



Etude des conséquences mécaniques de la transformation de phase dans les réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircone

Yang Zhang

► To cite this version:

Yang Zhang. Etude des conséquences mécaniques de la transformation de phase dans les réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircone. Matériaux. Université Paris sciences et lettres, 2017. Français. ⟨NNT : 2017PSLEM035⟩. ⟨tel-01778611⟩

HAL Id: tel-01778611

<https://pastel.hal.science/tel-01778611v1>

Submitted on 25 Apr 2018

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.



HAL Authorization

THÈSE DE DOCTORAT

de l'Université de recherche Paris Sciences et Lettres
PSL Research University

Préparée à MINES ParisTech

Etude des conséquences mécaniques de la transformation de phase
dans des réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircane
(THTZ)

Ecole doctorale n°432

Sciences des Métiers de l'Ingénieur

Spécialité Mécanique

Soutenue par Yang ZHANG
le 20 mars 2017

Dirigée par **Michel BOUSSUGE**
Co-dirigée par **David RYCKELYNCK**

COMPOSITION DU JURY :

M. Thierry CUTARD
MINES d'Albi-Carmaux,
Président

M. Nicolas SCHMITT
Université Paris-Est Créteil,
Rapporteur

M. David SMITH
Université de Limoges,
Rapporteur

Mme Isabelle CABODI
Saint-Gobain CREE,
Examineur

M. Emmanuel de BILBAO
Université d'Orléans,
Examineur



A ma grand-mère, Mme Chunhua FENG.

Je tiens à remercier, en premier lieu, M. Michel BOUSSUGE et M. David RYCKELYNCK. En tant que directeurs de thèse, ils m'ont guidé dans mon travail et m'ont encouragé pour avancer avec un esprit autonome et dynamique dans un sujet complexe. Leur disponibilité, leur gentillesse et leur compétence m'ont beaucoup rassuré pendant des périodes difficiles. Un remerciement particulier à M. Michel BOUSSUGE dont la sagesse personnelle m'a aidé à passer des moments complexes dans ma vie professionnelle et privée.

Un remerciement particulier à M. Sylvain GAILLIEGUE, technicien au sein du groupe CHT, pour sa collaboration très réactive et son soutien de très haute qualité pour la conception et la réalisation des essais mécaniques.

Je voudrais remercier Mme Isabelle CABODI, M. Nicolas SCHMITT, M. David SMITH, M. Thierry CUTARD, M. Emmanuel de BILBAO, M. Jean-Michel DROUIN et M. Gérard LESOULT d'avoir participé au jury de ma thèse. Un merci spécial pour M. SCHMITT et M. SMITH pour le travail exécuté en tant que rapporteurs de ma thèse. Je remercie particulièrement M. CUTARD pour avoir accepté de présider le jury. C'est un grand honneur pour moi que M. LESOULT ait accepté d'apporter toute son expérience et sa culture à ce jury.

J'adresse mon remerciement sincère à l'ANR pour le financement du projet ASZTech sans lequel ce travail n'aurait pas pu être réalisé avec qualité.

Je souhaite remercier les collaborateurs au sein du projet ASZTech. Un grand merci à M. Michel GAUBIL, Mme Isabelle CABODI, M. Olivier BORIES et M. Jean-Michel DROUIN, de Saint Gobain CREE, pour leur collaboration efficace et pour la fourniture d'échantillons et de données dont j'avais besoin pour avancer dans mes recherches. Je remercie Mlle Fanny GOURAUD, M. Marc HUGER, M. Thierry CHOTARD, M. René GUINEBRETIERE et M. Guy ANTOU du SPCTS de l'Université de Limoges, pour leur contribution majeure dans la compréhension des mécanismes de transformation de phase des THTZ à l'échelle microscopique. Un remerciement spécial doit être adressé à Mlle Fanny GOURAUD pour les essais mécaniques qu'elle a réalisés au SPCTS, qui ont contribué au développement et à la validation de mon modèle numérique. Je remercie également Mme Nathalie GEY et M. Alain HAZOTTE du LEM3 de l'Université de Lorraine, pour leur apport sur la transformation de phase de la zircone à l'échelle microscopique, et surtout pour les mesures en DSC qui m'ont fourni des données indispensables au développement du modèle thermique 3D. Un remerciement doit être adressé également aux collègues du PIMM de l'Ecole des Arts et Métiers ParisTech : le travail de haute qualité de M. Olivier CASTELNAU, M. Vincent MICHEL, M. Taylan ÖRS et M. Olivier ZANELATO m'a aidé à comprendre les changements de structure microscopique et le développement des contraintes locales dans le matériau. Je remercie M. Alain PROUST de la société MISTRAS pour sa contribution aux mesures acoustiques réalisées lors du refroidissement post-coulé des THTZ.

J'adresse mon remerciement très sincère aux collègues du Centre Des Matériaux pour leur soutien pendant ma thèse et leur contribution à l'ambiance de travail excellente du Centre. Merci à M. Kaïs AMMAR, M. Djamel MISSOUM-BENZIANE, Mme Farida AZZOUZ pour leur soutien dans l'utilisation du logiciel Zebulon et la programmation de mon modèle. Merci à M. Vincent MAUREL pour le suivi de mon travail en tant que responsable de la spécialité « Mécanique ». Un grand merci à mes collègues de bureau : l'humour de François, le dynamisme de Pierre-Emmanuel et la gentillesse de Margaux constitueront un souvenir formidable et inoubliable de ma thèse. Merci à tous les collègues de l'équipe CHT et de l'équipe COCAS. Merci à Hélène, Pierre-Alexis, Florent, Vincent, Manon et tous les

autres amis pour leur accompagnement. Un remerciement spécial pour mes amis chinois, Chao, Sicong, Tang, Fang, Yi, Yin et mon ami japonais Takahiro SAKIMOTO.... pour leur soutien et leur accompagnement.

Au final, j'adresse un remerciement très particulier à ma mère, Mme Yaping LI, et à mon père, M. Fengxiao ZHANG. Merci de m'avoir aidé à venir en France pour mes études supérieures et merci pour tout votre soutien moral et financier durant mes études. Un merci exceptionnel doit également être adressé à ma compagne Mlle Kunwei LI pour le temps et l'amour qu'elle m'a consacrés.

Sommaire

RESUME	5
ABSTRACT	6
I. Introduction générale.....	7
I.1. Contexte du projet	7
I.2. Matériaux de l'étude : ZB et Z70S	7
I.3. Procédé d'élaboration : l'électrofusion et le refroidissement post-coulée	8
I.4. Objectifs du travail et difficultés associées	16
I.4.1. Objectifs généraux.....	16
I.4.2. Hypothèses fortes requises pour la modélisation du comportement mécanique post-coulée	16
I.4.3. Structure du mémoire	18
II. Etude bibliographique de la transformation de phase de la zircone	19
II.1. Phases solides de la zircone et structures cristallines associés.....	19
II.2. Propriétés générales de la transformation de phase T-M de la zircone	20
II.3. Mécanismes d'accommodation des contraintes et d'écrouissage associés à la transformation de phase T-M	25
II.4. Modèle mécanique phénoménologique de la plasticité induite par la transformation de phase (TRIP).....	29
III. Modélisation thermique des coulées instrumentées de réfractaire ZB réalisées chez Saint-Gobain CREE	33
III.1. Présentation des coulées instrumentées réalisées chez Saint-Gobain CREE.....	33
III.2. Maillage 3D de la caisse de coulée	38
III.2.1. Conditions initiales	39
III.2.2. Conditions aux limites	39
III.2.3. Propriétés thermiques des matériaux.....	40
III.2.4. Grandeurs à optimiser par méthode inverse	46
III.3. Optimisation du modèle thermique.....	47
III.3.1. Choix des courbes de référence	48
III.3.2. Etude des influences de chacun des paramètres	49
III.3.1. Optimisation du coefficient d'échange thermique d'interface h et de la densité de l'agent de recuisson p.....	53
III.4. Métamodèle de calibration des paramètres du modèle	59
III.5. Conclusion sur le modèle thermique	59

IV.	Caractérisation du comportement mécanique du ZB pendant la transformation de phase de la zirconie	61
IV.1.	Cycle thermique appliqué	61
IV.2.	Caractérisation du gonflement libre	62
IV.2.1.	Résultats des mesures dilatométriques	63
IV.3.	Caractérisation du gonflement sous sollicitation mécanique externe.....	66
IV.3.1.	Essais de compression	66
IV.3.1.	Essais de traction	72
IV.4.	Essais de compression avec paliers en température	79
IV.5.	Mesures du module d'élasticité au cours du refroidissement.....	80
IV.6.	Résumé sur les mesures des propriétés mécaniques du matériau pendant la transformation de phase	81
V.	Développement du modèle thermomécanique de comportement du matériau pendant la transformation de phase.....	83
V.1.	Décomposition de la déformation pendant la transformation de phase	83
V.2.	Dilatation thermique et gonflement libre	84
V.3.	Déformation plastique associée à la transformation de phase	86
V.3.1.	Fonction d'écoulement plastique.....	87
V.3.2.	Variable interne d'évolution de la transformation de phase	88
V.3.3.	Equation constitutive de l'écoulement plastique associé à la transformation de phase	89
V.4.	Assemblage du modèle thermomécanique du refroidissement post-coulée.....	94
V.4.1.	Loi de fluage de PETRONI	94
V.4.2.	Modèle thermomécanique complet	95
VI.	Identification des coefficients du modèle thermomécanique	97
VI.1.	Détermination du module d'élasticité	97
VI.2.	Adaptation de la loi de fluage au ZB.....	98
VI.3.	Optimisation du modèle de plasticité TRIP	99
VI.3.1.	Influence de K sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique.....	100
VI.3.2.	Influence de M sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique	102
VI.3.3.	Influence de m sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique.....	103
VI.3.4.	Influence de P_c sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique.....	104
VI.4.	Optimisation des coefficients pertinents : K, M, g, ϵ_c^{imp} et ϵ_t^{imp}	105
VI.4.1.	Optimisation de ϵ_c^{imp} et ϵ_t^{imp}	106
VI.4.2.	Optimisation de K et de M.....	108

VI.4.3.	Optimisation de g	109
VII.	Validation du modèle thermomécanique	116
VII.1.	Validation du modèle optimisé à partir des résultats d'essais de compression et de traction	116
VII.2.	Validation du modèle par confrontation avec les résultats d'essais de flexion trois points.	121
VII.2.1.	Présentation de l'essai de flexion.....	121
VII.2.2.	Présentation du modèle numérique de l'essai de flexion.....	122
VII.2.3.	Présentation des résultats expérimentaux et numériques.....	123
VII.3.	Validation du modèle par confrontation avec les résultats d'essais de flexion biaxiale	124
VII.3.1.	Présentation des essais de flexion biaxiale	124
VII.3.2.	Présentation de la modélisation numérique des essais de flexion biaxiale.....	127
VII.3.3.	Confrontation entre résultats expérimentaux et numériques.....	127
VII.4.	Validation du modèle avec essais sous gradient thermique imposé	130
VIII.	Simulation du refroidissement post-coulée avec le modèle de plasticité de transformation : Zirtrans	132
VIII.1.	Configuration de la simulation	132
VIII.2.	Etude de convergence et de précision du calcul	134
VIII.3.	Influence du module d'élasticité, du fluage et de la TRIP	135
VIII.4.	Influence de la fonction g	137
VIII.5.	« Effacement » de l'histoire thermomécanique par la TRIP	138
VIII.6.	Analyse de l'évolution du niveau de contraintes dans le bloc	138
VIII.7.	Analyse tridimensionnelle de l'évolution des contraintes dans le bloc	145
VIII.8.	Validation du modèle tridimensionnel du bloc	154
IX.	Extension du modèle Zirtrans au Z70S	156
IX.1.	Extension de la partie thermique du modèle Zirtrans au Z70S.....	156
IX.2.	Extension de la partie mécanique du modèle Zirtrans au Z70S.....	159
X.	Résumé et perspectives	166
X.1.	Résumé.....	166
X.2.	Perspectives.....	168
ANNEXE	170
ANNEXE 1.....		170
ANNEXE 2.....		173
ANNEXE 3.....		175
ANNEXE 4.....		177

ANNEXE 5.....	201
ANNEXE 6.....	202
Références	209

RESUME

Les réfractaires électrofondus, qui constituent l'objet de ce travail, appartiennent au système alumine-zircone-silice. Ils sont obtenus par coulée dans des moules à des températures supérieures à 2000°C, rendant très difficile toute instrumentation. De nombreux phénomènes intrinsèques au matériau interviennent lors du refroidissement qui suit la coulée. Parmi ces derniers, cette recherche a essentiellement porté sur la transformation de phase (de tétragonale à monoclinique) de la zircone et aux phénomènes associés (gonflement, plasticité,...).

A partir d'essais mécaniques à haute température réalisés en laboratoire, les lois de comportements thermiques et mécaniques ont été caractérisées et modélisées en cours de transformation de la zircone. La plasticité à très bas seuil de contrainte observée a, en particulier, été décrite par une vitesse de déformation dérivée du modèle de Leblond, une fonction de rendement de type Cam-clay sans consolidation et une fonction de rendement définissant l'avancement de la transformation en fonction de la température. Après implémentation dans un code de calcul par éléments finis et validation par confrontation avec des résultats d'essais sous contraintes multiaxiales, ce modèle a été assemblé aux autres composantes du comportement mécanique (fluage, élasticité,...), pour décrire l'ensemble des phénomènes thermomécaniques observés lors du refroidissement.

Parallèlement, des coulées de blocs en laboratoire, instrumentées par des thermocouples et des capteurs d'émission acoustique, ont permis de reconstruire par simulation numérique l'évolution du champ de température à l'intérieur de la dalle au cours du refroidissement. L'enthalpie de solidification, ainsi que celle associée à la transformation de phase, préalablement quantifiées par DSC, ont été prises en compte. L'application du modèle mécanique complet, associant toutes les composantes du comportement, a permis de calculer l'évolution du champ de contraintes généré par les gradients thermiques en fonction du temps et, en particulier, de mettre en évidence le rôle essentiel joué par la transformation de phase sur la relaxation des contraintes.

ABSTRACT

Fused-cast refractories, which are the subject of this work, belong to the alumina-zirconia-silica system. They are obtained by casting in moulds at temperatures above 2000°C, which makes any instrumentation very difficult. Many phenomena intrinsic to the material occur during cooling-down after casting. Amongst the latter, this research has essentially focussed on the phase transformation (from tetragonal to monoclinic) of zirconia and the associated phenomena (swelling, plasticity...).

From high temperature mechanical laboratory tests the thermal and mechanical behaviour laws were characterized and modelled during the zirconia transformation. Plasticity at very low stress threshold levels was observed. A Leblond type model has been extended by introducing a Cam-clay yield function without consolidation. In this model, the progress of the transformation is controlled by the evolution of the temperature. This model was complemented by other components of the mechanical behaviour (creep, elasticity ...). It has been validated by experimental tests under multiaxial loadings that replicate the main thermomechanical phenomena observed during cooling.

In parallel, blocks, casted under laboratory conditions and instrumented with thermocouples and acoustic emission sensors, allowed a numerical simulation of the changes in the temperature field within the block during cooling-down. This simulation took into account the solidification enthalpy and the enthalpy associated with the phase transformation, previously quantified by DSC. The implementation of the complete mechanical model integrating all the behavioural components leading to a calculation of changes in the stress field generated by thermal gradients as a function of time and, in particular, to highlight the essential role played by the phase transformation in stress relaxation.

I. Introduction générale

I.1. Contexte du projet

Le travail relaté dans ce mémoire s'insère dans le programme de recherche ASZTech (Solution Alternative de Zircone réfractaire pour une Technologie plus durable de fusion du verre) lancé avec le soutien de l'ANR, avec comme partenaire industriel principal Saint-Gobain, les autres intervenants industriels étant Mistras Group et Microplan. Le programme associe par ailleurs quatre laboratoires publics de recherche, Centre des Matériaux-MINES-ParisTech, SPCTS-Centre Européen de la Céramique de Limoges, PIMM-Arts et Métiers et LEM3-Université de Metz.

Avec la croissance du marché des verres de haute qualité, la concurrence est devenue intense. Ce contexte oblige les fournisseurs de verre à améliorer sans cesse le rapport qualité-prix de leurs produits. Augmenter la durabilité des fours et diminuer leurs durée et fréquence de maintenance constitue un des moyens de diminuer les coûts de production. Des fours verriers produisant des verres de haute qualité, basés sur l'utilisation de réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircone (THTZ) répondent bien à ce besoin. Comparés aux réfractaires frittés, la faible porosité de ce type de matériaux assure une meilleure résistance à la corrosion par le verre et diminue les relargages d'impuretés susceptibles de créer des défauts dans le verre.

Deux précédents programmes ANR PROMETHEREF (PROpriétés MEcaniques et THERmiques des REfractaires) et NOREV (NOuveaux REfractaires Verriers) se sont intéressés au procédé de fabrication des réfractaires électrofondus THTZ, en particulier au refroidissement post-coulée. Les études menées dans les programmes précédents ont démontré l'importance de cette étape sur la faisabilité et la qualité des produits.

I.2. Matériaux de l'étude : ZB et Z70S

Les deux matériaux étudiés dans ce travail ont été dénommés ZB (réfractaire à très haute teneur en zircone THTZ avec phase vitreuse dopée au bore) et Z70S (réfractaire contenant 70% de zircone et phase vitreuse dopée au sodium). Leurs teneurs en zircone en pourcentage massique sont indiquées dans le Tableau I-1.

Dénomination	ZrO ₂
ZB	>92
Z70S	70

Tableau I-1 : Composition en pourcentage massique des matériaux THTZ étudiés

Certaines propriétés du ZB ont déjà été étudiées dans les deux programmes précédents. Le but principal de notre travail de thèse consistant à développer un modèle numérique thermomécanique du refroidissement post-coulée des réfractaires THTZ, le ZB a été considéré comme le matériau de référence pour le développement du modèle numérique. Le Z70S, qui est un matériau en cours de développement, caractérisé par une teneur en zircone moindre que celle des THTZ, présente des similarités avec le ZB mais possède quelques propriétés différant de celles du ZB. Un modèle numérique pertinent a donc été développé pour le ZB, qui a ensuite été étendu au Z70S, moyennant un minimum de modifications.

Deux points importants ont fait l'objet d'une attention particulière pour le développement du modèle numérique :

- la calibration de paramètres thermiques capables de reproduire des températures mesurées expérimentalement
- la construction et l'implémentation d'une loi de comportement mécanique qui intègre les effets de la transformation martensitique de la zircone.

I.3. Procédé d'élaboration : l'électrofusion et le refroidissement post-coulée

Les matériaux sont élaborés par électrofusion, suivant le procédé représenté en Figure I-1.

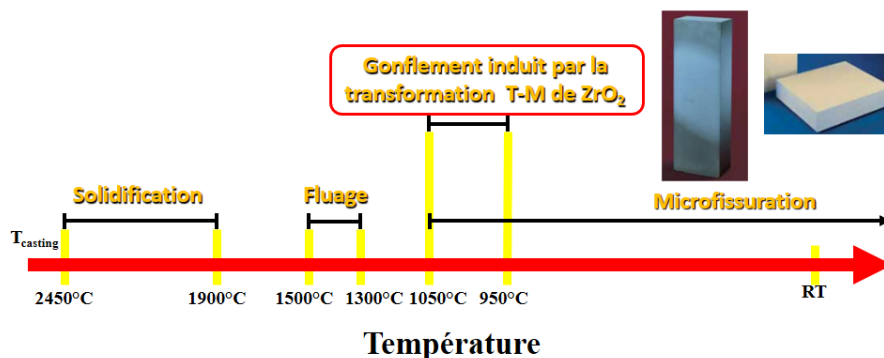


Figure I-1 : Représentation schématique du refroidissement post-coulée

Ce dernier consiste en la coulée du réfractaire liquide à plus de 2000 °C (la température de coulée, 2450 °C pour le ZB, peut varier selon le type de matériaux), après fusion dans un four à arc. Le ZB se solidifie ensuite entre 2450 et 1900 °C. Le programme PROMETHEREF¹ a 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. En-dessous de 1500 °C, on considère que des contraintes internes peuvent commencer à se développer dans la pièce, mais nous verrons que celles-ci sont grandement accommodées par le fluage. En dessous de 1300 °C, les phénomènes viscoplastiques (fluage) peuvent être considérés comme négligeables et le comportement mécanique du matériau devient alors élastique. La transformation de phase de tétragonale à monoclinique a lieu entre 1050 °C et 950 °C et elle bouleverse momentanément le comportement mécanique du matériau. Des études précédentes ont mis en évidence que cette transformation, qui se traduit entre autres par une augmentation de volume de 4%, a des conséquences importantes sur la capacité de réalisation et la qualité finale des produits. La différence de dilatation thermique entre phases et entre grains en orientations différentes peut causer une microfissuration à plus basse température. Après retour à température ambiante, le produit final est constitué de dendrites de zircone entourées de phase vitreuse résiduelle (Figure I-2). Macroscopiquement, le produit peut contenir des contraintes internes, dont l'intensité dépend de la taille et de la forme de la pièce coulée, généralement très massive.



Figure I-2 : Représentation 3D de la microstructure d'un réfractaire THTZ ZS (THTZ avec phase vitreuse dopée au Na_2O) obtenue par la technique de microtomographie par rayons X à l'ESRF (synchrotron de Grenoble) ²⁻⁴

Le comportement en fluage de réfractaires électrofondus au-dessus de 1300°C a été étudié dans le cadre du programme PROMETHEREF ¹ pour des matériaux THTZ et des matériaux de type AZS, à plus faible teneur en zircone. Différents moyens d'essais mécaniques (flexion, compression, traction) ont été utilisés pour la caractérisation du comportement en fluage. Un dispositif de traction/compression a notamment été développé, représenté par la Figure I-3. De conception modulaire, il permet de passer d'un mode de sollicitation à un autre par simple changement de la ligne de chargement et d'atteindre des températures d'essai de 1600°C . Son originalité réside essentiellement en la traction, où l'utilisation d'un système de chargement inversé permet d'éviter un amarrage mécanique de l'éprouvette (une présentation détaillée de ce dispositif sera donnée dans le § IV.3.1). Grâce à ce dispositif, une base expérimentale d'essais de fluage anisothermes et isothermes a été construite, afin d'appréhender les mécanismes de déformation et de modéliser le comportement mécanique des réfractaires. Ces essais ont notamment révélé un comportement dissymétrique en traction et en compression avec, notamment, un comportement en fluage atypique du matériau THTZ. Une première approche de la loi de comportement a été tentée à partir d'une loi dissymétrique à écrouissage cinématique. Ainsi, les paramètres de fluage en traction ont été identifiés pour le matériau THTZ. Les diverses simulations d'essais réalisés ont confirmé la présence d'une dissymétrie de comportement, ainsi que l'importance de l'histoire thermique des matériaux sur le comportement mécanique.

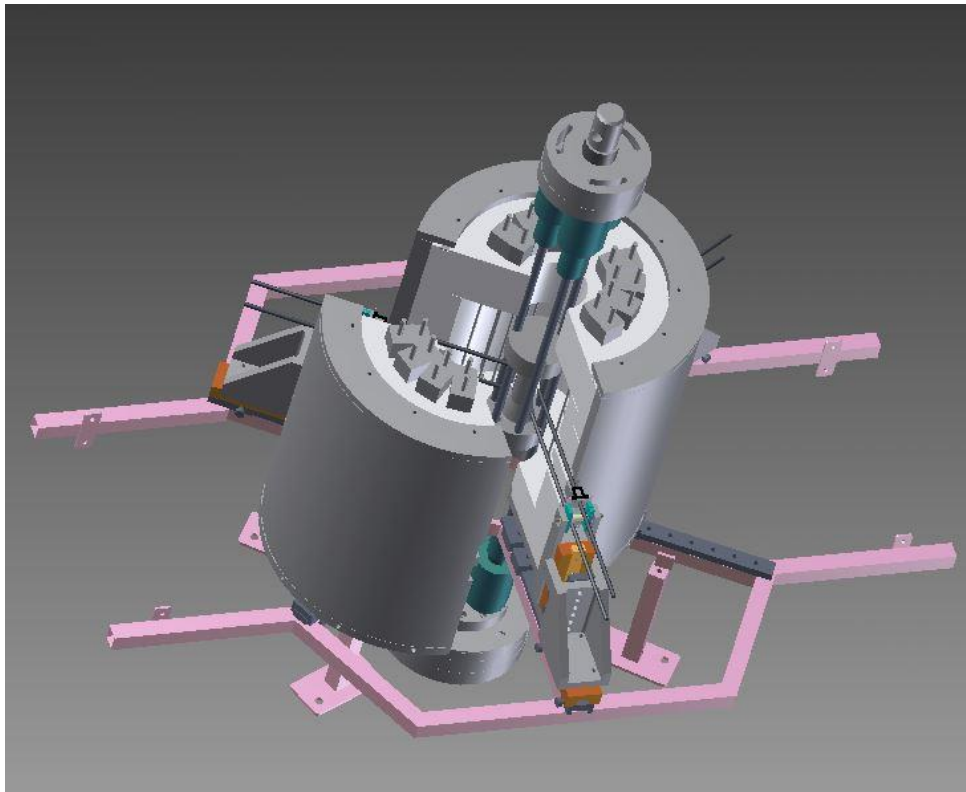


Figure I-3 : Représentation schématique de l'essai de traction à haute température

Au cours du programme PROMETHEREF, une première constatation a été que les matériaux avaient, pour une température donnée, un comportement mécanique dépendant de leur histoire thermique préalable. En particulier, leur comportement était différent suivant que l'essai était réalisé après un simple chauffage ou après un traitement thermique à haute température (1500 °C), suivi d'une descente jusqu'à la température d'essai ¹. Comme notre étude s'intéresse à la fabrication des matériaux THTZ, donc à leur refroidissement depuis une haute température, nous avons choisi de focaliser notre étude sur le protocole expérimental établi lors du projet PROMETHEREF (Figure I-4) : avant de réaliser l'essai à la température souhaitée, l'éprouvette subit systématiquement un traitement thermique à 1500 °C pendant une heure.

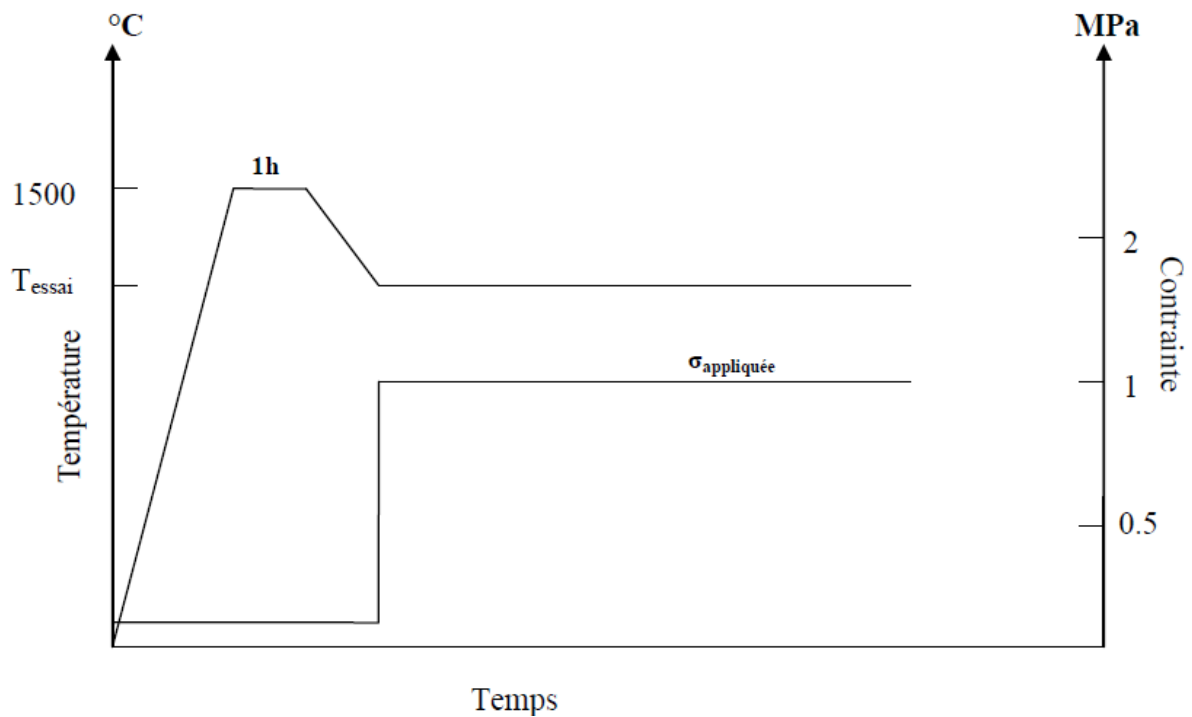


Figure I-4 : Procédure de chauffage d'un essai isotherme

Les phénomènes présentés dans la Figure I-1 ont été étudiés expérimentalement au cours du programme NOREV ^{5 6}, par des campagnes d'essais effectués en laboratoire. Ils ont été caractérisés, puis traduits sous forme de lois utilisables par le code de calcul ZeBuLon, développé au Centre des Matériaux. Les études étaient basées sur des matériaux coulés en usine sous format de dalles (Figure I-5). Un modèle numérique, permettant le calcul 2D (sur un plan horizontal) par éléments finis des contraintes dans une dalle en THTZ (Figure I-6), pendant et après le refroidissement, a été développé.

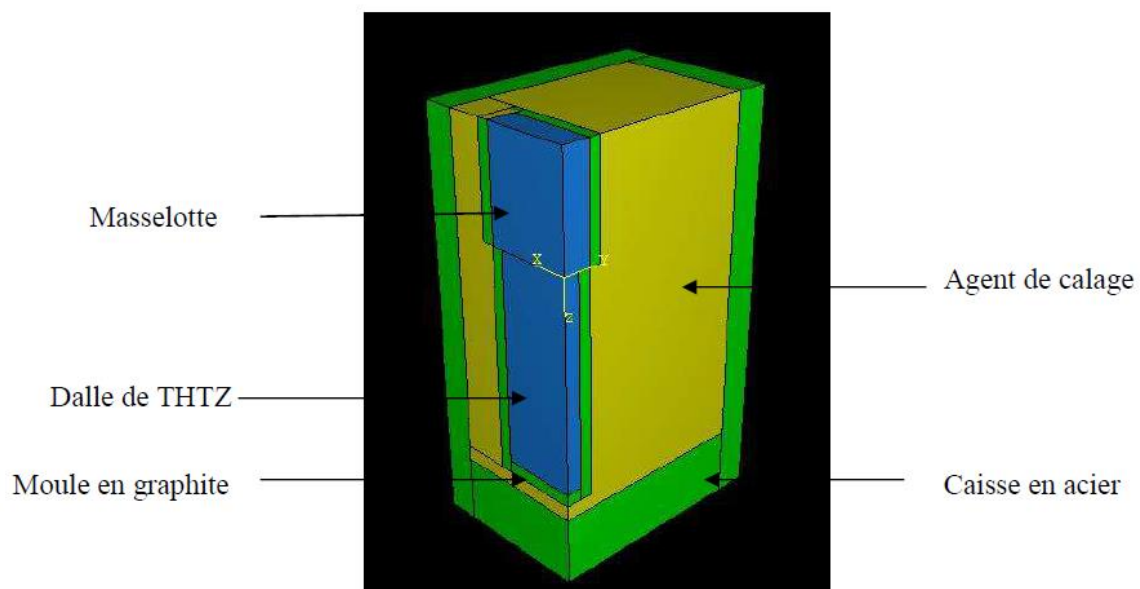


Figure I-5 : Représentation schématique d'un quart de la structure de coulée

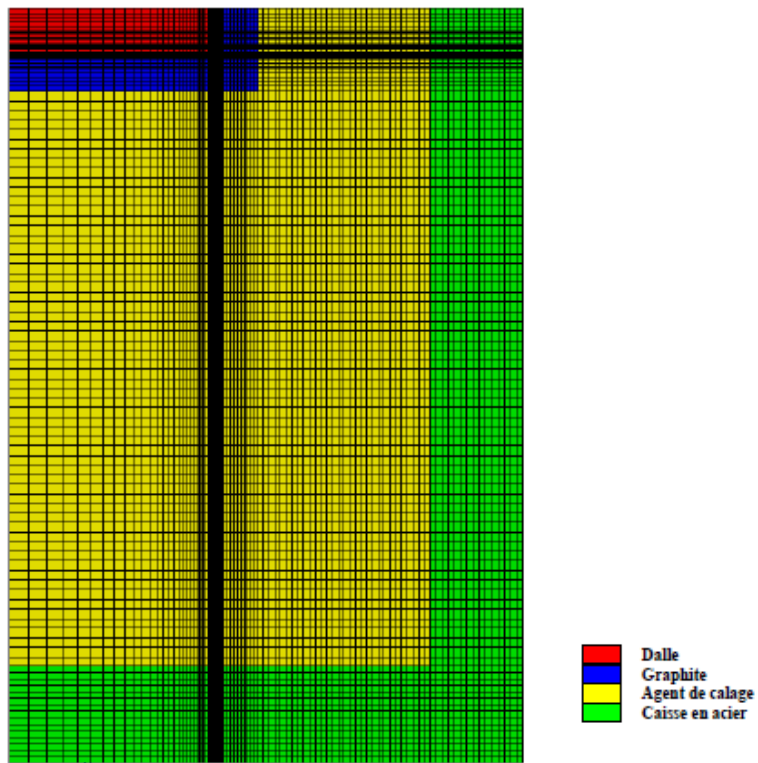


Figure I-6 : Maillage 2D du quart de la structure de coulée (vue de dessus)

Les calculs réalisés intégraient l'enthalpie de solidification, le fluage, la rigidification élastique et l'endommagement. La prise en compte de la transformation de phase et de ses conséquences mécaniques n'avait toutefois été qu'ébauchée.

Deux phénomènes associés à la transformation de phase avaient été étudiés pendant le programme NOREV : le gonflement volumique (une courbe dilatométrique est représentée par la Figure I-7) et la plasticité induite par la transformation (TRIP pour Transformation Induced Plasticity).

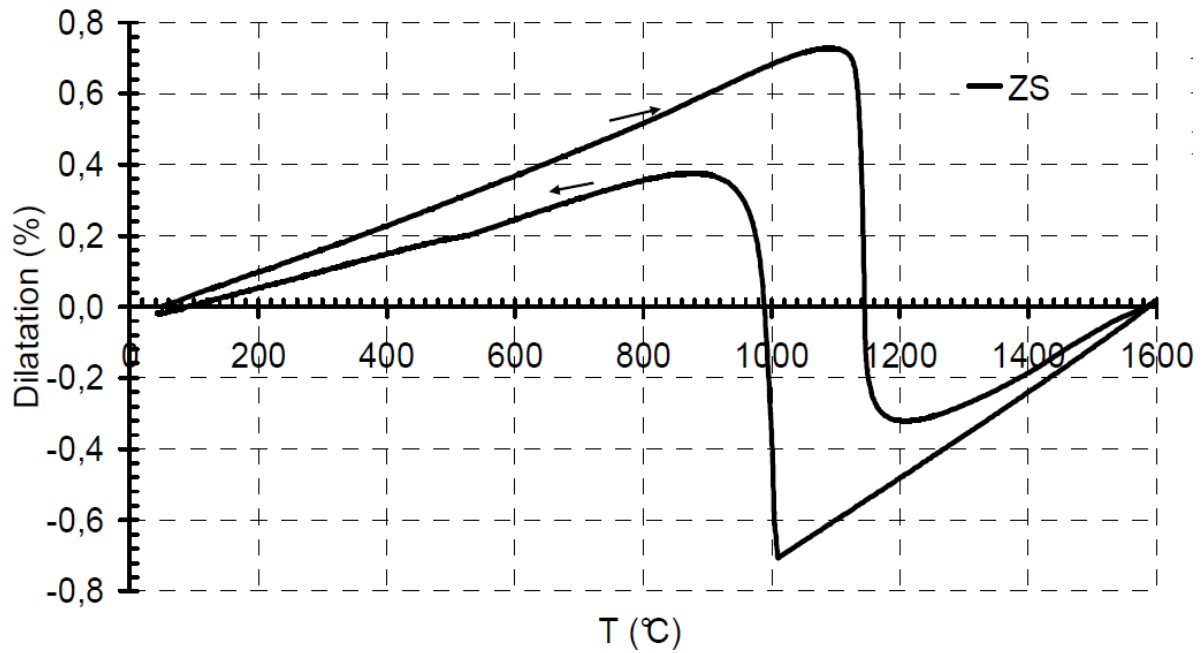


Figure I-7 : Courbe de dilatation thermique du matériau ZS ⁷(réfractaire à plus de 90% en masse de zircone avec une phase vitreuse sodique)

Le gonflement volumique avait été pris en compte par une variation fictive du coefficient de dilatation thermique, donc par une déformation de type thermique. Une loi de viscoplasticité avait été utilisée pour décrire la plasticité induite par la transformation de phase. Cette loi était issue de la formulation proposée par Leblond ⁸, qui introduit une fonction $f(T)$ permettant d'activer la plasticité pendant la transformation de phase et de la désactiver dehors de cette zone (Equation I-1) :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{tp} = K f(T) \frac{3}{2} \bar{s} \quad \text{I-1}$$

Avec $f(T)=0$ pour $T < T_1$ et $T > T_2$ et $f(T)=1$ pour $T \in [T_1, T_2]$, T_1 et T_2 étant respectivement la température du déclenchement et de la fin de la transformation de phase. K est un coefficient de proportionnalité et \bar{s} la partie déviatorique du tenseur de contrainte ($\bar{s} = \bar{\sigma} - \frac{1}{3} \bar{I}$, I_1 étant le premier invariant).

La simulation réalisée avec le modèle comprenant le fluage à haute température et le gonflement volumique (sans considérer la TRIP) a prouvé que le gonflement provoque une augmentation brutale du niveau de contraintes (Figure I-8).

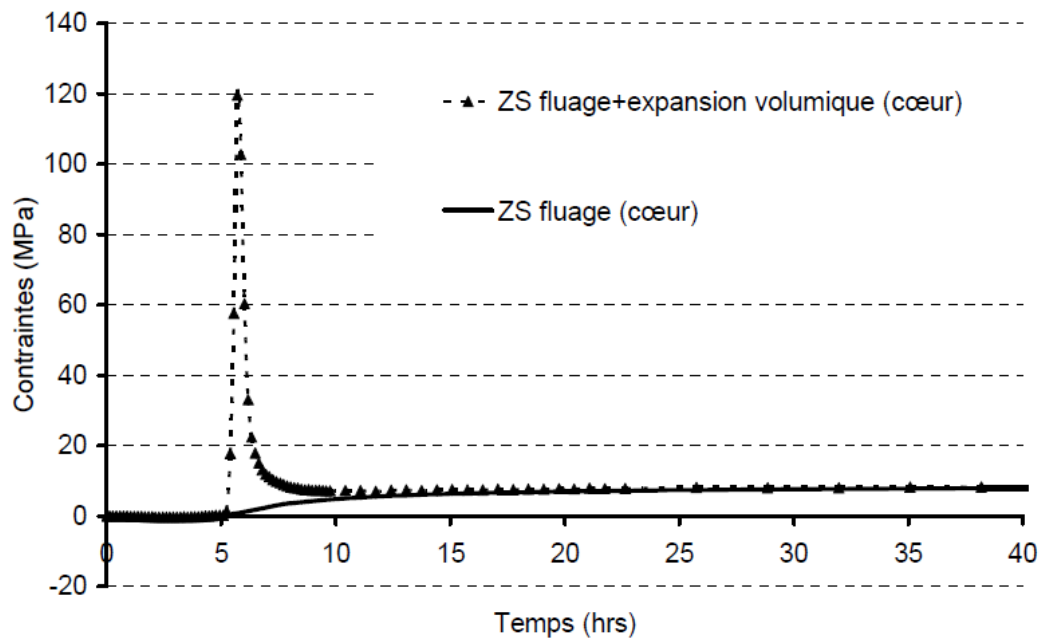


Figure I-8 : Comparaison de l'évolution de la contrainte en fonction du temps pour le matériau ZS au coeur de la dalle, avec et sans gonflement volumique

L'introduction de la TRIP (K ayant été recalé grâce aux résultats des essais de compression dans le modèle), inverse le signe de contraintes pendant la transformation de phase (Figure I-9). Un écoulement plastique plus rapide tend à diminuer le niveau de contraintes pendant la transformation de phase (Figure I-10). Si ce modèle reste simpliste (recalage sur les seuls essais de compression, introduction d'un temps caractéristique n'ayant pas de réalité physique), il constitue néanmoins une étude qualitative enrichissante des effets de la TRIP sur l'évolution du champ des contraintes, et nous fournit ainsi quelques pistes pour orienter notre travail.

