayant plus qu'une rigidité très faible à ces températures, continue néanmoins à transmettre les ondes ultrasonores. Nous considérerons qu'entre 1500°C et 800°C c'est la tendance à la rigidification et à l'augmentation du module d'Young indiquée par les différentes méthodes mécaniques qui est la plus réaliste.

Les doutes qui subsistent aujourd'hui concernent la valeur maximale atteinte à 800°C, très différentes (du simple au triple), entre la flexion trois points et la traction-compression alternée, ainsi que la tendance entre 800°C et température ambiante : une baisse de module d'Young traduisant l'endommagement dans le cas des essais  $TC_{alt}$ , ou une évolution constante observée lors des essais de flexion trois points, traduisant une compensation de l'endommagement par la rigidification due à la baisse de la température.

### A.3 Résultat : Matériau ZB

#### A.3.1 Méthode F3P<sub>palier</sub>

Dans le cas du matériau ZB il a été très difficile de mesurer une évolution de module d'Young en fonction de la température par la méthode F3P<sub>palier</sub>. En effet, dans la plupart des cas, survenait une fissuration de l'éprouvette à haute température rendant impossible les mesures.

Les quelques valeurs obtenues par cette méthode sont répertoriées dans la figure A-12, et la moyenne des quatre essais sur la figure A-13 :

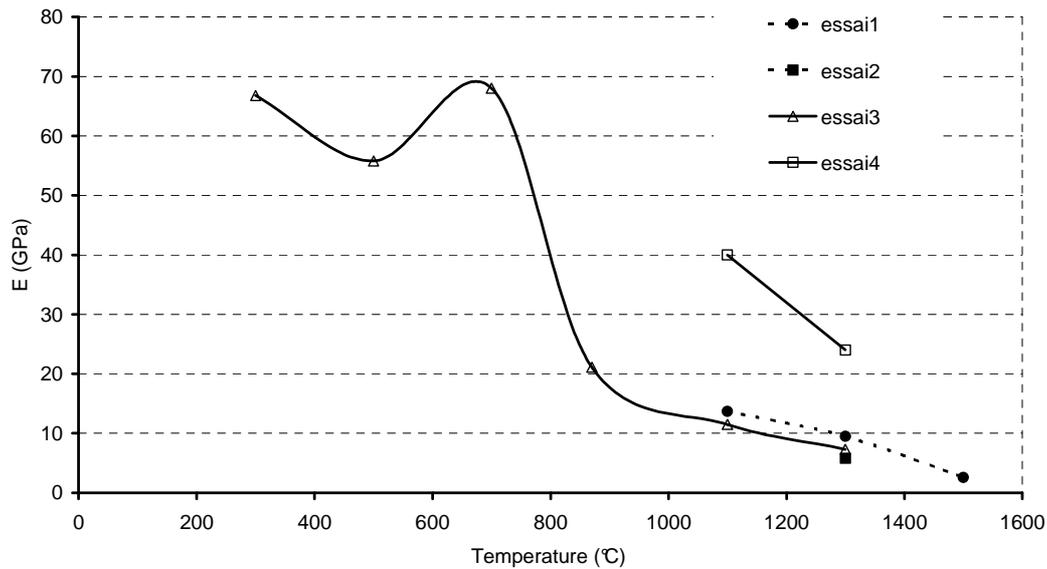


Figure A-12 : mesure de module d'Young par la méthode F3P<sub>Palier</sub> (MINES-ParisTech) sur le matériau ZB, quatre essais.

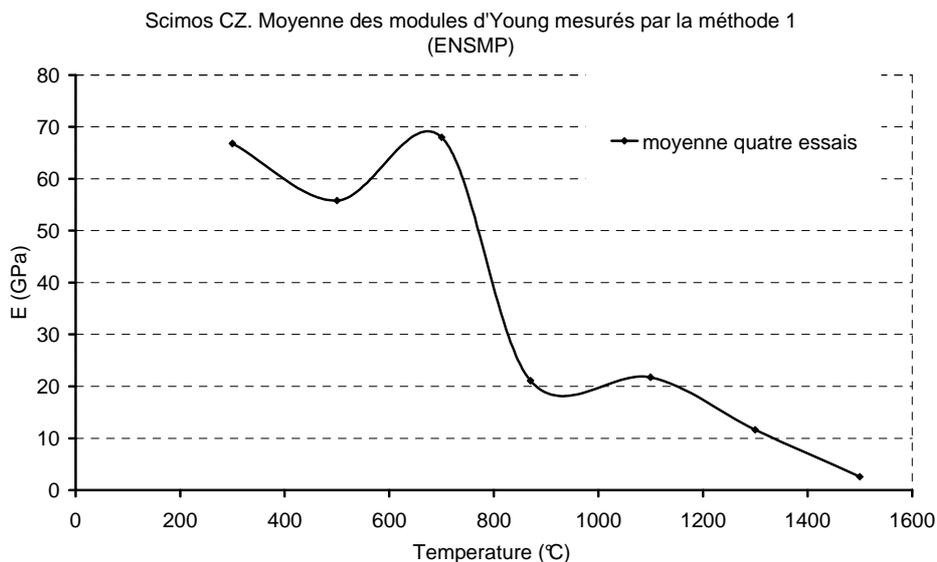


Figure A-13 : moyenne des mesures de module d'Young par la méthode F3P<sub>Palier</sub> (MINES-ParisTech) sur le matériau ZB, quatre essais.

Le cas du matériau ZB révèle la même tendance que pour le matériau ZS, à savoir une augmentation du module d'Young entre 1500°C et 800°C, une valeur maximale de 70GPa et une tendance sensiblement constante entre 800°C et la température ambiante. Cette tendance constante jusqu'à température ambiante sera ultérieurement confirmée par les essais **F3P<sub>est</sub>**.

### A.3.2 Méthode $F3P_{cst}$ et $F3P_{cst800}$ .

Comme pour le matériau ZS, nous avons affiné les mesures entre 800°C et température ambiante en réalisant des mesures en flexion trois points avec une descente en température continue et un cyclage permanent en contrainte. Nous avons également réalisé un essai en gardant la zirconie dans son état monoclinique pour étudier l'influence de la transformation de la zirconie. Les résultats sont présentés dans la figure A-14 :

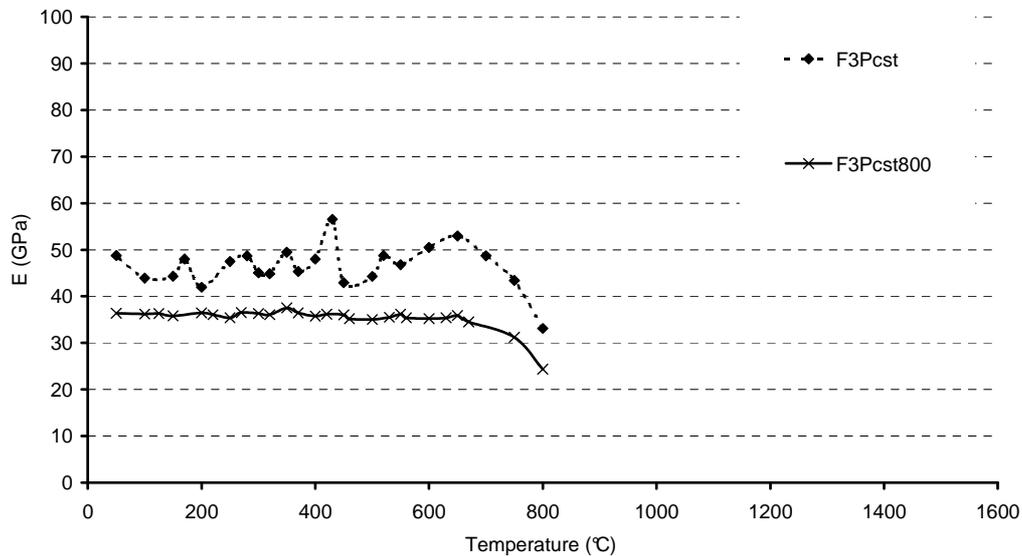


Figure A-14 : mesure de module d'Young par la méthode  $F3P_{cst}$  et  $F3P_{cst800}$  (MINES-ParisTech) sur le matériau ZB, deux essais.

Ces essais confirment une constance du module d'Young entre 800°C et la température ambiante, sans influence notable de la transformation de la zirconie, comme dans le cas du matériau ZS.

### A.3.3 Méthode $TC_{alt}$ (GEMH) et ultrasonore

La méthode  $TC_{alt}$ , permet de mesurer trois évolutions de module d'Young en fonction de la température, suivant la pente considérée. La figure A-15 illustre les résultats de  $E_{tractioninit}$ ,  $E_{traction}$  et  $E_{compression}$ . Comme dans le cas du matériau ZS, l'auteur de ces essais a choisi les valeurs  $E_{traction}$  init comme valeurs de référence (C.Patapy 10). Nous avons comparé ces valeurs avec les mesures ultrasonores (Figure A-16).