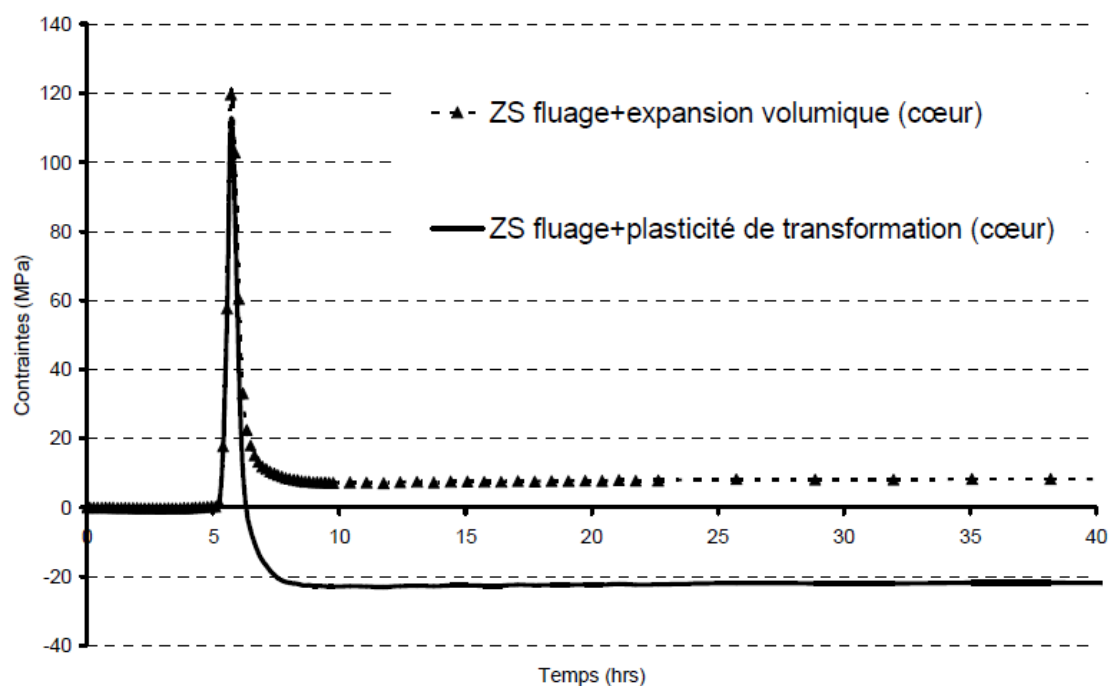


Figure I-9 : Comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au cœur de la dalle, avec et sans plasticité de transformation

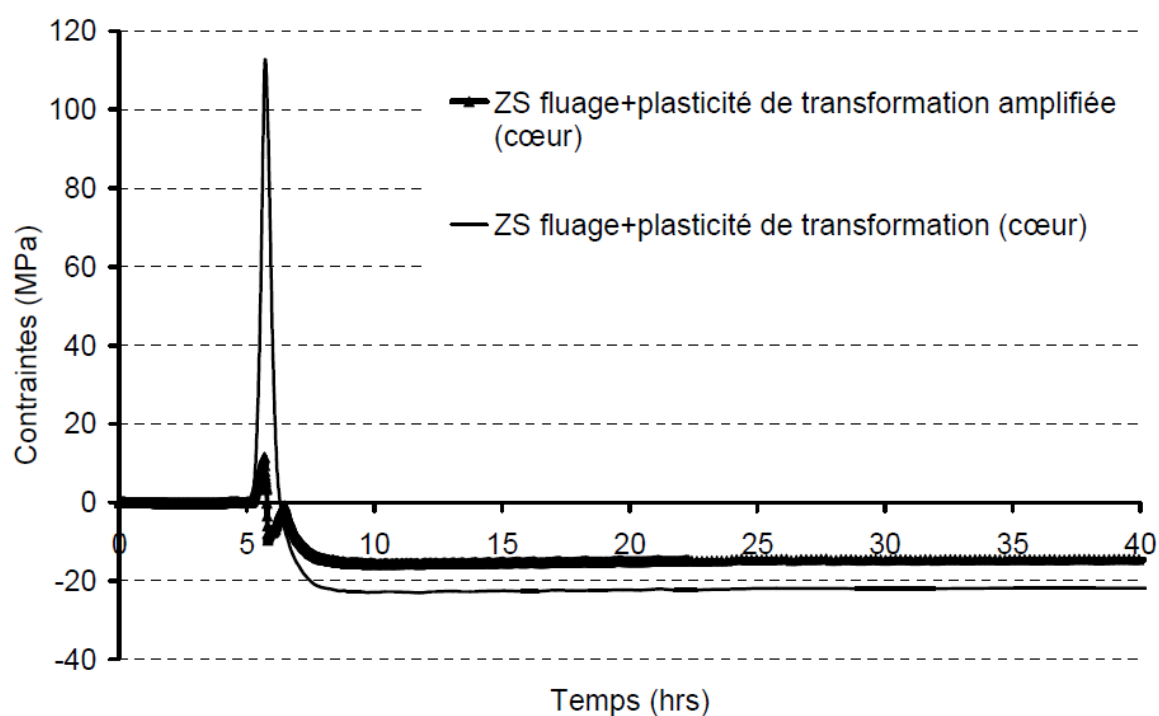


Figure I-10 : Comparaison des évolutions des contraintes au cours du temps au cœur de la dalle, pour deux valeurs différentes de paramètres de la loi de plasticité de transformation

I.4. Objectifs du travail et difficultés associées

I.4.1. Objectifs généraux

Pour enrichir le modèle numérique, il s'agissait donc essentiellement, dans ce travail, de caractériser expérimentalement les effets de la transformation de phase sur le comportement mécanique (module d'élasticité, plasticité de transformation,...), et d'en proposer un modèle implémentable dans un code de calcul par éléments finis, utilisable par Saint-Gobain pour simuler numériquement le refroidissement post-coulée des blocs.

Le modèle développé dans cette thèse est basé sur l'observation macroscopique et constitue essentiellement une description phénoménologique du comportement mécanique. Néanmoins, à chaque fois que cela a été possible, des mécanismes microstructuraux ont été proposés pour expliquer les comportements observés et justifier la modélisation proposée.

I.4.2. Hypothèses fortes requises pour la modélisation du comportement mécanique post-coulée

Des études précédentes ⁷ ont démontré que le comportement des matériaux évolue en fonction du nombre de cycles thermiques préalablement subis. A l'échelle microscopique, le désordre dans le matériau croît en raison de l'accroissement du nombre de variants à chaque cycle. Corrélativement, le nombre de microfissures provoquées par les incohérences de dilatations entre variants croît également, ce qui induit macroscopiquement un gonflement croissant. La résistance à la rupture se dégrade, jusqu'à aboutir à la pulvérisation de certains matériaux sans application d'une quelconque contrainte.

Concernant notre étude du procédé, il est bien sûr impossible d'accéder au premier refroidissement de blocs qui suit la coulée pour effectuer des études de caractérisation mécanique. L'étude mécanique a donc été basée sur un deuxième refroidissement, réalisé suivant la procédure définie lors du programme PROMETHEREF. Malgré le traitement thermique à 1500 °C qui tend à restaurer les matériaux, nos expérimentations sont donc peut-être conservatives, en caractérisant le matériau dans un état pire (dans le sens plus désordonné) qu'il n'est en réalité lors du refroidissement qui suit la coulée. A l'opposé, l'état d'endommagement plus important des matériaux lors de nos essais tendrait à diminuer leur module d'élasticité, donc les contraintes élastiques associées à une sollicitation d'origine thermique (donc à déformation imposée) donnée.

Une deuxième difficulté concerne la dispersion des propriétés des matériaux inhérente au procédé de fabrication. Les blocs utilisés dans ce travail ont tous été coulés dans le laboratoire de recherches de Saint-Gobain CREE, dans des conditions différentes d'une fabrication en usine. Ce type de coulée de petits blocs de géométrie simple était a priori censé, à partir de compositions mieux contrôlées, aboutir à une plus grande homogénéité. Il a également permis une instrumentation plus aisée de la caisse de coulée par thermocouples et capteurs d'émission acoustique. Le moule en graphite parallélépipédique, de petites dimensions, ne comporte pas de masselotte. Après remplissage du moule, une couche de poudre d'isolant d'environ 50 mm d'épaisseur est jetée par-dessus la caisse avec une pelle. En pratique, malgré les précautions prises, ces coulées se sont avérées moins reproductibles que nous l'aurions espéré.

Lors du refroidissement post-coulée, la partie haute du bloc subit un retrait causé par l'absence de masselotte. Des retassures plus ou moins importantes sont en général observées dans le tiers supérieur du bloc (Figure I-11), ce qui implique son tronçonnage ultérieur avant prélèvement des échantillons dans la partie inférieure saine. Le surfacage nécessaire de toutes les faces brutes de coulée (enlèvement d'une épaisseur d'environ 5 mm de matière), probablement à l'origine d'une redistribution des contraintes internes dans le bloc, ne sera pas non plus considéré, ni dans la modélisation, ni dans la mesure expérimentale des contraintes.



Figure I-11 : Section verticale d'un bloc mettant en évidence la retassure dans la partie supérieure

Dans la partie inférieure saine du bloc (Figure I-12), les caractéristiques du matériau varient suivant la position et la direction considérée ⁹.



Figure I-12 : Partie inférieure saine du bloc dans laquelle les éprouvettes ont été usinées

Un modèle thermomécanique sera naturellement incapable de considérer cette dispersion, qui varie en fonction du format de bloc, des conditions de solidification et de la nature du matériau coulé. Cela demanderait en effet, dans chaque cas, une multiplication à l'extrême des caractérisations mécaniques, impossible à envisager. Pour cette raison, pour minimiser les problèmes associés à la dispersion intrinsèque aux matériaux et au procédé, toutes les éprouvettes que nous avons testées ont été prélevées vers le fond du bloc qui est la partie la plus homogène. Des travaux complémentaires seraient nécessaires pour réaliser des modifications de certains coefficients numériques des lois de comportement thermomécanique des matériaux afin d'adapter le modèle à des configurations de coulée et à des matériaux différents.

I.4.3. Structure du mémoire

Le mémoire est divisé en dix chapitres. Le premier d'entre eux constitue une introduction générale sur les matériaux étudiés. La deuxième section consiste en une étude bibliographique de la transformation de phase. La modélisation thermique tridimensionnelle du refroidissement post-coulée par la méthode d'éléments finis et l'ajustement du modèle thermique seront ensuite présentés dans une troisième partie. Un modèle thermique simplifié y est proposé pour le calibrage des paramètres. La quatrième section s'intéresse à la caractérisation expérimentale du comportement mécanique des matériaux pendant la transformation de phase T-M de la zircone. Dans une cinquième section, à partir de résultats d'essais de traction et de compression, un modèle numérique est proposé. Ce modèle est calé et validé pour des conditions de sollicitations plus complexes, dont les résultats sont interprétés dans les sixième et septième sections. Des simulations complètes du refroidissement post-coulée avec le modèle validé sont ensuite présentées dans une huitième section. Dans la neuvième section, le modèle est étendu au réfractaire Z70S. Enfin, un récapitulatif, ainsi que quelques perspectives sont proposés en dernière partie du mémoire.

II. Etude bibliographique de la transformation de phase de la zircon

II.1. Phases solides de la zircon et structures cristallines associées

La zircon est le dioxyde de zirconium ZrO_2 . Elle peut être obtenue à partir de baddeleyite découverte en 1892 par Hussak au Brésil et du zircon ($ZrSiO_4$), les teneurs massiques en zircon pouvant aller jusqu'à 97,5% pour la baddeleyite et 66% pour le zircon naturels.

A température ambiante et pression atmosphérique, la zircon possède une structure cristalline monoclinique. Cette dernière, qui est stable au chauffage jusqu'à 1170 °C, a été mise en évidence par diffraction de rayons X par Ruff ¹⁰. Sa structure cristalline (Figure II-1) a été étudiée au début des années soixante par J.D. McCullough ¹¹ et D.K. Smith ¹².

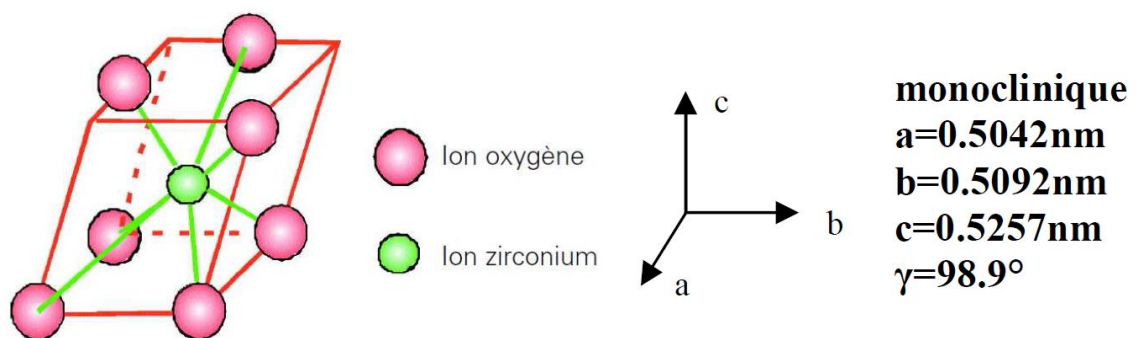


Figure II-1 : Schéma de la structure cristalline monoclinique de la zircon

Teufer ¹³ s'est intéressé à la forme quadratique (dite aussi tétragonale), stable entre 1170 °C et 2379 °C au chauffage. De 2370 °C jusqu'à la température de fusion, la zircon se présente sous forme d'une structure cristalline de type cubique faces centrées ¹².

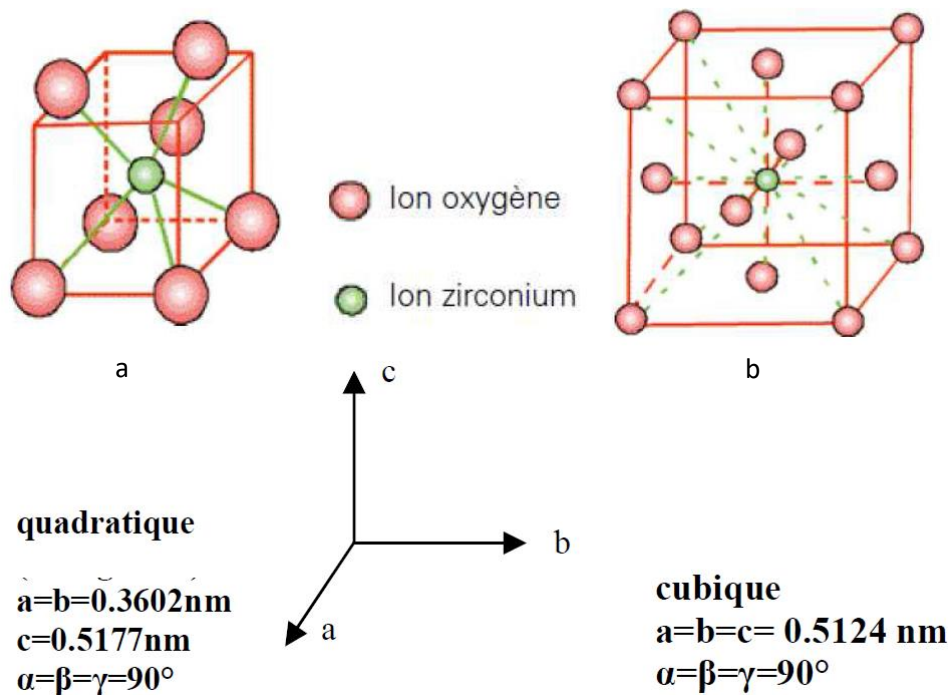


Figure II-2 : Schéma des structures tétragonale (a) et cubique (b) de la zircone

Les trois phases de la zircone et leurs intervalles de température d'existence au chauffage sont résumées dans le Tableau II-1.

Phase	Température
Cubique	$> 2370^\circ\text{C}$
Tétragonale	$1170 - 2370^\circ\text{C}$
Monoclinique	$20 - 1170^\circ\text{C}$

Tableau II-1 : Phases et intervalles de température d'existence correspondants

Ce travail s'est intéressé particulièrement à la transformation tétragonale-monoclinique au refroidissement, qui opère autour de 1000°C pour la zircone pure ¹⁴.

II.2. Propriétés générales de la transformation de phase T-M de la zircone

Il existe deux types de transformation de phase solide :

- Transformation de phase diffusive : diffusion des atomes sur de longues distances, c'est-à-dire supérieures à la distance interatomique ;
- Transformation de phase displacive.

La transformation de phase T-M de la zircone est du type displacif, c'est-à-dire que les déplacements des atomes provoqués par la transformation de phase sont inférieurs à la distance interatomique ¹⁵. Les transformations displacives ont elles-mêmes été classées en deux types :

- Massive : pas d'orientation privilégiée des grains, les atomes peuvent se déplacer individuellement ;
- Martensitique : les atomes doivent se déplacer de manière coordonnée et un changement de forme cristalline est alors causé par les contraintes associées à la transformation de phase.

Wolten ¹⁵ a mis en évidence que la transformation de tétragonale à monoclinique de la zircone était de type martensitique (Figure II-3), ce qui lui confère certaines propriétés :

- Athermique : le taux de transformation dépend de la température dans un intervalle donné. La transformation ne peut pas progresser dans des conditions isothermes ;
- Displacive : le parcours des atomes est inférieur à la distance interatomique ;
- De type cisaillement à l'échelle atomique : le passage de la maille tétragonale à la maille monoclinique nécessite un cisaillement des plans atomiques ;
- A hystérèse large : la transformation au refroidissement (T-M), s'est produite sur une plage de température beaucoup plus basse que la transformation inverse (M-T) lors du chauffage ;
- Nécessité de liaisons ioniques ;
- Composition chimique inchangée.

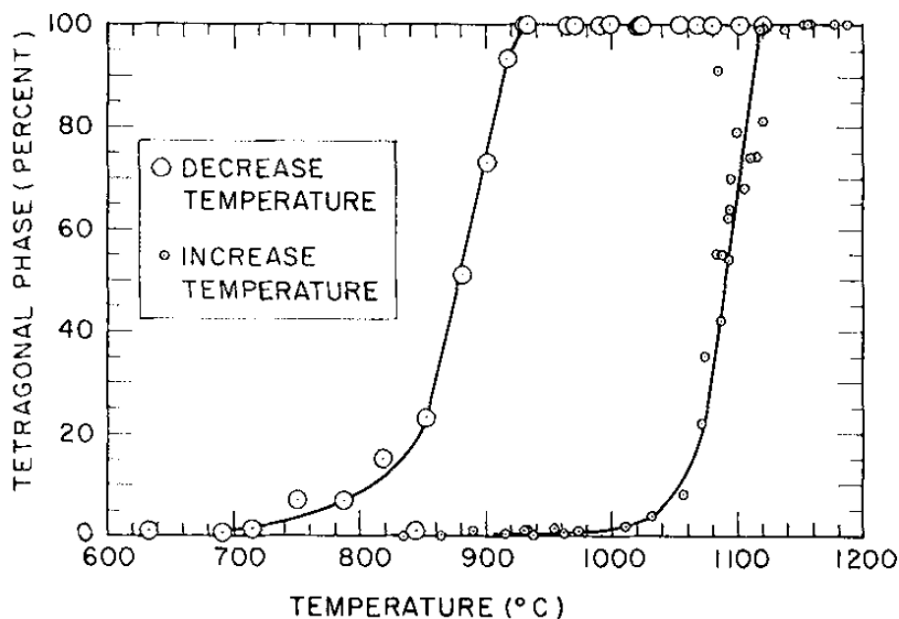


Figure II-3 : Proportion relative de phase tétragonale pendant la transformation de phase M-T au chauffage et T-M au refroidissement de la zircone pure mesurée par DRX ¹⁶

La transformation de la zirconne au refroidissement, qui entraîne un fort taux de déplacement (gonflement volumique de 4 % et changement de forme), a tendance à fragiliser la zirconne frittée, au point qu'à température ambiante, il est quasiment impossible d'obtenir par frittage une zirconne monoclinique cohérente. Cet écueil a été contourné en stabilisant totalement ou partiellement la zirconne sous sa forme cubique ou tétragonale.

La zirconne peut être totalement (TTZ) ou partiellement stabilisée (PSZ) en la dopant avec CaO, MgO, La₂O₃ et Y₂O₃. Dans les céramiques partiellement stabilisés, les précipités de t-ZrO₂ intergranulaires peuvent exister à température ambiante dans une matrice de c-ZrO₂ stabilisée ¹⁷ (Figure II-4 (a)).

La température de transformation de phase de la zirconne peut être diminuée en dopant la zirconne avec de l'yttrium, généralement introduit sous forme d'yttrine Y₂O₃. La température de transformation diminue linéairement en fonction du pourcentage d'yttrine (Figure II-5). La transformation de la phase tétragonale contenant 1,40-1,60 % en moles d'Y₂O₃ a été désactivée avec succès à température ambiante par refroidissement rapide de petits échantillons sphériques. Pour des teneurs d'yttrine supérieures à 1,75 mol%, la transformation de phase athermique est totalement inhibée : aucune transformation T-M n'a lieu jusqu'à la température de l'azote liquide au cours d'un refroidissement rapide ^{18 19}. La phase tétragonale peut être considérée comme stabilisée (Figure II-4 (b)). Pour des teneurs en yttrine comprises entre 2,6 et 3,0 mol%, en conditions isothermes, la transformation de phase T-M peut être activée autour de 550 K qui provoque une dégradation de certaines propriétés mécaniques ^{20 21 22}. La transformation progresse également plus vite lorsque le pourcentage d'yttrine diminue.

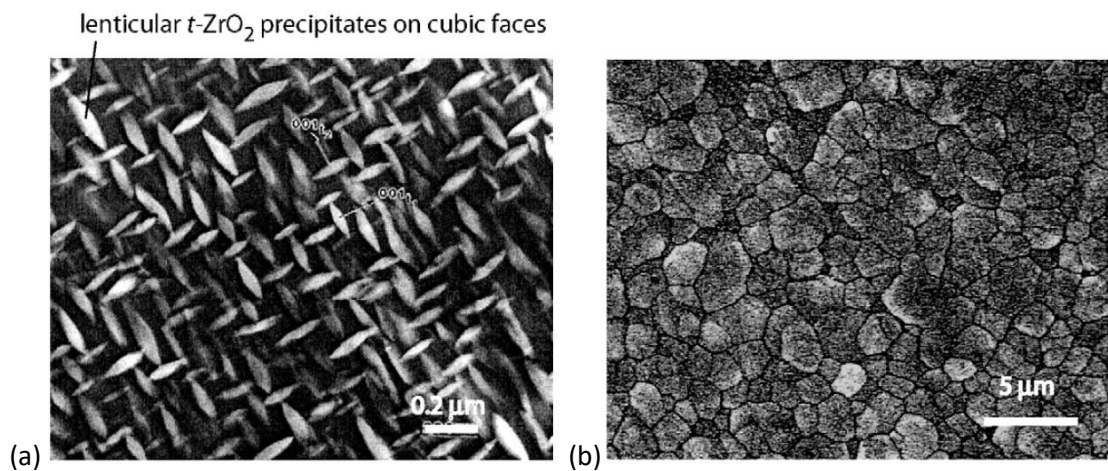


Figure II-4 : Zirconne partiellement stabilisée avec Mg (Mg-PSZ) (a) et zirconne stabilisée avec Y (Y-TZP) (b) ^{17,23}

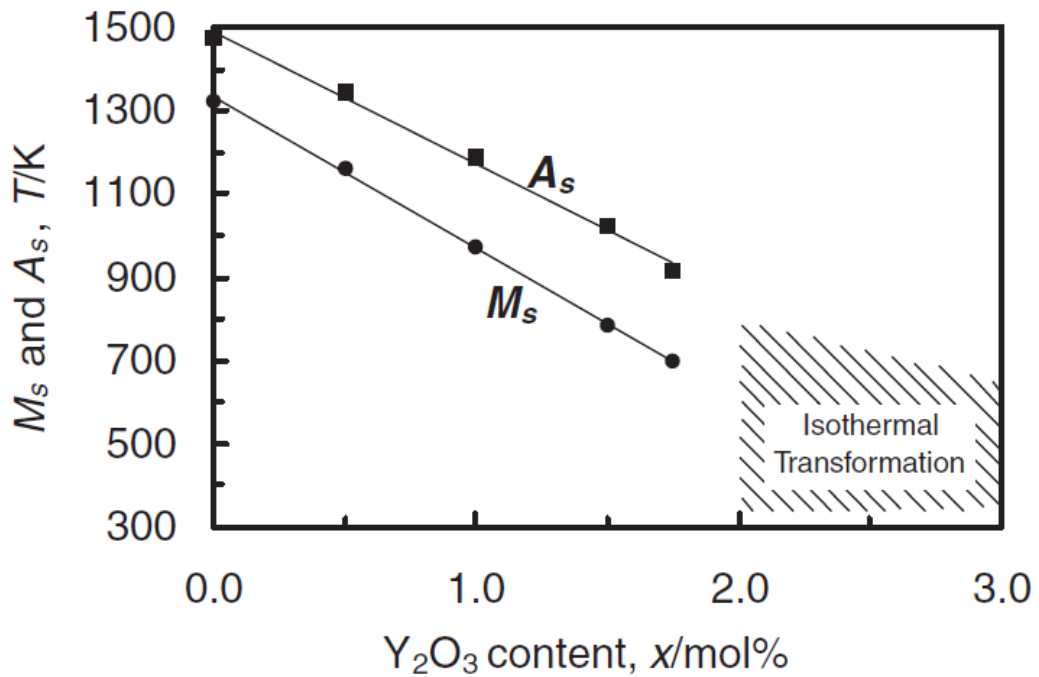


Figure II-5 : Variation de la température de transformation de phase de la zircone en fonction du pourcentage d'yttrine. Ms est la température du déclenchement de la transformation de phase T-M au refroidissement, As est celle de M-T au chauffage ¹⁸

Cette transformation martensitique a été très étudiée pour son intérêt dans le renforcement de la zircone ^{24 17 25 26 27 28}. En ce qui concerne le refroidissement des zircons partiellement stabilisés, les auteurs ont mis en évidence deux particularités ^{29 30 31 32 33 29 34}.

- la température de début de transformation martensitique (Ms) dépend de la taille de grain et/ou de l'application d'une contrainte. Une contrainte de traction facilite la transformation de phase et la température de transformation Ms est décalée vers les hautes températures ²⁹. 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 ³⁵.
- 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 » (sa ténacité se trouve augmentée) par la transformation martensitique.

La transformation de phase T-M étant de type martensitique, à température constante, la transformation de phase ne progresse plus et les mécanismes d'accommodation associés sont désactivés. Les études théoriques de l'induction par la contrainte de la transformation ont démontré que des contraintes de traction hydrostatique ^{36 37} et/ou des contraintes de cisaillement ^{26 38 39 40 41} pouvaient avoir un effet sur la transformation.

Block ⁴² a prouvé qu'à une température fixée, une pression hydrostatique supérieure à une pression critique p_c peut empêcher la transformation de la phase tétragonale en phase monoclinique. A température ambiante, une pression de l'ordre de 2,8 GPa est au minimum nécessaire pour maintenir la zirconie sous sa forme tétragonale. L'augmentation de la température tend à diminuer cette pression critique (Figure II-6).

Comme les matériaux de notre étude (ZB et Z70S) ne sont pas ni dopés à l'yttrine ni stabilisés, la zirconie qui les constitue subit la transformation martensitique. Dans ce travail, les propriétés mécaniques affectées par cette transformation ont été étudiées quantitativement, afin d'en proposer un modèle numérique.

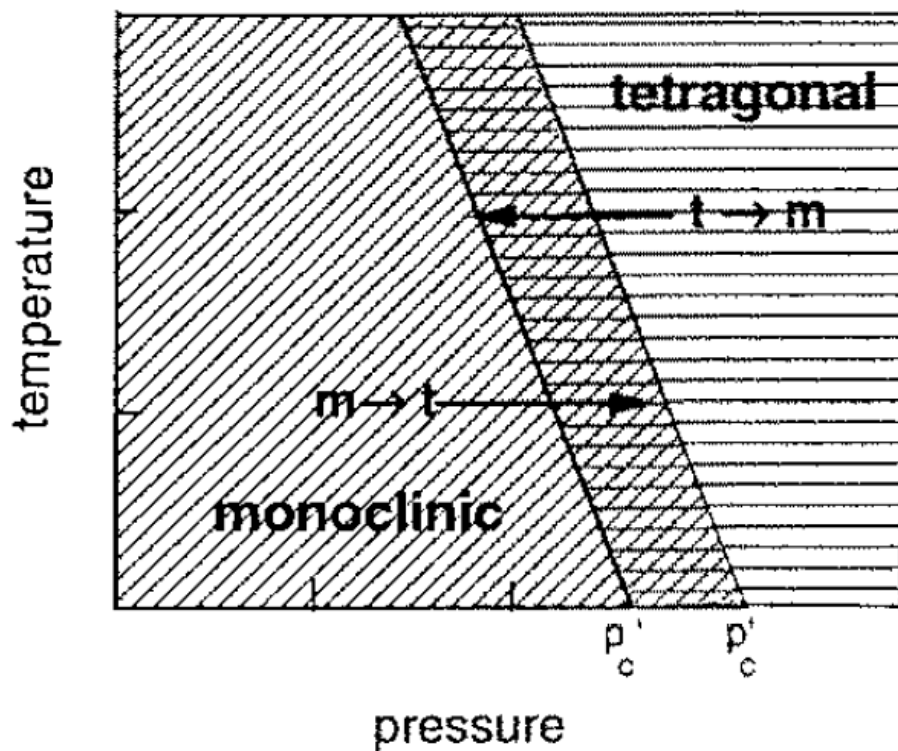


Figure II-6 : Diagramme pression - température – phases ⁴²

II.3. Mécanismes d'accommodation des contraintes et d'écrouissage associés à la transformation de phase T-M

Le transfert d'énergie entre U et PV opère sous la forme d'un mécanisme d'accommodation de la déformation. Deux mécanismes ont été observés par Bansal et Heuer ⁴⁷ : le développement de macles monocliniques (maclage) et le glissement de dislocations.

Un échantillon fin de zirconne percé en son centre a été fretté dans une bague en alumine et a passé la transformation de phase T-M (Figure II-7). Le gonflement associé à la transformation de phase a généré une forte contrainte dans l'échantillon autour de la région proche de l'anneau. Inversement, la matière proche du trou est beaucoup plus libre de gonfler. Plus de macles ont été observées à la périphérie qu'au centre où seules des dislocations ont pu être observées (Figure II-8).

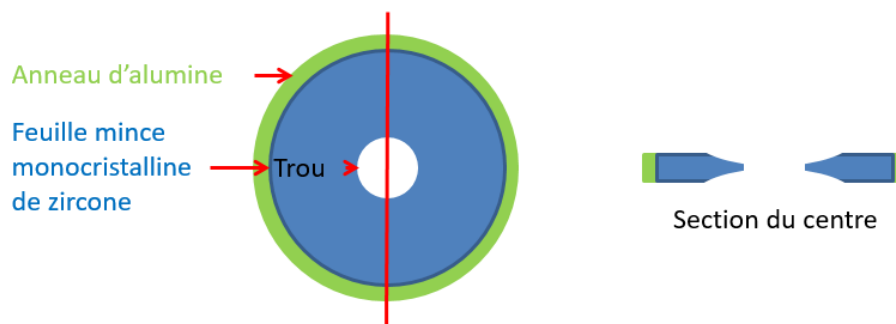


Figure II-7 : Schéma d'éprouvette utilisée par ⁴⁷

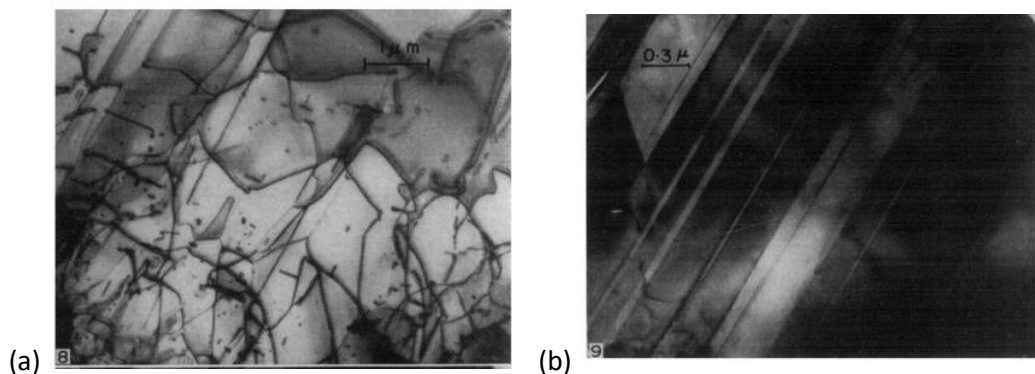


Figure II-8 : Dislocations observées dans la région loin de la bague (contrainte faible - (a)) et macles observés dans la région proche de la bague en alumine (contrainte forte - (b)) ⁴⁷

Une représentation schématique des deux mécanismes d'accommodation est proposée ci-dessous.

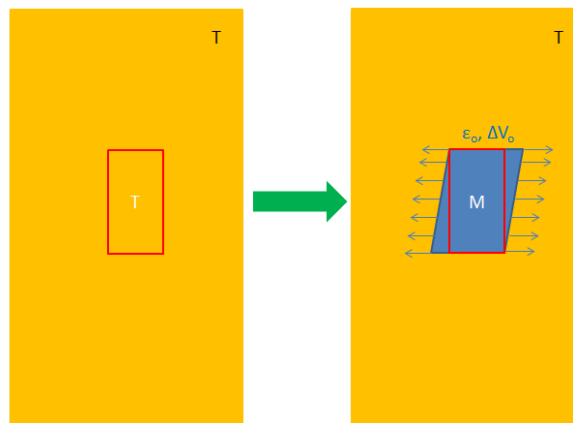
Pendant la transformation de phase, les grains sont diphasiques, un grain tétragonal monocristallin se transformant en général progressivement en plusieurs grains monocliniques. La transformation de la phase tétragonale vers la phase monoclinique provoque un cisaillement des mailles à l'origine d'une augmentation de leurs volumes (Figure II-9 (1)). La différence entre les tailles de mailles monoclinique et tétragonale est à l'origine de contraintes locales dans les variants monocliniques générés (Figure II-9 (2)).

Lorsque la contrainte locale est suffisamment importante pour modifier l'organisation des atomes autour de l'endroit transformé, les plans atomiques concernés sont cisailés et orientés dans une autre direction. Les cristaux se déforment selon un plan de symétrie, créant une macle (Figure II-9 (3)). Wolten ⁴⁸ a évoqué le premier l'existence de plans privilégiés pour le maclage dans la phase monoclinique, dans lesquels ce dernier tend à se réaliser de manière préférentielle. Indépendamment, Bailey ⁴⁹ a constaté une abondance de macles dans les plans (100), (110) et ($1\bar{1}0$). D'autres auteurs ont travaillé sur cette piste et ont confirmé l'existence de deux plans préférentiels ⁴⁷. L'apparition du maclage dans ces plans rend la structure du matériau plus régulière et mieux organisée, tendant à diminuer la déformation et le gonflement.

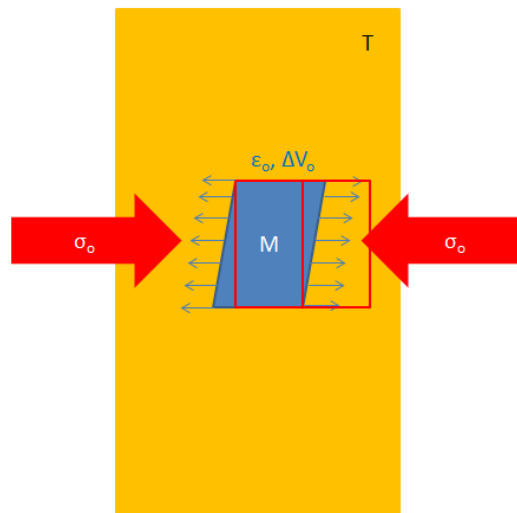
Si la contrainte locale est inférieure à la contrainte minimale permettant de déclencher le maclage, les atomes peuvent néanmoins se mouvoir grâce aux dislocations générées lors de la réorganisation des atomes. Dans ce cas, la déformation dans la direction contrainte est inférieure à celle sans glissement de dislocations, mais le gonflement volumique reste le même (Figure II-9 (4)).

Bansal et Heuer ⁴⁷ ont prouvé que l'application d'une contrainte de compression externe peut favoriser le maclage. L'augmentation de la densité de macles provoque une diminution du gonflement (Figure II-9 (5)).

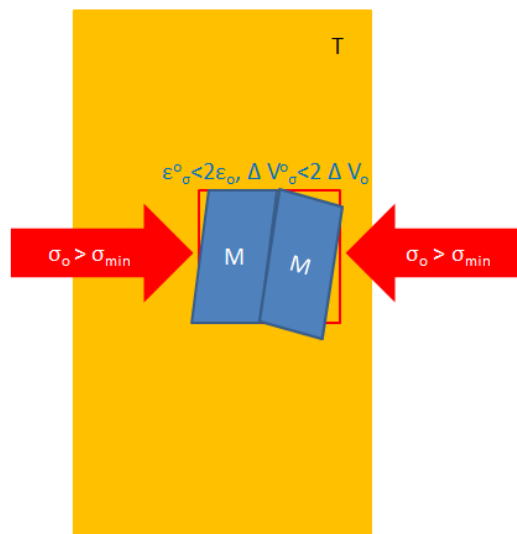
(1) Transformation



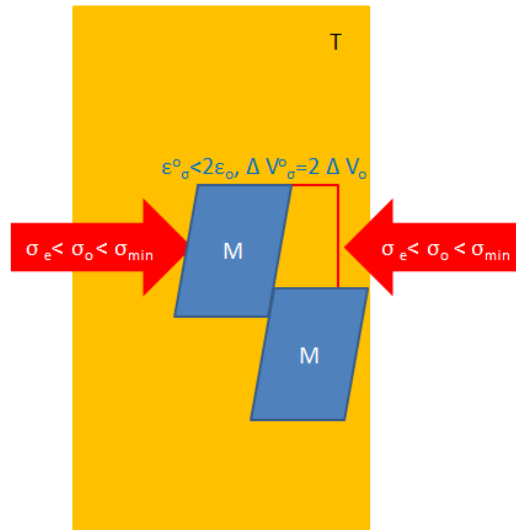
(2) Contrainte locale associée à la transformation



(3) Maillage engendré par une contrainte locale suffisamment importante



(4) Glissement de dislocations sous faibles contraintes



(5) Augmentation de la densité de macles et diminution de gonflement associés à la transformation de phase sous une sollicitation externe σ_{ext}

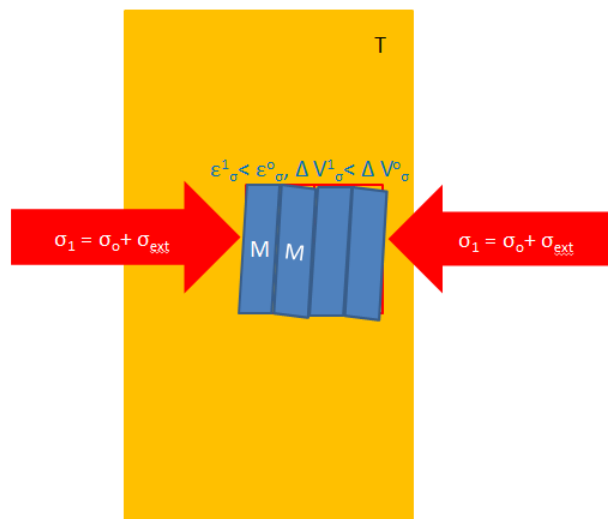


Figure II-9 : Représentation schématique de la transformation T-M dans un grain tétragonal

II.4. Modèle mécanique phénoménologique de la plasticité induite par la transformation de phase (TRIP)

Grâce aux deux mécanismes microstructuraux de déformation présentés dans la section précédente, le mouvement de dislocations et le maclage, le matériau possède, à l'échelle macroscopique, un comportement élasto-plastique pendant la transformation de phase. Sous une sollicitation extérieure supérieure à la limite d'élasticité, le matériau peut donc présenter une déformation irréversible de type plastique.

Ce phénomène appelé TRIP (transformation induced plasticity) a été mis en évidence et bien étudié pour les métaux^{35 50 51} (Figure II-10). Dans ses travaux de thèse, N. T. TRINH⁵² a fait un travail de synthèse des modèles numériques de plasticité de transformation dans les aciers.

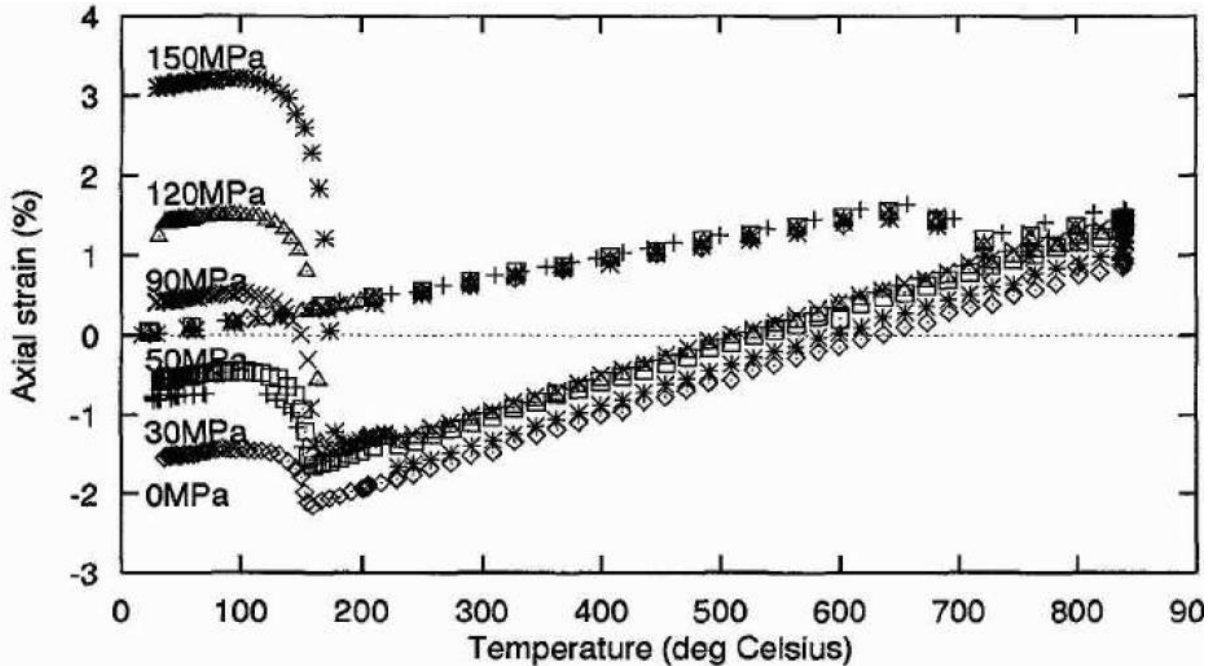


Figure II-10 : Courbes de déformation au refroidissement d'un alliage Cr-Ni-Mo-Al-Ti sous contraintes de traction³⁵

Dans les métaux, le phénomène de plasticité de transformation est généralement expliqué par deux mécanismes : le mécanisme de Greenwood-Johnson⁵³ et le mécanisme de Magee⁵⁴.

- **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 (volume différent). 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, qu'une 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. Ainsi, en l'absence de contraintes internes, même une contrainte appliquée faible pourra être à l'origine d'une déformation plastique.

- **Mécanisme de Magee.** Le mécanisme de Magee, quant à lui, décrit dans le cas de la transformation martensitique. Les plaquettes martensitiques 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 et un changement de forme à l'échelle macroscopique. Autrement dit, quand une petite région est transformée, sa forme change car la déformation de transformation possède une partie déviatorique non-nulle : la moyenne des changements de forme microscopiques n'est alors plus égale à zéro dès lors qu'une contrainte extérieure macroscopique est appliquée.

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 la transformation par diffusion, et de prendre en compte celui de Magee dans le cas de la transformation martensitique. Ne considérer que l'effet Greenwood-Johnson peut conduire à une modélisation satisfaisante d'un acier 16MND5 ⁵⁵. La Figure II-11 représente la comparaison entre les résultats expérimentaux et un modèle de simulation numérique de type Leblond ^{56 57}.

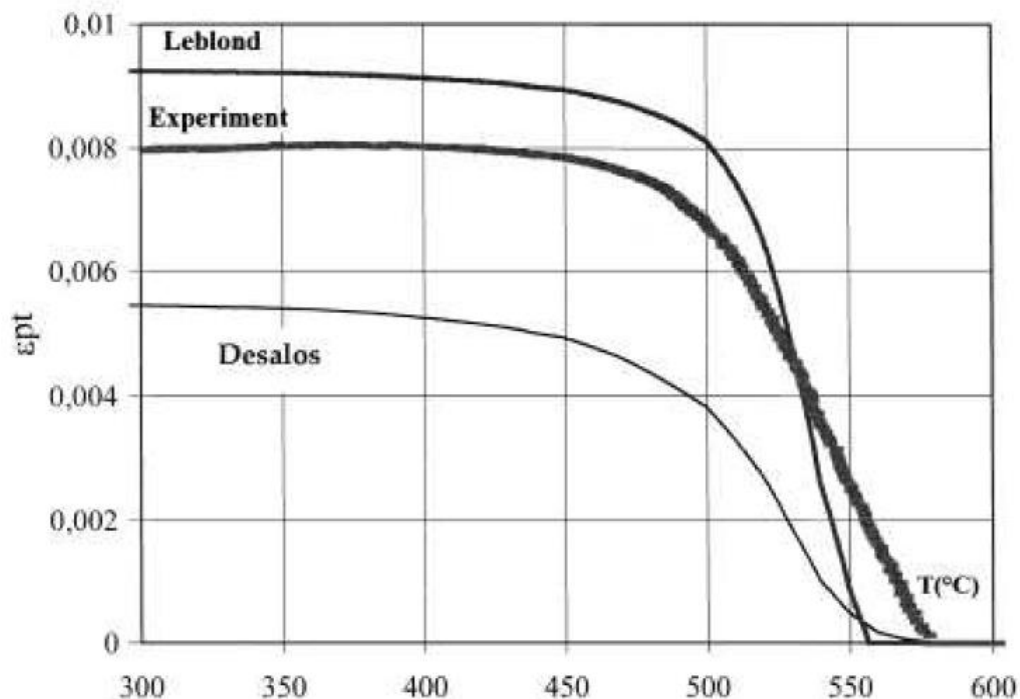


Figure II-11 : Déformation plastique de transformation en fonction de la température : comparaison entre simulation numérique (modèle où l'effet Magee est négligé) et résultats expérimentaux (acier 16MND5 ⁵⁵)

Dans le cas de la transformation martensitique des aciers, 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 ductile en présence pendant la transformation.

Dans le cas des matériaux THTZ, la transformation de phase s'apparente à une transformation martensitique. Deux mécanismes d'accommodation ont été observés par Bansal et Heuer ⁴⁷ (voir § II.3) pour la transformation de phase de la zircone, qui correspondent aux deux mécanismes présentés ci-dessus. Le mécanisme de Greenwood-Johnson correspond bien au mouvement de dislocations observé dans la partie de l'échantillon soumise à une faible contrainte extérieure, qui engendre une réorientation du gonflement associé à la différence de compacité des deux phases. Le mécanisme de Magee, quant à lui, explique bien que la réorientation locale des grains monocliniques sous l'effet d'une contrainte extérieure peut engendrer une déformation du matériau. En conséquence, la modélisation de la transformation de phase des THTZ peut nécessiter la prise en compte des deux mécanismes.

Dans la littérature, aucun modèle n'existe permettant de décrire la transformation de phase de la zircone. Le modèle de Leblond, utilisé pour décrire la transformation dans les aciers, est présenté ci-dessous, en vue d'orienter notre étude.

Dans la littérature, la déformation totale ε d'un matériau est communément décomposée en plusieurs termes dans l'hypothèse (ici raisonnable) de petites déformations :

$$\bar{\varepsilon} = \bar{\varepsilon}^e + \bar{\varepsilon}^d + \bar{\varepsilon}_T^{cp} + \bar{\varepsilon}_\sigma^{cp} + \bar{\varepsilon}^{tp} \quad \text{II-1}$$

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

Le fait de se placer dans le cas de contraintes faibles a pour conséquence de diminuer 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 $\bar{\varepsilon}_T^{cp} + \bar{\varepsilon}_\sigma^{cp}$ sont négligés et la déformation totale s'écrit alors :

$$\bar{\varepsilon} = \bar{\varepsilon}^e + \bar{\varepsilon}^d + \bar{\varepsilon}^{tp} \quad \text{II-2}$$

Le modèle de Leblond ^{58 8 59 56} définit la vitesse de plasticité de transformation comme une fonction dépendant de la proportion de phase transformée ($\phi(z)$) et de la contrainte appliquée :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{tp} = K * \phi'(z) * \dot{z} * \frac{3}{2} \bar{s} \quad \text{II-3}$$

K est un paramètre de plasticité de transformation à définir. La fonction $\phi(z)$ est normalisée en z avec $\phi(0)=0$ et $\phi(1) = 1$. \bar{s} est la partie déviatorique de la contrainte macroscopique.

L'utilisation de l'équation II-3 est justifiée par les arguments suivants :

1. D'une manière générale, la formule doit être incrémentale (comme toujours en plasticité), il faut donc définir $\dot{\overline{\varepsilon}}^{tp}$ au lieu de $\overline{\varepsilon}^{tp}$.
2. Il n'y pas de plasticité induite par la transformation de phase si la transformation n'avance pas : par conséquent, $\dot{\overline{\varepsilon}}^{tp}$ est proportionnelle à \dot{z} .
3. La norme de $\dot{\overline{\varepsilon}}^{tp}$ est proportionnelle à celle de la contrainte appliquée (au moins si cette dernière est faible), comme suggéré par les expériences réalisées sous contraintes uniaxiales.
4. Comme la plasticité classique, la plasticité induite par la transformation ne doit pas impliquer de changement de volume : par conséquent, $\dot{\overline{\varepsilon}}^{tp}$ est proportionnelle à la partie déviatorique de la contrainte \overline{s} .

Différentes études conduisent à des valeurs de K et $\phi(z)$ différentes. Dans le cas du modèle de Leblond ⁵⁶, lorsque les contraintes appliquées sont faibles, les auteurs proposent :

$$\phi(z) = z(1 - \ln z) \quad \text{II-4}$$

$$K = \frac{\Delta \varepsilon_{1 \rightarrow 2}^{th}}{\sigma_1^y} \quad \text{II-5}$$

où $\Delta \varepsilon_{1 \rightarrow 2}^{th}$ est la différence de compacité entre les deux phases et σ_1^y la limite d'élasticité de la phase 1.

III. Modélisation thermique des coulées instrumentées de réfractaire ZB réalisées chez Saint-Gobain CREE

III.1. Présentation des coulées instrumentées réalisées chez Saint-Gobain CREE

Les mesures effectuées lors de coulées instrumentées réalisées chez Saint-Gobain CREE nous ont servi de base pour construire et valider le modèle thermique de refroidissement des réfractaires. La pièce est coulée dans un moule parallélépipédique en graphite, isolé thermiquement par un agent dit de « recuisson », constitué de poudre d'alumine. L'ensemble est posé sur une dalle en béton réfractaire et enfermé dans une caisse métallique. La Figure III-1 représente des photos de la caisse de coulée instrumentée et la Figure III-2 un schéma coté de la caisse de coulée.



Figure III-1 : Photos d'une caisse de coulée instrumentée chez Saint Gobain CREE

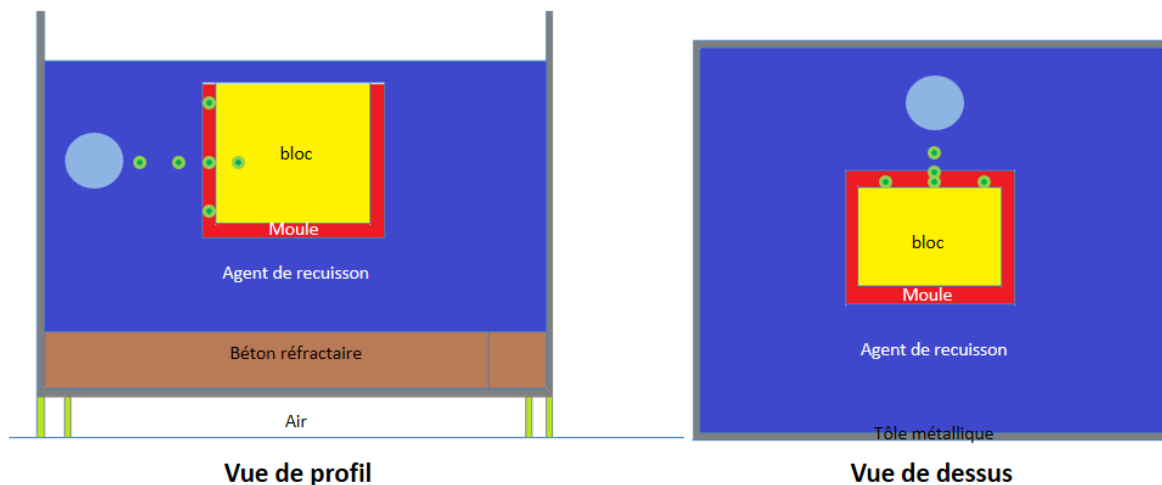


Figure III-2 : Schéma coté de la caisse de coulée indiquant les points de mesure de température et d'émission acoustique

Des thermocouples (points verts sur la Figure III-2) sont installés à l'intérieur du moule, dans l'épaisseur du moule et dans l'agent de recuisson. Les coordonnées de ces thermocouples sont listées dans le Tableau III-1. Des capteurs d'émission acoustique (ronds bleus sur la Figure III-2) sont installés dans l'agent de recuisson, afin de détecter l'activité acoustique au cours du refroidissement. Les résultats de ces derniers vont être présentés dans le chapitre VIII, confrontés avec des résultats

de simulation numérique du refroidissement du bloc. Le refroidissement de ce type de bloc (de dimensions $h \times l \times l = 400 \times 450 \times 250 \text{ mm}^3$) dure une dizaine de jours.

Thermocouple	Type	Face	Cote largeur (mm)	Cote hauteur (mm)	Profondeur (mm)
Tc1	S	Grande face	265	55	20
Tc2	S	Grande face	265	205	20
Tc3	S	Grande face	265	220	5
Tc4	S	Grande face	265	360	20
Tc5	S	Grande face	90	55	20
Tc6	S	Grande face	90	360	20
Tc7	S	Petite face	95	60	20
Tc8	S	Petite face	95	370	20
Tc9	S	Petite face	165	55	20
Tc10	S	Petite face	165	200	20
Tc11	S	Petite face	165	225	5
Tc12	S	Petite face	165	365	20
Tc13	K	Grande face	265	205	Dans l'agent de cuisson
Tc14	K	Petite face	165	200	Dans l'agent de cuisson
Tc15	K	Sous le moule			Dans l'agent de cuisson
Tc16	K	Sous le moule			Dans l'agent de cuisson
Tc17	K	Sous le moule			Dans l'agent de cuisson
Tc18	C	Intérieur moule	55	200	Dans le bloc
Tc19	C	Intérieur moule	55	200	Dans le bloc

Tableau III-1 : Positionnement des thermocouples dans la caisse de coulée

Les courbes tracées dans la Figure III-3 illustrent des mesures typiques de température réalisées dans la caisse de coulée.

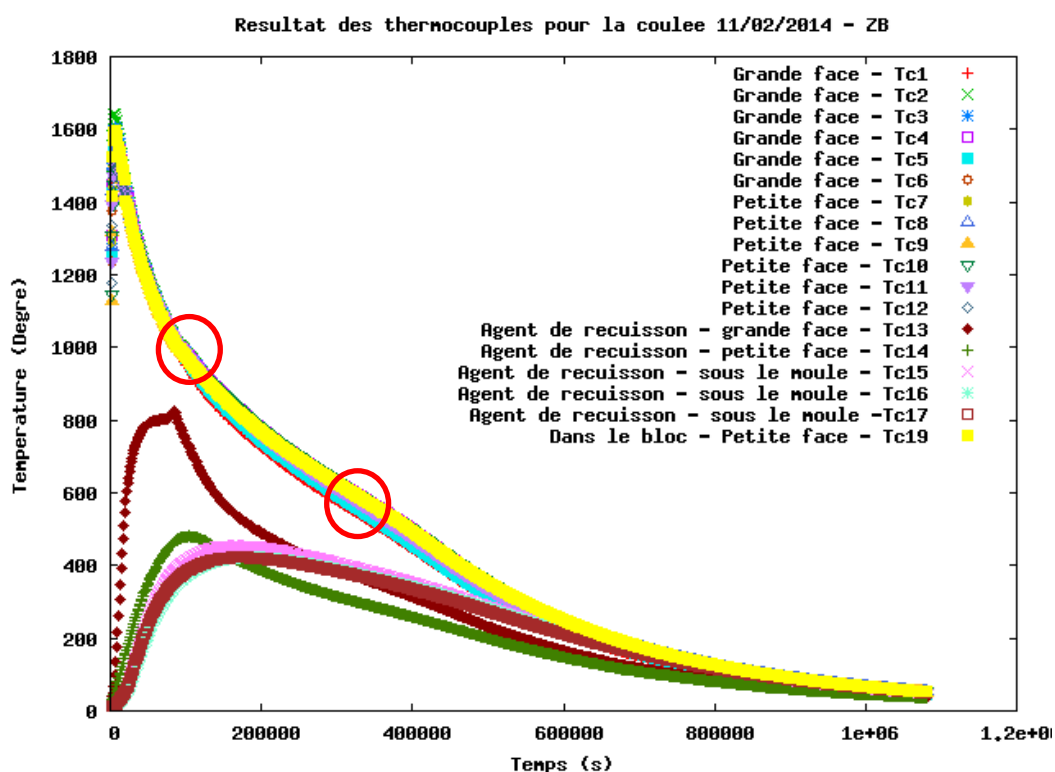


Figure III-3 : Mesures de températures dans la caisse de la coulée (coulée de ZB du 11/02/2014)

Les thermocouples tungstène/rhénium installés dans le bloc (Tc18 et Tc19 dans la Figure III-4) sont insérés dans des tubes en graphite et protégés de l'oxydation par un balayage d'argon.

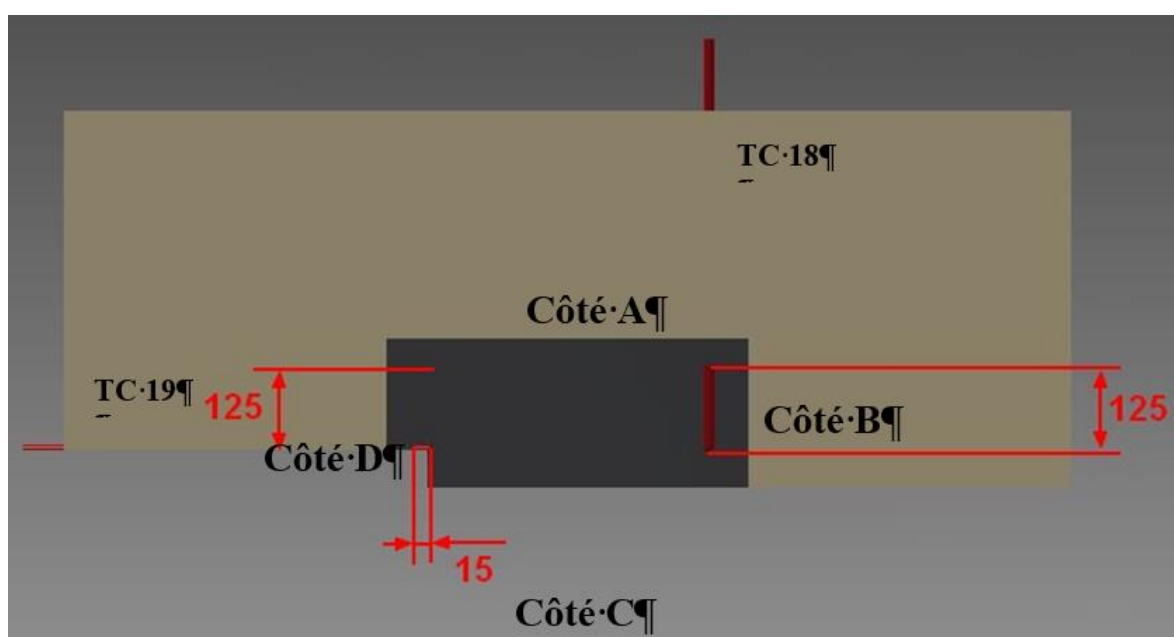


Figure III-4 : Positionnement des thermocouples dans le bloc

La conductivité thermique importante du graphite et l'écoulement d'argon tendent à refroidir les thermocouples, donc à provoquer une sous-estimation de la température mesurée. Cet effet est visible dans la Figure III-5, où la température du Tc19 situé dans le bloc du côté de sa petite face est légèrement supérieure à celle indiquée par le Tc10 localisé en vis-à-vis dans le moule, mais inférieure à celle du Tc2 situé dans le moule, du côté de la grande face. Après 1300°C, la température indiquée par le Tc19 devient inférieure à celle du Tc10. Malgré cette anomalie provoquée par le refroidissement engendré par le système de protection du Tc19, la forme de la courbe du Tc19 est similaire à celle des autres courbes. Le Tc18 a été détruit dès le début du refroidissement et n'a malheureusement pas pu fournir de données exploitables.

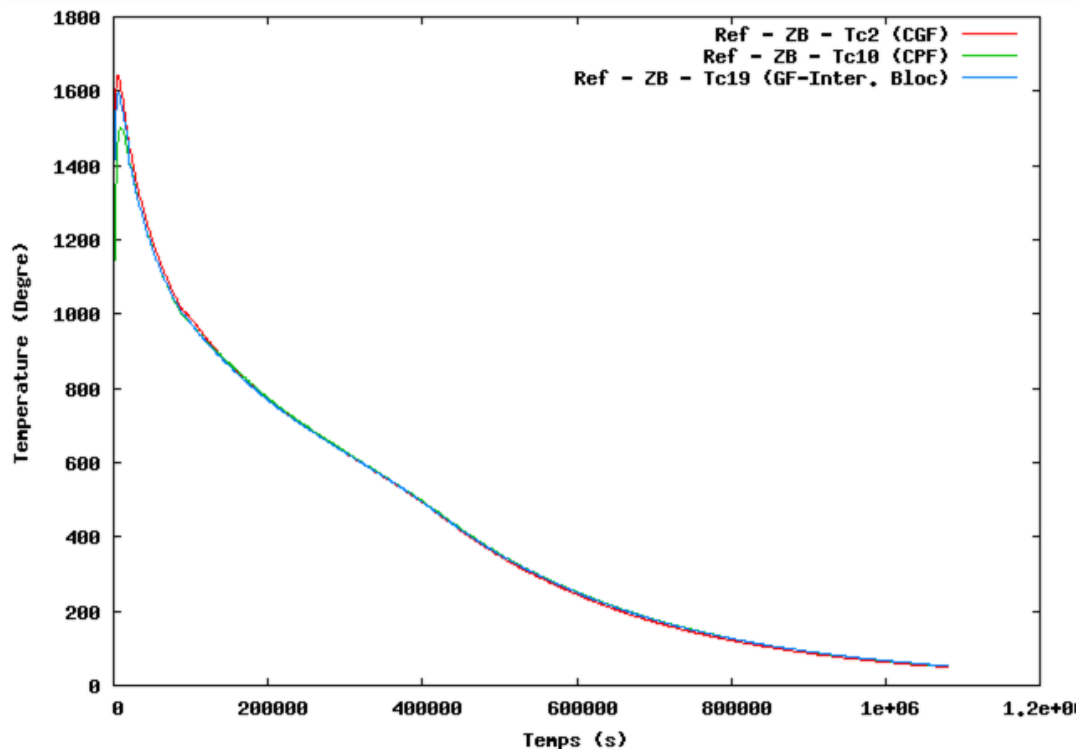


Figure III-5 : Comparaison entre les mesures des thermocouples Tc2, Tc10 et Tc19

Des mesures de la température de la face supérieure par une caméra thermique ont été réalisées, en vue d'estimer les pertes thermiques. Rappelons que le dessus du bloc est isolé seulement par une couche de poudre d'isolant d'environ 5 cm d'épaisseur jetée à la pelle après coulée. Un exemple d'image obtenue est représenté par la Figure III-6.

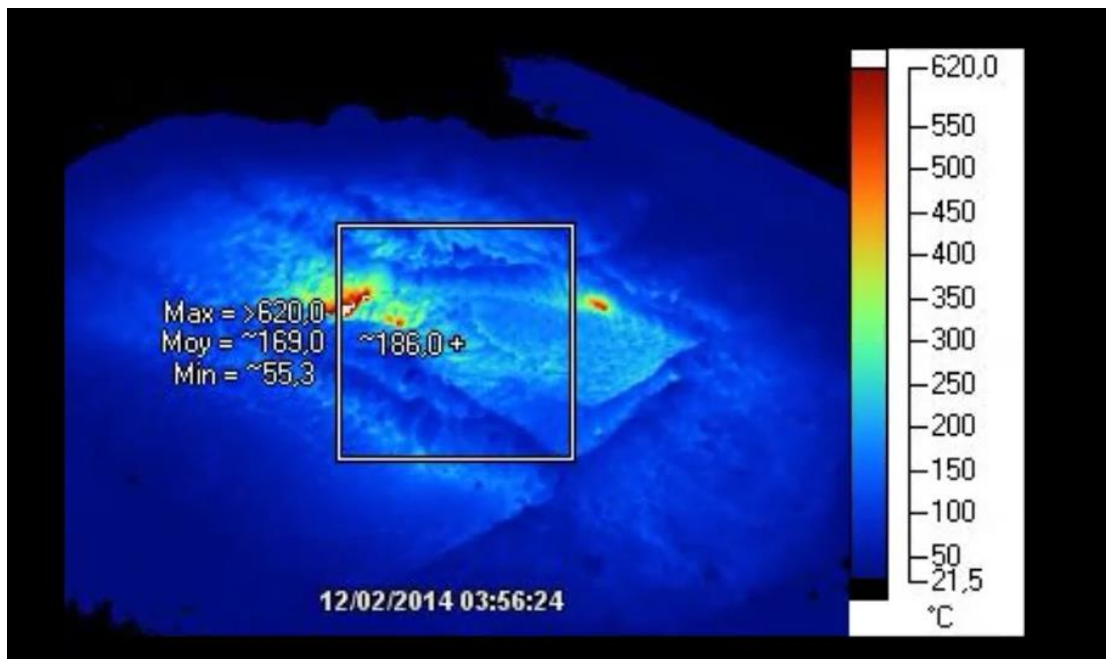


Figure III-6 : Image de la caméra thermique

La très grande variabilité des mesures n'a malheureusement pas permis l'exploitation ultérieure des données recueillies. Rappelons que la retassure (très peu reproductible) se développe sous la couche d'isolant, laissant un vide modifiant considérablement et de manière aléatoire les échanges thermiques via la face supérieure.

Les courbes de la Figure III-3 permettent de constater que la forte enthalpie de solidification du matériau et la conductivité thermique élevée du moule en graphite, associées à la forte isolation thermique assurée par l'agent de recuisson conduisent à des variations de température similaires dans tous les points du moule en graphite. Deux points d'inflexion sur les relevés de température dans le moule peuvent être observés. Un point se situe autour de 1000 °C, un second autour de 600 °C. La température du premier point est située dans l'intervalle de température de transformation de phase T-M et correspond à l'enthalpie de la transformation de phase. La cause de l'apparition du deuxième point d'inflexion demeure, pour l'instant, inconnue. La température associée se situant hors de notre intervalle d'étude, cette inflexion ne sera pas prise en compte pour la modélisation. Ces courbes d'évolution de température seront ultérieurement utilisées pour caler et valider le modèle thermique.

III.2. Maillage 3D de la caisse de coulée

Afin d'effectuer la simulation numérique thermomécanique, un maillage tridimensionnel a été développé à partir de la géométrie d'une caisse de coulée (cf. Figure III-2 et Figure III-7). Le calcul thermomécanique a été réalisé à l'aide du logiciel Zebulon, développé par le Centre des Matériaux de MINES-ParisTech, en partenariat avec l'ONERA. Le maillage généré avec Gmesh a été importé dans Zebulon. Le mailleur de Zebulon a permis de définir les différents volumes et les nœuds auxquels les conditions aux limites ont été appliquées.

Quatre volumes ont été modélisés : le bloc de réfractaire, le moule en graphite, l'agent pulvérulent de recuisson et le béton réfractaire (Figure III-7). La caisse de coulée présentant deux plans de symétrie, seul un quart de celle-ci a été modélisé. L'agent de recuisson étant très épais, la part relative de l'énergie issue du bloc qui atteint la surface extérieure de la caisse est très faible et intervient seulement vers la fin du refroidissement. En conséquence, la convection extérieure n'influence que peu le résultat de la simulation thermique. De ce fait, afin de simplifier le modèle, la caisse métallique n'a pas été modélisée.

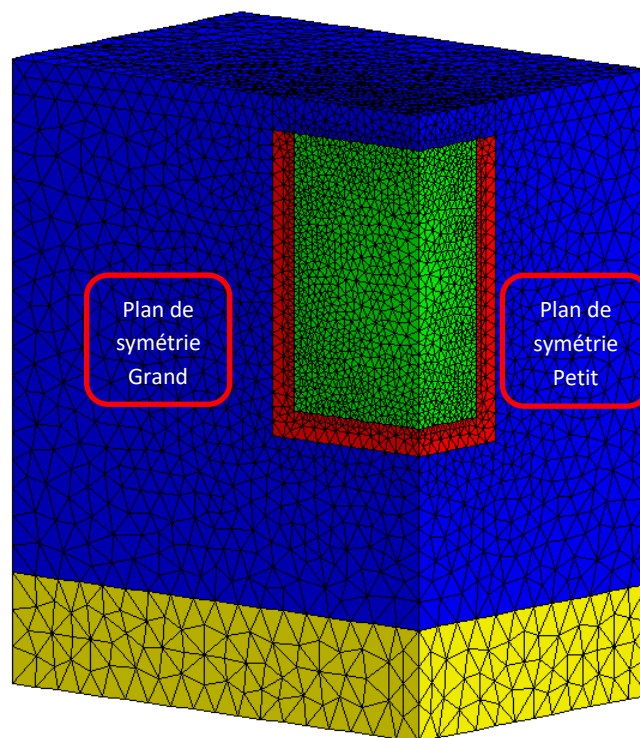


Figure III-7 : Maillage 3D - Volume vert : bloc coulé ; volume rouge : moule ; volume bleu : agent de recuisson ; volume jaune : dalle en béton réfractaire

La différence de dilatation thermique entre le bloc (qui se refroidit, donc se rétracte) et le moule (qui se dilate rapidement lors de la coulée, puis se rétracte lentement lors du refroidissement) provoque, dès la coulée, un jeu à l'interface entre le bloc et le moule. Celui-ci introduit une résistance thermique d'interface R ($K \cdot m^2 \cdot W^{-1}$). Cette dernière est prise en compte dans le calcul en imposant une condition aux limites sous la forme d'un coefficient d'échange thermique d'interface h ($W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$) qui est l'inverse de R . L'application numérique de cette condition aux limites a nécessité l'introduction d'un jeu fictif entre le bloc et le moule dans le maillage : le bloc a donc été décalé d'une très petite distance par rapport au moule. Ce « jeu numérique », de très petite taille, constante en fonction de la température, ne modifie pas significativement la géométrie du maillage par rapport à la géométrie réelle de la caisse de coulée. Il interdit toutefois toute évaluation de la distance séparant le bloc et le moule.

Pour assurer une bonne précision de simulation, le maillage a été raffiné à l'interface entre le bloc et le moule, où le gradient thermique est très important immédiatement après la coulée. La taille de l'élément le plus petit a été a priori fixée à 1mm. En pratique, ce maillage s'est avéré trop fin et conduisait à des durées de calculs trop longues. Un compromis entre précision et durée du calcul a finalement été obtenu en fixant cette taille à 10 mm.

La définition du modèle thermique requiert la définition de trois types de données :

- Les conditions initiales du calcul ;
- Les conditions aux limites thermiques ;
- Les propriétés thermiques des différents composants de la caisse de coulée.

III.2.1. Conditions initiales

La température du bloc est initialisée à la température de coulée du ZB, soit 2450 °C. La température des éléments constituant la caisse de coulée est quant à elle considérée à température ambiante, soit 20 °C.

III.2.2. Conditions aux limites

Deux conditions aux limites ont été imposées :

- Convection libre sur le contour de la caisse de coulée vers son environnement à une température de 20 °C. On a utilisé un coefficient de convection libre de l'air. Le coefficient de convection libre de l'air peut beaucoup varier suivant l'existence d'une couche limite d'interface sur la caisse et de la rugosité de la surface de la caisse : il a ici été supposé égal à 30 ($W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$). Rappelons que cette condition ne joue qu'un rôle mineur limité à l'extrême fin du refroidissement : c'est la diffusion de la chaleur dans l'agent de cuisson qui régit essentiellement la cinétique de refroidissement.
- Coefficient d'échange thermique d'interface h ($W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$) entre le bloc et le moule pour prendre en compte la résistance thermique d'interface. C'est un paramètre classique considéré en fonderie ^{60 61}.

III.2.3. Propriétés thermiques des matériaux

Les échanges internes sont contrôlés par les capacités calorifiques et les conductivités thermiques des matériaux. Si une grandeur varie en fonction de la température, le logiciel a besoin de ses valeurs à certaines températures, qu'il va interpoler automatiquement pour les températures intermédiaires.

III.2.3.1. Caractéristiques thermiques du bloc en ZB

Parmi les deux matériaux étudiés, le comportement thermique du ZB est plus simple et mieux connu que celui du Z70S. Les différentes propriétés thermiques du ZB utilisées par Saint Gobain CREE sont répertoriées dans Tableau III-2.

Matériau	Enthalpie de solidification ΔH (kJ*kg ⁻¹)	Intervalle de solidification	Masse volumique (kg*m ⁻³)	Capacité calorifique massique C_p (J*kg ⁻¹ *K ⁻¹)	Conductivité thermique λ (W*m ⁻¹ *K ⁻¹)	
					T (°C)	λ
THTZ (ZB)	663	2400°C-1900°C	5509	550	20	5
					500	2,9
					1000	2,4
					1500	3,2
					2000	4,6
					2500	5,9

Tableau III-2 : Caractéristiques thermiques du ZB fournies par Saint-Gobain CREE

La prise en compte de l'enthalpie associée à la transformation de phase de la zircone de tétragonale à monoclinique s'avère nécessaire pour reproduire fidèlement les champs de température. Un essai préliminaire a été réalisé au Centre des Matériaux, qui a permis de mettre en évidence cette enthalpie (Figure III-8). Des mesures plus précises ont été réalisées au laboratoire LEM3 de Metz par Alain HAZOTTE (Figure III-9), pour le ZB et le Z70S. Celles-ci ont été effectuées en prenant des poudres d'acier comme référence, dont la densité est inconnue. Elles ne fournissent donc que des informations approximatives sur la capacité calorifique volumique du ZB. Par contre, l'enthalpie de transformation de phase du ZB peut être obtenue en intégrant l'aire en-dessous du pic.

Dans les mesures par DSC réalisées au Centre des Matériaux sur le ZB, le pic exothermique débute à 1026 °C et finit à 900 °C (à partir de 900 °C, la courbe reprend une pente constante), soit dans un intervalle de 126 °C. Au LEM3, le dégagement de chaleur commence à 1016 °C et finit à 900 °C, soit dans un intervalle de 116 °C : les deux mesures sont donc cohérentes.

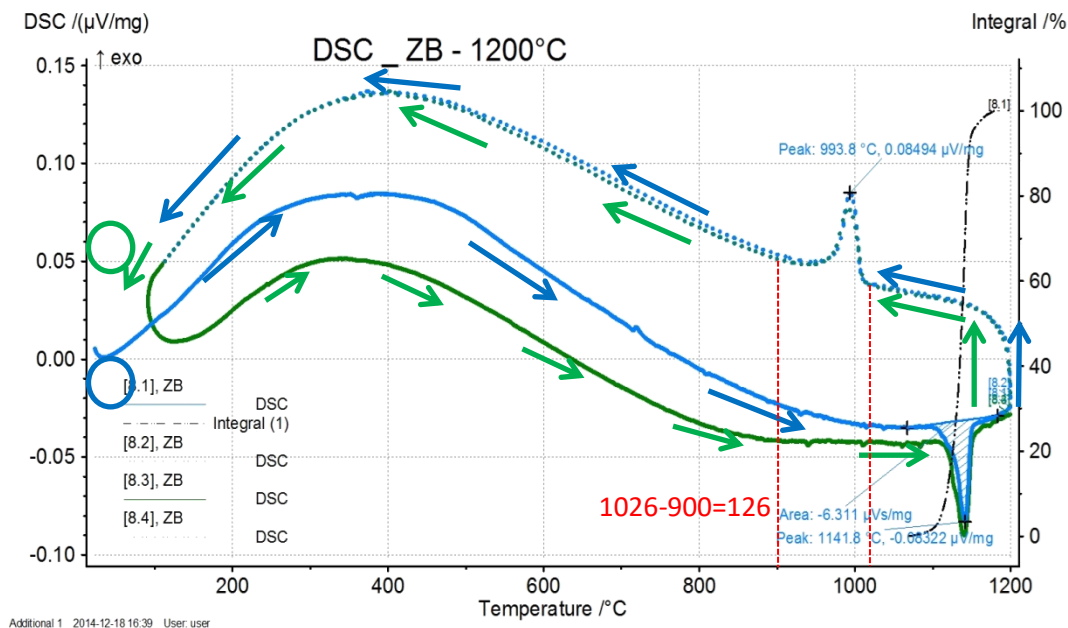


Figure III-8 : Mesure en DSC réalisée sur ZB au Centre des Matériaux

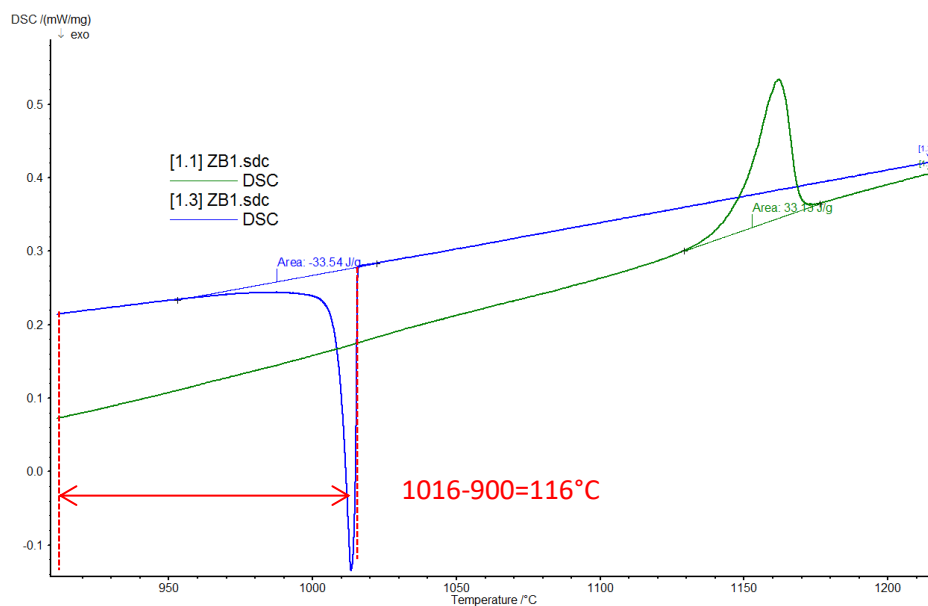


Figure III-9 : Mesures en DSC réalisées sur ZB au LEM3

Les températures de transformation de phase étant affectées par de nombreux facteurs (taille de grains, impuretés, contrainte, histoire thermique...) les données issues de la littérature (récapitulées en ANNEXE 1) présentent une grande dispersion. Aucune analyse quantitative de l'influence de ces facteurs sur la température de transformation de phase n'est par ailleurs disponible. Compte-tenu de ces incertitudes, les valeurs obtenues ici apparaissent donc en bon accord avec la littérature.

Trois méthodes peuvent être envisagées pour obtenir la capacité calorifique du ZB : la loi des mélanges intégrant des données sur la zircone pure issues de la littérature ⁶², le logiciel de simulation thermodynamique FactSage et une loi des mélanges prenant en compte l'enthalpie déterminée au LEM3. La comparaison des résultats fournis par ces trois méthodes (ANNEXE 2) prouve que les deux premières ne permettent pas une approximation satisfaisante car l'enthalpie de transformation de phase considérée dans ces deux cas concerne une valeur au chauffage. Or il a été prouvé, par les mesures réalisées au LEM3 pour le ZB, que cette dernière était inférieure à celle mesurée au refroidissement (Tableau III-3). C'est donc finalement la troisième méthode qui a été utilisée pour alimenter la simulation numérique.

Transformation de phase	T (°C)	ΔH (J*g ⁻¹)	ΔH (kJ*m ⁻³)
M-T	1129	55,5	211E+03
T-M	1016	38,3	306E+03

Tableau III-3 : Enthalpies associées aux transformations de phase du ZB

La loi des mélanges prenant en compte l'enthalpie déterminée au LEM3 est basée sur la composition du ZB qui est relativement simple (Cf. Tableau I-1). Les calculs ont été menés à partir des pourcentages respectifs des composants et des valeurs des capacités calorifiques massiques issues de la littérature ⁶², en considérant comme masse molaire de la zircone 123,233 g/mol. Les capacités calorifiques massiques des autres composants (alumine et verre) sont également issues de la littérature et sont détaillées en ANNEXE 3. La capacité calorifique massique en J*K⁻¹*kg⁻¹ obtenue par la loi de mélange a été multipliée par la masse volumique du ZB (5509 kg*m⁻³) pour obtenir la capacité calorifique volumique en J*K⁻¹*m⁻³ nécessaire au calcul (Tableau III-4). La variation de volume associée à la transformation de phase a été négligée dans le calcul (densité supposée constante). L'enthalpie de transformation a été prise en compte, dans l'intervalle de transformation de phase T-M (1016 °C – 956 °C), par une variation fictive de la capacité calorifique obtenue en divisant l'enthalpie libérée dans un intervalle de température par la valeur de ce dernier. Les capacités calorifiques volumiques fictives ainsi déterminées (Tableau III-5) ont été ajoutées aux valeurs du Tableau III-4 pour obtenir les données nécessaires à la simulation numérique (Tableau III-6).

T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)	T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)
25	2.52E+03	1001	3.68E+03
27	2.53E+03	1006	3.68E+03
127	2.86E+03	1011	3.68E+03
227	3.05E+03	1016	3.68E+03
327	3.17E+03	1020	3.74E+03
427	3.26E+03	1237	3.66E+03
527	3.34E+03	1247	3.66E+03
627	3.40E+03	1327	3.67E+03
727	3.46E+03	1427	3.69E+03
827	3.51E+03	1527	3.70E+03
927	3.56E+03	1627	3.72E+03
940	3.66E+03	1727	3.74E+03
956	3.68E+03	1800	3.82E+03
961	3.68E+03	1895	3.83E+03
966	3.68E+03	1900	8.85E+03
971	3.68E+03	2000	8.87E+03
976	3.68E+03	2100	8.82E+03
981	3.68E+03	2200	8.83E+03
986	3.68E+03	2300	8.85E+03
991	3.68E+03	2400	8.87E+03
996	3.68E+03	2500	3.87E+03

Tableau III-4 : Capacité calorifique volumique « fictive » calculée après prise en compte de l'enthalpie de transformation déterminée avec la loi des mélanges, en fonction de la température

T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³) fictive
956	23
961	52
966	87
971	125
976	177
981	226
986	294
991	379
996	492
1001	650
1006	1149
1011	4737
1016	101

Tableau III-5 : Capacité calorifique volumique « fictive » calculée après prise en compte de l'enthalpie de transformation mesurée au LEM3, en fonction de la température

T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)	T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)
25	2.52E+03	1001	4.31E+03
27	2.53E+03	1006	4.81E+03
127	2.86E+03	1011	8.39E+03
227	3.05E+03	1016	3.76E+03
327	3.17E+03	1020	3.74E+03
427	3.26E+03	1237	3.66E+03
527	3.34E+03	1247	3.66E+03
627	3.40E+03	1327	3.67E+03
727	3.46E+03	1427	3.69E+03
827	3.51E+03	1527	3.70E+03
927	3.56E+03	1627	3.72E+03
940	3.66E+03	1727	3.74E+03
956	3.68E+03	1800	3.82E+03
961	3.71E+03	1895	3.83E+03
966	3.74E+03	1900	8.85E+03
971	3.78E+03	2000	8.87E+03
976	3.83E+03	2100	8.82E+03
981	3.88E+03	2200	8.83E+03
986	3.95E+03	2300	8.85E+03
991	4.04E+03	2400	8.87E+03
996	4.15E+03	2500	3.87E+03

Tableau III-6 : Capacité calorifique volumique « fictive » calculée après prise en compte de l'enthalpie de transformation déterminée à partir de la mesure DSC ajoutée à la loi des mélanges, en fonction de la température

III.2.3.2. Caractéristiques thermiques du moule

Les propriétés thermiques du moule en graphite ont été déterminées par le CEA Saclay, dans le cadre des travaux de thèse de Laetitia PETRONI ⁶. Elles sont reportées dans le Tableau III-7.