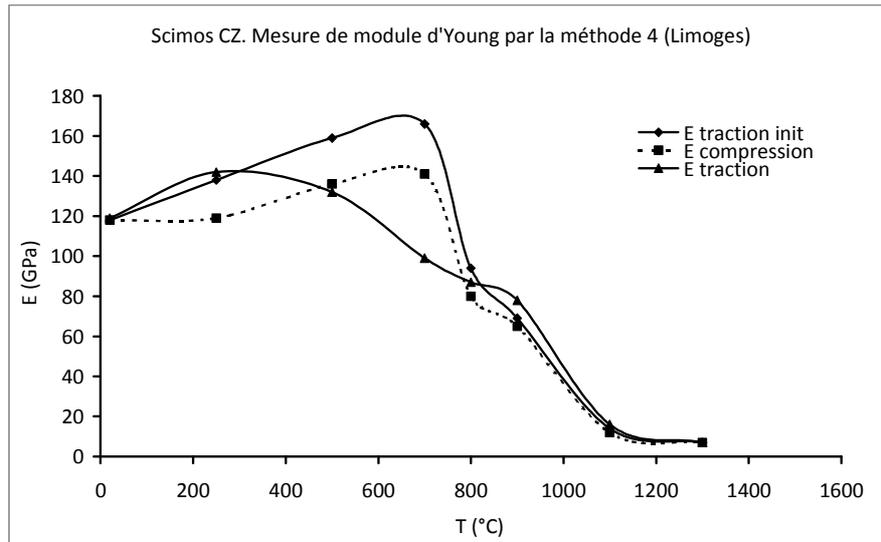


Figure A-15 : mesure de module d'Young par la méthode  $TC_{alt}$  (GEMH) sur le matériau ZS.

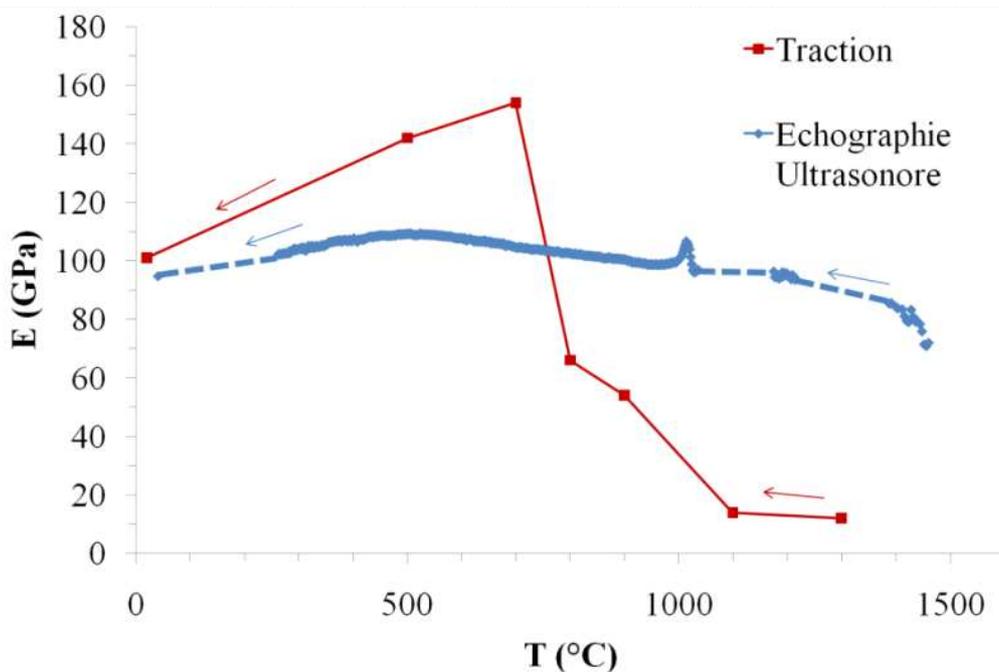


Figure A-16 : mesure de module d'Young par la méthode ultrasonore (GEMH) sur le matériau ZB.

Entre 1500°C et 800°C, les valeurs des mesures ultrasonores sont encore une fois très élevées et ne seront pas retenues. En revanche, les valeurs de E traction init seront considérées comme valeurs de référence à haute température. Il existe toujours une rigidification du matériau traduite par une augmentation du module d'Young avec le refroidissement. Néanmoins, la valeur maximale atteinte est ici aussi très élevée, elle atteint 160GPa, contre 70GPa en flexion trois points. Rappelons que cette valeur est peut-être attribuable à la nature alternée des contraintes.

### A.3.4 Récapitulatif des résultats du matériau ZB et conclusions

La figure A-17 retrace les résultats d'évolution du module d'Young en fonction de la température pour le matériau ZB, mesurés par les différentes méthodes précédemment citées :

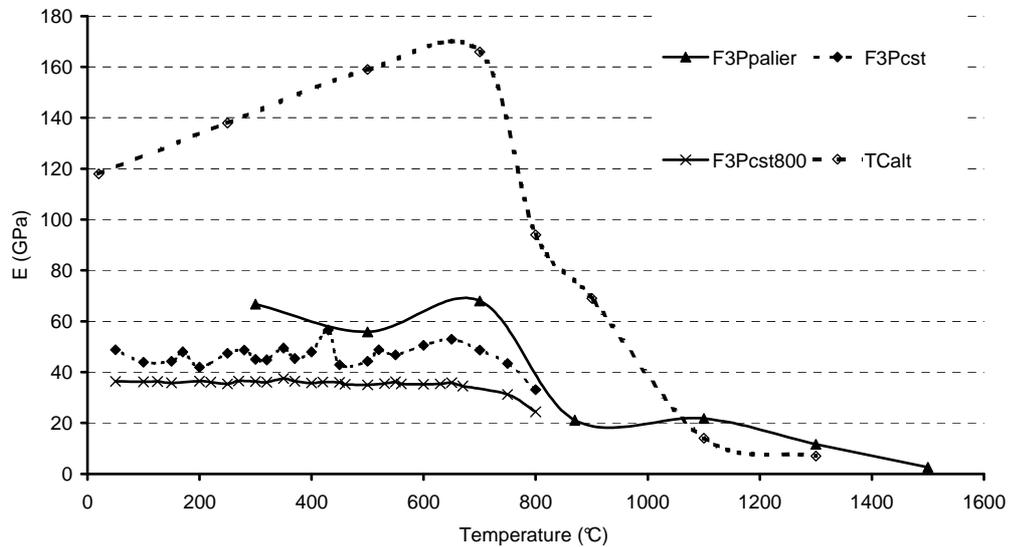


Figure A-17 : récapitulatif des mesures de module d'Young sur le matériau ZB. (MINES-ParisTtech et GEMH)

Entre 1500°C et 800°C, l'augmentation du module d'Young observée traduirait la rigidification du matériau ZB. En revanche, entre 800°C et la température ambiante, encore une fois, les essais de  $TC_{alt}$  et de flexion trois points produisent une évolution de module différente en fonction de la température, une diminution dans un cas et une constance dans l'autre cas.

## A.4 Comparaison entre le matériau ZS et matériau ZB

On sait que, pour les deux matériaux, le module d'Young augmente entre 1500°C et 800°C. Ensuite, entre 800°C et la température ambiante, le doute existe entre une évolution constante du module et une diminution du module. Nous avons cherché par la suite à comparer ces évolutions entre les deux matériaux.

La figure A-18 compare les résultats de la méthode  $F3P_{palier}$ , la figure A-19 ceux de la méthode  $F3P_{cst}$  et, enfin, la figure A-20 ceux de la méthode  $TC_{alt}$

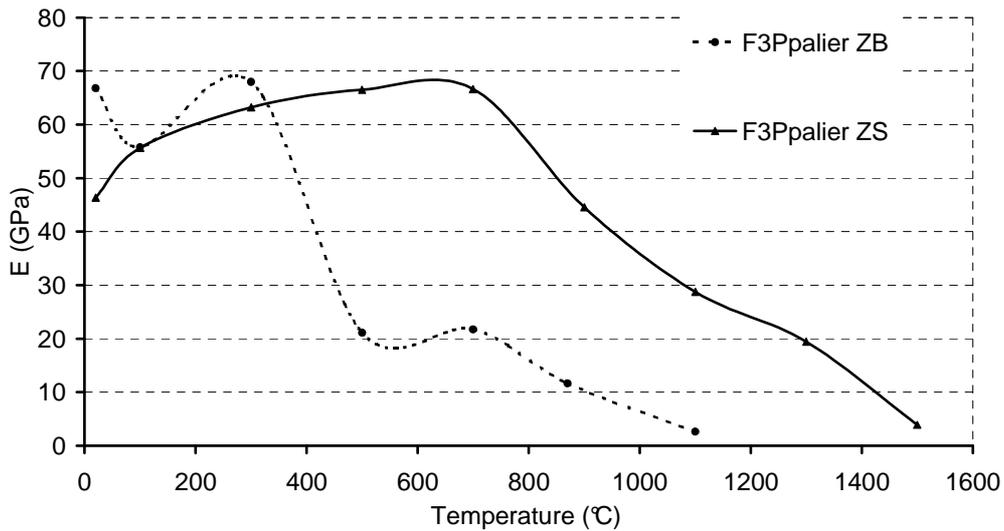


Figure A-18 : comparaison des évolutions de module d'Young par la méthode F3P<sub>palier</sub> entre les matériaux ZS et ZB (MINES-Paristech).