Capacité calorifique volumique $\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)		Capacité calorifique volumique $\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)		Conductivité thermique λ (W*m ⁻¹ *K ⁻¹)		Conductivité thermique λ (W*m ⁻¹ *K ⁻¹)		Conductivité thermique λ (W*m ⁻¹ *K ⁻¹)	
T (°C)	$\rho \cdot C_p$	T (°C)	$\rho \cdot C_p$	T (°C)	λ	T (°C)	λ	T (°C)	λ
27	1145	627	2909	27	98,8	627	60,8	1250	37,9
77	1401	677	2966	77	96,4	677	58	1300	36,9
127	1625	727	3012	127	93,9	727	55,5	1350	36
177	1825	777	3046	177	90,8	777	53,1	1400	35,2
227	2004	827	3070	227	87,4	827	50,8	1450	34,5
277	2166	877	3082	277	83,8	877	48,7	1500	34
327	2312	927	3083	327	80,2	927	46,7	1600	33,5
377	2444	1000	3083	377	76,6	1007	43,7	1700	33
427	2562	1050	3083	427	73,1	1050	41,7	2450	33
477	2667	1100	3083	477	69,8	1100	40,5		
527	2760	1300	3083	527	66,8	1150	39,5		
577	2841	1600	3083	577	63,6	1200	38,8		
		2450	3083						

Tableau III-7 : Caractéristiques thermiques du moule en graphite en fonction de la température⁶

III.2.3.3. Caractéristiques thermiques de l'agent de recuisson

Les propriétés thermiques de l'agent de recuisson ont été fournies par Saint-Gobain CREE, desquels ont été extraites les valeurs de conductivité et de capacité calorifique volumique utilisées dans nos calculs.

Les variations des propriétés thermiques de l'agent de recuisson utilisé dans notre étude sont faibles et quasiment linéaires. Par conséquent, en divisant la conductivité thermique λ par la diffusivité α , la capacité calorifique volumique $\rho \cdot C_p$ a été considérée aux deux températures extrêmes des courbes (l'ensemble des courbes ne peut être montré pour des raisons de confidentialité), les autres valeurs étant déterminées par interpolation linéaire. Les données utilisées pour les calculs préliminaires sont récapitulées dans le tableau ci-dessous :

Conductivité thermique λ ($\text{W} \cdot \text{m}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$)		Capacité calorifique volumique $\rho \cdot C_p$ ($\text{J} \cdot \text{m}^{-3} \cdot \text{K}^{-1}$)	
Température (°C)	λ	Température (°C)	$\rho \cdot C_p$
180	0,07	180	$0,412 \cdot 10^6$
1230	0,125	1230	$0,568 \cdot 10^6$

Tableau III-8 : Caractéristiques thermiques de l'agent de recuisson en fonction de la température, utilisées pour les calculs thermiques préliminaires (interpolation linéaire)

L'agent de recuisson étant un milieu pulvérulent, ses propriétés thermiques peuvent varier considérablement selon sa densité, dépendante de son état de tassement. Les valeurs préliminaires données dans ce § seront ultérieurement recalées par méthode inverse lors de l'établissement du modèle thermique final.

III.2.3.4. Caractéristiques thermiques de la dalle de béton réfractaire

Les caractéristiques thermiques de la dalle de béton réfractaire située en-dessous de la caisse de coulée et supportant le moule ont été fournies par Saint Gobain CREE : elles sont résumées dans le Tableau III-9.

Capacité calorifique volumique $\rho \cdot C_p$ (J*K ⁻¹ *m ⁻³)	Conductivité thermique λ (W*m ⁻¹ *K ⁻¹)	
	T (°C)	λ
	20	2,78
	800	2,78
	1000	2,63
	1200	2,52

Tableau III-9 : Caractéristiques thermiques de la dalle de béton réfractaire, en fonction de la température ⁶

III.2.4. Grandeurs à optimiser par méthode inverse

Certaines valeurs du modèle thermique sont difficiles -voire impossibles- à déterminer expérimentalement. Ces valeurs ont dû donc être ajustées numériquement par méthode inverse.

Le premier coefficient à identifier est le coefficient d'échange thermique d'interface entre le bloc et le moule h (W*m⁻²*K⁻¹). Un jeu (sous forme d'une lame d'air), qui s'établit rapidement entre le bloc et le moule, pénalise les échanges thermiques entre les deux. La prise en compte des trois modes de transfert thermique (rayonnement, convection et conduction) dans cet espace nécessiterait une instrumentation et des moyens de calcul trop importants. Nous considérerons donc un coefficient d'échange thermique d'interface fictive, qui n'aura pas de signification physique directe mais permettra de prendre en compte à elle seule l'ensemble des mécanismes physiques d'échange thermique entre bloc et moule. Sa valeur pourra naturellement varier en fonction de la température et/ou du temps lors du refroidissement, comme varient l'espacement entre bloc et moule et les importances relatives des modes de transfert de chaleur.

L'agent de recuisson utilisé est constitué de poudre d'isolant dont la densité – donc les propriétés thermiques - varient selon la coulée (plus ou moins tassé suivant sa position dans le bloc, la température subie, son état de recyclage...). Les mesures des propriétés thermiques de ce milieu pulvérulent sont délicates à mener, particulièrement in situ. Les valeurs de base données dans le Tableau III-8 doivent donc être ajustées pour prétendre aboutir à une modélisation optimisée de chaque coulée.

III.3. Optimisation du modèle thermique

La méthode inverse utilisée est une méthode itérative décrite par la Figure III-10.

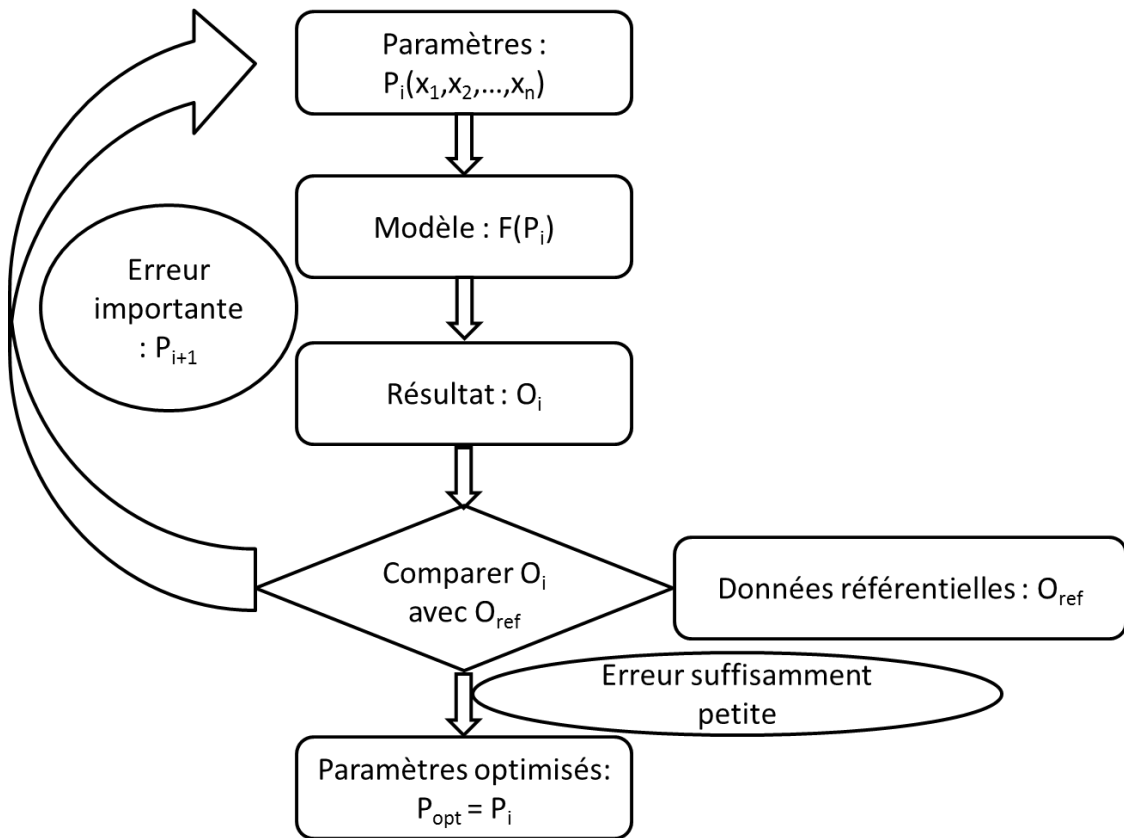


Figure III-10 : Algorithme de la méthode inverse utilisée pour la détermination des paramètres variables et/ou non-mesurables

Pour obtenir la valeur optimale des paramètres à recaler $P_i(x_1, x_2, \dots, x_n)$, des prélèvements sont pratiqués dans l'intervalle d'étude de chacun des paramètres. Chaque prélèvement de la série P_i est introduit dans le modèle F , soit $F(P_i)$, pour avoir un résultat O_i . On compare ensuite O_i avec les données expérimentales O_{ref} . Si l'écart entre les deux est suffisamment petit, c'est-à-dire que la différence sur le résultat devient négligeable par rapport aux valeurs précédentes et à l'incertitude des mesures, P_i est considéré comme les valeurs optimales des paramètres. Si tel n'est pas le cas, on définit une nouvelle série P_{i+1} , ce jusqu'à ce qu'un résultat satisfaisant soit obtenu.

Deux tâches préparatoires sont à réaliser avant d'effectuer l'optimisation :

- Définir les paramètres à optimiser ;
- Choisir les mesures expérimentales de référence O_{ref} .

III.3.1. Choix des courbes de référence

Sauf exception, les thermocouples positionnés dans différents endroits de la caisse de coulée produisent tous des résultats exploitables pour le calage de la simulation (Figure III-11). Néanmoins, obtenir une convergence rapide et correcte implique le choix de courbes caractéristiques pertinentes pour optimiser la simulation thermique du système.

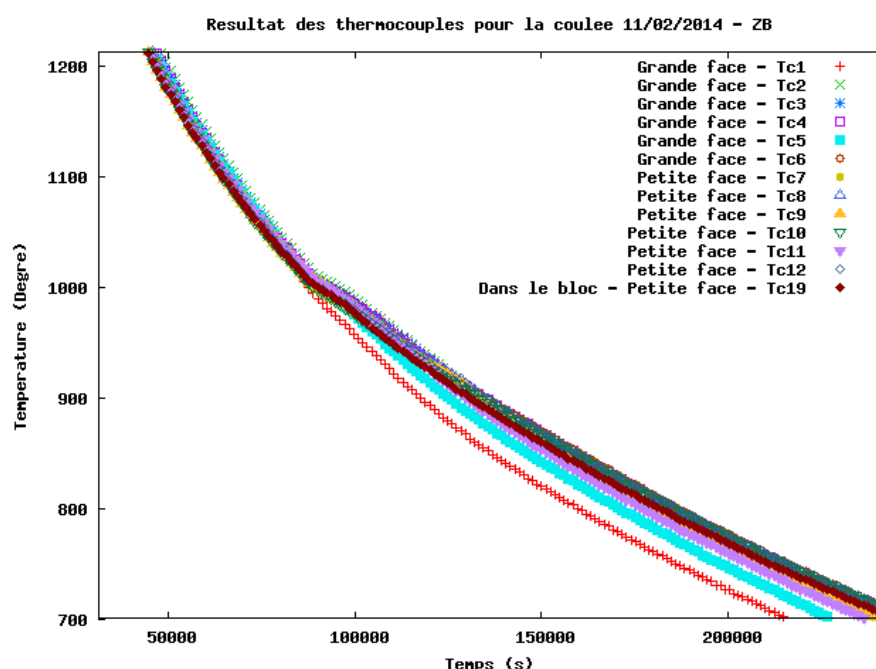


Figure III-11 : Mesures fournies par l'ensemble des thermocouples situés dans le moule et le bloc dans l'intervalle de transformation de phase (1050°C - 900°C)

On constate une divergence entre les courbes dès le début de la transformation de phase. Nous aurions pu prendre comme référence une moyenne de ces mesures. Toutefois, afin d'avoir un résultat optimisé précis, il a été décidé de choisir le seul enregistrement du thermocouple Tc2 qui se situe à mi-épaisseur du moule, au centre de la grande face (cf. Figure III-4). Ce choix a été motivé par la sensibilité particulière de ce thermocouple à la variation de température (inflexion de courbe) induite par la transformation de phase (Figure III-12).

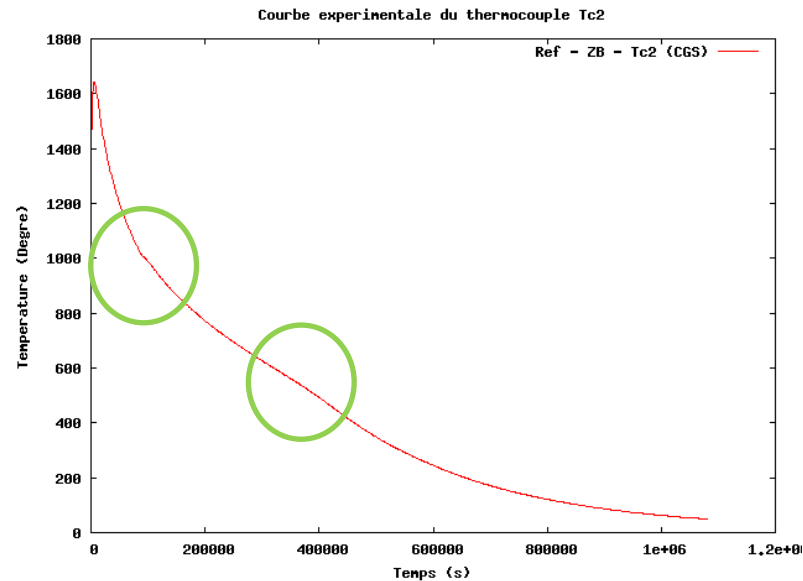


Figure III-12 : Courbe de référence – courbe du thermocouple Tc2 situé au milieu de l'épaisseur du moule, au centre de la grande face

III.3.2. Etude des influences de chacun des paramètres

Comme résumé dans le § I.4.2, la définition de la caisse de coulée requiert, de par sa complexité, un nombre de paramètres à recaler très important. Nous avons donc cherché dans un premier temps à minimiser ce nombre, en testant et éventuellement validant certaines hypothèses simplificatrices.

III.3.2.1. Influence du paramètre h

En toute rigueur, compte-tenu des symétries, quatre valeurs de h différentes devraient être considérées pour définir les échanges thermiques par les six faces du bloc : faces supérieure et inférieure, grandes et petites faces. En raison de la variation des modes d'échange thermique, ces valeurs devraient en outre dépendre de la température. Ces coefficients d'échange thermique interfaciaux sont naturellement fonction de la forme du bloc (une seule dans notre cas mais probablement plusieurs dizaines pour l'ensemble des produits Saint Gobain), du matériau coulé (deux dans notre cas mais également beaucoup plus nombreux en pratique) et de la constitution de la caisse de coulée.

La surface supérieure, par exemple, est très complexe à modéliser, en raison de la retassure qui se forme sur le dessus du bloc et la couche d'isolant déposée, formant après coulée une « croûte », de faible épaisseur et peu reproductible.

La face inférieure présente également des échanges thermiques particuliers en raison du contact permanent entre moule et bloc dû au poids de ce dernier et de la présence de la dalle de béton réfractaire supportant le bloc.

Les quatre faces verticales latérales doivent être a priori plus comparables, avec création d'une lame d'air entre bloc et moule.

Face à cette complexité des échanges entre bloc et moule, nous avons choisi de considérer a priori le cas le plus simple, à savoir un coefficient d'échange thermique commun à toutes les faces et indépendante de la température, et de juger dans quelle mesure un modèle aussi simpliste serait capable de décrire la réalité expérimentale. Une étude paramétrique préliminaire sur une seule valeur du coefficient d'échange thermique d'interface h a donc été menée, en utilisant les propriétés thermiques « de base » de l'agent de recuisson.

La figure ci-dessous illustre l'influence du coefficient d'échange thermique d'interface sur la température simulée au thermocouple Tc2.

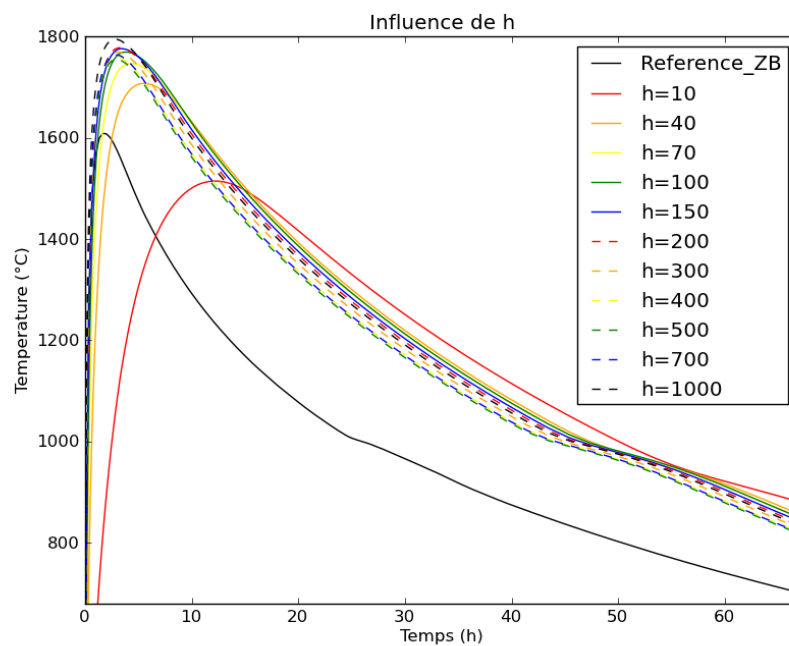


Figure III-13 : Influence du coefficient d'échange thermique d'interface ($W \cdot m^{-2} \cdot K^{-1}$) sur l'évolution de température simulée du moule, avec les propriétés thermiques nominales de l'agent de recuisson (Tableau III-8)

Le coefficient d'échange thermique d'interface a une grande influence sur la température maximale atteinte par le moule et l'instant auquel la courbe atteint cette valeur. Plus grand est h , plus grande sera cette température maximale et plus rapidement elle sera atteinte. Au-delà de 500, les courbes deviennent similaires et, avec $h = 10 \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$, la courbe s'éloigne significativement de la courbe expérimentale de référence. La gamme de $[10, 1000] \text{ W} \cdot \text{m}^{-2} \cdot \text{K}^{-1}$ choisie a priori est donc suffisamment large pour étudier l'influence du coefficient d'échange thermique d'interface.

III.3.2.2. Influence de la conductivité thermique λ_T et de la capacité calorifique volumique $\rho_T * Cp_T$ de l'agent de recuisson

L'agent de recuisson est un milieu pulvérulent poreux. Ses propriétés thermiques peuvent être déterminées à partir des propriétés de son composant solide et de celles de l'air. Pour simplifier l'étude, on supposera que la densité de l'agent de recuisson est constante dans tout son volume (degré de « tassement » initial homogène et constant en fonction du temps).

L'évolution de la densité de l'agent de recuisson en fonction de son degré de tassement et de son utilisation préalable a été fournie par Saint-Gobain CREE et est reportée dans le Tableau III-10.

	Agent de recuisson Neuf (kg*m ⁻³)	Agent de recuisson Neuve utilisé (kg*m ⁻³)
Tassée	1,03	1,12
Non Tassée	0,41	0,46

Tableau III-10 : Densités de l'agent de recuisson fournies par Saint-Gobain CREE

La densité du solide pure étant de 3,970 kg*m⁻³, ces données prouvent que l'agent de recuisson contient moins de 50 % du solide. Sur les conseils de David Smith (SPCTS), la formule III-1 de Maxwell-Eucken ⁶³ pour les milieux poreux contenant moins que 50 % de phase solide a donc été utilisée pour déterminer la conductivité thermique de l'agent de recuisson à partir de sa densité :

$$k_{bulk} = k_a \frac{1 - (1 - \frac{\alpha k_s}{k_a})(1 - \varepsilon)}{1 + (\alpha - 1)(1 - \varepsilon)} \quad \text{III-1}$$

où :

$$\alpha = \frac{3k_a}{2k_a + k_s}, \quad \varepsilon = 1 - \frac{\rho_{bulk}}{\rho_s} \quad \text{III-2}$$

Dans cette formule :

- k_{bulk} est la conductivité thermique du solide poreux (soit l'agent de recuisson) ;
- k_s la conductivité thermique du solide dense ;
- k_a la conductivité thermique de l'air ;
- ε la fraction de porosité de l'agent de recuisson ;
- ρ_{bulk} la densité de l'agent de recuisson ;
- ρ_s la masse volumique du solide dense.

Les valeurs de k_a pour de l'air sec sont issues de la littérature ⁶⁴ et listées dans le Tableau III-11.

T (°C)	K _a (W*m ⁻¹ K ⁻¹)	T (°C)	K _a (W*m ⁻¹ K ⁻¹)
27	2.624E-02	677	6.520E-02
52	2.816E-02	727	6.754E-02
77	3.003E-02	777	6.985E-02
102	3.186E-02	827	7.209E-02
127	3.365E-02	877	7.427E-02
177	3.710E-02	927	7.640E-02
227	4.041E-02	977	7.849E-02
277	4.357E-02	1027	8.054E-02
327	4.661E-02	1077	8.253E-02
377	4.954E-02	1127	8.450E-02
427	5.236E-02	1227	8.831E-02
477	5.509E-02	1400	9.490E-02
527	5.774E-02	1500	9.871E-02
577	6.030E-02	1600	1.025E-01
627	6.276E-02	1700	1.063E-01

Tableau III-11 : Conductivité thermique de l'air sec en fonction de la température ⁶⁴

Les valeurs de k_s sont déterminées à partir de la formule ci-dessous, la température T étant exprimée en K ⁶⁵ :

$$k_s = 5,5 + 34,5e^{-0,0033(T-273)} \quad \text{III-3}$$

En supposant que la densité de l'agent de recuisson ne varie pas en fonction de la température, sa conductivité thermique peut être déterminée à partir de sa densité, supposée constante au cours du refroidissement.

En utilisant une loi de mélange et en négligeant la capacité calorifique de l'air, la capacité calorifique volumique de l'agent de recuisson C_{pv} peut être obtenue par la relation III-4 :

$$C_{pv} = \rho_{bulk} C_{p_{dense}} \quad \text{III-4}$$

La capacité calorifique massique $C_{p_{dense}}$ peut être obtenue grâce à la relation III-5 ⁶⁵ :

$$C_{p_{dense}} = 1,0446 + 1,742 * 10^{-4}T - 2,796 * 10^{-4}T^{-2} \quad \text{III-5}$$

où la température T est exprimé en K et la capacité calorifique $C_{p_{dense}}$ en J/g.

Connaissant ρ_{bulk} , toutes les propriétés thermiques de l'agent de recuisson peuvent ainsi être déterminées.

Deux paramètres sont donc à optimiser :

Matériaux ou position	Hypothèse	Paramètres
Jeu entre bloc et moule	En raison de la forte conductivité thermique du moule graphite, le moule devient très rapidement isotherme après la coulée. Un seul h indépendant de la température pour les six interfaces suffit pour avoir une bonne précision de simulation.	h
Agent de recuisson	L'agent de recuisson est supposé homogène, de densité constante dans la caisse de coulée et indépendante de la température. Sa capacité calorifique volumique peut être déterminée par la loi de mélange et sa conductivité thermique peut être obtenue par la loi de Maxwell-Eucken (cf. Equation III-1).	ρ

Tableau III-12 : Résumé des paramètres à optimiser et des hypothèses associées

III.3.1. Optimisation du coefficient d'échange thermique d'interface h et de la densité de l'agent de recuisson ρ

III.3.1.1. Optimisation du coefficient d'échange thermique d'interface h

Comme nous l'avons vu précédemment (Figure III-13), le coefficient d'échange thermique d'interface h joue essentiellement sur le sommet de la courbe. L'évaluation de h précédemment effectuée dans le § III.3.2.1 présente une précision suffisante dans la zone de température concernée par notre étude. De la Figure III-13, on peut conclure que la valeur optimale de h doit être supérieure ou égale à $500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$. Un h très élevé pénalisant la convergence et augmentant la durée des calculs, un bon compromis entre précision et temps de calcul a été obtenu pour une valeur du coefficient d'échange thermique d'interface égale à $500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$.

III.3.1.2. Optimisation de la densité ρ de l'agent de recuisson

Les valeurs définies dans le Tableau III-10 fournissent des bornes de densité de l'agent de recuisson. Comme ce dernier peut être neuf, usagé ou un mélange des deux et pour être conservatif, un intervalle un peu plus large que $[0,41, 1,12] \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ a été choisi, soit $[0,41, 1,2] \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$. Une variation de ρ dans cet intervalle a permis d'obtenir les Figure III-14 et Figure III-15 :

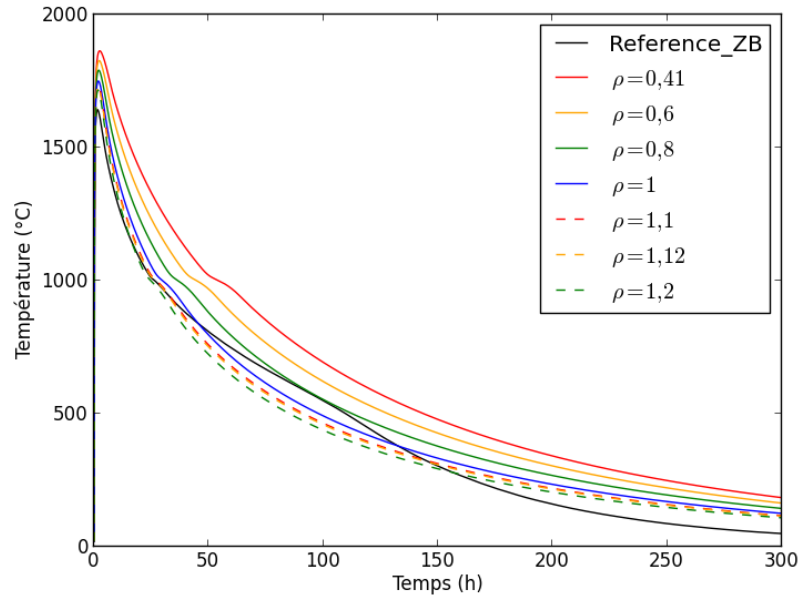


Figure III-14 : Courbes de refroidissement simulées au point de mesure du Tc2 avec $h=500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ et ρ variant entre $0,41$ et $1,2 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$

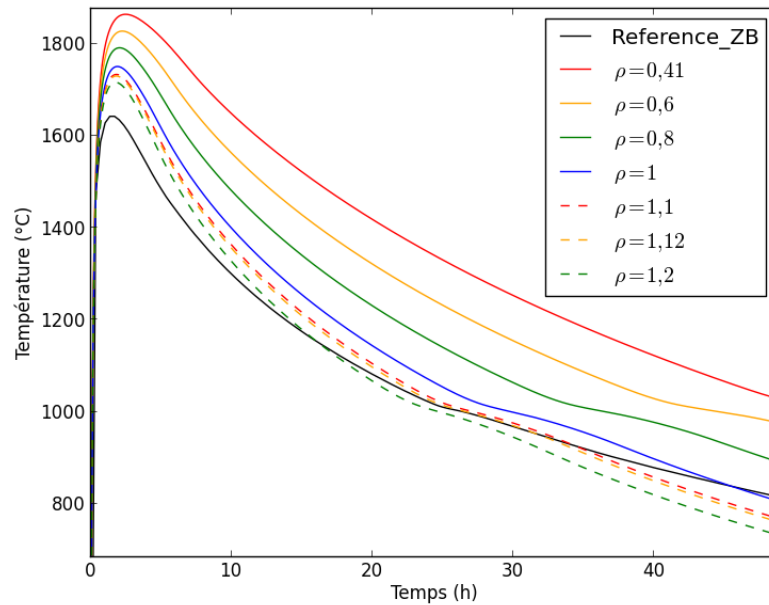


Figure III-15 : Courbes de refroidissement simulées au point de mesure du Tc2 avec $h=500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ et ρ variant entre $0,41$ et $1,2 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$: zoom sur la zone de transformation de phase

La Figure III-15 révèle qu'une densité égale à $1,1 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ permet une très bonne approximation de la température pendant la transformation de phase.

Les valeurs optimisées de coefficient d'échange thermique d'interface et de densité, respectivement $500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$ et $1,1 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$ produisent finalement les résultats illustrés par les Figures III-18 et Figure III-19, au point de mesure du thermocouple Tc2 :

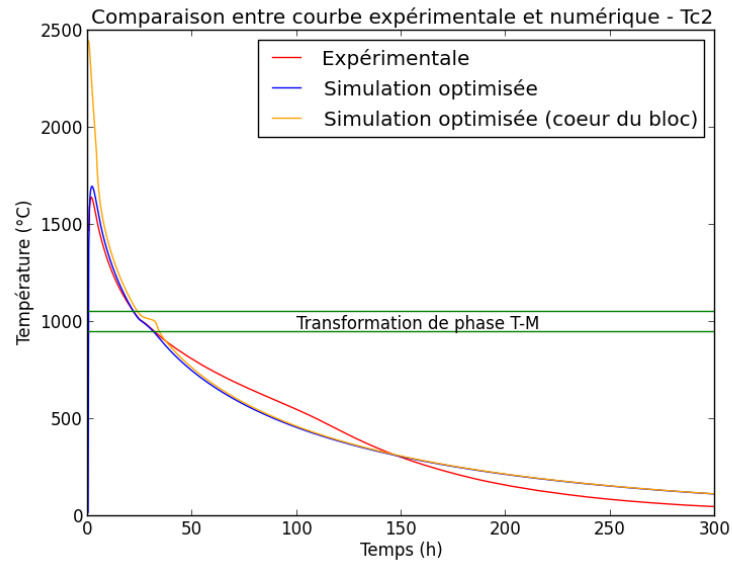


Figure III-16 : Comparaison entre les valeurs de température mesurées par le thermocouple Tc2 et le résultat numérique optimisé

Un zoom sur la zone au-dessus de la transformation de phase révèle que la configuration actuelle du modèle fournit une très bonne approximation dans la gamme de températures qui intéresse cette étude (Figure III-17 – a). Les deux lignes verticales indiquent l'intervalle de temps concerné par la transformation de phase.

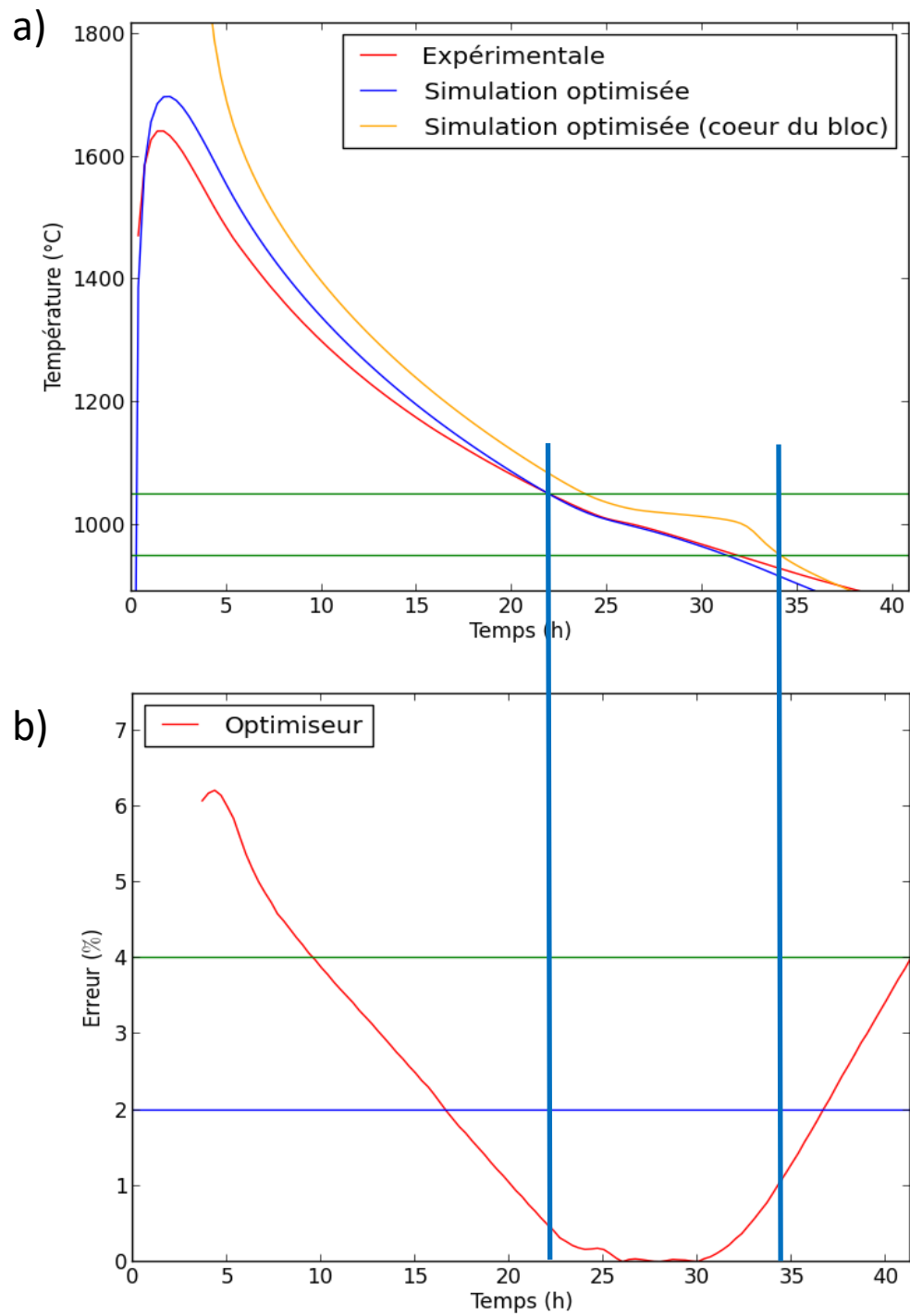


Figure III-17 : Comparaison entre la courbe du Tc2 et le résultat numérique optimisé (zoom sur la zone en haute température) – a ; Erreur estimée sur le point de mesure du Tc2 – b

L'erreur relative $((T_{\text{simulée}} - T_{\text{mesurée}})/T_{\text{mesurée}} * 100\%)$ demeure inférieure à 4 % entre 1500 °C et 800 °C, pour devenir quasiment négligeable dans l'intervalle de transformation de phase (Figure III-17 – b). La courbe de simulation de température au cœur du bloc révèle que les températures du bloc et du moule convergent rapidement. La température dans ces deux volumes devient rapidement quasi-homogène après la coulée. En raison de la conductivité thermique et de la capacité calorifique élevée du moule, la surface du bloc refroidit très rapidement après la coulée. La forte isolation thermique créée par l'agent de recuisson contribue également fortement à une homogénéisation rapide de la température de l'ensemble bloc-moule.

A titre d'exemple, un point sur la petite face du moule et un point en-dessous du bloc, tous deux situés dans l'agent de recuisson, correspondant aux thermocouples Tc10 (Figure III-18) et Tc14 (Figure III-19), ont été considérés pour valider le résultat d'optimisation :

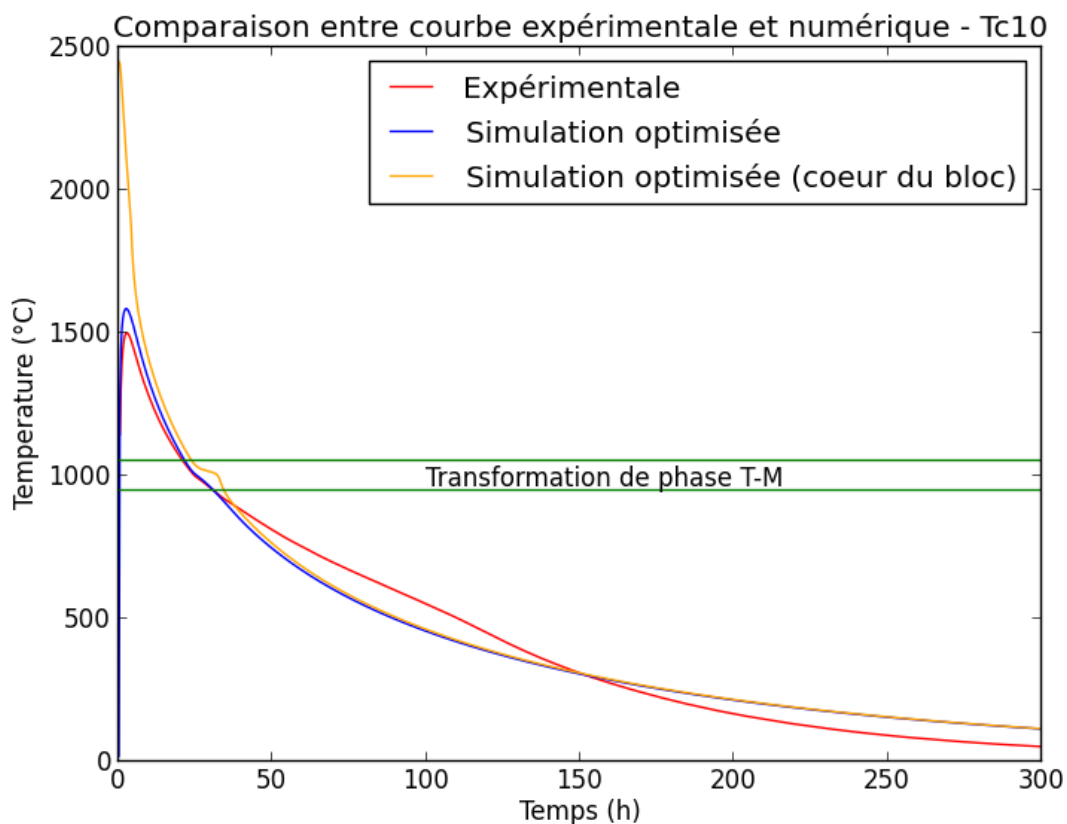


Figure III-18 : Comparaison entre la température mesurée par le thermocouple Tc10 et le résultat numérique optimisé

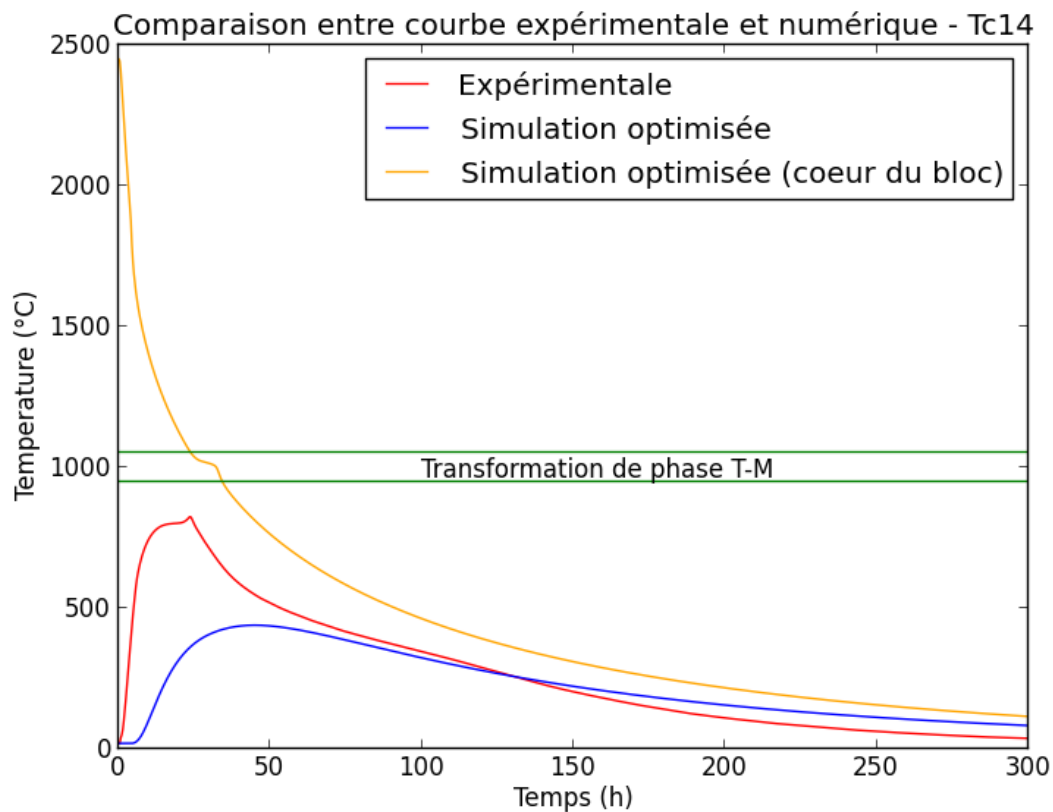


Figure III-19: Comparaison entre la température mesurée par le thermocouple Tc14 et le résultat numérique optimisé

La confrontation entre modèle et expérience pour les autres thermocouples fournit des résultats analogues. On peut considérer que le modèle optimisé conduit à une bonne description du champ thermique global du moule. Une réserve doit toutefois être émise concernant la face supérieure où le changement de géométrie causé par la retassure est très important et les échanges thermiques plus ou moins aléatoires sont impossibles à modéliser. Le modèle développé garantit toutefois une bonne approximation du champ thermique dans la partie « utile » du bloc, dans laquelle les éprouvettes seront ultérieurement découpées. Par rapport aux mesures, la sous-estimation des hautes températures simulées dans l'agent de recuisson est sans doute due, au moins en partie, à la non prise en compte par le modèle de Maxwell-Eucken des échanges thermiques convectifs et surtout radiatifs.

III.4. Métamodèle de calibration des paramètres du modèle

Parallèlement à ces optimisations, un métamodèle a été construit pour accélérer la recherche des valeurs optimisées du coefficient d'échange thermique d'interface h et de la masse volumique de l'agent de recuisson (calibration des paramètres). Ce métamodèle est généré par un modèle d'ordre réduit qui inclut un maillage réduit : cette approche est dénommée « hyper-réduction ». En améliorant la base réduite par des fonctions bulles, des prévisions d'une qualité acceptable peuvent être obtenues avec des temps de simulation 5 fois moindres que ceux des simulations traditionnelles par éléments finis. Une fois construit, le métamodèle est en mesure de fournir des prévisions de températures mesurées en temps réel. Ce travail a fait l'objet de la rédaction d'un article intitulé "Bubble extension of hyper-reduced models for temperature gradient assessment in casting solidification simulation" soumis dans International Journal of Thermal Sciences et reproduit en ANNEXE 4.

III.5. Conclusion sur le modèle thermique

Un maillage tridimensionnel a été développé à partir de la configuration de coulées en format « bloc » pratiquée chez Saint-Gobain CREE. Le modèle thermique a été construit à partir des caractéristiques des matériaux fournies par Saint-Gobain CREE. L'enthalpie associée à la transformation de phase de la zircone a été prise en compte par une variation fictive de sa capacité calorifique, dont les valeurs ont été déterminées à partir des données dans la littérature ⁶² et la mesure en DSC réalisée chez un laboratoire partenaire du projet (LEM3).

A cause de la limitation des mesures de température possibles, certains paramètres du modèle ont été déterminés numériquement grâce à une méthode inverse. Moyennant certaines hypothèses simplificatrices, le nombre de paramètres à optimiser par ce moyen a été réduit à deux. L'équation de Maxwell-Eucken a été utilisée pour déterminer les propriétés thermiques de l'agent de recuisson à partir de sa densité.

Avec la méthode inverse, des optimisations du coefficient d'échange thermique d'interface bloc-moule h et de la densité de l'agent de recuisson ρ ont été réalisées (Tableau III-13), qui ont permis d'obtenir une erreur relative inférieure à 4 % entre 1500 °C et 800 °C, l'erreur étant quasiment négligeable dans l'intervalle de transformation de phase.

Paramètre	Valeur optimisée
H	500 W*m ⁻² *K ⁻¹
P	1,1 kg*m ⁻³

Tableau III-13 : Valeurs optimisées par méthode inverse des paramètres

Cette simulation thermique va servir de base au calcul thermomécanique décrit dans le chapitre suivant.

Les simulations prouvent que la température de l'ensemble bloc-moule devient rapidement homogène après la coulée. La différence de température entre le cœur du bloc et le moule devient inférieure à 6 % dès 1500 °C. Pour cette géométrie de pièce, à partir d'un temps assez court suivant la coulée, une bonne approximation de la température du bloc peut donc simplement être obtenue à partir d'une simple mesure de la température du moule. Néanmoins l'apparition des contraintes résiduelles étant liée aux gradients de température dans le bloc, l'estimation précise de ces derniers, en particulier durant la transformation de phase qui opère sur un intervalle de température très réduit, demeure indispensable.

IV. Caractérisation du comportement mécanique du ZB pendant la transformation de phase de la zircone

Dans le but de développer un modèle thermomécanique décrivant le comportement du ZB pendant la transformation de phase T-M, des essais mécaniques ont été mis en œuvre pour caractériser le comportement mécanique du matériau durant celle-ci. Le principal phénomène induit par la transformation de phase de la zircone est un gonflement volumique. Ce dernier a été étudié tout d'abord sans contrainte, puis sous différents modes de sollicitations mécaniques.

Comme évoqué dans l'introduction générale, pour minimiser l'influence de la dispersion du matériau provoquée par le procédé de fabrication, les éprouvettes utilisées ont toutes été prélevées dans des fonds de blocs.

IV.1. Cycle thermique appliqué

Pour que le modèle mécanique soit le plus représentatif possible de l'évolution de l'état de blocs au cours du refroidissement, les essais de caractérisation ont été effectués sous conditions anisothermes, en respectant les rampes de refroidissement déterminées expérimentalement à partir des mesures du thermocouple Tc2 présentées dans la Figure III-12. Les rampes de température utilisées pour ZB lors du cycle thermique sont listées dans le Tableau IV-1 et représentées dans la Figure IV-1.

Intervalle de température (°C)	Rampe (°C/h)
20-1500°C	80
1500-1500 (palier 1h)	0
1500-1300	40
1300-1100	22
1100-1050	17
1050-800	9
800-20	80

Tableau IV-1 : Cycle de température imposé lors des essais de caractérisation mécanique du ZB

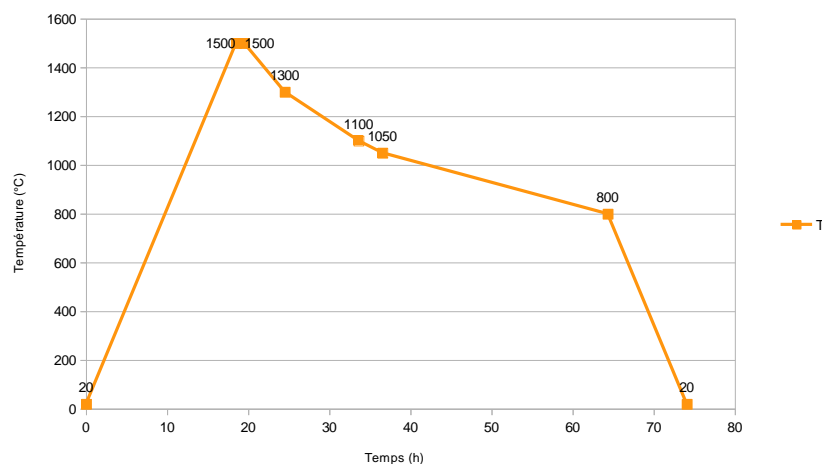


Figure IV-1 : Cycle thermique typique appliqué lors des essais de caractérisation mécanique

Le chauffage des éprouvettes a été réalisé à la vitesse maximale autorisée par le dispositif d'essai, soit 80 °C/h. Un palier de 1500 °C pendant une heure a été ensuite réalisé pour relaxer les contraintes résiduelles dans les éprouvettes et restaurer autant que possible la microstructure. Jusqu'au début (et après la fin) de la zone d'intérêt (la transformation de phase), les éprouvettes sont refroidies à la vitesse maximale (80 °C/h) pour minimiser le temps d'essai. Le temps total d'un essai complet est de 74 h.

IV.2. Caractérisation du gonflement libre

La caractérisation a débuté par des mesures dilatométriques réalisées avec une machine d'essai de flexion équipée d'un extensomètre à nappe laser, qui permet des mesures sans contact sur des éprouvettes, donc sans aucune contrainte appliquée.

La machine d'essai est illustrée par la Figure IV-2. Elle est équipée d'un émetteur de nappe laser à gauche du four, à paroi percée pour laisser passer le faisceau laser. Côté opposé, un filtre optique a été installé devant le récepteur laser. Le récepteur étant polychromatique, ce filtre permet de sélectionner la lumière monochromatique émise par le laser parmi le rayonnement thermique polychromatique émis par l'échantillon porté à très haute température, et de permettre ainsi au récepteur de reconnaître le signal émis par la source parmi le bruit du rayonnement émis par le four.

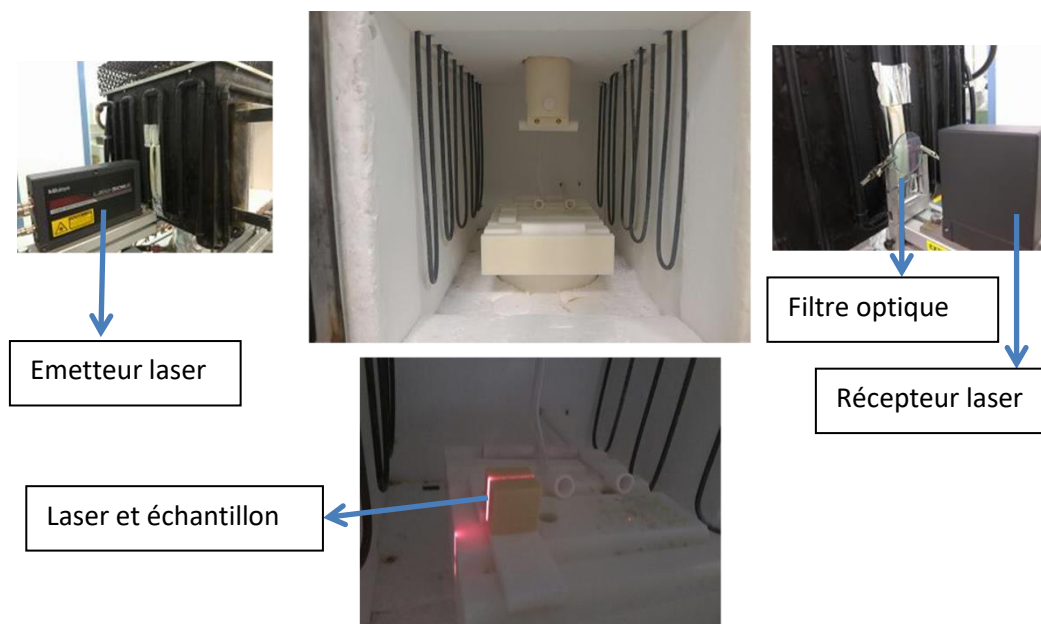


Figure IV-2 : Photos de la machine d'essai équipée d'un extensomètre laser sans contact

Les échantillons cubiques ont été usinés à partir d'éprouvettes de flexion aux dimensions de 15*25*150 mm³ fournies par Saint-Gobain CREE, aux cotes de 15*15*15 mm³ et positionnés au milieu du four sur un socle en alumine. L'éprouvette divise le faisceau laser en trois segments utiles schématisés par la Figure IV-3 :

- La variation de longueur du segment 1 correspond à la dilatation unidirectionnelle de l'éprouvette ;
- La variation de longueur du segment 2 correspond à la déformation du support (considérée comme négligeable car le support est très fin).
- La variation de longueur du segment 3 traduit la déformation du socle.

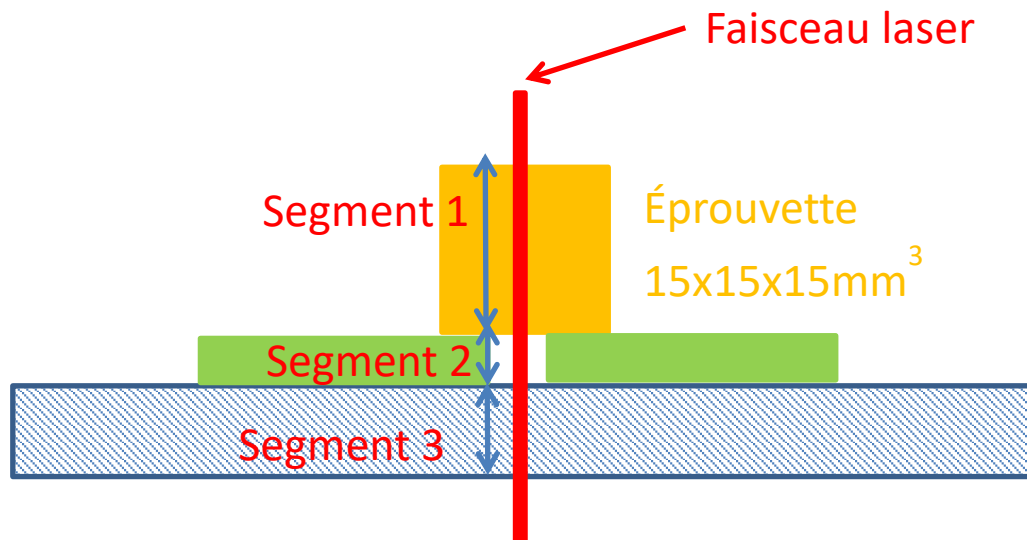


Figure IV-3 : Schéma de principe du fonctionnement de l'extensomètre laser sans contact

IV.2.1. Résultats des mesures dilatométriques

L'extensomètre sans contact permet uniquement de mesurer la déformation des éprouvettes dans la seule direction de la nappe laser. Afin d'estimer le niveau de gonflement volumique associé à la transformation, trois mesures ont été effectuées avec trois échantillons cubiques de géométrie identique, usinés dans une même éprouvette. Les trois éprouvettes ont été testées dans les trois directions caractéristiques du bloc (Figure IV-4). Par rapport à la dispersion inhérente au matériau, les allongements des trois échantillons peuvent être considérés identiques, donc le gonflement volumique comme isotrope. Considérer le matériau comme isotrope vis-à-vis de sa dilatation permet de simplifier la loi de comportement mécanique décrivant les effets mécaniques de la transformation de la zircone.

Parallèlement, des mesures de dilatométrie classique ont été effectuées chez Saint-Gobain CREE (Figure IV-4). L'allongement linéaire associé à la transformation de phase (ε_{tr}) ainsi obtenu est très inférieur à celui mesuré avec l'extensomètre laser sans contact. L'allongement semble donc très sensible à la sollicitation externe : l'extensomètre permettant des mesures sans contact est donc plus pertinent pour la mesure de sa vraie valeur sous contrainte nulle. Les résultats permettent aussi de déterminer un intervalle de transformation de phase à partir de la mesure du gonflement. Cet intervalle « mécanique » est plus large que l'intervalle déterminé par DSC : il s'étend de 1025 °C à 850 °C et sera utilisé pour les futures études mécaniques.

Les courbes représentent la déformation en fonction de la température. La déformation en pourcentage a été obtenue par la relation :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l_o} * 100\% \quad \text{IV-1}$$

où l_o est la longueur initiale de référence des éprouvettes à température ambiante, avant essai.

Dans la Figure IV-4, ε_{tr} représente l'allongement des échantillons associé à la transformation de phase. Une approximation par développement limité permet d'estimer la valeur du gonflement volumique G en faisant l'addition des trois allongements : elle est de l'ordre de 6,2 %.

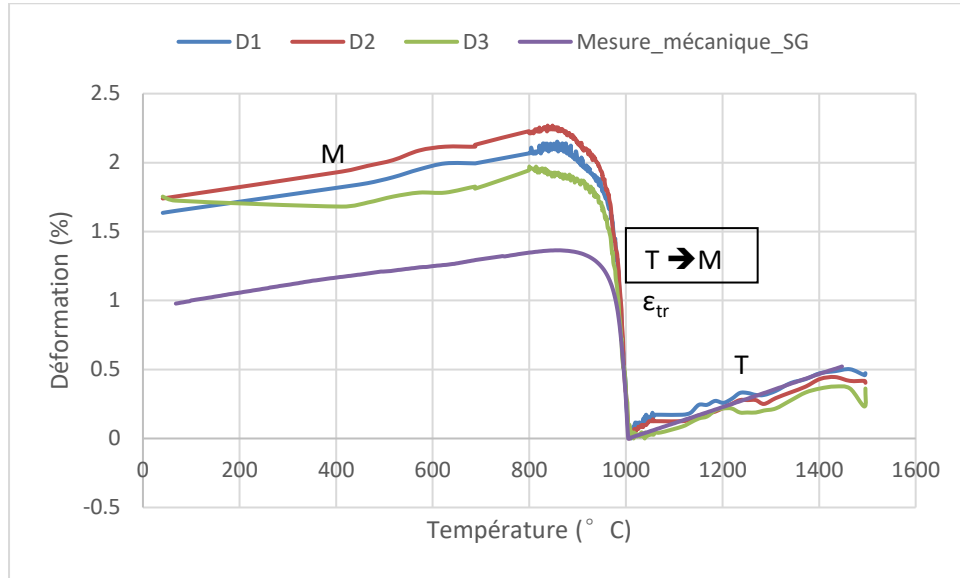


Figure IV-4 : Mesures dilatométriques dans les trois directions caractéristiques du bloc et mesure dilatométrique de Saint-Gobain CREE

Au cours des essais ultérieurs réalisés sous contrainte, la mesure continue des déformations dans les trois directions ne sera pas toujours possible. Il sera donc impossible d'avoir une évaluation en continu du gonflement, en particulier au moment de la transformation de phase. Pour cette raison, il est intéressant de développer une méthode permettant l'estimation du gonflement induit par la transformation de phase à partir de mesures dimensionnelles d'éprouvettes réalisées à température ambiante, avant et après le cycle thermique.

Une estimation du gonflement résiduel G_r après cycle thermique complet peut être obtenue par la relation :

$$G_r = \frac{V_f - V_o}{V_o} * 100\% = 4,4\% \quad \text{IV-2}$$

où V_f et V_o sont respectivement les volumes final et initial de l'éprouvette à température ambiante. Le gonflement volumique G_{tr} provoqué par la transformation de phase T-M au refroidissement peut être calculé par la relation :

$$G_{tr} = G_r + G_M \quad \text{IV-3}$$

où G_M est la dilatation thermique volumique relative de la phase monoclinique durant le refroidissement post-transformation, égale à $3 * \varepsilon_M$ (Figure IV-5) :

$$G_M = 3 * \varepsilon_M = 3 * (\varepsilon_{tr}^{moyen} - \varepsilon_f) = 3 * (2,06\% - 1,56\%) = 1,5\% \quad \text{IV-4}$$

On a donc :

$$G_{tr} = G_r + G_M = 4,4\% + 1,5\% = 5,9\%$$

IV-5

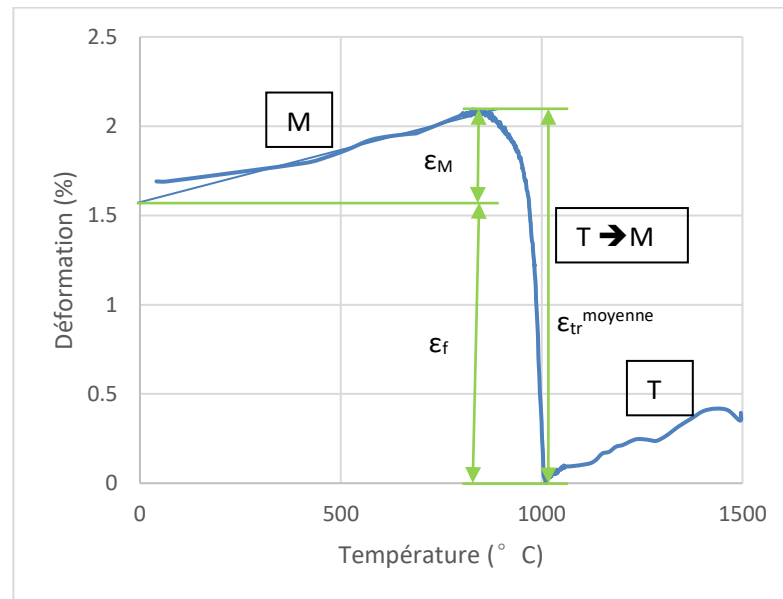


Figure IV-5 : La moyenne des mesures par extensomètre laser sans contact

Ce calcul permet de retrouver l'ordre de grandeur des mesures expérimentales, de l'ordre de 6 % (Tableau IV-2). La méthode consistant à mesurer les éprouvettes avant et après cycle thermique constitue donc un moyen fiable pour estimer le gonflement volumique associé à la transformation de phase. Elle sera utilisée ultérieurement pour déterminer le gonflement volumique lors des essais qui ne permettent pas une mesure en continu des dimensions des éprouvettes dans les trois directions.

Echantillon	Déformation longitudinale (%)
G	6,2
G _{tr}	5,9

Tableau IV-2 : Allongements et gonflements des échantillons associés à la transformation de phase

IV.3. Caractérisation du gonflement sous sollicitation mécanique externe

IV.3.1. Essais de compression

IV.3.1.1. Machine et éprouvettes utilisées pour les essais de compression

Des essais de compression anisotherme ont été réalisés avec les rampes nominales du ZB définies dans le Tableau IV-1. Une charge constante a été appliquée à 1300 °C lors de la descente en température et maintenue jusqu'à température ambiante. La machine de compression utilisée, équipée d'un extensomètre différentiel (Figure IV-6, Figure IV-7), permet de mesurer le déplacement relatif du point supérieur d'application de la charge par rapport à la base au cours du refroidissement.

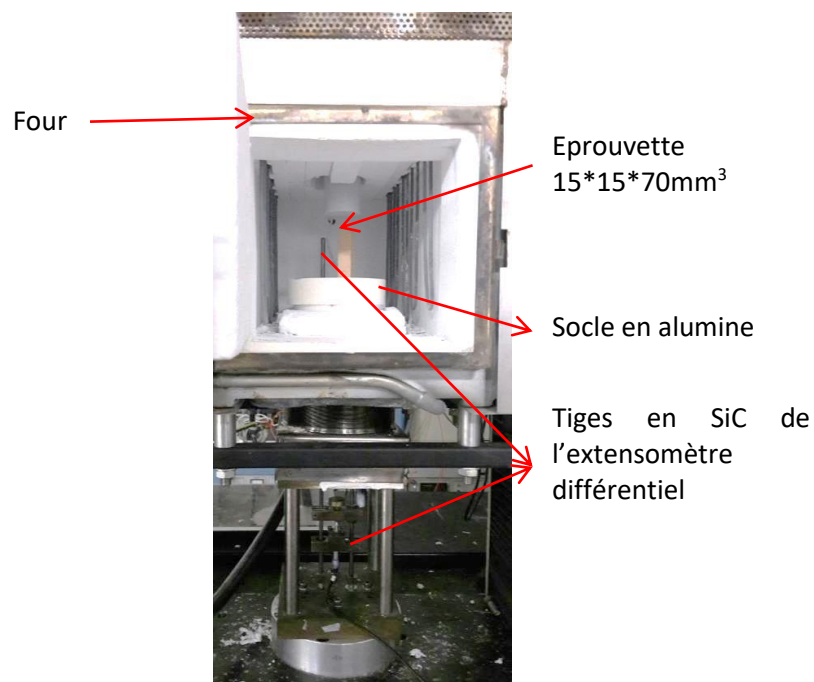


Figure IV-6 : Photo de la machine d'essai de compression

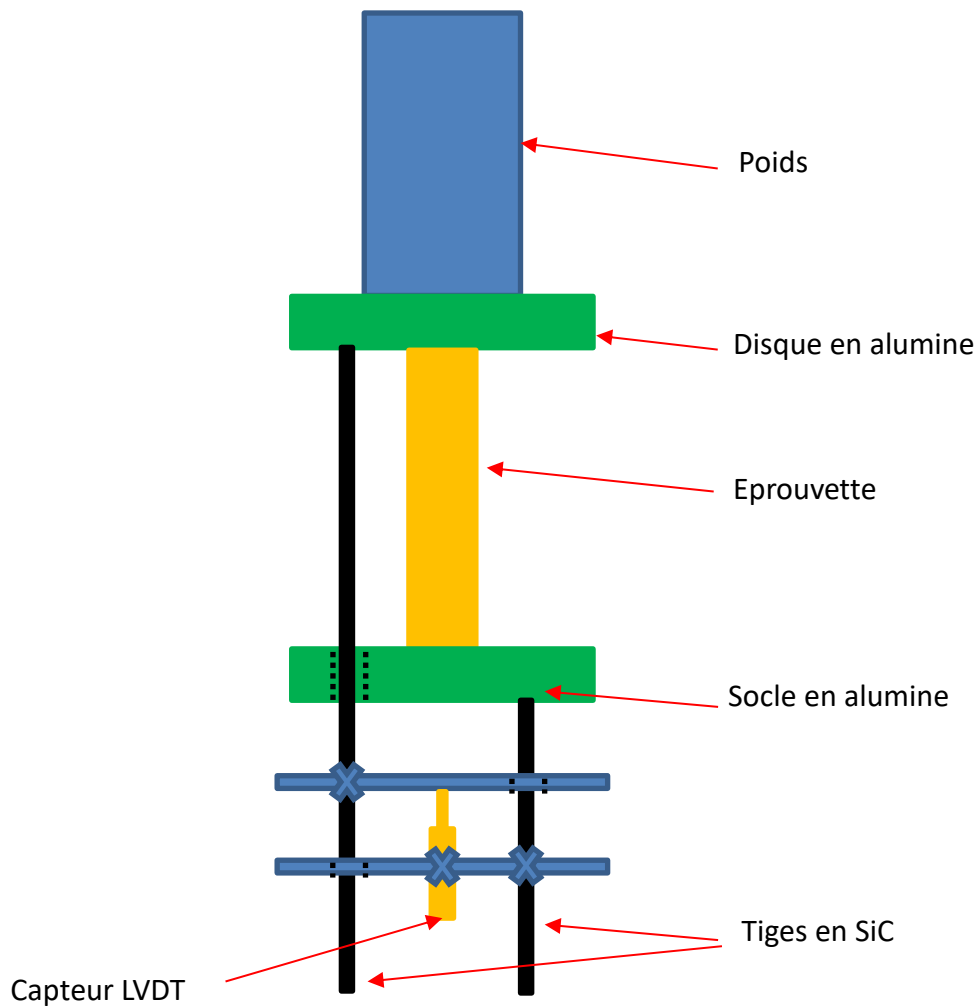


Figure IV-7 : Schéma de l'essai de compression

Les deux tiges de l'extensomètre n'étant pas de même longueur et le socle en alumine changeant de longueur pendant le cycle thermique, les données brutes de déplacement fournies par l'extensomètre doivent être corrigées en ôtant la déformation thermique de ces pièces. Le coefficient dilatation thermique de SiC est de $4,5 \cdot 10^{-6}$ et la différence de longueur entre tiges de 103 mm. Le coefficient dilatation thermique de l'alumine est, quant à lui, de $8 \cdot 10^{-6}$ et la hauteur du socle de 35 mm.

On a donc :

$$D_{\text{corrigé}} = \frac{\Delta h_{\text{brut}} - 4,5 \cdot 10^{-6} \cdot 103(T - 20) + 8 \cdot 10^{-6} \cdot 35(T - 20)}{h_o} \cdot 100\% \quad \text{IV-6}$$

où T est la température, h_o la hauteur initiale d'éprouvettes, Δh_{brut} la variation de longueur mesurée et $D_{\text{corrigé}}$ est la déformation corrigée en %.

IV.3.1.2. Résultats des essais de compression

La charge la plus petite permise par la machine (soit 0,1 MPa) a été testée en premier lieu. Les ordres de grandeur des contraintes appliquées étant les mêmes, le résultat de l'essai, analogue au résultat dilatométrique (Figure IV-8), a permis de valider la configuration de notre essai de compression.

L'allongement associé à la transformation de phase du matériau dans la direction contrainte est très sensible à la contrainte : l'application d'une très faible contrainte suffit à diminuer significativement son niveau (Figure IV-8). Cette observation a été confirmée par les essais sous - 0,25 MPa, -0,5 MPa, -0,75 MPa et -1 MPa, pour lesquels des déformations irréversibles significatives ont été observées (Figure IV-9). Par contre, pour un niveau de contrainte inférieur ou égal à 1MPa, la mesure d'allongements par la machine actuelle ne permet pas d'établir une corrélation significative entre déformation et niveau de contrainte appliqué. Par exemple, les allongements observés sous - 0,5 MPa et -0,75 MPa sont plus petits (déformation irréversible plus importante) que celui noté sous -1MPa. En résumé, pour une contrainte de compression comprise entre -0,1 MPa et -1 MPa, la déformation irréversible est affectée par la contrainte appliquée, mais n'est pas corrélée au niveau de celle-ci.

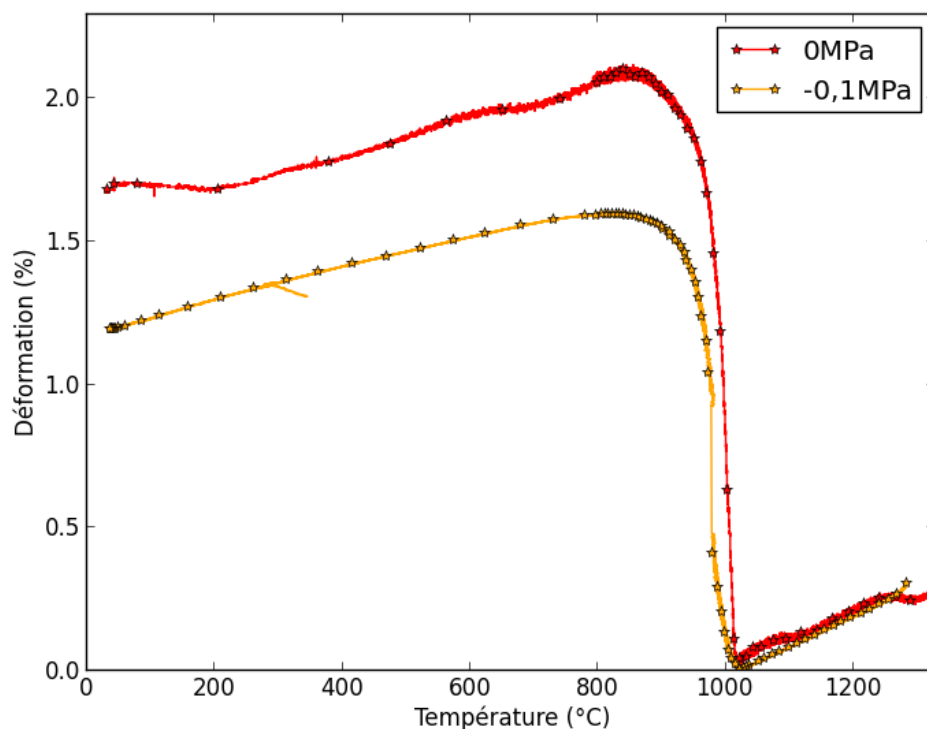


Figure IV-8 : Déformation linéaire mesurée sans contrainte et sous -0,1 MPa

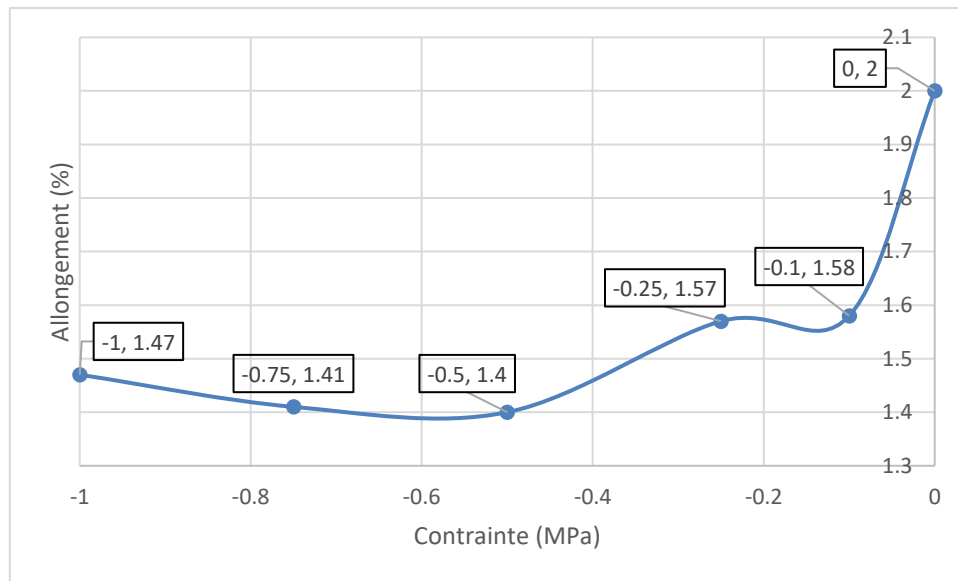


Figure IV-9 : Allongement ε_{tr} en fonction du niveau de contrainte de compression ($|\sigma| \leq 1$ MPa)

Le niveau de charge en compression a été augmenté jusqu'à -20 MPa (Figure IV-10). Dans cette gamme, une élévation du niveau de la contrainte de compression tend à diminuer l'allongement du matériau dans la direction contrainte. Au-delà de -2 MPa en compression (Figure IV-11), l'allongement décroît de manière monotone lorsque la valeur de contrainte augmente. L'application d'une contrainte de compression de -20 MPa provoque même un raccourcissement de l'éprouvette durant la transformation de phase. Cette déformation variant suivant le niveau de contrainte de compression appliqué au matériau ne peut s'expliquer que par un écoulement plastique du matériau.

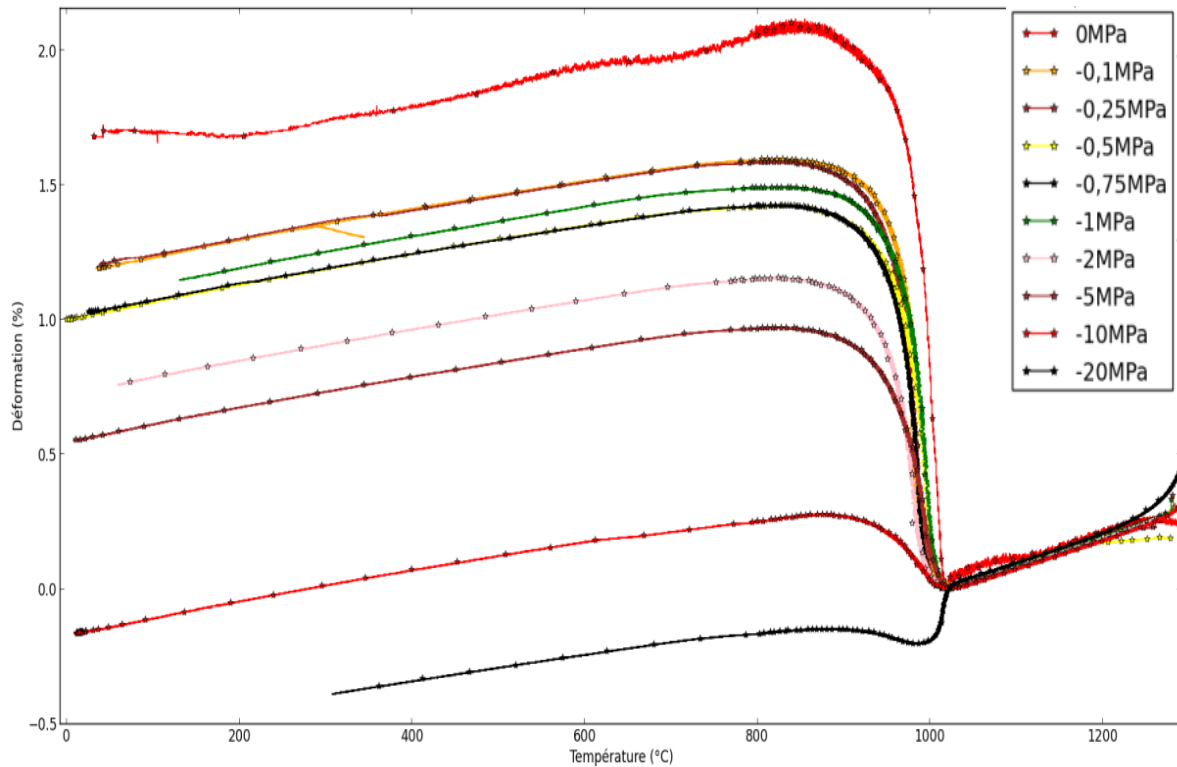


Figure IV-10 : Déformation linéaire mesurée en fonction du niveau de contrainte de compression appliqué

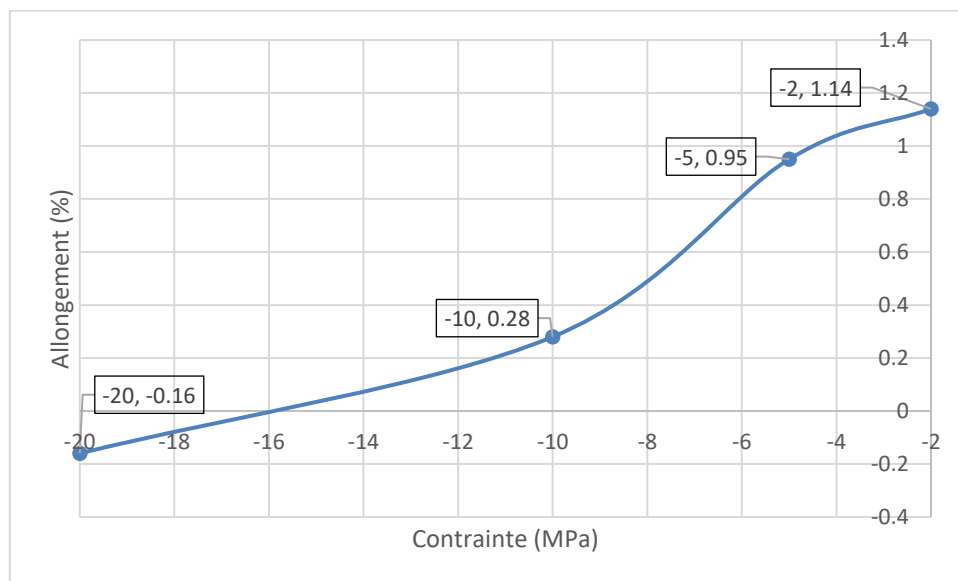


Figure IV-11 : Allongement ϵ_{tr} en fonction du niveau de contrainte de compression ($|\sigma| \geq 2\text{MPa}$)

L'essai de compression ne permettant pas une mesure latérale en continu des déformations - donc du gonflement volumique associé à la transformation de phase du matériau- une mesure a posteriori a été effectuée à température ambiante pour estimer ce dernier.

L'application d'une contrainte de compression inférieure à 1 MPa (Figure IV-12) ne réduit pas de manière significative le gonflement volumique. Par contre, une contrainte supérieure ou égale à 2 MPa (Figure IV-13) le diminue, et ce d'autant plus que la contrainte est importante.

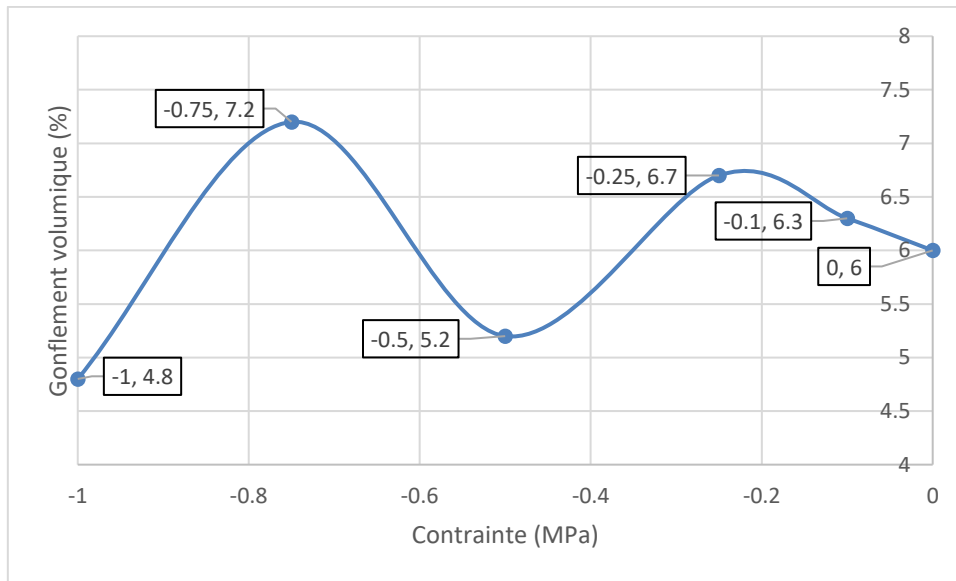


Figure IV-12 : Gonflement volumique en fonction de la contrainte ($|\sigma| \leq 1$ MPa)

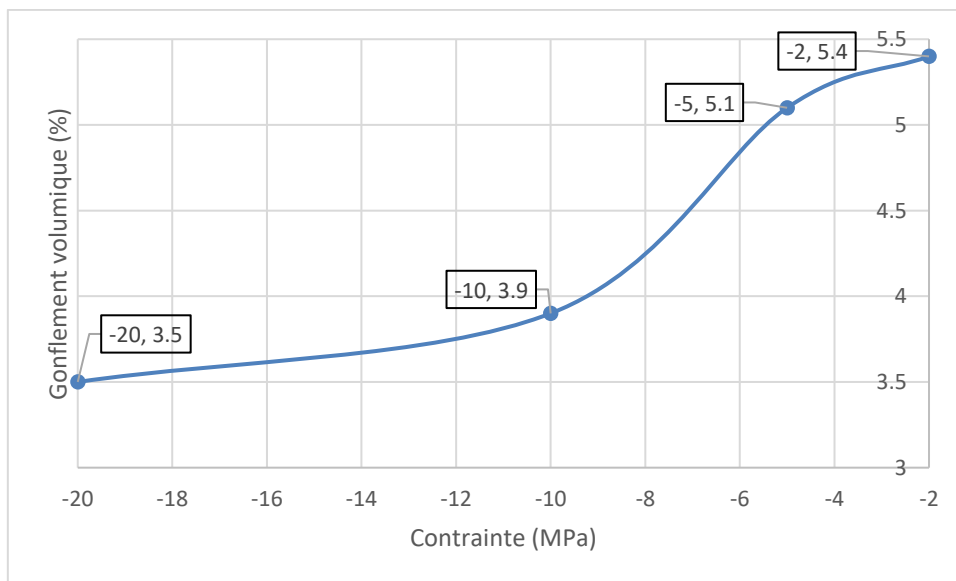


Figure IV-13 : Gonflement volumique en fonction de la contrainte ($|\sigma| \geq 2$ MPa)

Le comportement du matériau durant le passage de la transformation de phase sous compression semble donc obéir à deux lois différentes selon le niveau de contraintes appliquées, la transition se situant entre 1 et 2 MPa. Cette partition du comportement pourrait correspondre aux deux mécanismes de déformation évoqués dans le § II.3 (mouvement de dislocations et maillage).