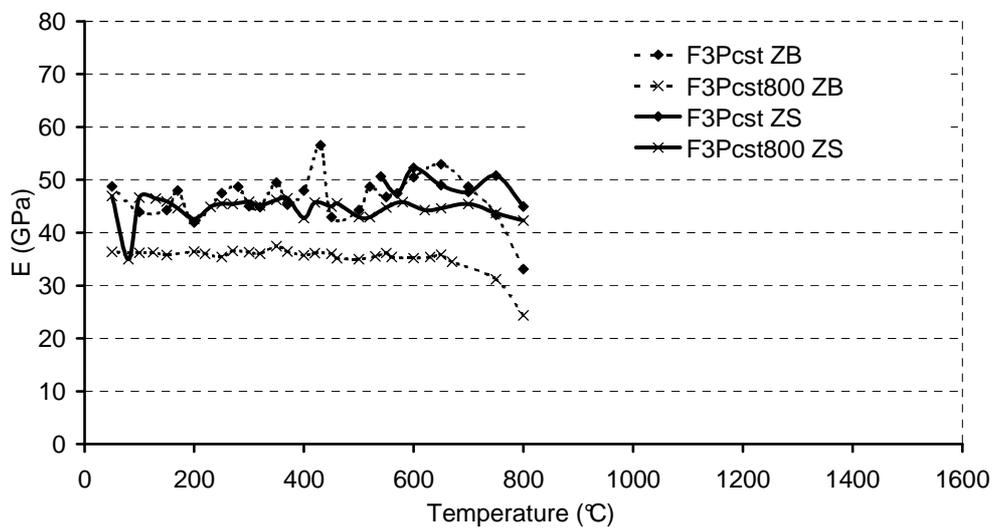


Figure A-19 : comparaison des évolutions de module d'Young par la méthode F3P<sub>cst</sub> entre les matériaux ZS et ZB (MINES-Paristech).

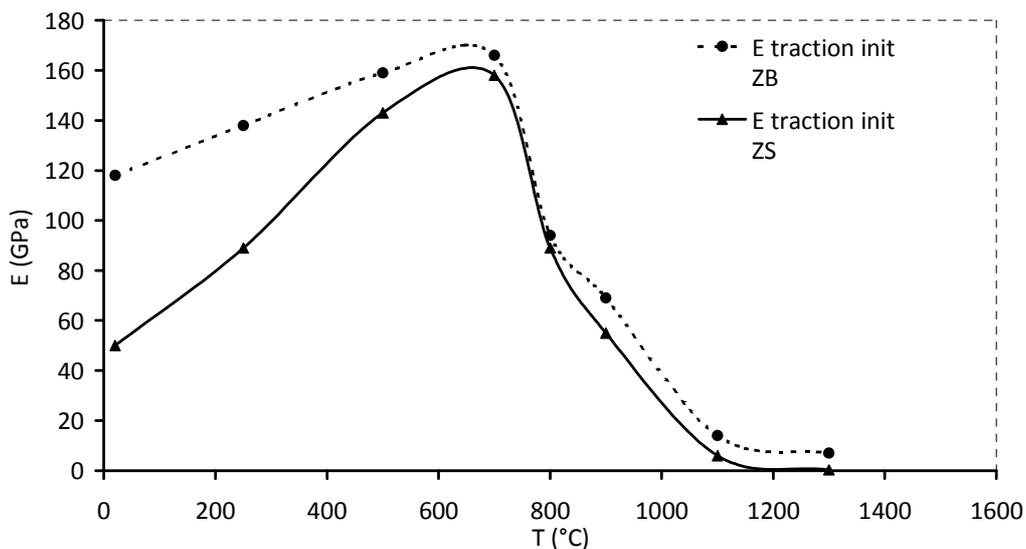


Figure A-20 : comparaison des évolutions de module d'Young par la méthode F3P<sub>cst</sub> entre les matériaux ZS et ZB (GEMH).

Outre la différence relevée entre les essais de TC alt et de flexion trois points sur l'évolution du module entre 800°C et la température ambiante, il n'existe pas de réelle différence significative entre les matériaux.

Nous avons donc adopté, dans nos travaux, une stratégie d'encadrement envisageant plusieurs hypothèses d'évolution de module d'Young en fonction de la température entre 800°C et 20°C. Nous n'avons pas considéré de différence entre les deux matériaux en ce qui concerne le module d'Young (cf. chapitre 2), dans la mesure où tous les comportements observés restaient compris entre nos bornes d'étude.

## Liste des figures de l'annexe A :

Tableau A-1 : Récapitulatif des différentes méthodes utilisées pour la mesure de Module d'Young.....	256
Figure A-1 : Température et application de la contrainte dans le cas de la méthode $F3P_{palier}$ .....	251
Figure A-2 : Exemple de mesure de module d'Young dans le cas de la méthode $F3P_{palier}$ .....	252
Figure A-3 : Descente en température dans les conditions réelles de refroidissement.....	252
Figure A-4 : Température et application de la contrainte dans le cas de la méthode $F3P_{cst}$ .....	253
Figure A-5 : Exemple de mesure de module d'Young dans le cas de la méthode $F3P_{palier}$ .....	254
Figure A-6 : Exemple de courbes $\sigma=f(\varepsilon)$ dans le cas de la méthode $TC_{alt}$ .....	255
Figure A-7 : Mesure de module d'Young par la méthode $F3P_{palier}$ (MINES-ParisTech) sur le matériau ZS. Quatre essais.....	257
Figure A-8 : Moyenne des mesures de module d'Young par la méthode $F3P_{palier}$ (MINES-ParisTech) sur le matériau ZS. Quatre essais.....	257
Figure A-9 : Mesure de module d'Young par la méthode $F3P_{cst}$ et $F3P_{cst} 800$ (MINES-ParisTech) sur le matériau ZS. Trois essais.....	258
Figure A-10 : Mesure de module d'Young par la méthode $TC_{alt}$ (GEMH) sur le matériau ZS.....	259
Figure A-11 : Récapitulatif des mesures de module d'Young sur le matériau ZS. (ParisTech et GEMH).....	260
Figure A-12 : Mesure de module d'Young par la méthode $F3P_{palier}$ (MINES-ParisTech) sur le matériau ZB. Quatre essais.....	261
Figure A-13 : Moyenne des mesures de module d'Young par la méthode $F3P_{palier}$ (MINES-ParisTech) sur le matériau ZB. Quatre essais.....	261
Figure A-14 : Mesure de module d'Young par la méthode $F3P_{cst}$ et $F3P_{cst} 800$ (MINES-ParisTech) sur le matériau ZB. Deux essais.....	262
Figure A-15 : Mesure de module d'Young par la méthode $TC_{alt}$ (GEMH) sur le matériau ZS.....	263
Figure A-16 : Mesure de module d'Young par la méthode ultrasonore (GEMH) sur le matériau ZB. ....	263
Figure A-17 : Récapitulatif des mesures de module d'Young sur le matériau ZB. (ParisTech et GEMH).....	264
Figure A-18 : Comparaison des évolutions de module d'Young par la méthode $F3P_{palier}$ entre le matériau ZS et ZB, (Paristech )......	265
Figure A-19 : Comparaison des évolutions de module d'Young par la méthode $F3P_{cst}$ entre le matériau ZS et ZB, (Paristech )......	265
Figure A-19 : Comparaison des évolutions de module d'Young par la méthode $F3P_{cst}$ entre le matériau ZS et ZB, (GEMH). ....	265



---

## **ANNEXE B**

### **Fluage des trois matériaux ZS, ZB et ZY en flexion trois points**

---



## Sommaire

<b>B-1</b>	<b>Matériau ZS</b>	<b>273</b>
B.1.1	Essais réalisés à 1400°C	273
B.1.2	Essais réalisés à 1350°C	275
B.1.3	Essais réalisés à 1300°C	275
<b>B-2</b>	<b>Matériau ZB</b>	<b>276</b>
B.2.1	Essais réalisés à 1400°C	276
B.2.2	Essais réalisés à 1350°C	278
B.2.3	Essais réalisés à 1300°C	278
<b>B-3</b>	<b>Matériau ZY</b>	<b>279</b>
B.3.1	Essais réalisés à 1400°C	279
B.3.2	Essais réalisés à 1350°C et 1300°C	279



## B-1 Matériau ZS

### B.1.1 Essais réalisés à 1400°C

#### B.1.1.1 Sous 0.5 MPa

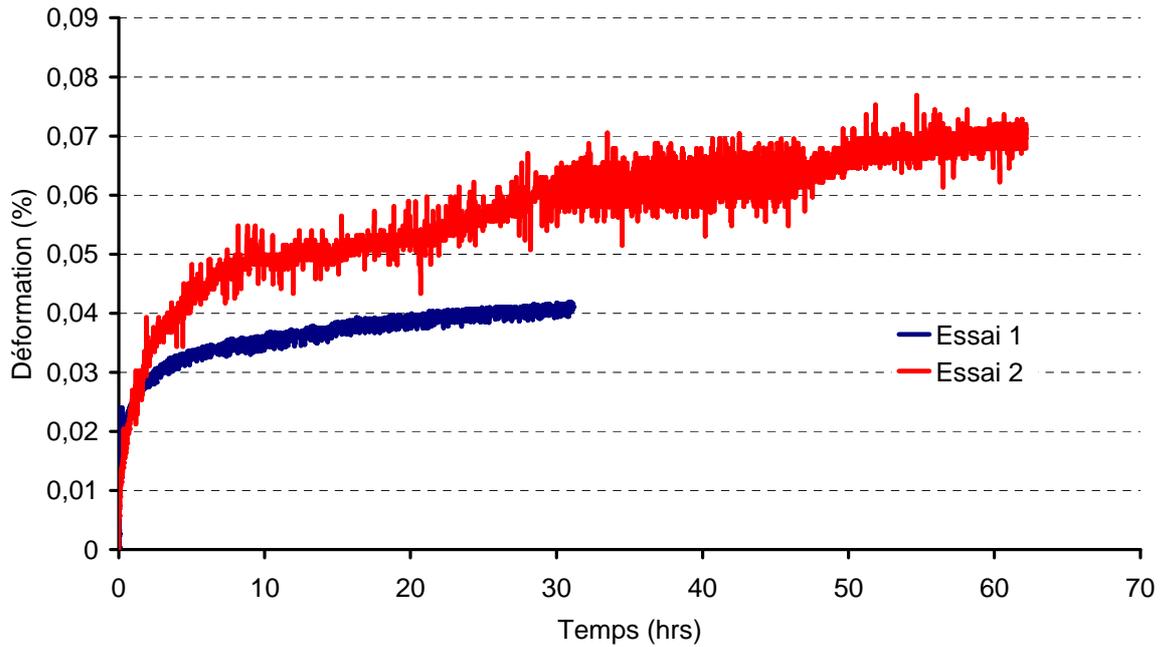


Figure B-21 : évolution de la déformation du matériau ZS en fonction du temps sous une contrainte de 0.5 MPa, 1400°C.

B.1.1.2 Sous 1 MPa

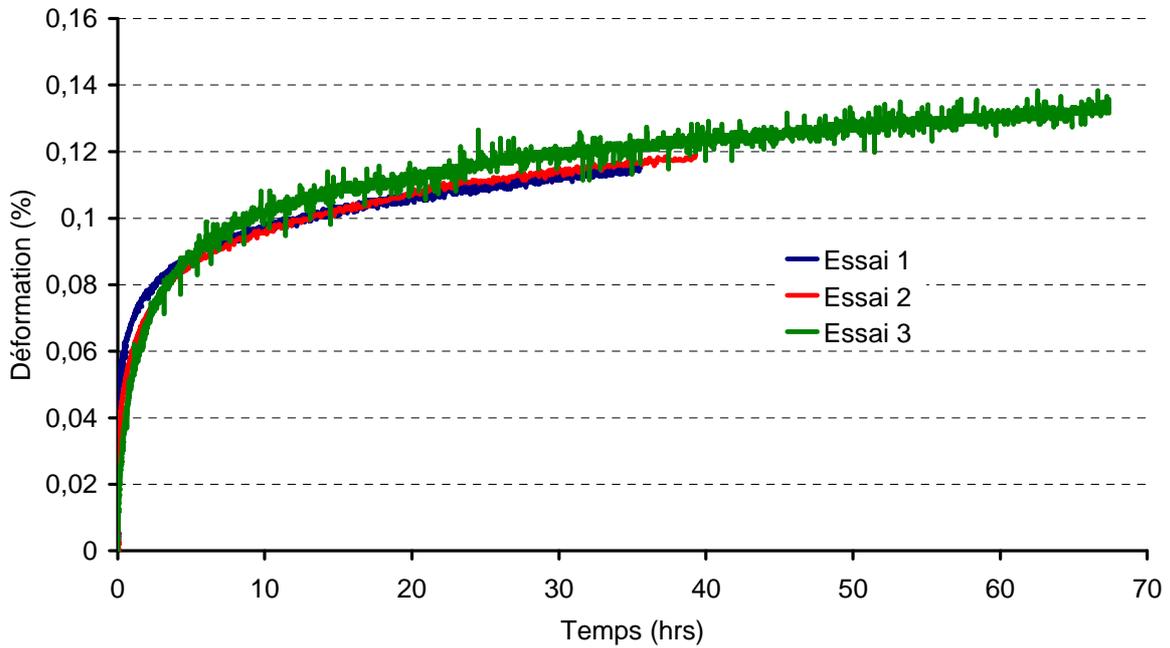


Figure B-22 : évolution de la déformation du matériau ZS en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1400°C.

B.1.1.3 Sous 2 MPa

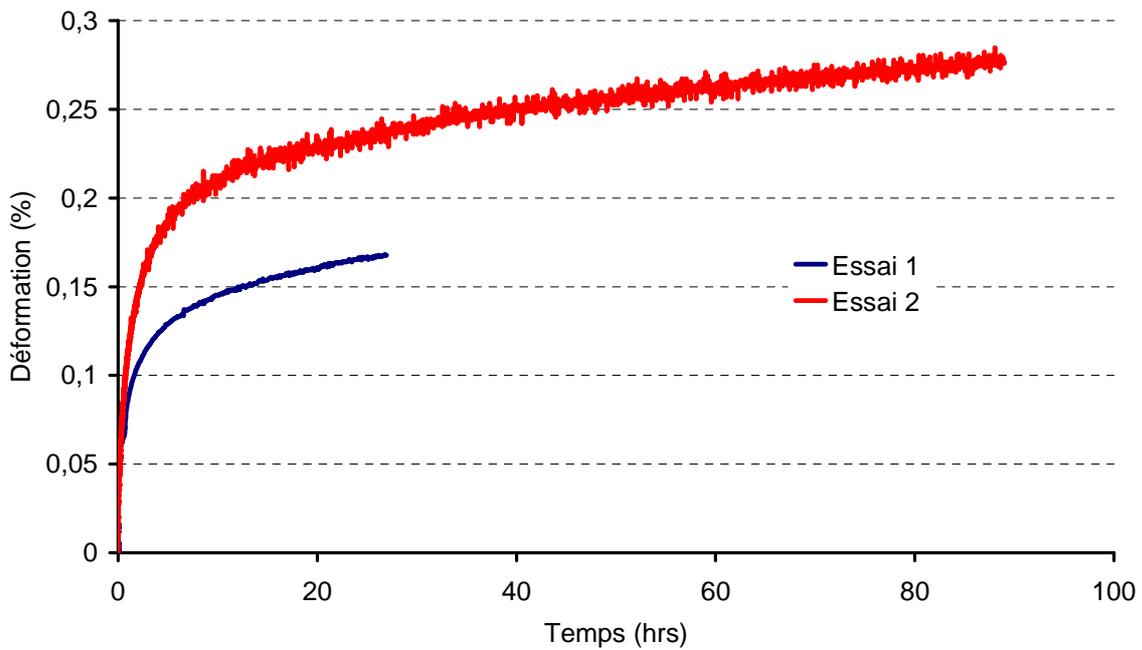


Figure B-23 : évolution de la déformation du matériau ZS en fonction du temps sous une contrainte de 2 MPa, 1400°C.