Comme les grains du matériau sont très mobiles pendant la transformation de phase, la limite d'élasticité chute brutalement vers une valeur très faible car une faible contrainte de compression ($-0,1$ MPa) devient dès lors suffisante pour provoquer un glissement des dislocations. Un tel glissement des dislocations peut changer la forme, mais ne peut avoir d'influence sur le volume. Lorsque le niveau de contrainte dépasse un certain seuil (typiquement entre -1 et -2 MPa), le maclage est activé, qui provoque alors une diminution du gonflement volumique. Le maclage de la zircone opérant suivant des plans préférentiels ⁴⁷, une éprouvette maclée possède une structure microscopique plus ordonnée dans laquelle les atomes occupent moins de place, ce qui réduit d'autant le gonflement du matériau.

IV.3.1. Essais de traction

IV.3.1.1. Machine et éprouvettes utilisées pour les essais de traction

Une machine équipée d'extensomètres, qui permet d'appliquer une traction sur des éprouvettes isothermes, a été conçue pendant la thèse de Ludovic MASSARD ¹. Cette machine requiert des éprouvettes de forme particulière (Figure IV-14) qui permet d'appliquer une contrainte de traction sur l'éprouvette en comprimant des tiges en SiC (Figure IV-15). Les extensomètres permettent une mesure in-situ en continu de la déformation longitudinale de l'éprouvette. Pour ce travail, des capteurs LVDT ont été ajoutés sur les glissières supportant les extensomètres, afin de mesurer la variation du rayon de l'éprouvette (Figure IV-16, Figure IV-17). La combinaison de mesures axiales et radiales permet une évaluation en continu du gonflement volumique induit par la transformation de phase, dans une jauge de mesure parfaitement isotherme.

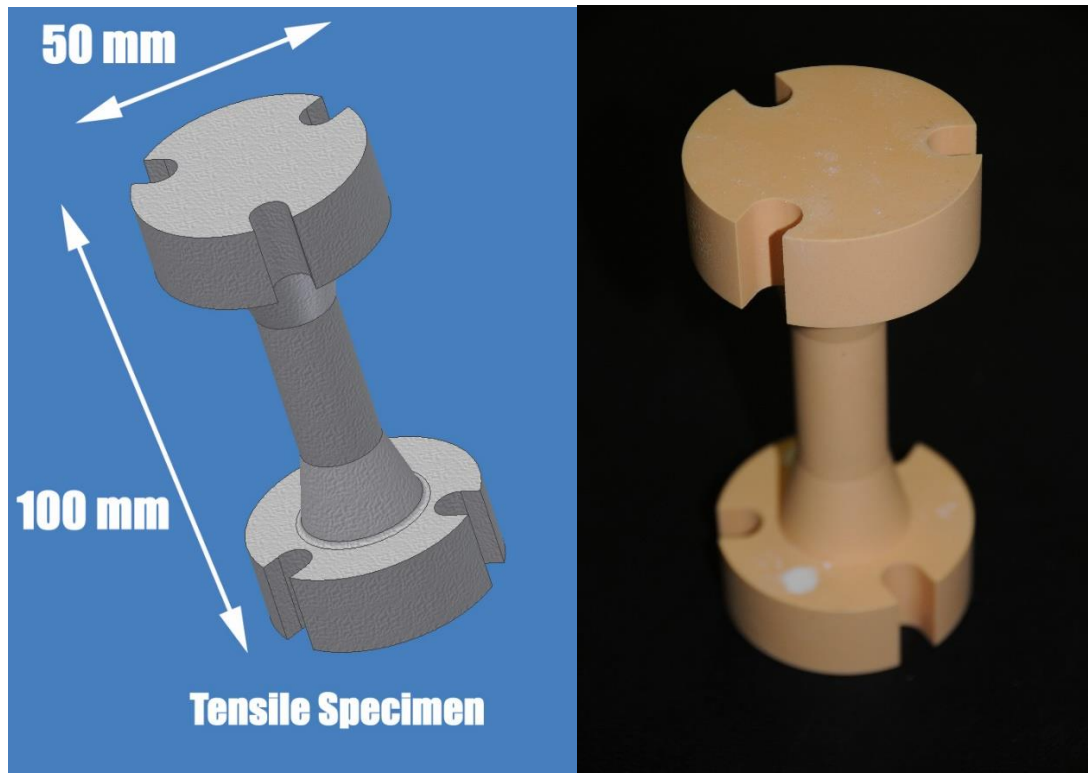


Figure IV-14 : Eprouvette de traction

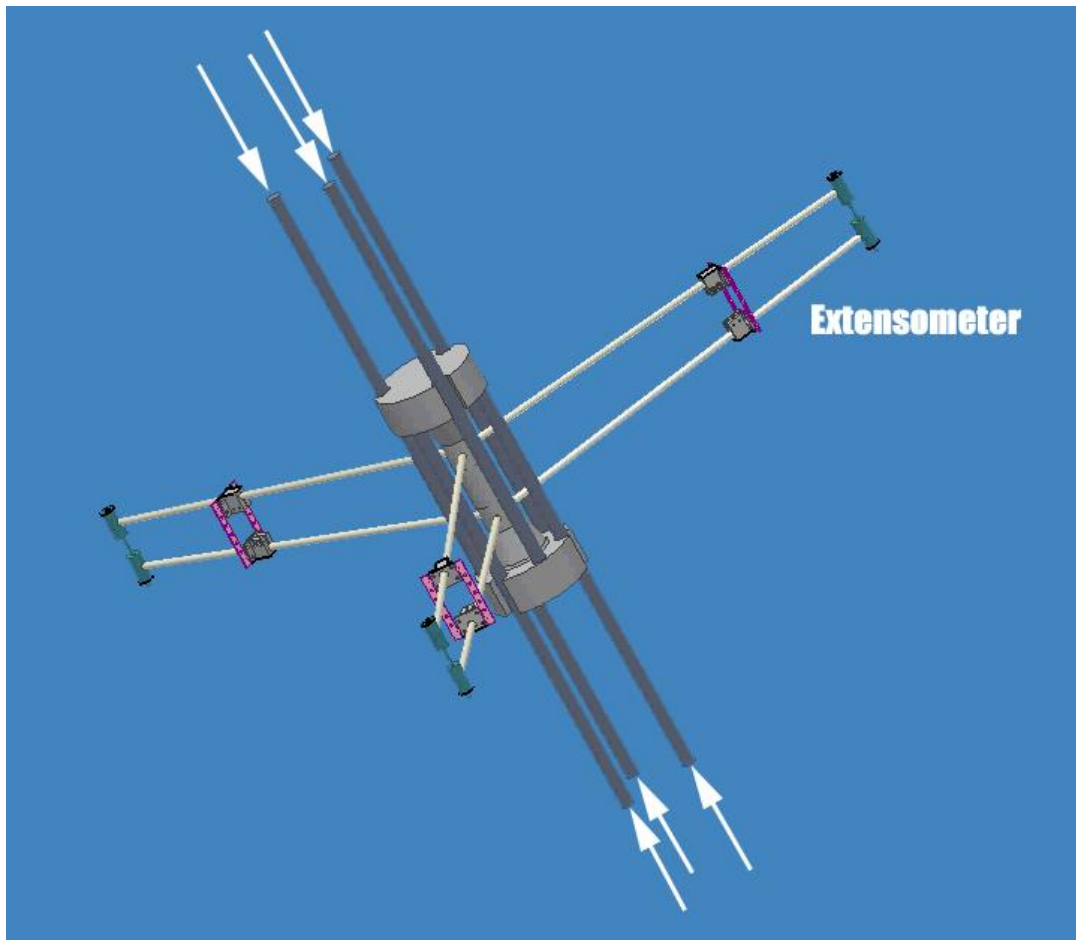


Figure IV-15 : Schéma du chargement et de la mesure de l'allongement de l'éprouvette de traction

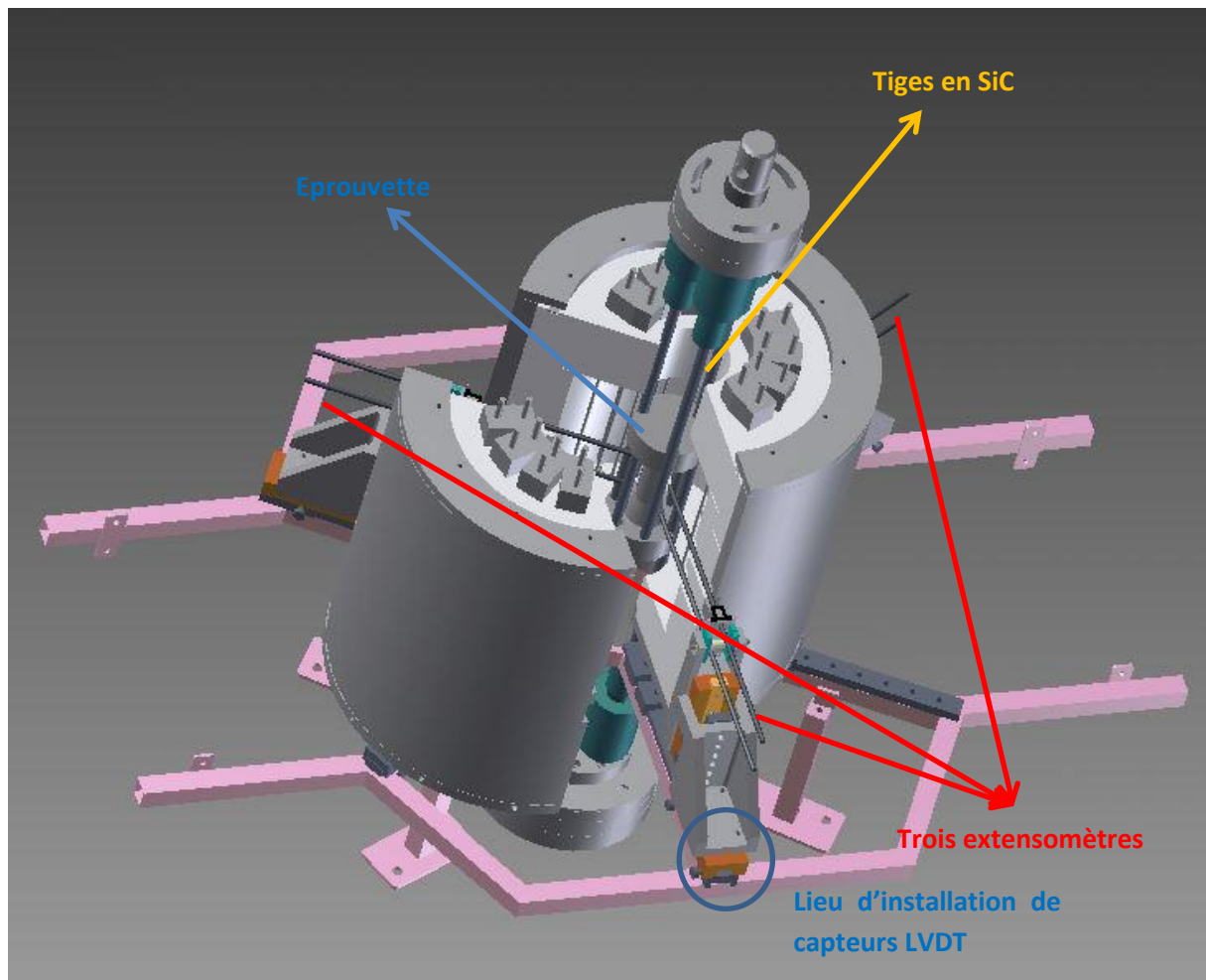


Figure IV-16 : Représentation schématique de l'essai de traction à éprouvette isotherme



Figure IV-17 : Photographies de l'essai de traction à éprouvette isotherme, four ouvert sans éprouvette à gauche et en fonctionnement à droite

Le cycle thermique utilisé est le cycle standard défini précédemment (cf. Figure IV-1). L'extraction d'éprouvettes de grande taille à partir de zones saines s'étant avérée difficile et l'usinage de ces éprouvettes étant particulièrement coûteux, trois éprouvettes de traction en ZB seulement ont été disponibles pour notre étude. Les essais préliminaires réalisés au SPCTS ont démontré que l'application d'une charge de traction supérieure à 1 MPa durant la transformation de phase exposait à une rupture de l'éprouvette. Les niveaux de contraintes appliquées ont donc été de 0,5, 0,75 et 1 MPa. Toujours pour prévenir d'éventuelles ruptures prématurées, la sollicitation n'a été appliquée qu'à partir de 1150 °C (au lieu de 1300 °C pour les essais de compression).

IV.3.1.2. Résultats des essais de traction

Les mesures longitudinales révèlent que la contrainte de traction augmente l'allongement dans la direction contrainte, ce d'autant plus que la contrainte est importante (Figure IV-18).

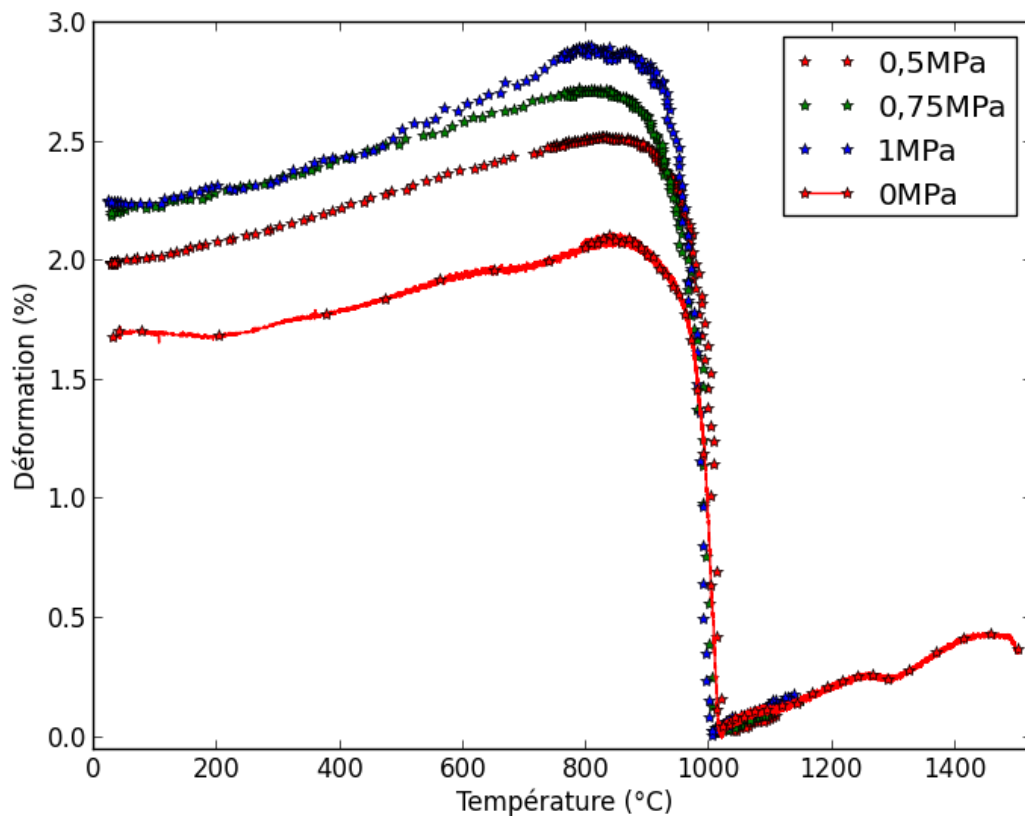


Figure IV-18 : Déformation longitudinale en fonction de la température, pour des valeurs de contrainte comprises entre 0 et 1 MPa

Les mesures de déformations radiales nécessitent un traitement préliminaire. Le résultat de l'essai sous 0,5 MPa est ici pris comme exemple pour illustrer la procédure de la correction.

Le premier phénomène à considérer est la dilatation thermique des tiges en SiC des extensomètres. Les capteurs LVDT mesurent le déplacement de chacun des extensomètres, du contact avec l'éprouvette au capteur proprement dit. Il faut donc commencer par ôter de la mesure la dilatation des tiges. La température des tiges varie sur leur longueur et le gradient associé évolue sur ces tiges diffère en fonction de la température du four. Un calcul exact étant impossible à réaliser, les données brutes fournies par les extensomètres radiaux ont été corrigées par la relation empirique suivante :

$$D_{corrigé} = \frac{h_{brut} - 4,5 * 10^{-6} * 150(T - 20)}{\frac{h_o}{2}} * 100\% \quad \text{IV-7}$$

où $4,5*10^{-6}$ est le coefficient de dilatation du SiC, h_o est le diamètre initial mesuré avant essai à température ambiante -20. Cette méthode de correction a été validée grâce à la vérification du coefficient de dilatation du ZB hors de la zone de transformation. L'accord obtenu est satisfaisant pour des températures supérieures à 300 °C.

La Figure IV-19 révèle que, par rapport aux mesures longitudinales, les données radiales obtenues après correction demeurent très bruitées et dispersées. En faisant la moyenne des trois courbes radiales, leurs dispersions s'annulent. Le coefficient de dilatation de la courbe moyenne radiale est en bon accord avec celui de la courbe moyenne longitudinale pour des températures supérieure à 300 °C (Figure IV-20). Pour la partie inférieure à 300 °C, les champs de température sur les tiges SiC sont très différents par rapport à ceux en haute température, il faut donc changer les coefficients dans la relation IV-7. Par contre, la courbe après 300 °C qui est loin de la température de transformation (1000 °C) n'est pas intéressante d'être corrigée.

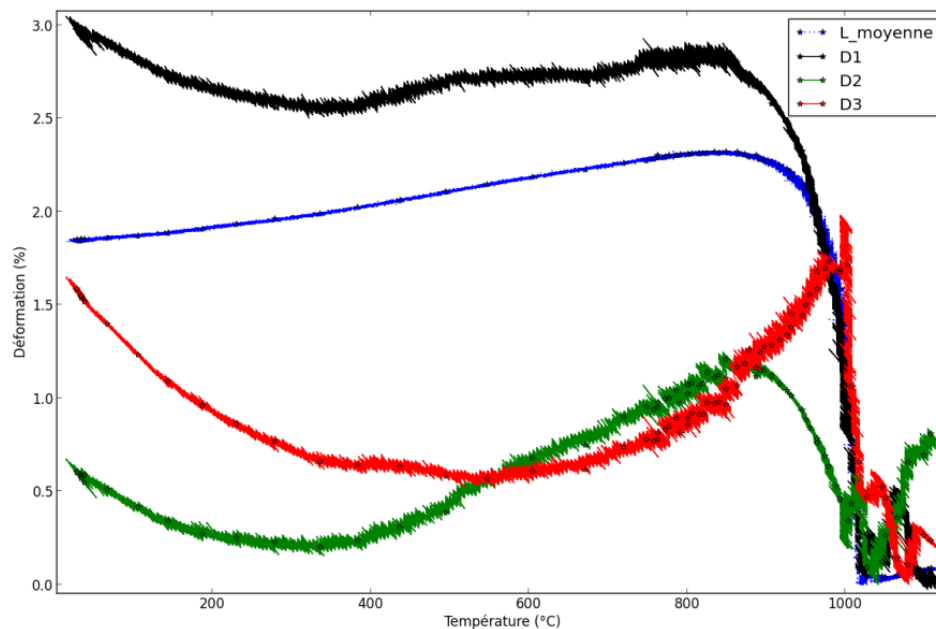


Figure IV-19 : Comparaison entre la moyenne des mesures longitudinales et les trois mesures radiales

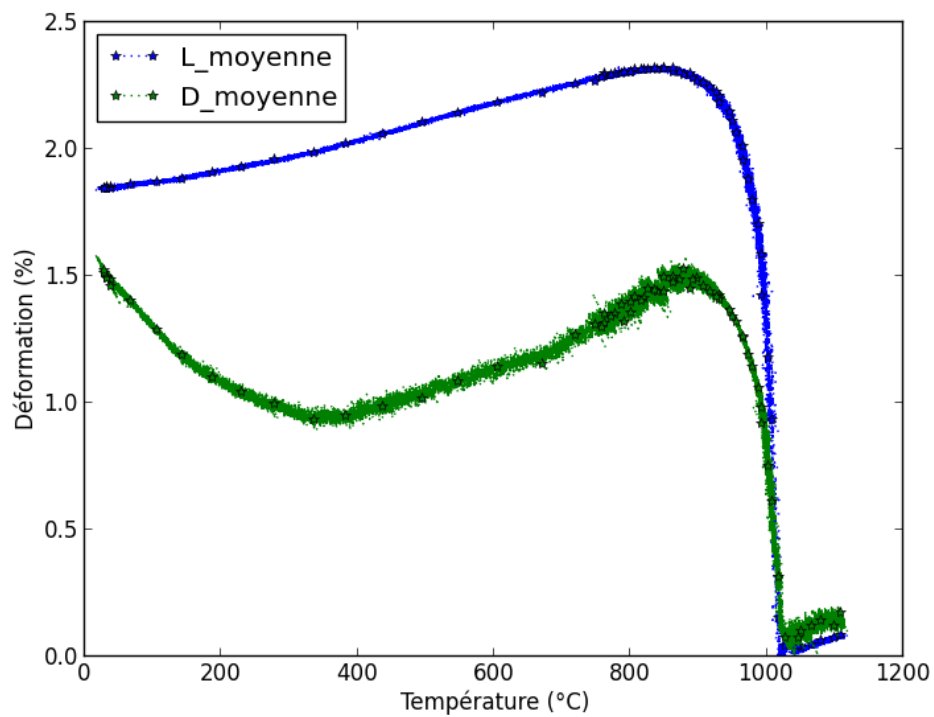


Figure IV-20 : Comparaison entre les moyennes des mesures longitudinales et des mesures radiales

Les résultats fournis par les autres essais ont été traités de manière similaire et sont illustrés par la Figure IV-21.

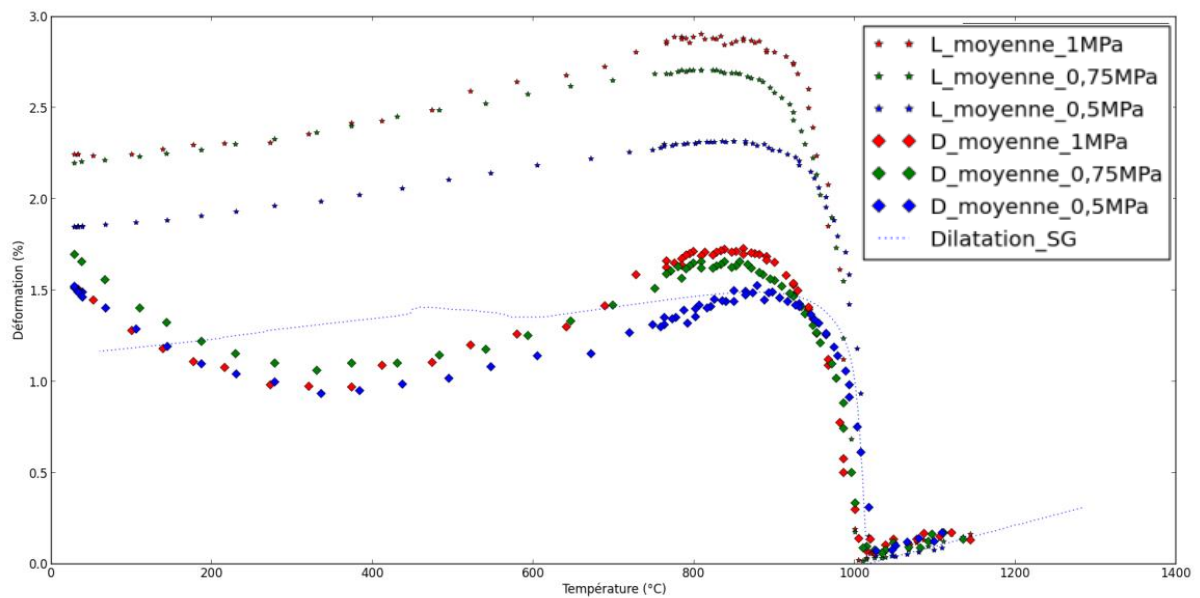


Figure IV-21 : Déformations longitudinale et radiale en fonction de température pour une contrainte appliquée comprise entre 0,5 et 1 MPa

La Figure IV-22 et la Figure IV-23 illustrent que l'application d'une contrainte de traction augmente l'allongement et le gonflement volumique, ce d'autant plus que la charge est importante. En-dessous de 0,5 MPa, le gonflement volumique est inférieur à celui observé sans contrainte. Par contre, l'allongement est supérieur à celui mesuré sans contrainte. Le mouvement de dislocations étant aussi actif en traction, il pourrait être susceptible de modifier la forme sans toutefois changer le volume.

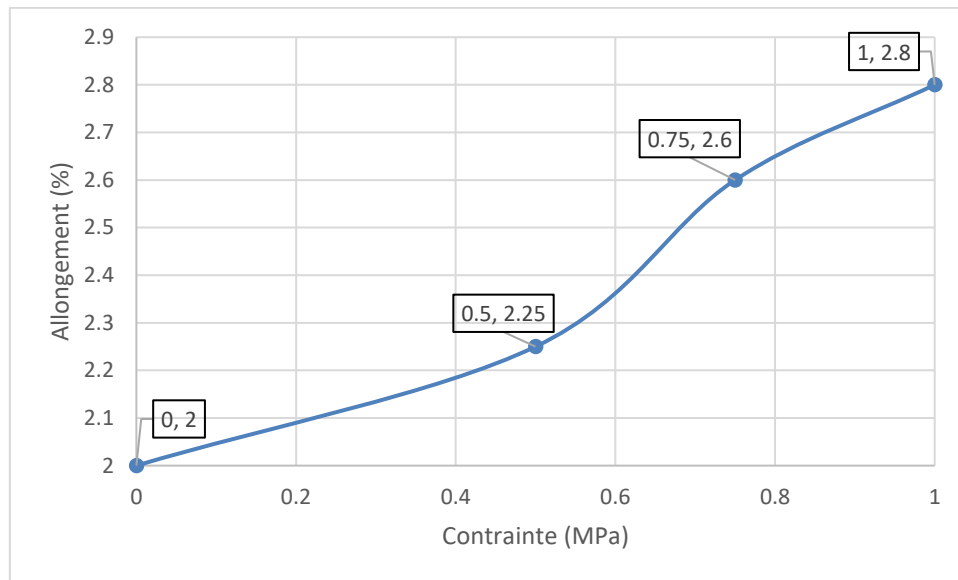


Figure IV-22 : Allongement longitudinal associé à la transformation de phase, en fonction d'une contrainte appliquée comprise entre 0,5 et 1 MPa

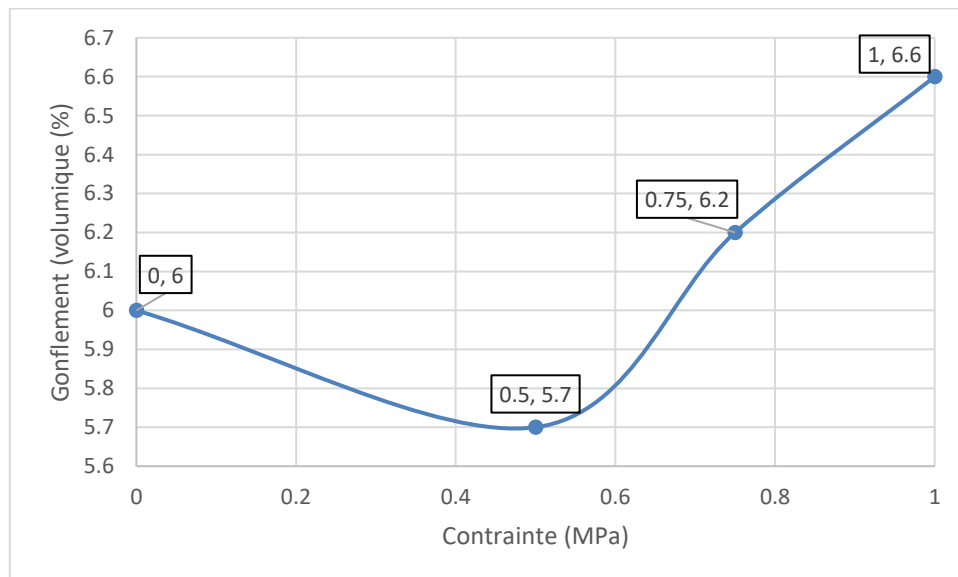


Figure IV-23 : Gonflement volumique, en fonction d'une contrainte appliquée comprise entre 0,5 et 1 MPa

Comme le comportement sous compression, une transition doit également opérer entre 0,5 MPa et 1 MPa. Par contre, aucun mécanisme microstructural ne peut expliquer l'influence d'une contrainte de traction aussi faible sur le gonflement volumique.

IV.4. Essais de compression avec paliers en température

Pour étudier la cinétique du gonflement associé à la transformation de phase du matériau, des essais avec paliers en température ont été réalisés. Sans sollicitation externe, l'allongement libre dans la direction du faisceau laser n'évolue pas pendant les paliers (Figure IV-24). Il en est de même sous -20 MPa, comme l'illustre la Figure IV-25. Ceci signifie que, dans l'intervalle de température où la transformation de phase a des effets mécaniques visibles, la température détermine à elle seule le taux de gonflement, contrôle l'écoulement plastique et définit le ratio entre phases tétragonale et monoclinique. Ceci correspond bien aux caractéristiques d'une transformation de type martensitique.

L'absence d'écoulement plastique du matériau sous -20 MPa pendant les paliers prouve que le temps de maintien n'a pas d'effet sur celui-ci, donc que la plasticité ne possède pas de caractère visqueux. La plasticité étant inactive pendant les paliers, les courbes $\sigma - \varepsilon$ ne peuvent être obtenues en fonction de la température en imposant une contrainte ou une déformation variables pendant les paliers, ce qui ne favorise pas la caractérisation de la loi de plasticité.

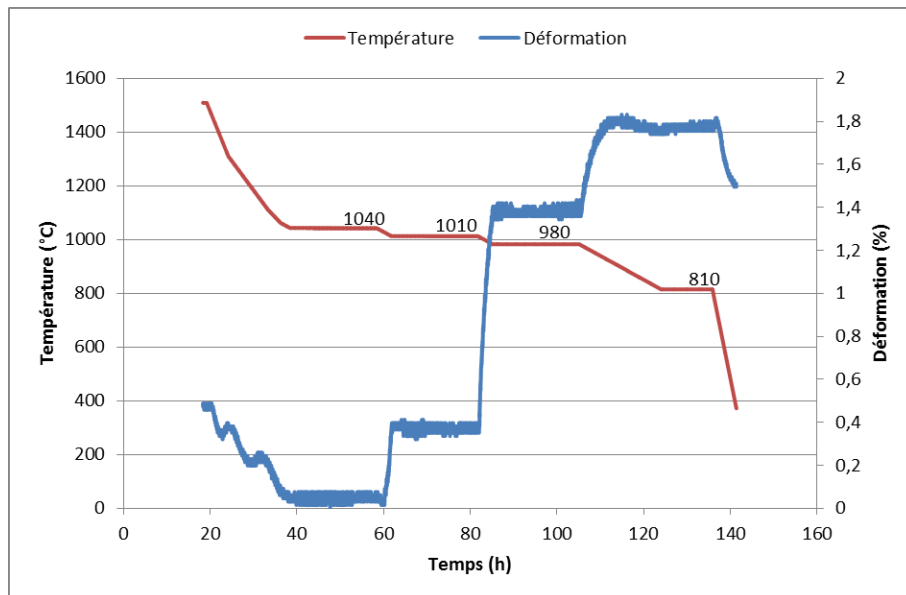


Figure IV-24 : Mesure avec dilatométrie sans contact à une vitesse de refroidissement de 9 °C/h pendant la transformation de phase et paliers de 20h à 1040, 1010 et 980 °C

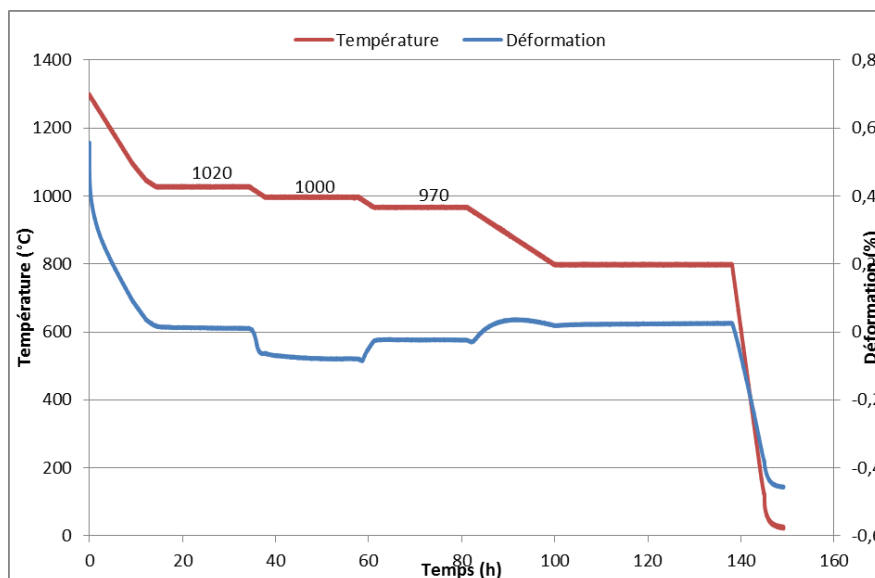


Figure IV-25 : Essais de compression sous 20 MPa à une vitesse de refroidissement de 9 °C/h pendant la transformation de phase et paliers de 20 h à 1020, 1000 et 970 °C

IV.5. Mesures du module d'élasticité au cours du refroidissement

Plusieurs méthodes étaient à disposition dans notre étude pour estimer l'évolution du module d'élasticité du ZB au cours du refroidissement. Les méthodes de type « mécanique » consistent à imposer une charge ou une déformation variables pour établir un diagramme contrainte – déformation. Le module d'élasticité est ensuite déterminé en considérant la pente de la courbe. Cette méthode n'est pas fiable pour notre matériau en cours de transformation de phase en raison de sa limite d'élasticité très basse et du gonflement induit. La limite élastique très basse pendant la transformation de phase fait que le matériau entre dans la zone plastique dès de très faibles contraintes lors de l'application d'une sollicitation (compression, traction ou flexion), comme illustré par la Figure IV-26. Le module recherché (dit tangent) est E_r , mais le module mesuré E_m (dit sécant) sera inférieur à la valeur E_r .

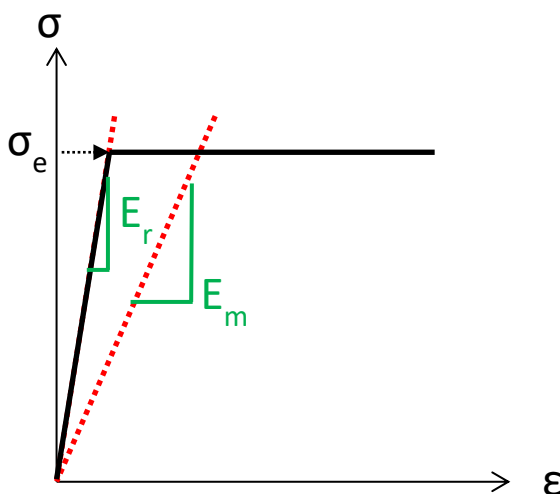


Figure IV-26 : Diagramme contrainte-déformation (σ - ϵ) d'un comportement élasto-plastique parfait et illustration du problème posé par la mesure du module d'élasticité pour des valeurs très faibles de la limite d'élasticité

Une autre méthode de mesure du module consiste à émettre des ondes ultrasonores et à déterminer le module d'élasticité à partir de la vitesse de propagation des ondes dans le matériau. La déformation engendrée par l'onde ultrasonore est très faible. On contourne ainsi les effets du gonflement et les erreurs induites par une très faible limite élastique dans le cadre des mesures « mécaniques ». De telles mesures ont été réalisées chez notre partenaire SPCTS dans le programme ASZTech. Plus d'informations concernant la méthode pourront être recherchées dans la thèse de Fanny GOURAUD ⁹. Celle-ci a réalisé trois mesures consécutives sur un même échantillon, dont les résultats sont résumés par la (Figure IV-27). Lors du premier refroidissement, le module d'élasticité ne varie pas beaucoup pendant la transformation de phase. La décroissance progressive du module d'élasticité observée lors des cycles thermiques correspond à un cumul de l'endommagement par microfissuration dans le matériau. Ce phénomène avait été étudié dans la thèse de Yang DING ⁷. Certains échantillons peuvent être même réduits en poudre après un nombre important de cycles thermiques.

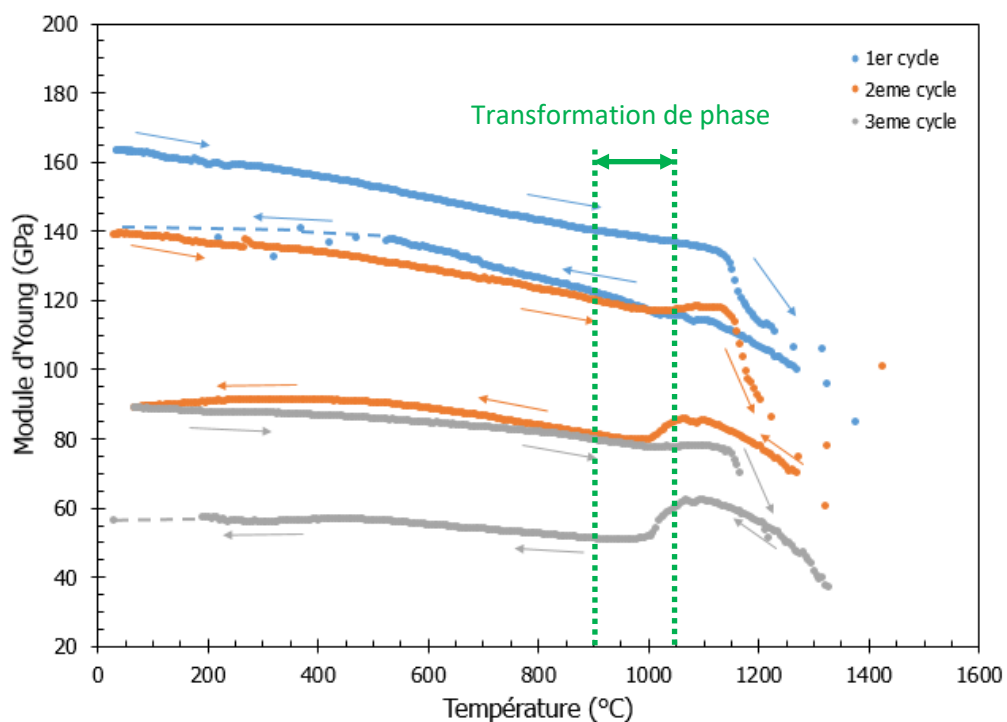


Figure IV-27 : Mesure par échographie ultrasonore du module d'élasticité du ZB durant trois cycles thermiques constitutifs ⁹

IV.6. Résumé sur les mesures des propriétés mécaniques du matériau pendant la transformation de phase

Grâce à des essais mécaniques, les principales propriétés mécaniques du matériau pendant la transformation de phase ont été caractérisées. Le taux de gonflement libre du matériau, qui correspond peu ou prou au taux de zirconie tétragonale transformée en monoclinique, a été choisi comme variable caractéristique du degré d'avancement de la transformation.

Le gonflement a été étudié sous trois aspects : le niveau du gonflement sans sollicitation mécanique, le niveau du gonflement avec application de contrainte et la cinétique de gonflement.

Trois moyens expérimentaux ont été utilisés : l'extensomètre laser sans contact (cf. Figure IV-2, cf. Figure IV-3), une machine de compression (cf. Figure IV-6) et une machine de traction à éprouvette isotherme (cf. Figure IV-16, cf. Figure IV-15, cf. Figure IV-17). Les deux premières méthodes ne permettent en continu que des mesures uniaxiales. Pour estimer le niveau du gonflement volumique, des mesures dimensionnelles avant et après essais ont été effectués (§ IV.2.1). Les niveaux d'allongement uniaxial et les niveaux de gonflement volumique déterminés sont résumés respectivement dans les Figure IV-28 et Figure IV-29. Les principales caractéristiques mécaniques du matériau ZB ont ainsi été identifiées :

- a) Sans contrainte, la transformation provoque un gonflement isotrope (cf. Figure IV-4), et un intervalle de transformation de phase « mécanique » a été déterminé : [850 °C, 1025 °C] ;
- b) Le gonflement est modifié et orienté par l'application d'une contrainte (Figure IV-28, Figure IV-29) ;
- c) Les déformations dépendent du niveau de contrainte (Figure IV-28, Figure IV-29) ;
- d) Les contraintes de compression et de traction provoquent des effets dissymétriques (Figure IV-28, Figure IV-29) ;
- e) L'ensemble des phénomènes sont contrôlés par la température : une variation de cette dernière est nécessaire pour activer ces phénomènes (cf. Figure IV-24, cf. Figure IV-25) ;
- f) Le module d'élasticité tangent ne varie que peu pendant la transformation de phase (cf. Figure IV-27).