### B.1.2 Essais réalisés à 1350°C

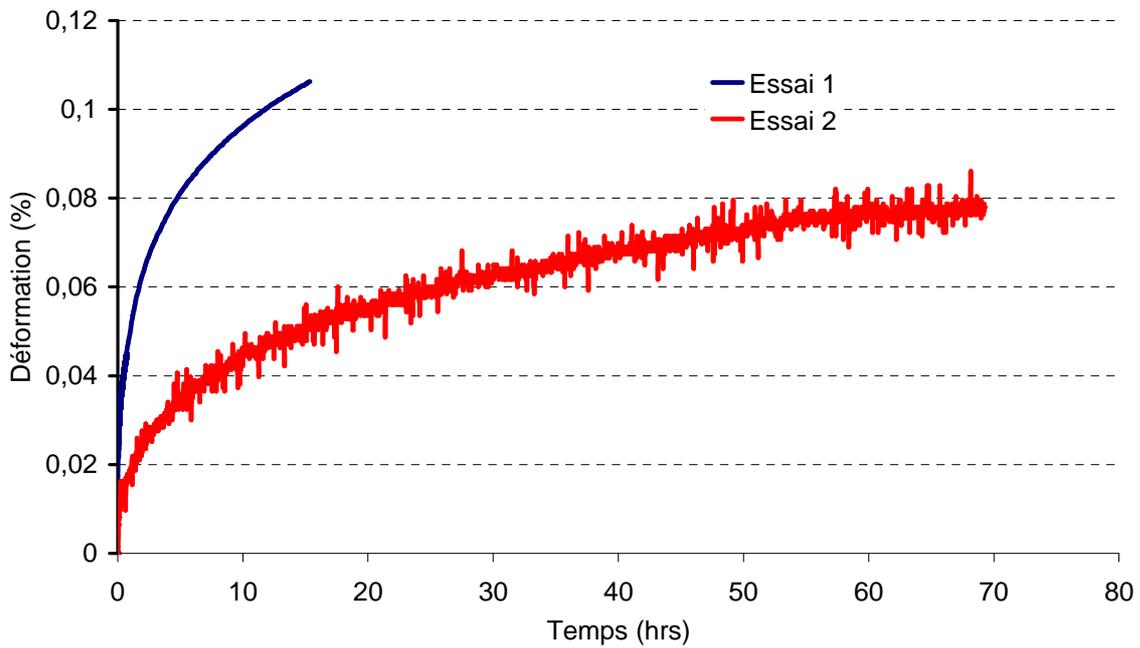


Figure B-24 : évolution de la déformation du matériau ZS en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1350°C.

### B.1.3 Essais réalisés à 1300°C

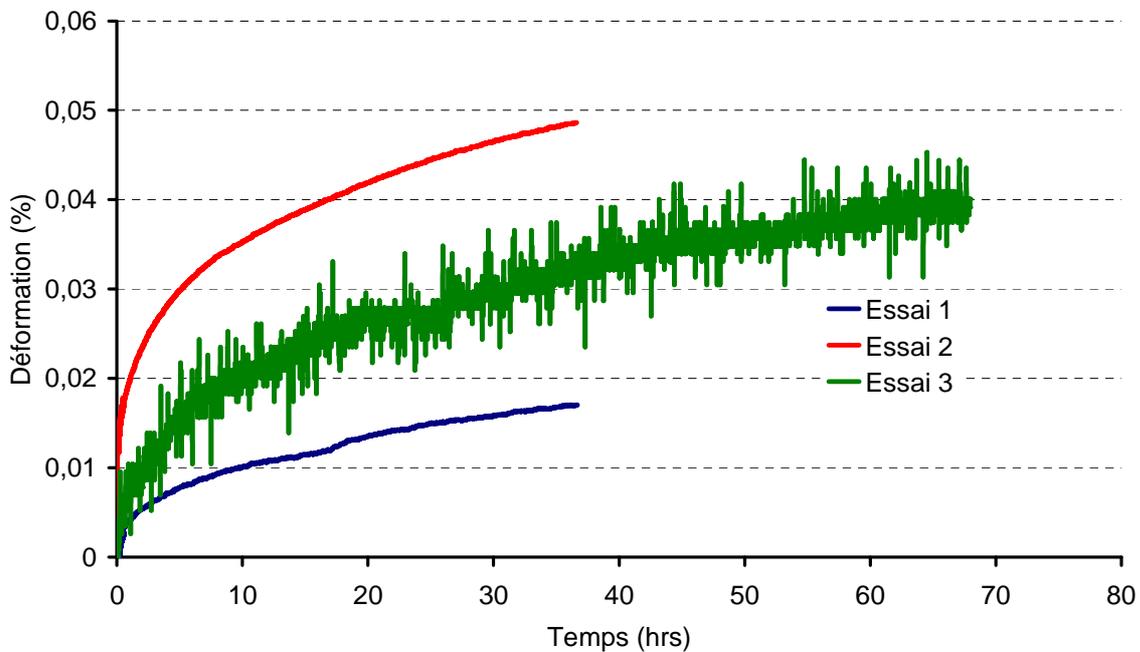


Figure B-25 : évolution de la déformation du matériau ZS en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1300°C.

## B-2 Matériau ZB

### B.2.1 Essais réalisés à 1400°C

#### B.2.1.1 Sous 0.5 MPa

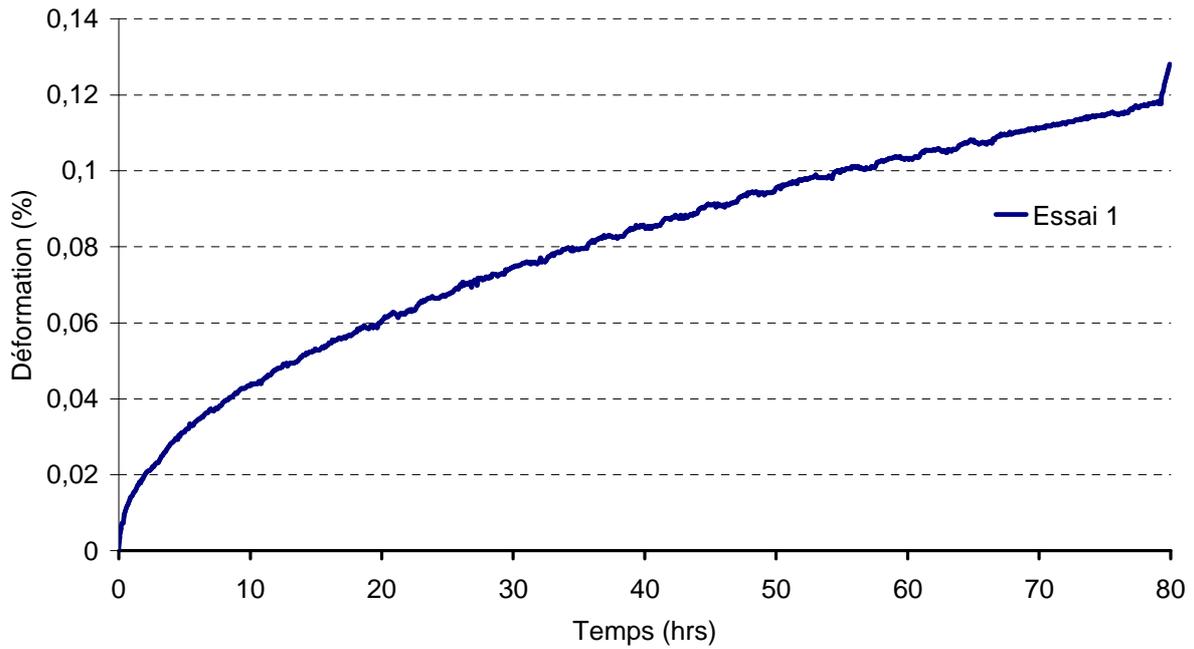


Figure B-26 : évolution de la déformation du matériau ZB en fonction du temps sous une contrainte de 0.5 MPa, 1400°C.

B.2.1.2 Sous 1 MPa

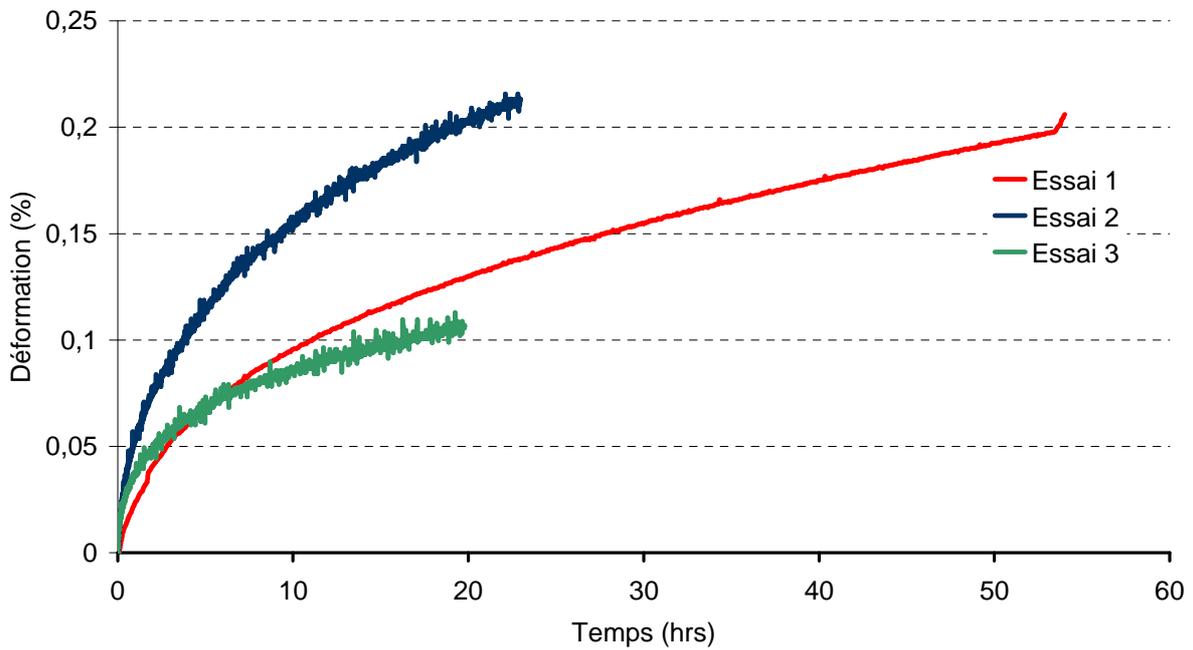


Figure B-27 : évolution de la déformation du matériau ZB en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1400°C.