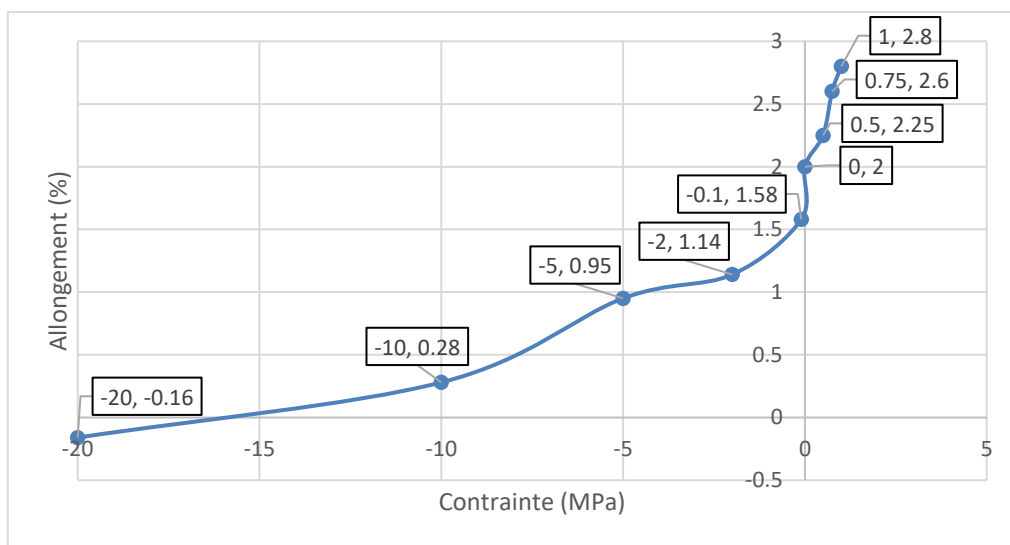


Figure IV-28 : Allongement en fonction de la contrainte

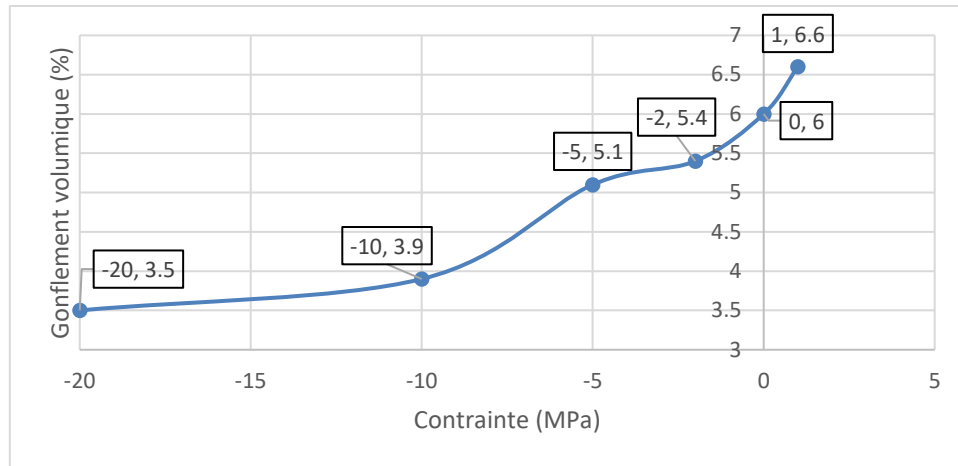


Figure IV-29 : Gonflement volumique en fonction de la contrainte

Les propriétés spécifiques observées et récapitulées ci-dessus nécessitent la prise en compte de divers phénomènes physiques intervenant lors de la transformation de phase au refroidissement :

- La dilatation thermique du matériau, ainsi que son changement entre phases tétragonale et monoclinique ;
- Le gonflement volumique libre isotrope associé à la transformation de phase du matériau ;
- Le comportement élastique intégrant la variation naturelle du module d'élasticité en fonction de la température ;
- L'écoulement plastique induit par la transformation de phase (TRIP), qui est dissymétrique et à très bas seuil de contrainte. Cet écoulement peut être partitionné en deux composantes. Un domaine pour faibles contraintes ($-2 \text{ MPa} < \sigma < 0 \text{ MPa}$ en compression et $0 \text{ MPa} < \sigma < 1 \text{ MPa}$ en traction) et un pour forte contrainte ($|\sigma| < -2 \text{ MPa}$ en compression ou $\sigma \geq 1 \text{ MPa}$ en traction) ;
- La température réduite, variable interne qui détermine les niveaux et les cinétiques des phénomènes induits par la transformation de phase.

V. Développement du modèle thermomécanique de comportement du matériau pendant la transformation de phase

V.1. Décomposition de la déformation pendant la transformation de phase

Pour modéliser les phénomènes associés à la transformation de phase, une décomposition de la déformation totale pendant la transformation de phase est nécessaire. La déformation totale $\varepsilon^{total}(T, \sigma)$ peut être décomposée en une partie thermique $\varepsilon^{thermique}(T)$ associée à la dilatation thermique du matériau, une partie élastique $\varepsilon^{élastique}(T, \sigma)$ associée au comportement élastique sous sollicitation, une partie associée au gonflement induit par la transformation de phase $\varepsilon^{gonflement}(T)$ et une partie non linéaire associée au comportement plastique induit par la transformation de phase :

$$\varepsilon^{total}(T, \sigma) = \varepsilon^{thermique}(T) + \varepsilon^{élastique}(T, \sigma) + \varepsilon^{gonflement}(T) + \varepsilon^p(T, \sigma) \quad V-1$$

Comme $\varepsilon^{gonflement}$ ne dépend que de la température, elle peut être intégrée dans $\varepsilon^{thermique}$ en utilisant des coefficients de dilatation fictifs. Pour prédire l'état de contrainte du matériau pendant la transformation de phase ($\varepsilon^{total}, \sigma^{total}$), il faut déterminer une loi d'écoulement plastique induit par la transformation de phase (TRIP) pour pouvoir calculer ε^p .

V.2. Dilatation thermique et gonflement libre

Le gonflement induit par la transformation de phase a été pris en compte par une variation fictive des coefficients de dilatation thermique lors de la transformation de phase. La courbe moyenne des mesures dilatométriques effectuées avec l'extensomètre sans contact a été utilisée pour calculer les coefficients de dilatation thermique au cours du refroidissement (Figure V-1).

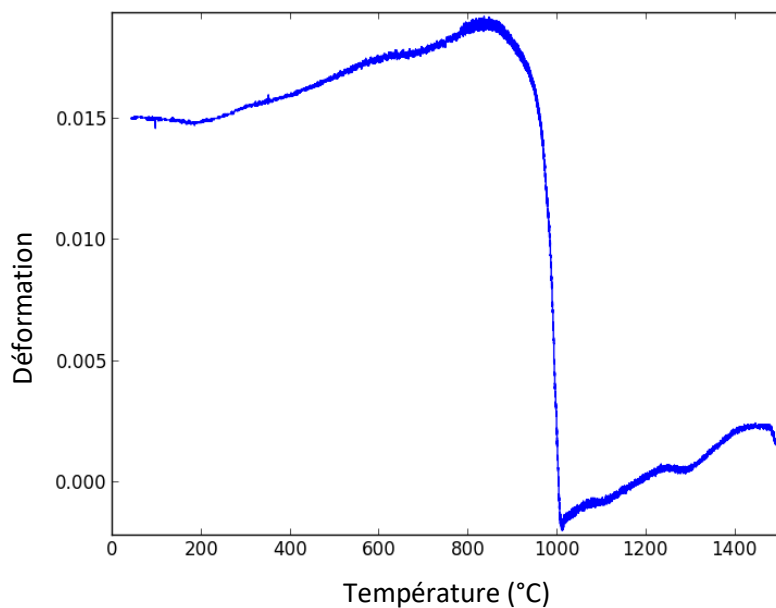


Figure V-1 : Courbe moyenne des mesures dilatométriques avec laser

Comme la partie présentant un intérêt pour cette étude ne concerne que la dilatation entre 1300 °C et 600 °C, elle a été extrapolée avec les pentes déterminées à partir des données originales.

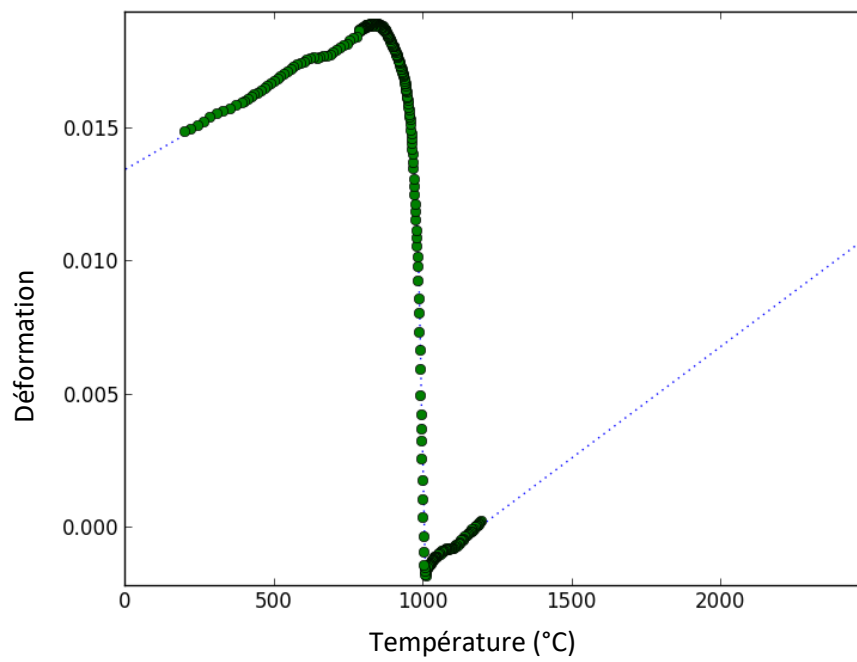


Figure V-2 : Courbe moyenne extrapolée

La courbe extrapolée a ensuite été lissée avec l'algorithme Savitzky-Golay ⁶⁶. L'algorithme a été programmé en Python et le code est donné dans l'ANNEXE 5.

Il consiste à diviser la courbe étudiée en un nombre fini de zones et à appliquer des fonctions de régression polynomiales d'ordre défini (ici, par exemple, 3) pour régénérer des points propres. Les fonctions polynomiales sont déterminées à partir d'un nombre de points sélectionnés dans chaque zone. La courbe lissée est ensuite utilisée pour déterminer les coefficients de dilatation thermique (Figure V-3) avec $\alpha = \frac{d\varepsilon}{dT}$.

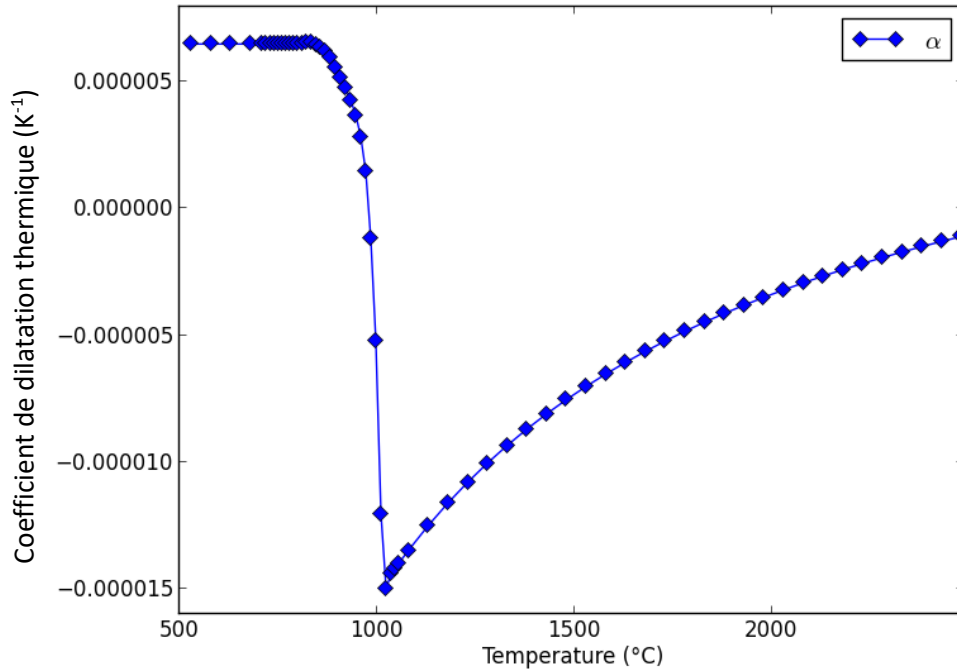


Figure V-3 : Coefficients de dilatation thermique déterminés à partir de la courbe moyenne lissée issue des mesures par laser

V.3. Déformation plastique associée à la transformation de phase

Le principe de la mécanique des solides est basé sur les deux principes de la thermodynamique. En déterminant un potentiel dissipatif, on peut obtenir l'équation constitutive en dérivant le potentiel par les variables associées aux variables d'état. Cette équation constitutive permet de décrire l'évolution de l'état du matériau. Par exemple, pour un système élasto-plastique sans écrouissage, le tenseur des contraintes est la variable associée et le tenseur des déformations plastiques est la variable d'état. On peut obtenir donc l'équation constitutive sous forme :

$$\frac{\partial \varepsilon^p}{\partial t} = \frac{d\lambda}{dt} \frac{\partial \phi}{\partial \sigma} \quad \text{V-2}$$

où, ε^p est la déformation plastique, σ est la contrainte, λ est le multiplicateur plastique et ϕ est le potentiel dissipatif.

En supposant que notre écoulement plastique est associé, la fonction d'écoulement peut être utilisée comme le potentiel.

V.3.1. Fonction d'écoulement plastique

La fonction d'écoulement $F(\sigma)$ représente la condition de consistance qui détermine l'activation de l'écoulement plastique. Comme le gonflement peut être orienté et modifié par la sollicitation, il faut que la fonction d'écoulement fasse intervenir les contraintes déviatorique et hydrostatique.

La fonction d'écoulement est sous forme :

$$F(\sigma) = \sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0 \quad \text{V-3}$$

P est le premier invariant du tenseur des contraintes, qui est l'opposé de la pression hydrostatique :

$$p = \frac{I_1}{3} = \frac{1}{3} \text{tr}(\bar{\sigma}) = \frac{1}{3}(\sigma_1 + \sigma_2 + \sigma_3) \quad \text{V-4}$$

q est le second invariant de la partie déviatorique du tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$:

$$q = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}} = \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2} \quad \text{V-5}$$

$$\bar{s} = \bar{\sigma} - \frac{I_1}{3} \bar{I} \quad \text{V-6}$$

P_c et M sont des coefficients.

La prise en compte des contraintes hydrostatique dans $F(\sigma)$ s'apparente à un modèle Cam-Clay modifié ⁶⁷. Par contre, pré-consolidation et autres propriétés du sol sont absentes du modèle. La surface de plasticité associée à la fonction d'écoulement est visualisée dans la Figure V-4.

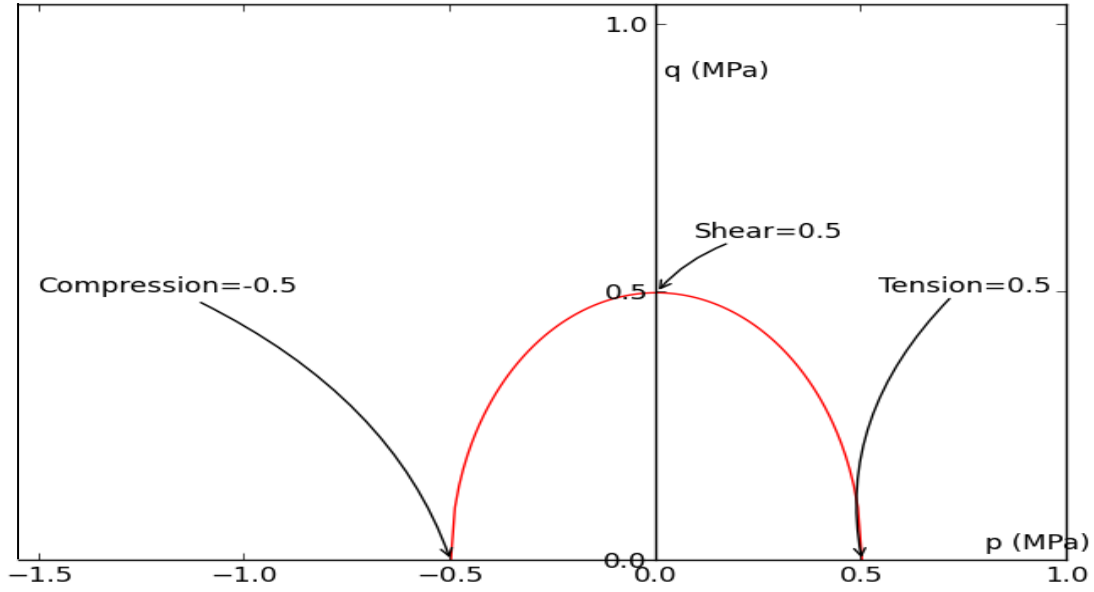


Figure V-4 : Surface de plasticité associée à la fonction d'écoulement ($P_c=0$ MPa)

V.3.2. Variable interne d'évolution de la transformation de phase

Pour décrire l'évolution de la déformation plastique $\bar{\varepsilon}^p$ en fonction de la contrainte $\bar{\sigma}$, il faut définir le multiplicateur plastique $\dot{\lambda}$ et la direction d'écoulement $\frac{\partial F(\sigma)}{\partial \bar{\sigma}}$.

Dans l'article de Leblond ⁵⁶, une température réduite a été utilisée comme variable interne pour contrôler l'évolution de la déformation plastique associée à la transformation de phase de l'acier. Une configuration similaire a été utilisée pour notre modèle.

χ est la température réduite comprise entre la température de déclenchement de la transformation de phase T^a et la fin de la transformation de phase T^b . Il est défini comme suivant :

$$\chi(t) = 0, \quad \text{si } \max_{\tau \leq t} T(\tau) < T_b$$

$$\chi(t) = T_a - \max\left(T_b, \min\left(T_a, \min_{\tau \leq t} T(\tau)\right)\right), \quad \text{si } \max_{\tau \leq t} T(\tau) > T_b \quad \text{V-7}$$

où τ dénote les moments avant le moment actuel t .

Donc χ possède les propriétés suivantes :

$$\chi \in [0, T_a - T_b]$$

$$\text{For } T \in [T_b, T_a] \text{ and } \dot{T} \leq 0 : \chi(T) = T_a - T, \dot{\chi} = -\dot{T}$$

$$\text{For } T \in [T_b, T_a] \text{ and } \dot{T} > 0 : \chi(T) = T_a - T, \dot{\chi} = 0$$

$$\text{For } T \in]-\infty, T_b[: \chi(T) = T_a - T_b, \dot{\chi} = 0$$

$$\text{For } T \in]T_a, +\infty[: \chi(T) = 0, \dot{\chi} = 0 \quad \text{V-8}$$

La valeur de χ est comprise entre 0 et $T_a - T_b$. Pour une température donnée T inférieure à T_b , χ est égal à $T_a - T_b$. Si T est supérieur à T_a , χ est égal à 0. Si T est dans l'intervalle $[T_b, T_a]$ et que T décroît, χ est égal à $T_a - T$ et donc χ croît. Si T est dans l'intervalle $[T_b, T_a]$ et si T croît (réchauffement pendant la transformation de phase T-M), χ est égal à T_a moins la température juste avant le réchauffement T et reste constant pendant le réchauffement. χ permet au modèle de représenter un effet de rochet, à savoir que les phénomènes n'évoluent que lorsque la température décroît. Autrement dit, la transformation de phase n'est pas réversible par un simple réchauffement pendant la transformation de phase.

V.3.3. Equation constitutive de l'écoulement plastique associé à la transformation de phase

Avec χ , une équation constitutive a été établie pour décrire l'évolution de la déformation plastique $\bar{\varepsilon}^p$ en fonction de χ et de la contrainte $\bar{\sigma}$.

L'équation constitutive a été obtenue en adaptant celle de Norton à la configuration actuelle :

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = \left(\frac{F(\bar{\sigma})}{K} \right)_+^m g(\chi) \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}} \quad \text{V-9}$$

$\left(\frac{F(\bar{\sigma})}{K} \right)_+^m$ est le multiplicateur plastique. $\frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}}$ décrit la direction d'écoulement plastique.

K et m sont des coefficients.

$g(\chi)$ est la fonction de taux de phase monoclinique définie par :

$$g(\chi) \geq 0, \int_0^{T_a - T_b} g(\chi) d\chi = 1 \quad \text{V-10}$$

Quand χ est égal à 0, g est égal à 0. Quand χ est égal à $T_a - T_b$, $\int_0^{T_a - T_b} g(\chi) d\chi$ est égal à 1. A travers g , χ contrôle la cinétique de transformation de phase.

Le tenseur des contraintes peut être décomposé en deux parties :

$$\bar{\sigma} = \bar{s} + p\bar{I} \quad \text{V-11}$$

où I est la matrice identité.

On a donc :

$$d\bar{\sigma} = d\bar{s} + dp\bar{I} \quad \text{V-12}$$

Le tenseur des déformations non linéaires peut être donc également divisé en une partie de déformations déviatoriques et une partie de déformation volumique :

$$d\bar{\varepsilon}^p = d\bar{\varepsilon}_s^p + d\bar{\varepsilon}_p^p \quad \text{V-13}$$

Pour déterminer les directions d'écoulement de ces deux déformations plastiques, il faut calculer les dérivées partielles de $F(\sigma)$ par rapport à \bar{s} et à $p\bar{I}$.

$$\frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial q} = \frac{q}{M\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2}} \quad \text{V-14}$$

$$\frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial p\bar{I}} = \frac{p - P_c}{\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2}} \bar{I} \quad \text{V-15}$$

avec

$$\frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{s}} = \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial q} \frac{\partial q}{\partial \bar{s}} \quad \text{V-16}$$

et

$$\frac{\partial q}{\partial \bar{s}} = \frac{3\bar{s}}{2q} \quad \text{V-17}$$

On a finalement :

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}_s^p}{\partial \chi} = \left\langle \frac{\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0}{K} \right\rangle_+^m g(\chi) \frac{3\bar{s}}{2M\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2}} \quad \text{V-18}$$

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}_p^p}{\partial \chi} = \left\langle \frac{\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0}{K} \right\rangle_+^m g(\chi) \frac{p - P_c}{\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2}} \bar{I} \quad \text{V-19}$$

et

$$\begin{aligned} \frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} &= \frac{\partial \bar{\varepsilon}_s^p}{\partial \chi} + \frac{\partial \bar{\varepsilon}_p^p}{\partial \chi} = \\ & \left\langle \frac{\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0}{K} \right\rangle_+^m g(\chi) \left(\frac{3\bar{s}}{2M\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2}} + \frac{p - P_c}{\sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2}} \bar{I} \right) \end{aligned} \quad \text{V-20}$$

$$\frac{d\bar{\varepsilon}^p}{dt} = \frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} \frac{d\chi}{dT} \frac{dT}{dt} \quad \text{V-21}$$

Cette définition de la déformation plastique ne concerne que le comportement du matériau sous fortes contraintes ($|\sigma| \geq 2\text{MPa}$ en compression et $\sigma \geq 1\text{MPa}$ en traction).

V.3.3.1. Prise en compte du comportement sous faible contrainte avec déformations imposées

Pour modéliser la diminution de l'allongement dans la direction contrainte sous faible contrainte (compression et traction), une déformation plastique imposée a été ajoutée dans $\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi}$. Cette déformation doit être imposée dans la direction de la contrainte dominant le comportement du matériau. C'est-à-dire que le tenseur des contraintes doit être décomposé pour déterminer la direction dans laquelle la contrainte est la plus forte en valeur absolue. Une décomposition en composantes principales a été appliquée.

La projection du tenseur des contraintes $\bar{\sigma}$ à un point quelconque sur le repère cartésien nominal $\begin{bmatrix} \vec{n}_1 \\ \vec{n}_2 \\ \vec{n}_3 \end{bmatrix}$ (\vec{n}_i est unitaire) s'écrit :

$$\bar{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{21} & \sigma_{31} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{32} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \bar{\vec{n}} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{21} & \sigma_{31} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{32} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \bar{\vec{l}} = \begin{bmatrix} \sigma_{11} & \sigma_{21} & \sigma_{31} \\ \sigma_{12} & \sigma_{22} & \sigma_{32} \\ \sigma_{13} & \sigma_{23} & \sigma_{33} \end{bmatrix} \quad \text{V-22}$$

Il existe toujours une base vectorielle $\bar{\vec{V}}_e$ qui permet d'exprimer $\bar{\sigma}$ sous forme de matrice diagonale avec les contraintes principales $\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}$:

$$\bar{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_I & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{II} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{III} \end{bmatrix} \bar{\vec{V}}_e \quad \text{V-23}$$

Cette base vectorielle $\bar{\vec{V}}_e$ est constituée des vecteurs principaux trouvés en déterminant les vecteurs propres de $\bar{\sigma}$. $\sigma_I, \sigma_{II}, \sigma_{III}$ sont les valeurs propres associées.

$$\bar{\sigma} = \begin{bmatrix} \sigma_I & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{II} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{III} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} e_{I1} & e_{I2} & e_{I3} \\ e_{II1} & e_{II2} & e_{II3} \\ e_{III1} & e_{III2} & e_{III3} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} e_{I1} & e_{I2} & e_{I3} \\ e_{II1} & e_{II2} & e_{II3} \\ e_{III1} & e_{III2} & e_{III3} \end{bmatrix}^T \quad \text{V-24}$$

$$\bar{\sigma} = \sigma_I \vec{e}_I \otimes \vec{e}_I^T + \sigma_{II} \vec{e}_{II} \otimes \vec{e}_{II}^T + \sigma_{III} \vec{e}_{III} \otimes \vec{e}_{III}^T \quad \text{V-25}$$

Les composantes des vecteurs principaux $\begin{bmatrix} \vec{e}_I \\ \vec{e}_{II} \\ \vec{e}_{III} \end{bmatrix}$ sont leurs coordonnées dans le repère nominal $\begin{bmatrix} \vec{n}_1 \\ \vec{n}_2 \\ \vec{n}_3 \end{bmatrix}$.

La contrainte principale maximale qui respecte

$$|\sigma_I| \geq |\sigma_{II}| \geq |\sigma_{III}| \quad \text{V-26}$$

domine le comportement du matériau sous faible contrainte. On ajoute dans le sens de son vecteur principal $\vec{e}_I = (e_{I1}, e_{I2}, e_{I3})$ une déformation ε^{imp} :

$$\overline{\varepsilon}^{imp} = \varepsilon^{imp} \vec{e}_I \quad \text{V-27}$$

$\overline{\varepsilon}^{imp}$ n'a pas de composant sur les deux autres vecteurs principaux \vec{e}_{II} ou \vec{e}_{III} .

La projection de $\overline{\varepsilon}^{imp}$ sur la base principale $\vec{\bar{e}}$ s'écrit :

$$\overline{\varepsilon}_N = \varepsilon^{imp} \vec{e}_I \otimes \vec{e}_I \quad \text{V-28}$$

avec :

$$\vec{e}_I \otimes \vec{e}_I^T = \begin{pmatrix} e_{I1} \\ e_{I2} \\ e_{I3} \end{pmatrix} (e_{I1} \ e_{I2} \ e_{I3}) = e_{Ii} e_{Ij} = \begin{pmatrix} e_{I1}e_{I1} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}e_{I2} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}e_{I3} \end{pmatrix} \quad \text{V-29}$$

Pour assurer le respect de la loi de Hooke, on n'ajoute que la partie déviatorique de cette projection dans la déformation plastique :

$$\overline{\varepsilon}_N^D = \varepsilon^{imp} \left(\begin{pmatrix} e_{I1}e_{I1} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}e_{I2} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}e_{I3} \end{pmatrix} - \frac{1}{3} \text{trace}(\vec{e}_I \otimes \vec{e}_I) I \right) \quad \text{V-30}$$

avec

$$\text{trace}(\vec{e}_I \otimes \vec{e}_I) = e_{I1}^2 + e_{I2}^2 + e_{I3}^2 = |\vec{e}_I|^2 = 1 \quad \text{V-31}$$

On obtient alors :

$$\overline{\varepsilon}_N^D = \varepsilon^{imp} \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \quad \text{V-32}$$

La fonction g permet de distribuer $\overline{\varepsilon}_N^D$ à la déformation plastique, en fonction de la température réduite (χ) soit :

$$\frac{\partial \overline{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \left(\left\langle \frac{F(\overline{\sigma})}{K} \right\rangle_+^m \frac{\partial F(\overline{\sigma})}{\partial \overline{\sigma}} + \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \right) \quad \text{V-33}$$

Comme les comportements en compression et en traction sont différents, on a $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp}$ pour $\sigma_I \in]-\infty, -1[$ et $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp}$ pour $\sigma_I \in]0,5, +\infty[$.

Pour $\sigma_I \in [-1, 0,5]$, quel que soit le niveau de charge appliqué, la déformation plastique générée est constante et ne dépend que du type de contrainte appliquée.

On a donc finalement :

$$\frac{\partial \overline{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \quad \text{V-34}$$

$\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp}$ pour $\sigma_I \in [-1, 0]$ et $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp}$ pour $\sigma_I \in [0, 0,5]$.

V.4. Assemblage du modèle thermomécanique du refroidissement post-coulée

L'objectif principal de ce travail est de développer un modèle numérique pour décrire le comportement thermomécanique du matériau au cours du refroidissement post-coulée. Les phénomènes associés à la transformation de phase ont été modélisés dans la dernière section. L'autre phénomène intervenant pendant le refroidissement est le fluage, pris en compte au-dessus de 1100 °C. Le fluage a été étudié au cours de la thèse de MASSARD ¹ et de celle de PETRONI ⁶. Deux lois de comportement ont été établies : une loi de fluage dissymétrique en compression et en traction par MASSARD et une loi de fluage sans dissymétrie par PETRONI. La transformation de la phase opérant postérieurement au fluage, à plus basse température, peut modifier profondément les contraintes résiduelles laissées par le fluage. Des calculs préliminaires ⁶ ont prouvé que l'influence de la loi de fluage sur l'état final de contraintes résiduelles des produits est limitée. La loi de fluage de PETRONI, qui permet une description satisfaisante et qui est plus facile à mettre en œuvre, a donc été intégrée dans le modèle utilisé dans ce travail.

V.4.1. Loi de fluage de PETRONI

Le multiplicateur viscoplastique de la loi de fluage de PETRONI s'écrit sous la forme suivante :

$$\dot{\lambda} = A \left(\frac{\sigma_{eq} - \sigma_y}{K} \right)^n \quad V-35$$

σ_{eq} est la contrainte équivalente de Von Mises :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}} = \frac{1}{2} \sqrt{(\sigma_1 - \sigma_2)^2 + (\sigma_2 - \sigma_3)^2 + (\sigma_3 - \sigma_1)^2} \quad V-36$$

σ_y suit une loi d'écrouissage linéaire :

$$\sigma_y = R_0 + RH \quad V-37$$

où R_0 est la limite élastique, R la déformation plastique cumulée et K et n sont des coefficients.

A est un coefficient permettant de prendre en compte l'influence de la température sur la vitesse d'écoulement viscoplastique :

$$A = e^{A_0} e^{-\frac{Q}{RT}} \quad V-38$$

$$\dot{\lambda} = e^{A_0} e^{-\frac{Q}{RT}} \left(\frac{\sigma_{eq} - \sigma_y}{K} \right)^n \quad V-39$$

A_0 est la constante caractéristique du matériau, $e^{-\frac{Q}{RT}}$ le coefficient de diffusion caractérisé par l'énergie d'activation Q , R la constante universelle des gaz parfaits ($8,3144621 \text{ J} \cdot \text{mol}^{-1} \cdot \text{K}^{-1}$) et T la température.

La direction d'écoulement viscoplastique se formule sous forme suivante :

$$\bar{n} = \frac{\partial f}{\partial \bar{\sigma}} \quad \text{V-40}$$

avec

$$f = \sigma_{eq} - \sigma_y \quad \text{V-41}$$

$$\bar{n} = \frac{\partial(\sigma_{eq} - RH)}{\partial \bar{\sigma}} = \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \sigma_{eq}} \frac{\partial \sigma_{eq}}{\partial \bar{\sigma}} = \frac{3\bar{s}}{2\sigma_{eq}} \quad \text{V-42}$$

$$\dot{\bar{\varepsilon}}^{vp} = e^{A_0} e^{-\frac{Q}{RT}} \left(\frac{\sigma_{eq} - \sigma_y}{K} \right)^n \frac{3\bar{s}}{2\sigma_{eq}} \quad \text{V-43}$$

V.4.2. Modèle thermomécanique complet

La déformation viscoplastique cumulée à haute température a été ajoutée à la déformation totale.

$$\varepsilon^{total}(T, \sigma) = \varepsilon^{thermique}(T) + \varepsilon^{élastique}(T, \sigma) + \varepsilon^{gonflement}(T) + \varepsilon^p(T, \sigma) + \varepsilon^{vp}(T, \sigma) \quad \text{V-44}$$

Les lois d'élasticité et de dilatation thermique sont toujours activées au cours du refroidissement. Par contre, la loi de plasticité TRIP et la loi de fluage ne sont activées que pendant des intervalles de température prédéfinis ([850 °C, 1025 °C] pour $\varepsilon^p(T, \sigma)$ et [1100 °C, 1500 °C] pour $\varepsilon^{vp}(T, \sigma)$).

Il faut donc définir avec soin ces intervalles, pour que chaque partie du modèle global fonctionne correctement.

Pour

$$T \geq 1100^\circ\text{C}$$

on a :

$$\varepsilon^{total}(T, \sigma) = \varepsilon^{thermique}(T) + \varepsilon^{élastique}(T, \sigma) + \varepsilon^{vp}(T, \sigma) \quad \text{V-45}$$

Pour

$$850^\circ\text{C} \leq T \leq 1025^\circ\text{C}$$

on a :

$$\varepsilon^{total}(T, \sigma) = \varepsilon^{thermique}(T) + \varepsilon^{élastique}(T, \sigma) + \varepsilon^{gonflement}(T) + \varepsilon^p(T, \sigma) \quad \text{V-46}$$

Pour

$$T \leq 850\text{ }^{\circ}\text{C} \text{ ou } 1025\text{ }^{\circ}\text{C} \leq T \leq 1100\text{ }^{\circ}\text{C}$$

on a :

$$\varepsilon^{total}(T, \sigma) = \varepsilon^{thermique}(T) + \varepsilon^{élastique}(T, \sigma)$$

V-47

VI. Identification des coefficients du modèle thermomécanique

Pour le comportement élastique, l'évolution du module d'élasticité au cours du refroidissement a été étudiée dans le § IV.5. Les coefficients de dilatation thermique (y compris le gonflement) ont également été définis dans le § V.2. Pour optimiser le modèle numérique, il faut maintenant adapter la loi de fluage préalablement déterminée sur un matériau ZB coulé au format dalle ⁶ au matériau étudié ici (ZB coulé ici au format bloc) et optimiser les coefficients numériques définissant notre modèle de plasticité TRIP grâce à une méthode inverse.

Toutes les simulations des essais de fluage, de compression et de traction ont été réalisées avec un simple élément de volume cubique.

VI.1. Détermination du module d'élasticité

Les valeurs mesurées par ultrasons pendant le refroidissement du premier cycle thermique (Figure VI-1) ont été utilisées pour le modèle. Les valeurs de module d'Young utilisées pour le modèle numérique sont listées en fonction de la température dans le Tableau VI-1.

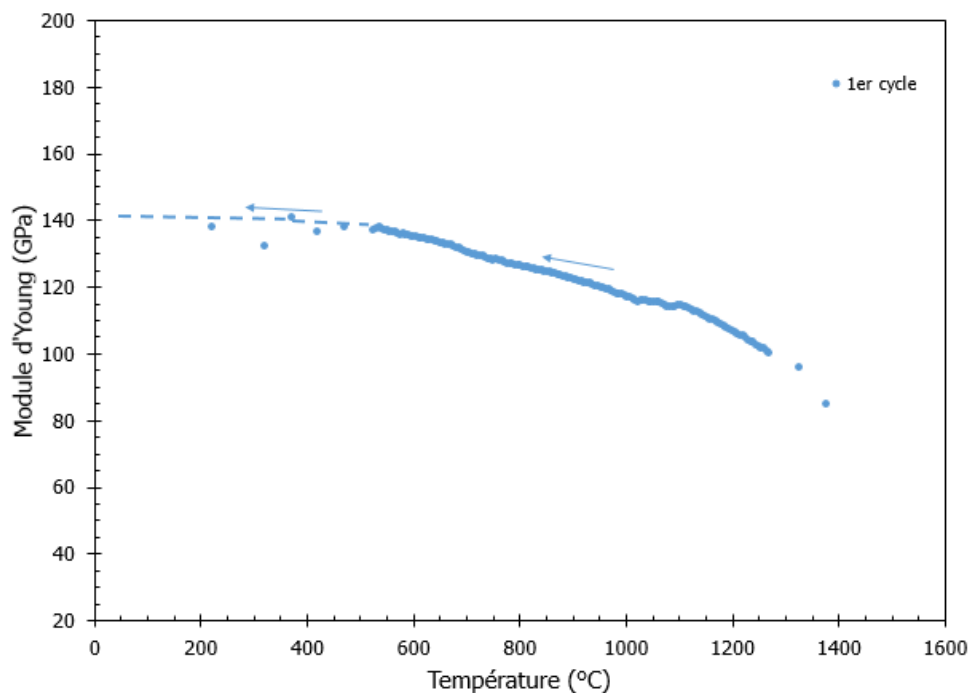


Figure VI-1 : Mesure du module d'élasticité au cours du refroidissement du premier cycle thermique

Température (°C)	Module d'élasticité (GPa)
20	140
1200-800	110
1370	85
1500	60
1900	1
2500	0,01

Tableau VI-1 : Valeurs de module d'élasticité utilisées pour le modèle

Comme la mesure commence à 1400 °C, la courbe a été extrapolée pour avoir les valeurs au-dessus de 1500 °C. Au-dessus de 1900 °C, le matériau devient liquide et son module est alors considéré comme nul : une valeur positive étant néanmoins nécessaire pour assurer la convergence du calcul numérique, on l'a supposé inférieur à 1 GPa. Comme la viscoplasticité est assez importante pour effacer l'histoire vécue par le matériau au-dessus de 1500 °C, cette hypothèse ne modifie pas significativement les résultats du modèle, ce particulièrement pendant la transformation de phase. La transformation de phase n'affecte que peu la valeur du module tangent : une bonne convergence du calcul sera obtenue en supposant le module constant entre 800 °C et 1200 °C.

VI.2. Adaptation de la loi de fluage au ZB

Un précédent modèle de fluage a été développé pendant la thèse de PETRONI ⁶ pour un matériau ZB coulé en format de dalle (plus mince que dans notre étude) et les modifications à lui apporter pour l'adapter à notre étude restent mineures. Au début du refroidissement post-coulée, le refroidissement du bloc est rapide et la période de fluage ne dure qu'environ 6 heures. Par ailleurs, pendant cette période, le bloc subit un niveau de contrainte très faible. Un modèle fiable sous faibles contraintes et pour une durée de fluage inférieur à 10 heures est donc suffisant pour couvrir les conditions de notre étude. Un essai de fluage sous 2 MPa en compression à 1400 °C pendant 10 heures a été utilisé pour recalculer les coefficients du modèle de fluage par méthode inverse. Les coefficients recalculés sont résumés dans le Tableau VI-2 et permettent une bonne approximation du résultat expérimental, comme le prouve la Figure VI-2.

En comparant le résultat de simulation avec la courbe expérimentale, on peut constater que les coefficients recalculés permettent une précision satisfaisante.

A₀	Q/R	H	K	n
	K	MPa	MPa	
30,4	77225	1150	3,2	1

Tableau VI-2 : Coefficients utilisés pour la modélisation du fluage du ZB

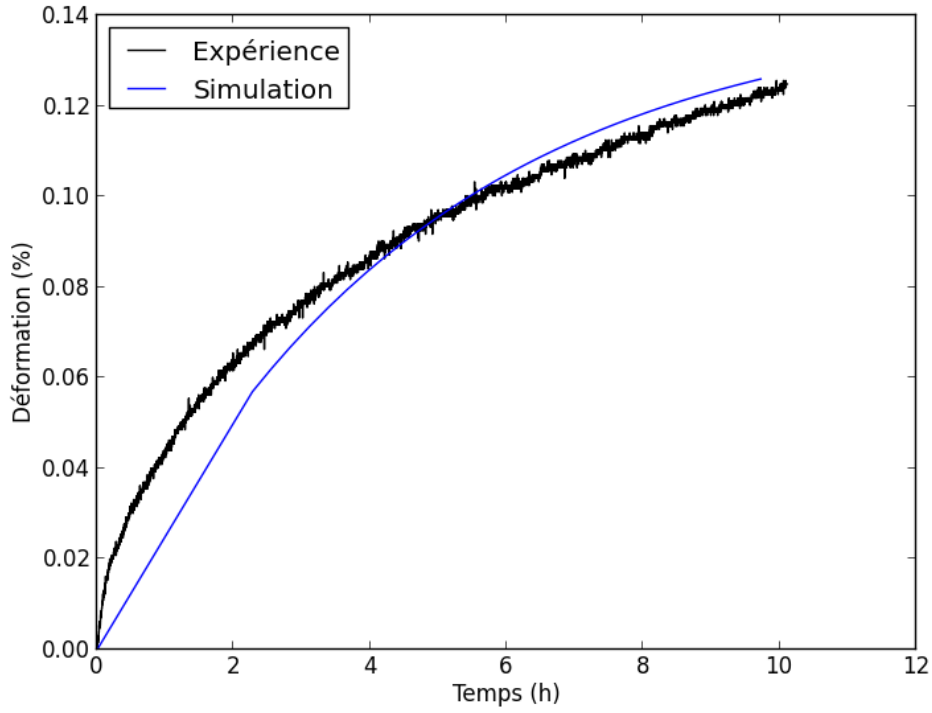


Figure VI-2 : Confrontation entre simulation et expérience pour un fluage sous 2 MPa en compression à 1400 °C pendant 10 heures

VI.3. Optimisation du modèle de plasticité TRIP

Ici, l'expression de la déformation plastique est rappelée :

$$F(\sigma) = \sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0$$

Pour $\sigma_I \in [-1, 0,5]$,

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix}$$

Pour $\sigma_I \in]-\infty, -1[$ ou $\sigma_I \in]0,5, +\infty[$:

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \left(\left(\frac{F(\bar{\sigma})}{K} \right)_+^m \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}} + \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \right)$$

$$\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp} \text{ pour } \sigma_I \in]-\infty, 0[\text{ et } \varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp} \text{ pour } \sigma_I \in]0, +\infty[.$$

Pour optimiser le modèle, six coefficients K , M , m , P_c , ε_c^{imp} et ε_t^{imp} , ainsi que la fonction g doivent être identifiés. Les coefficients déterminent l'évolution de la déformation plastique $\overline{\varepsilon^p}$ en fonction de la température réduite χ . Comme χ varie entre 0 et T_a-T_b , la déformation plastique cumulée $|\overline{\varepsilon^p}|$ engendrée par une contrainte $\overline{\sigma}$ appliquée pendant la transformation de phase est constante avec les coefficients fixés.