B.2.1.3 Sous 2 MPa

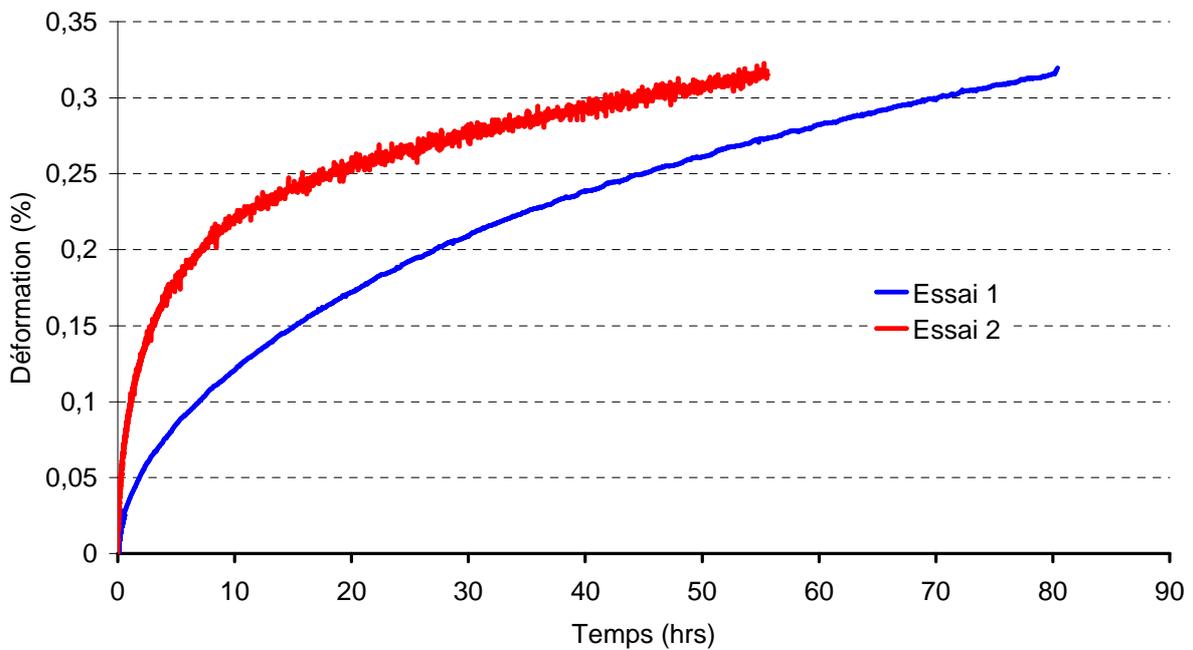


Figure B-28 : évolution de la déformation du matériau ZB en fonction du temps sous une contrainte de 2 MPa, 1400°C.

### B.2.2 Essais réalisés à 1350°C

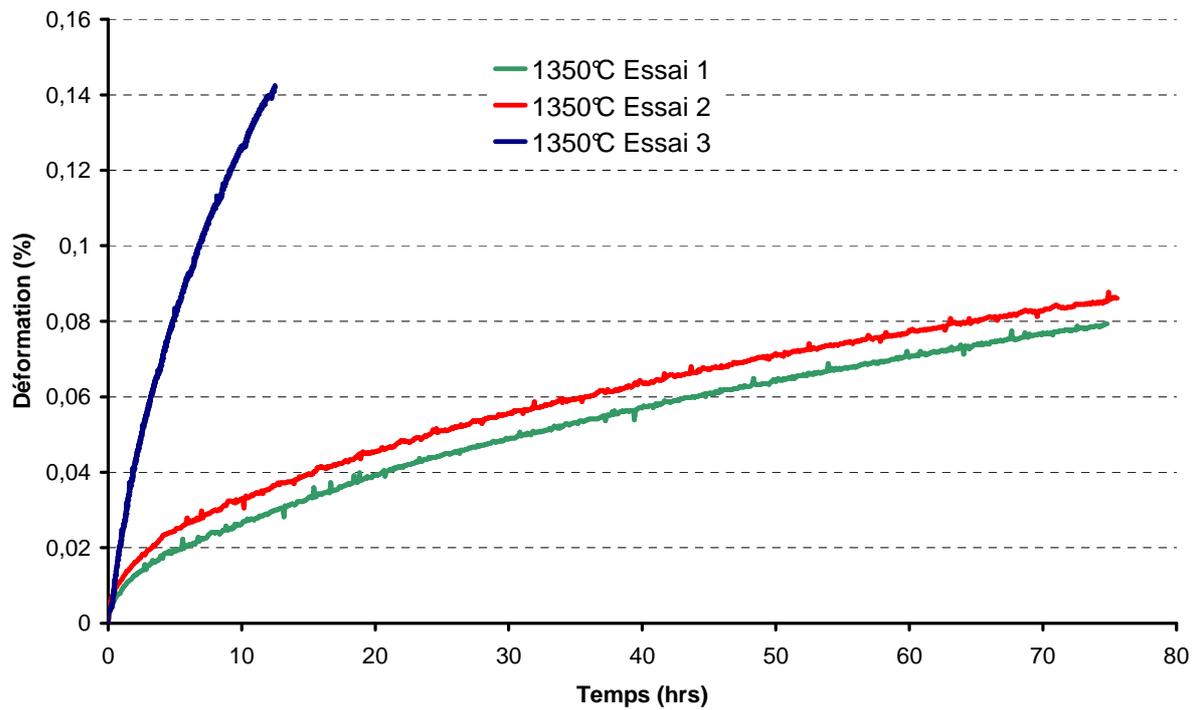


Figure B-29 : évolution de la déformation du matériau ZB en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1350°C.

### B.2.3 Essais réalisés à 1300°C

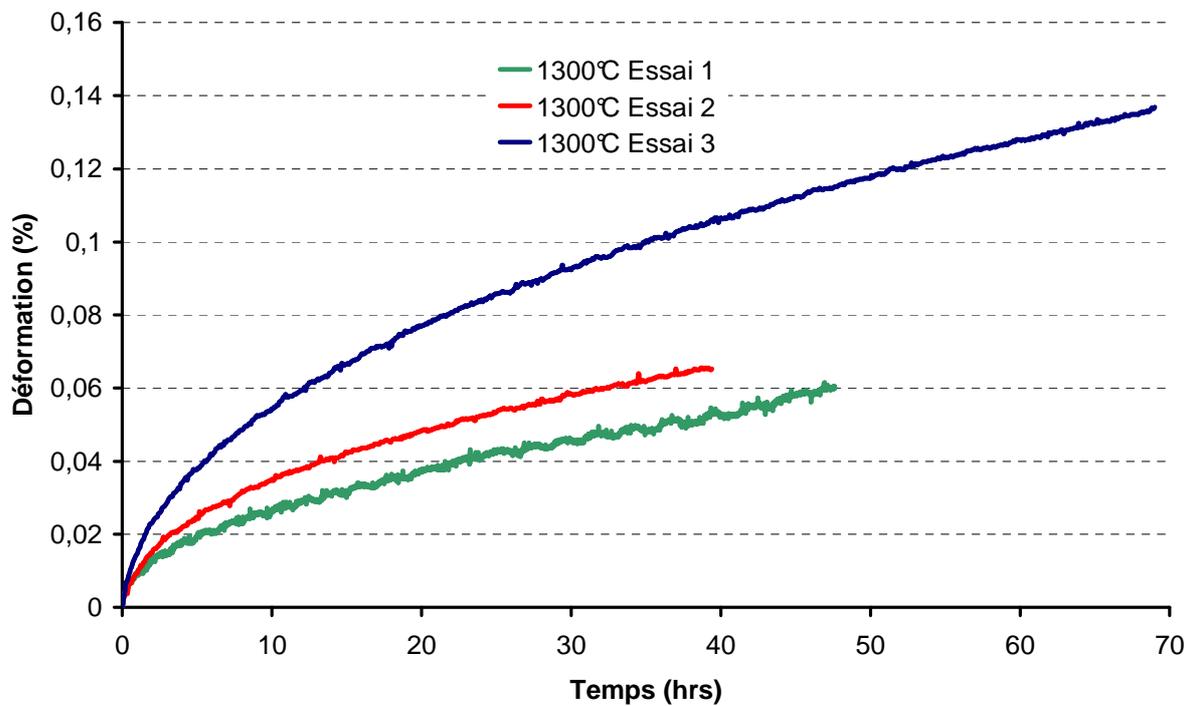


Figure B-30 : évolution de la déformation du matériau ZB en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1300°C.

### B-3 Matériau ZY

#### B.3.1 Essais réalisés à 1400°C

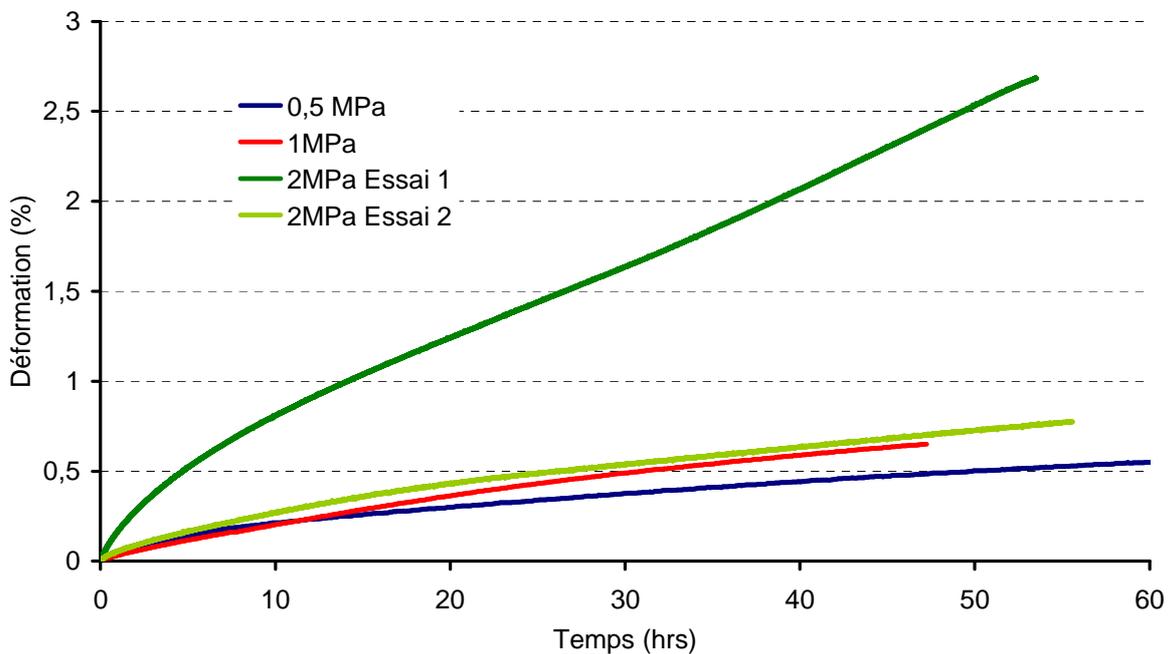


Figure B-31 : évolution de la déformation du matériau ZY en fonction du temps sous une contrainte de 0,5, 1 M et 2 MPa, 1400°C.

#### B.3.2 Essais réalisés à 1350°C et 1300°C

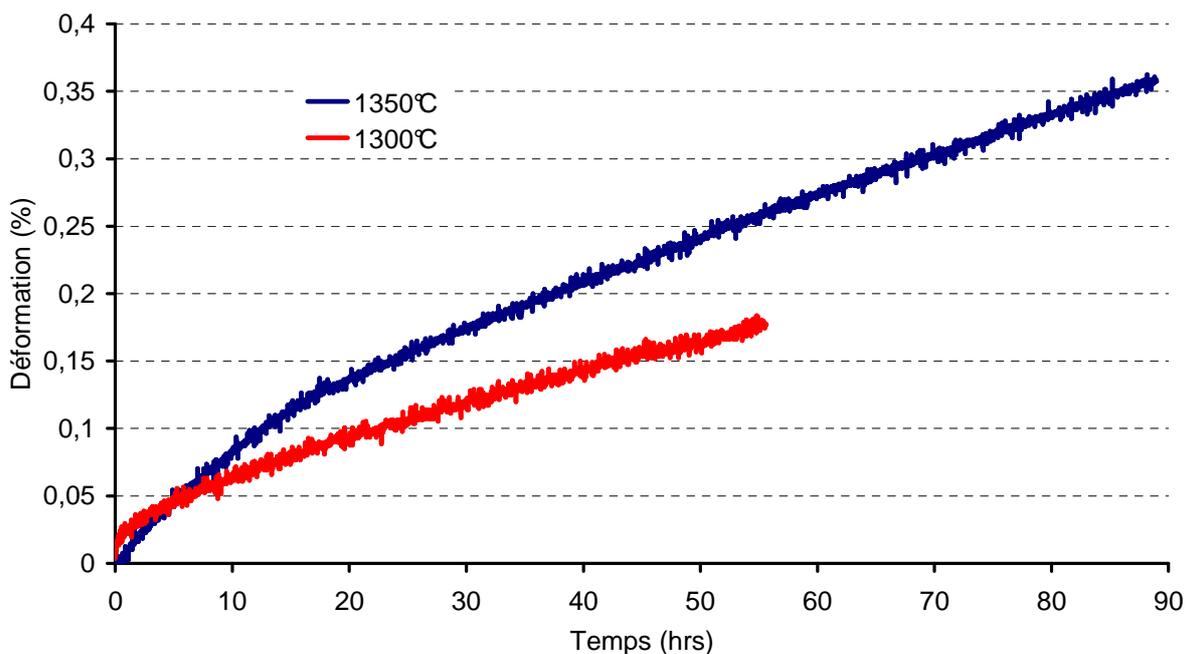


Figure B-32 : évolution de la déformation du matériau ZY en fonction du temps sous une contrainte de 1 MPa, 1300°C et 1350°C.



---

## **ANNEXE C**

### **Mesure des propriétés thermiques de deux agents de calage par la société ICAR**

---



## Sommaire

<b>C-1</b>	<b>Agent de calage : mélange</b> [REDACTED]	<b>285</b>
C.1.1	Conductivité thermique	285
C.1.2	Chaleur spécifique	285
<b>C-2</b>	[REDACTED]	<b>286</b>



## C-1 Agent de calage : mélange [REDACTED]

### C.1.1 Conductivité thermique

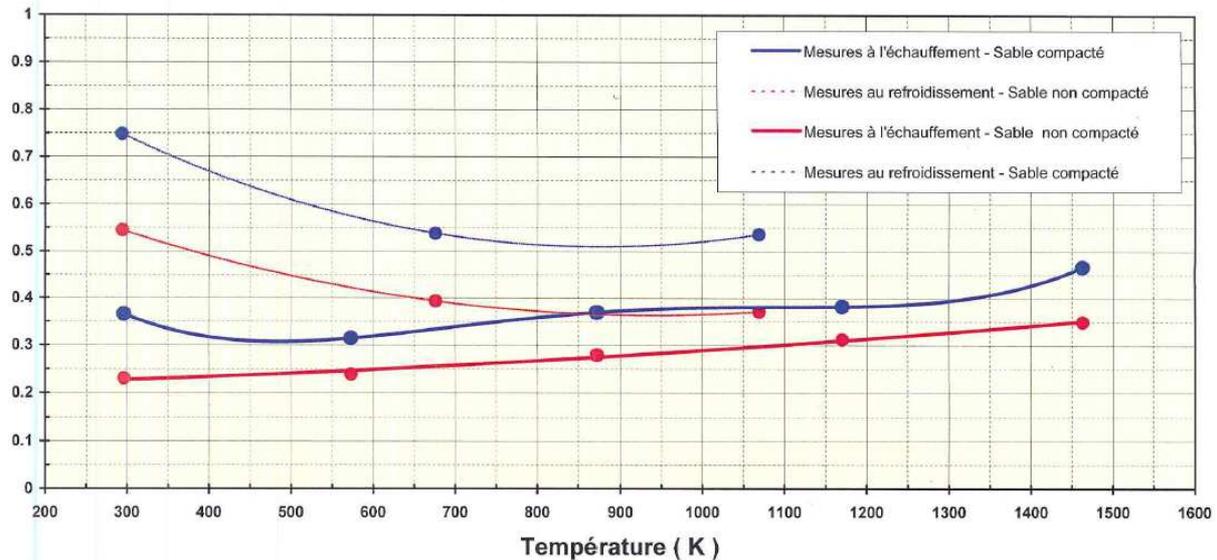


Figure C-1 : résultats de la mesure de conductivité thermique du mélange [REDACTED] par la méthode du fil chaud croissillon (Société ICAR).

La valeur optimisée par le code de calcul ZéBuLon, constante en fonction de la température, est de  $0.698 W.m^{-2}.K^{-1}$ . On remarque sur la figure C-1, que cette valeur optimisée est en bon accord avec la valeur mesurée à température ambiante dans le cas du mélange compacté au refroidissement. De plus, la différence de conductivité thermique entre un mélange compacté et non compacté, semble confirmer l'hypothèse avancée dans le manuscrit quant à la différence de conductivité thermique entre la valeur optimisée (choisie pour la simulation) et la valeur fournie par Saint Gobain.

### C.1.2 Chaleur spécifique

La figure C-2 représente les valeurs de chaleur spécifique mesurées sur un mélange [REDACTED] de densité  $1490 Kg.m^{-3}$ . On estime alors une valeur moyenne de  $1.15 J.g^{-1}.K^{-1}$ .

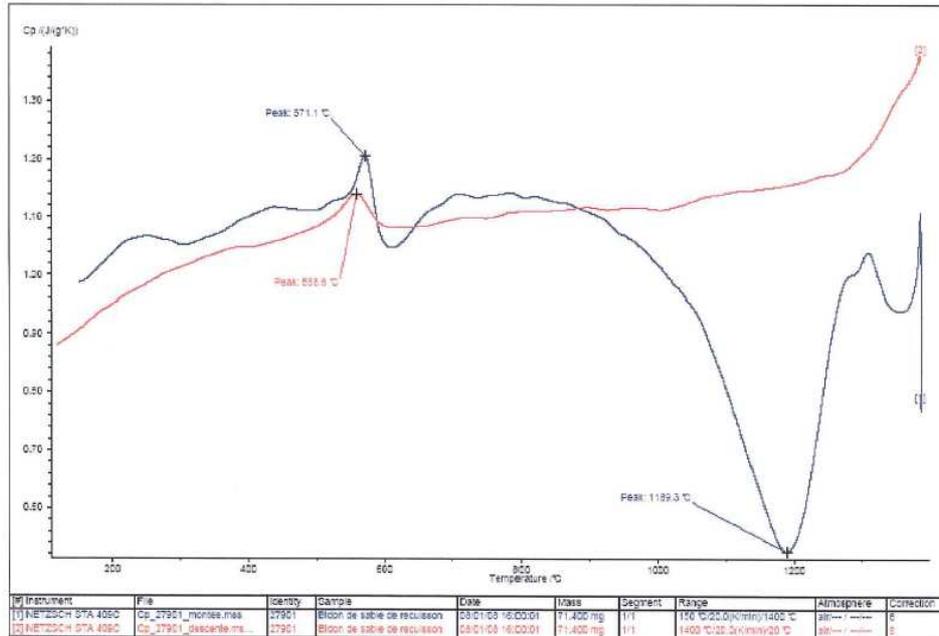


Figure C-2 : résultats de la mesure de capacité thermique massique du mélange (Société ICAR).

Nous rappelons que, dans le code de calcul ZéBuLON, la valeur de capacité thermique massique doit être exprimée par unité de volume. Ainsi, pour comparer la valeur mesurée par la société ICAR et la valeur optimisée dans l'étude, il est nécessaire de connaître la densité du produit pour obtenir une capacité thermique massique en  $\text{J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ . La valeur mesurée vaut en moyenne  $1.7 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$  et la valeur optimisée à  $1.8 \text{ J.m}^{-3}.\text{K}^{-1}$ . Comme pour la conductivité thermique, la valeur de chaleur spécifique optimisée par le code de calcul Zébulon et utilisée pour les simulations numériques est en bon accord avec les résultats fournis par la société ICAR.

## C-2

Dans le cas du , seule la conductivité thermique a été mesurée expérimentalement (figure C-3) :

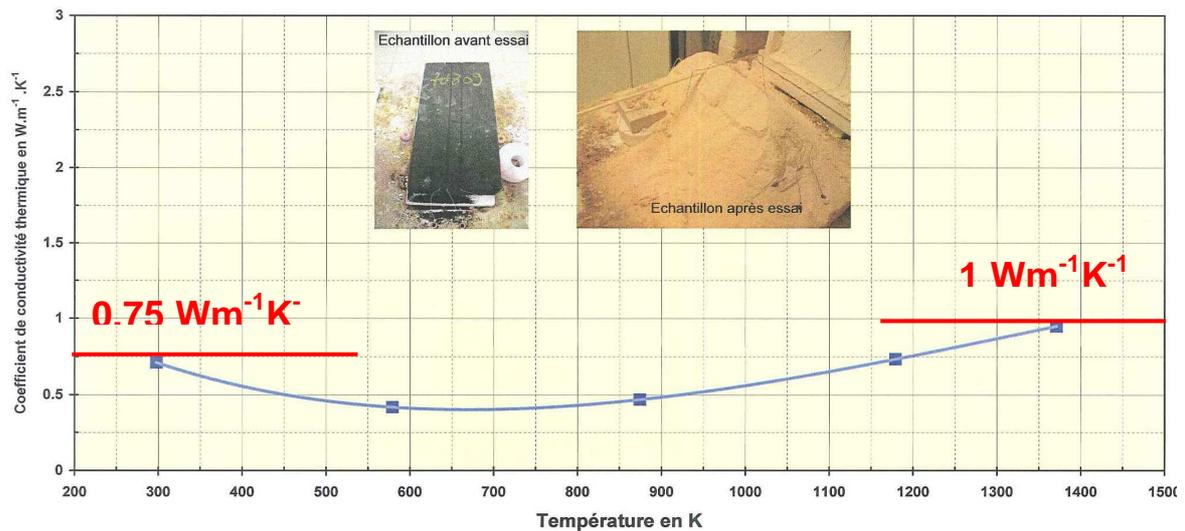


Figure C-3 : résultats de la mesure de conductivité thermique du mélange [REDACTED] par la méthode du fil chaud parallèle (Société ICAR).

La valeur de conductivité thermique optimisée par le logiciel de calcul ZéBuLon (0.85 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>), considérée constante avec la température, est en bon accord avec la variation mesurée expérimentalement par la société ICAR, comprise entre 0.75 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup> et 1 W.m<sup>-2</sup>.K<sup>-1</sup>.













## Etude du comportement post-coulée de réfractaire électrofondus à Très Haute Teneur en Zircone (THTZ)

### RESUME :

Cette étude, inscrite dans le Programme National de Recherche NOREV (NOUVEAUX REfractaires Verriers), porte sur la simulation numérique par éléments finis du refroidissement post-coulée de réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircone (THTZ). Un modèle numérique thermique du refroidissement d'une dalle a été développé, à partir de mesures thermiques réalisées dans un moule lors d'une coulée en usine. Ce calcul a permis de situer dans le temps, pour les différents points de la dalle, les phénomènes intervenant au cours du refroidissement : solidification, fluage et transformation de la zircone. Des essais mécaniques isothermes et anisothermes ont permis de définir les équations constitutives du comportement en fluage (écrouissage isotrope) et lors de la transformation de phase de la zircone (modèle de plasticité de transformation de Leblond). A partir des chargements thermiques, les contraintes générées au cours du refroidissement ont été calculées, ainsi que les contraintes résiduelles après retour à température ambiante. La transformation de phase de la zircone, qui induit un gonflement volumique de 4%, semble s'avérer être le phénomène physique le plus critique pour ces deux types de contraintes. Les études paramétriques réalisées ont prouvé l'intérêt du modèle numérique en tant qu'outil d'aide à l'amélioration du procédé en jouant sur les propriétés de divers paramètres : propriétés du matériau coulé, géométrie du moule, propriétés de ses constituants,...

**Mots clés :** Réfractaires, Zircone, Propriétés thermomécaniques, Simulation numérique, Calcul par éléments finis,, Fluage, Transformation martensitique, Plasticité de transformation (TRIP)

## Study of the cooling down sequence of high zirconia fused-cast refractories (HZ)

### ABSTRACT :

This work has been carried out in the frame of a French national research program on new refractories for glass production (NOREV) and focussed on the numerical simulation of the post-casting cooling of fused-cast refractories with a very high zirconia content (HZ). A numerical model of the cooling-down sequence of a tile has been developed from thermal measurements performed in a mould during a casting on industrial site. This calculation allowed the time positioning, for each location in the tile, of the physical phenomena occurring during cooling: solidification, creep and phase transformation of zirconia. Isothermal and non-isothermal mechanical tests allowed the constitutive equations of creep (isotropic hardening) and during zirconia transformation (Leblond transformation-induced viscoplasticity model). From the thermal loadings, the thermal stresses induced by cooling have been calculated, as well as the residual stresses remaining at room temperature. The phase transformation of zirconia, which induces a 4% volume swelling, seems to be the most critical physical phenomenon for both types of stresses. The performed parametric studies proved the interest of the numerical model as a tool for improving the process by varying different parameters: cast material properties, mould shape, properties of its constituents,...

**Keywords :** Refractories, Zirconia, Mechanical properties, Numerical simulation, Finite elements calculation, Thermal, Creep, Martensitic transformation, Transformation induced plasticity (TRIP)