$\overline{\varepsilon^p}$ est composée de deux termes : la déformation plastique déviatorique $\overline{\varepsilon_s^p}$ et la déformation plastique volumique $\overline{\varepsilon_p^p}$. Grâce aux essais mécaniques sous contrainte, on peut observer la variation de l'allongement d'éprouvettes induit par la transformation de phase dans la direction contrainte, ainsi que la variation du gonflement volumique en fonction des coefficients du modèle. Par conséquent, on peut identifier les coefficients avec méthode inverse en pratiquant des simulations des essais.

Avant de commencer l'optimisation du modèle, il est important de connaître l'influence de chacun des paramètres sur chaque type de déformation.

Par définition, ε_c^{imp} et ε_t^{imp} n'ont pas d'influence sur le gonflement volumique. L'allongement dans la direction contrainte décroît en fonction de ε_c^{imp} (compression) et croît en fonction de ε_t^{imp} (traction).

Comme l'intégrale de la fonction g dans l'intervalle de la transformation de phase est égale à 1, g n'a pas d'influence sur la déformation plastique cumulée $|\overline{\varepsilon^p}|$. Son rôle est d'assurer une forme adéquate à la courbe de l'évolution de la déformation plastique pendant la transformation de phase. Autrement dit, elle détermine la distribution de $|\overline{\varepsilon^p}|$ en fonction de la température.

Les influences des autres coefficients sur l'allongement et sur le gonflement volumique sont moins évidentes. Elles ont été étudiées avec la simulation de l'essai de compression sous 2 MPa.

VI.3.1. Influence de K sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique

Les Figure VI-3 et Figure VI-4 illustrent un allongement croissant dans la direction contrainte L (longueur de l'éprouvette) en fonction de K . A l'opposé, l'allongement dans la direction latérale D (diamètre de l'éprouvette) décroît en fonction de K . L'influence de K sur D est secondaire. Le gonflement volumique, quant à lui, croît en fonction de K .

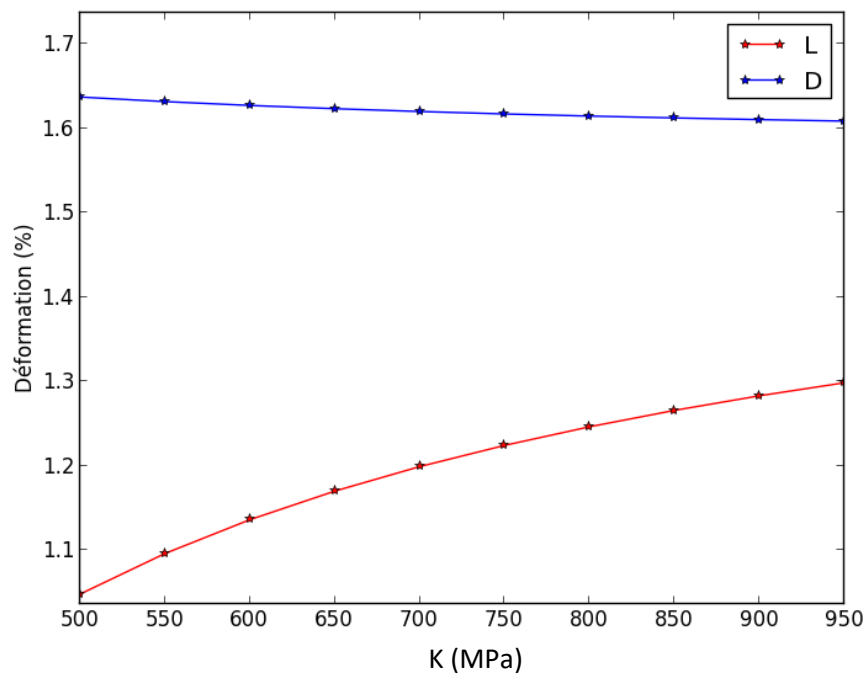


Figure VI-3 : Influence de K sur L (longueur de l'éprouvette) et D (diamètre de l'éprouvette)

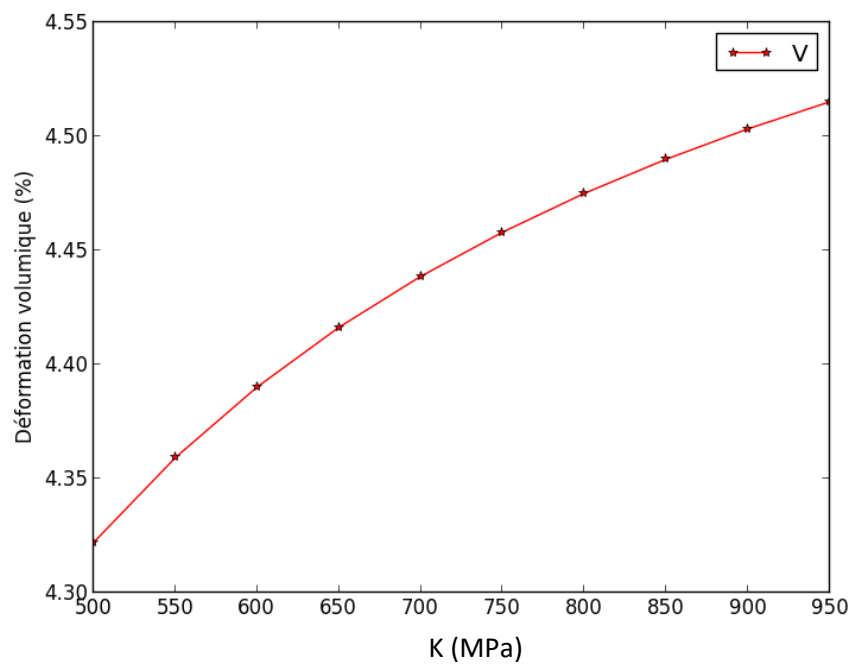


Figure VI-4 : Influence de K sur le gonflement volumique

VI.3.2. Influence de M sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique

Les Figure VI-5 et Figure VI-6 permettent de constater que L croît en fonction de M et que D décroît en fonction de M. Une augmentation de M réduit la différence entre L et D. L'influence de M sur le gonflement volumique est négligeable.

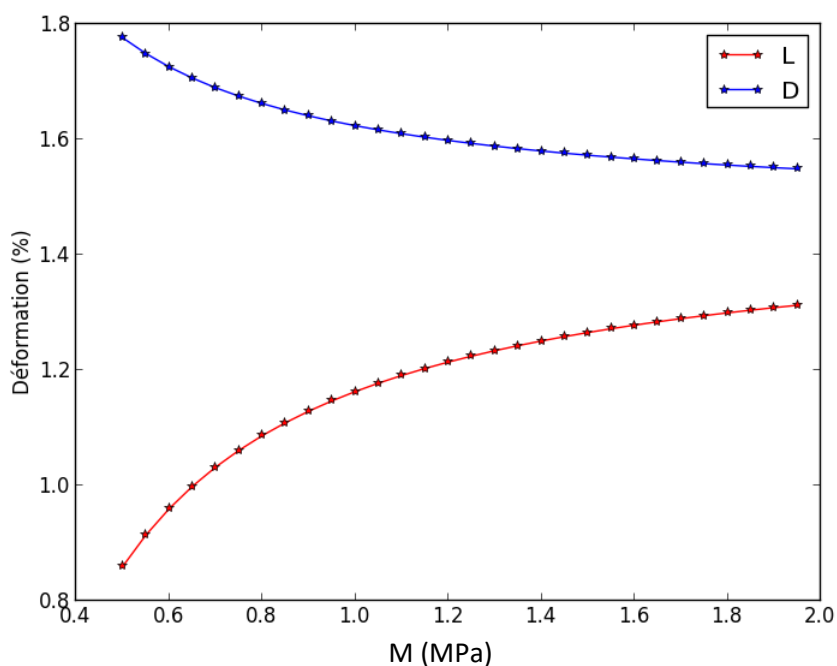


Figure VI-5 : Influence de M sur L et D

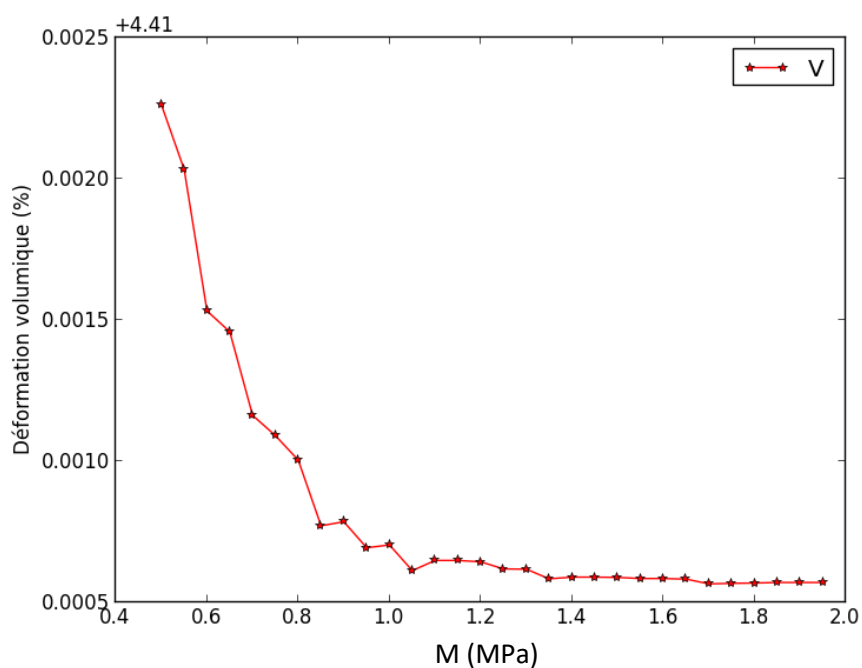


Figure VI-6 : Influence de M sur le gonflement volumique

VI.3.3. Influence de m sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique

L croît en fonction de m et D décroît en fonction de m , comme l'illustrent les Figure VI-7 et Figure VI-8. Quand m est égal à 2, les deux courbes se rejoignent et convergent vers une même valeur : autrement dit, m n'a alors plus d'influence sur L et D . Le gonflement volumique croît en fonction de m pour atteindre également une valeur constante pour m égal à 2.

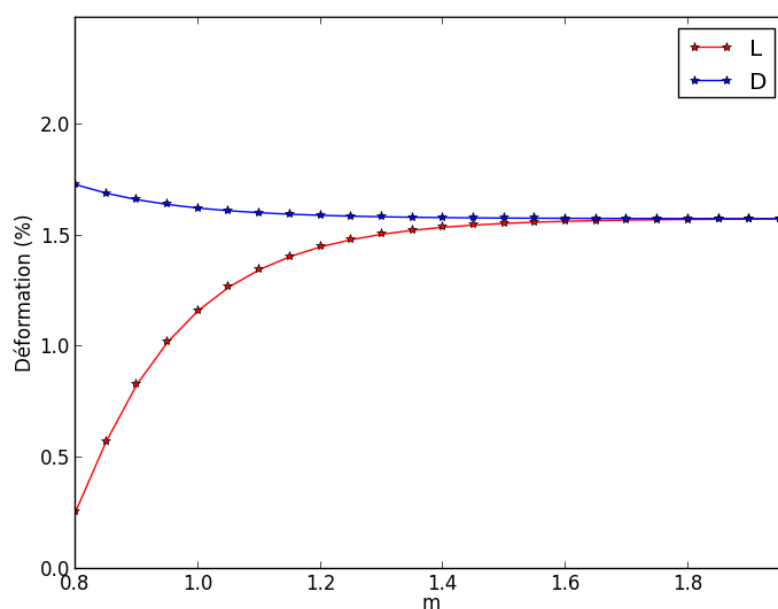


Figure VI-7 : Influence de m sur L et D

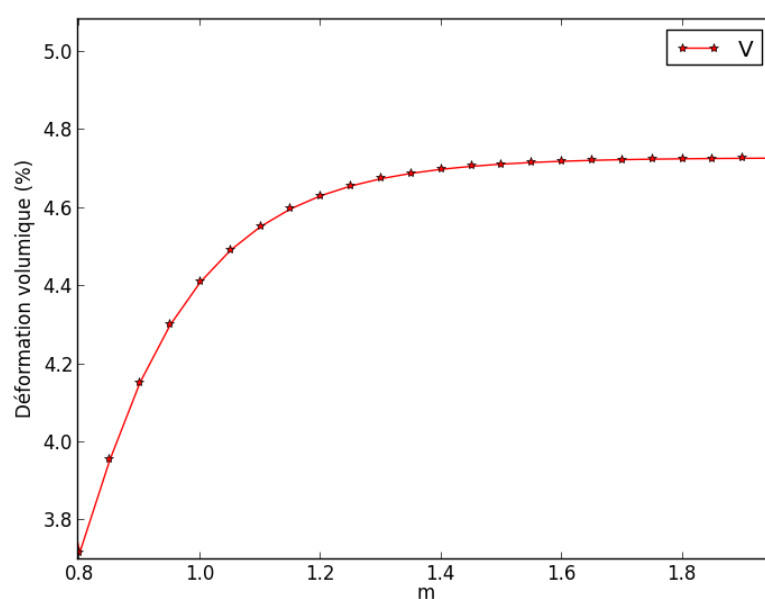


Figure VI-8 : Influence de m sur le gonflement volumique

VI.3.4. Influence de P_c sur les allongements uniaxiaux et sur le gonflement volumique

Les Figure VI-9 et Figure VI-10 révèlent que L , D et le gonflement volumique décroissent tous en fonction de P_c . Des simulations de traction sous 1 MPa avec P_c variable prouvent que P_c déplace le point séparant compression et traction. Plus P_c plus grand, plus l'effet de compression sur le gonflement devient important comparé à celui de la traction. Autrement dit, il devient alors de plus en plus facile de réduire le gonflement que de l'augmenter.

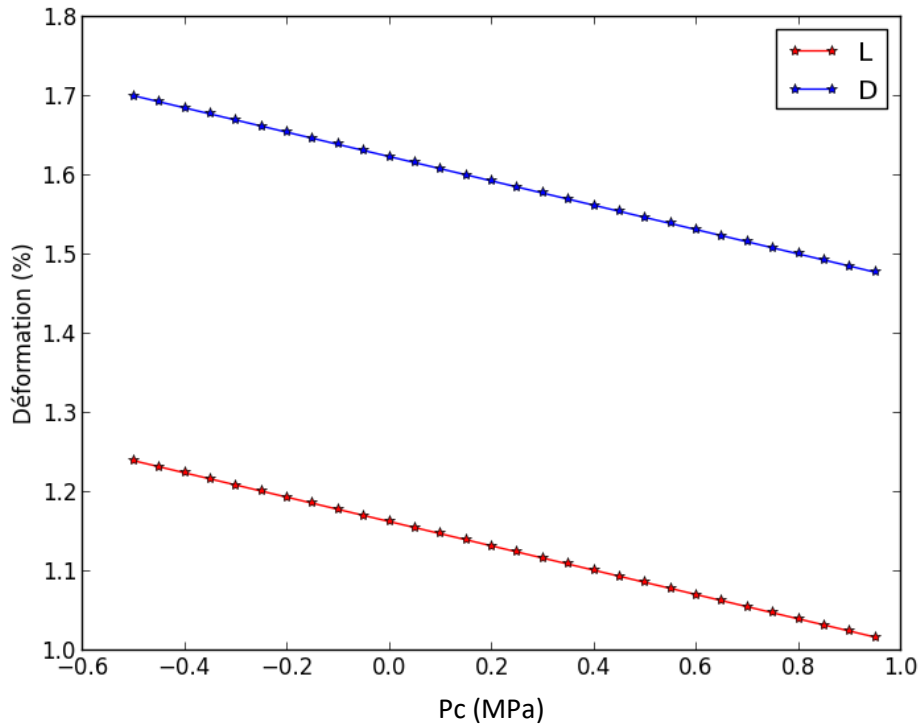


Figure VI-9 : Influence de P_c sur L et D

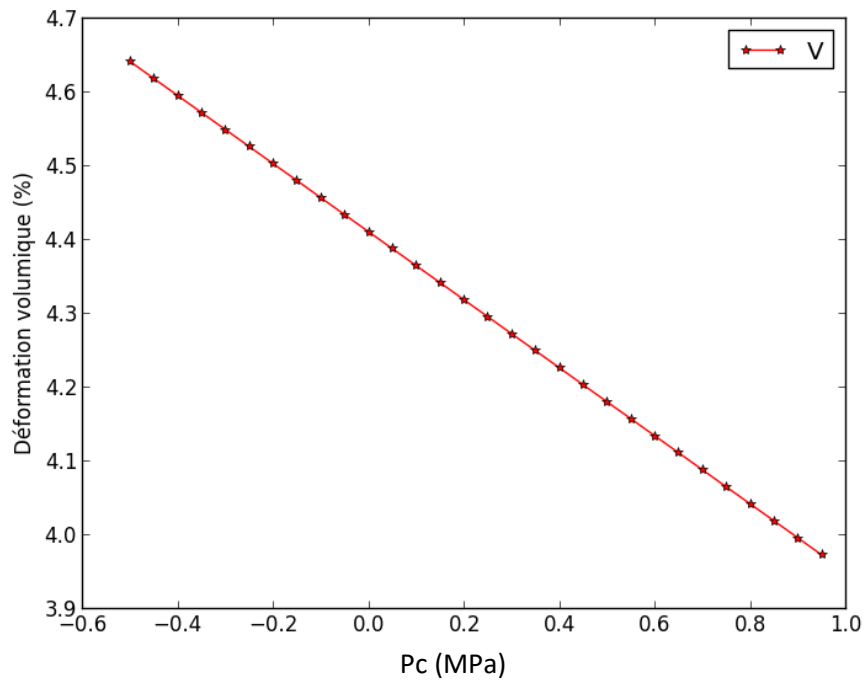


Figure VI-10 : Influence de P_c sur le gonflement volumique

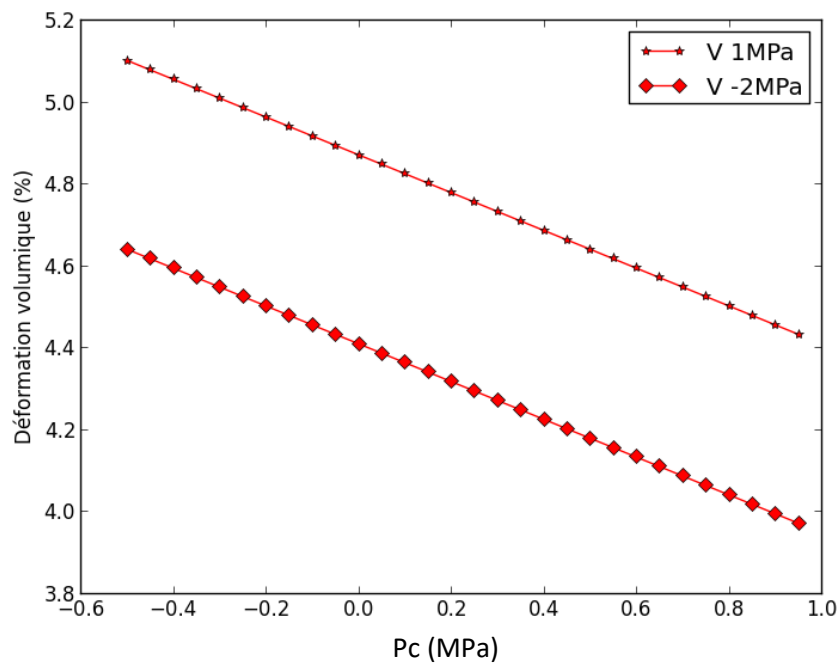


Figure VI-11 : Influence de P_c sur l'équilibre entre le gonflement volumique sous traction et celui sous compression

VI.4. Optimisation des coefficients pertinents : K , M , g , ε_c^{imp} et ε_t^{imp}

Le but est ici de tester l'influence de chacun des coefficients sur les deux types de déformations. Ces coefficients peuvent être ajustés en utilisant une méthode inverse basée sur les résultats des essais mécaniques. Comme lors de l'optimisation du modèle thermique, un résultat

optimal est recherché en ajustant le moins de paramètres possible. Parmi les paramètres à recalculer, soient K , m , M , P_c , g et ε_c^{imp} et ε_t^{imp} , l'optimisation de K , M , g , ε_c^{imp} et ε_t^{imp} suffit pour ajuster L , D et le gonflement volumique.

Le rôle de chacun des coefficients pertinents est suivant :

- K détermine les niveaux des déformations plastiques (linéaire et volumique) totales à la fin de la transformation de phase ;
- M détermine le niveau de la déformation plastique linéaire (L et D), sans avoir d'effet sur la déformation volumique ;
- g contrôle la distribution de la déformation plastique totale en température réduite χ ;
- ε_c^{imp} et ε_t^{imp} représentent les déformations plastiques imposées sous une contrainte comprise entre -1MPa et 0,5MPa, respectivement en compression et en traction.

Un modèle satisfaisant a tout d'abord été recherché en ajustant seulement ces cinq paramètres. Un résultat non satisfaisant pourra éventuellement être amélioré en ajustant P_c et m .

VI.4.1. Optimisation de ε_c^{imp} et ε_t^{imp}

L'étude d'optimisation a été initiée à partir de la loi de comportement sous faibles contraintes :

$$F(\sigma) = \sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0$$

Pour $\sigma_I \in [-1, 0,5]$:

$$\frac{\partial \overline{\varepsilon^p}}{\partial \chi} = g(\chi) \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix}$$

avec $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp}$ pour $\sigma_I \in [0, -1]$ et $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp}$ pour $\sigma_I \in [0, 0,5]$.

Deux coefficients, soient ε_c^{imp} et ε_t^{imp} restent à optimiser, ainsi que la fonction g .

ε_c^{imp} et ε_t^{imp} ont été tout d'abord été ajustés par méthode inverse, à partir de l'essai de compression sous -1 MPa.

Avant de simuler l'essai sous -1 MPa, une vérification a tout d'abord été effectuée à partir de l'essai dilatométrique. La Figure VI-12, permet de vérifier que l'utilisation des coefficients de dilatation thermique définis par la Figure V-3 fournit une très bonne description de la courbe expérimentale mesurée sans contrainte.

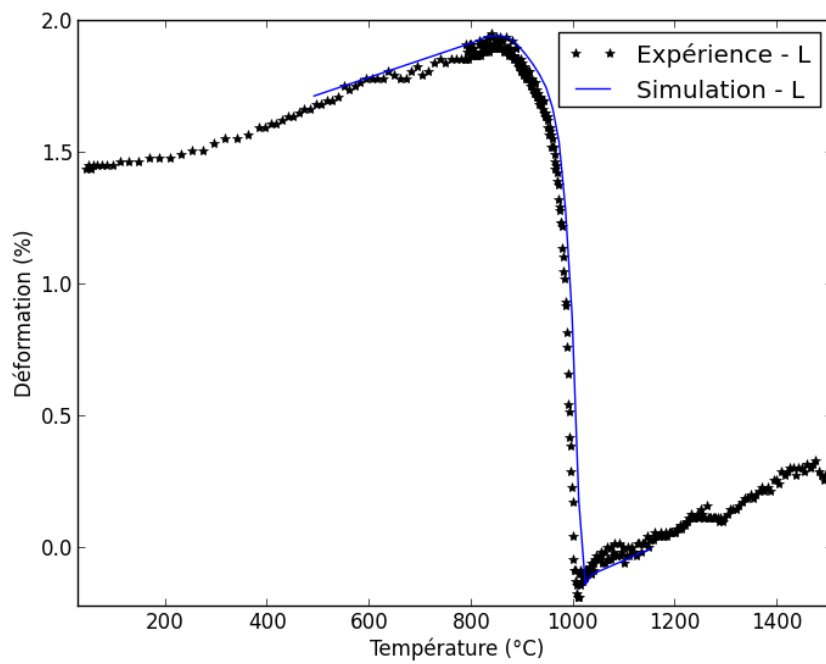


Figure VI-12 : Comparaison entre simulation et expérience sous 0 MPa (courbe dilatométrique)

La Figure VI-13 prouve que, pour la simulation, l'application de -1 MPa provoque une diminution de l'allongement dans la direction contrainte assez importante. Cette diminution est associée à la déformation plastique imposée ε_c^{imp} .

Une bonne description de la courbe expérimentale a été obtenue avec $\varepsilon_c^{imp} = -2 * 10^{-5}$.

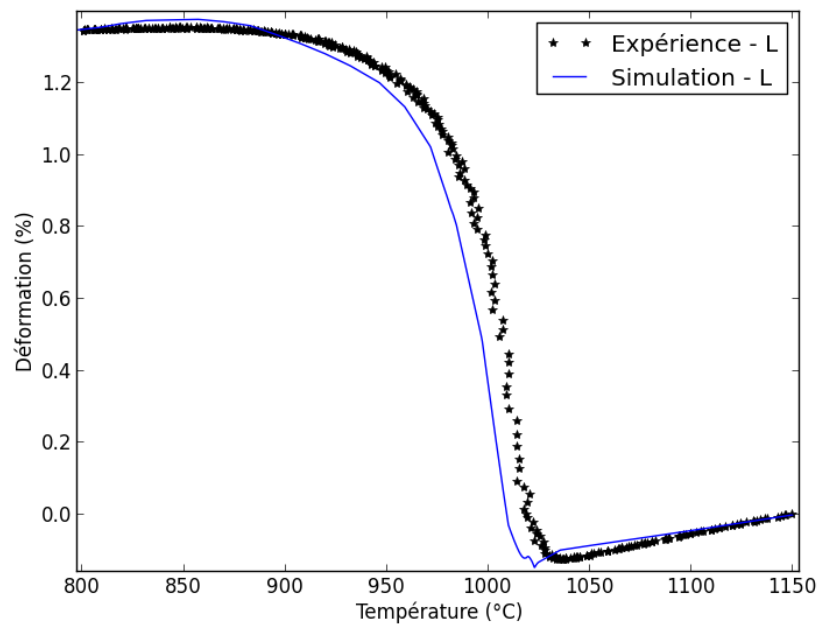


Figure VI-13 : Comparaison entre simulation et expérience sous -1 MPa

Afin de simplifier le modèle, on suppose a priori que $|\varepsilon_t^{imp}| = |\varepsilon_c^{imp}| = 2 * 10^{-5}$, ce qui revient à supposer que le comportement erratique du matériau observé sous faibles contraintes est identique en compression et en traction. La valeur $\varepsilon_t^{imp} = 2 * 10^{-5}$ permet d'obtenir sous 0,5 MPa les courbes illustrées dans la Figure VI-14 : la précision de la simulation peut donc être considérée comme satisfaisante avec l'hypothèse de symétrie en contrainte.

Pour la loi sous faibles contraintes, ε_c^{imp} et ε_t^{imp} ont été identifiés. Toutefois, la fonction g va être étudiée après l'optimisation des autres coefficients (K et M), car elle n'a pas d'influence sur le niveau de la déformation plastique cumulée et l'optimisation des autres coefficients : K et M peuvent donc être effectuée sans optimisation préalable de la fonction g .

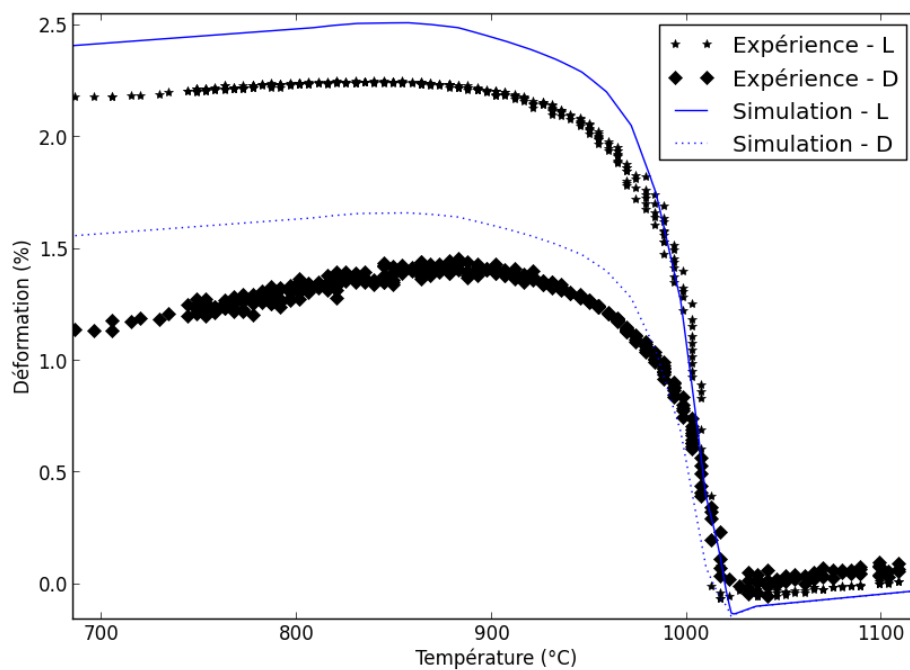


Figure VI-14 : Comparaison entre simulation et expérience sous 0,5 MPa

VI.4.2. Optimisation de K et de M

$$F(\sigma) = \sqrt{\frac{q^2}{M} + (p - P_c)^2} - \sigma_0$$

Pour $\sigma_I \in]-\infty, -1[$ ou $\sigma_I \in]0,5, +\infty[$:

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \left(\left\langle \frac{F(\bar{\sigma})}{K} \right\rangle_+^m \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}} + \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \right)$$

avec $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp} = -2 * 10^{-5}$ pour $\sigma_I \in]-\infty, -1[$ et $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp} = 2 * 10^{-5}$ pour $\sigma_I \in]0,5, +\infty[$.

Pour que la loi soit robuste pour la simulation du comportement du matériau sous une contrainte quelconque dans la gamme d'étude ($\sigma_I \in]-\infty, -1[$ ou $\sigma_I \in]0,5, +\infty[$, K et M doivent être optimisés. Les optimisations de K et M ont été réalisées simultanément, puisque leurs influences sur la déformation plastique cumulée sont couplées. L'essai de compression sous -2 MPa ($\sigma_I = -2 \in]-\infty, -1[$) a été utilisé pour cette étude d'optimisation.

Une bonne description de la variation expérimentale de L a été obtenue avec K = 800 MPa et M = 1,6 MPa, (Figure VI-15). Le gonflement volumique obtenu par la simulation est de 6 %, valeur assez proche de sa valeur expérimentale, soit 5,5 %.

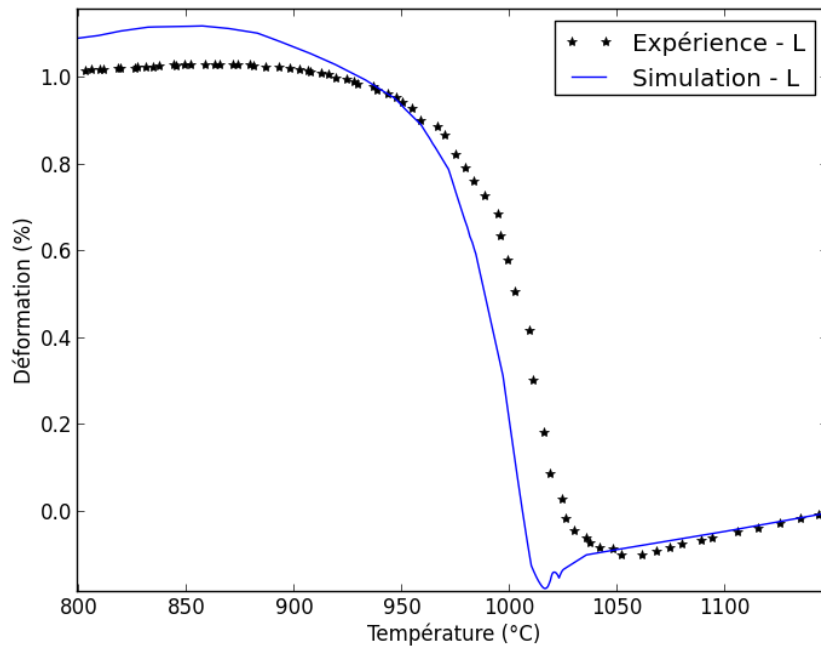


Figure VI-15 : Comparaison entre simulation et expérience sous -2 MPa

VI.4.3. Optimisation de g

Un bilan de l'optimisation à cet instant est récapitulé dans le Tableau VI-3 : ces valeurs permettent de restituer correctement l'état de contraintes du matériau à la fin de la transformation de phase, quelle que soit la forme de la fonction g. Toutefois, pour que la cinétique de la transformation de phase soit correctement simulée, il faut encore déterminer une fonction g optimale.

ϵ_c^{imp}	ϵ_t^{imp}	K	M
		MPa	MPa
$-2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6

TABLEAU VI-3 : Valeurs optimisées de ϵ_c^{imp} , ϵ_t^{imp} , K et M

La forme de la fonction g a été déterminée à partir d'essais à déplacement linéaire empêché réalisés sur la machine de compression. La déformation verticale d'éprouvettes a été interdite pendant la transformation de phase et l'augmentation corrélative de contraintes était mesurée. Quatre essais ont été effectués. Les courbes issues de ces essais sont similaires (Figure VI-16). Un premier point d'inflexion est observé au début de transformation de phase à environ 1013 °C, un second vers la fin de la transformation de phase à 950 °C.

Ce résultat prouve que l'évolution de la contrainte pendant la transformation de phase n'est pas linéaire. Les formes des courbes (Figure VI-16) évoquent une fonction normale asymétrique qui peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$g(\chi) = \left[1 + \operatorname{erf} \left(\frac{\alpha(\chi - m_g)}{\sigma\sqrt{2}} \right) \right] \frac{1}{\sigma\sqrt{2\pi}} e^{-0,5 \left(\frac{\chi - m_g}{\sigma} \right)^2} \quad \text{VI-1}$$

où erf est la fonction erreur :

$$\operatorname{erf}(x) = \frac{2}{\sqrt{\pi}} \int_0^x e^{-t^2} dt \quad \text{VI-2}$$

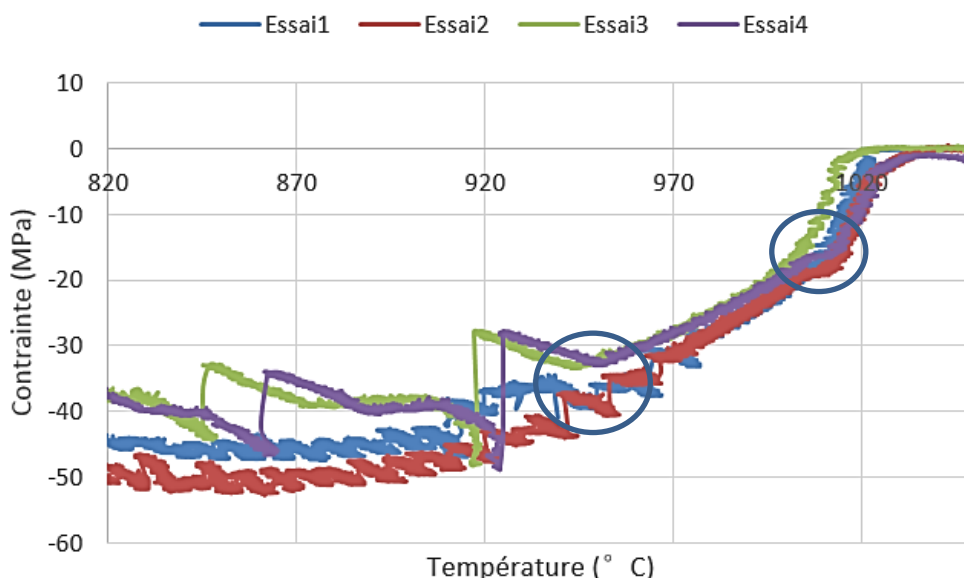


Figure VI-16 : Résultats expérimentaux des essais à dilatation linéaire empêché

Cette fonction permet d'obtenir une déformation plastique non-linéaire respectant la condition unitaire de la fonction g, c'est-à-dire :

$$g(\chi) \geq 0, \int_0^{T_a-T_b} g(\chi) d\chi = 1$$

VI-3

La forme de la fonction est illustrée par la Figure VI-17. Son allure rappelle celle de la courbe de la mesure DSC (Figure III-8), qui traduit la cinétique thermique de la transformation de phase. La Figure VI-18 permet de constater que l'intégrale de la fonction représentée dans la Figure VI-17 reprend l'évolution de la fraction volumique de la phase monoclinique. Pendant la transformation de phase, la fraction croît de zéro jusqu'à atteindre 100% à la fin de la transformation de phase : il en est de même pour le modèle mécanique.

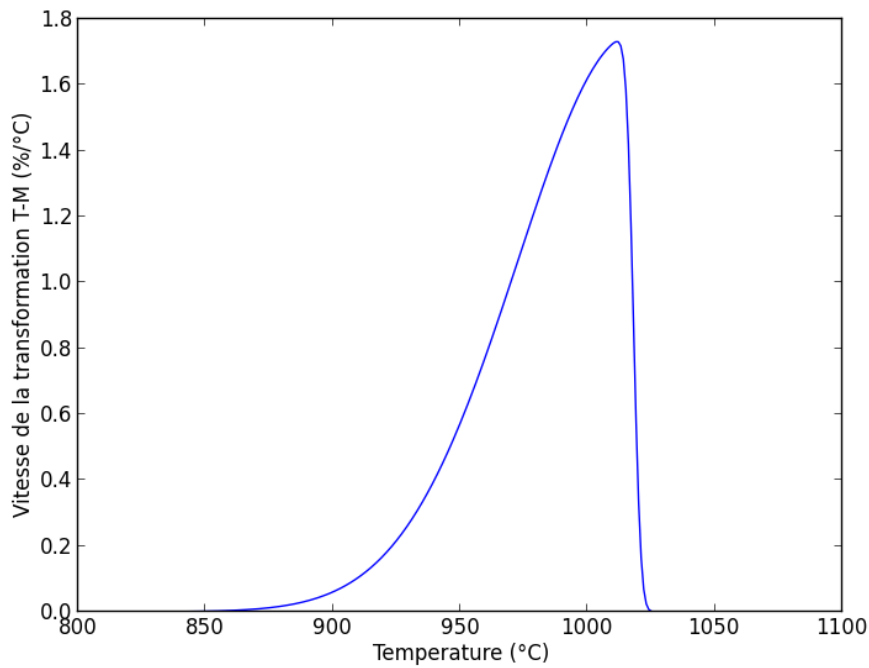


Figure VI-17 : Fonction normale asymétrique

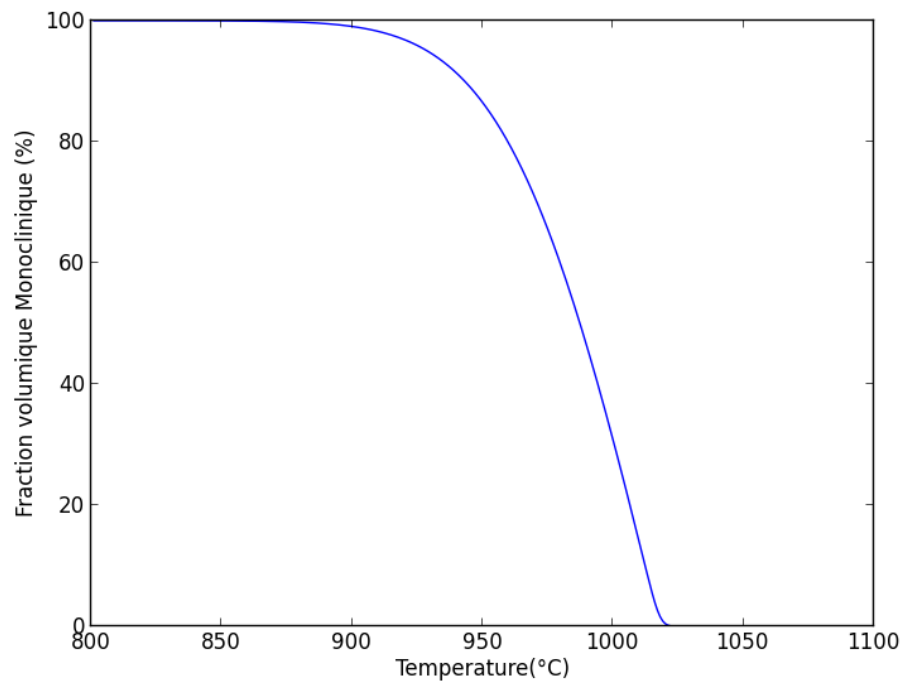


Figure VI-18 : Intégrale de la fonction normale asymétrique (fonction de répartition)

La Figure VI-19 visualise la confrontation de la réalité expérimentale avec celui de la simulation utilisant la fonction normale asymétrique optimisée définie dans le (Tableau VI-4). L'essai 2 a été choisi comme référence d'optimisation, car sa courbe présente peu de bruit et révèle clairement les deux points d'inflexion.

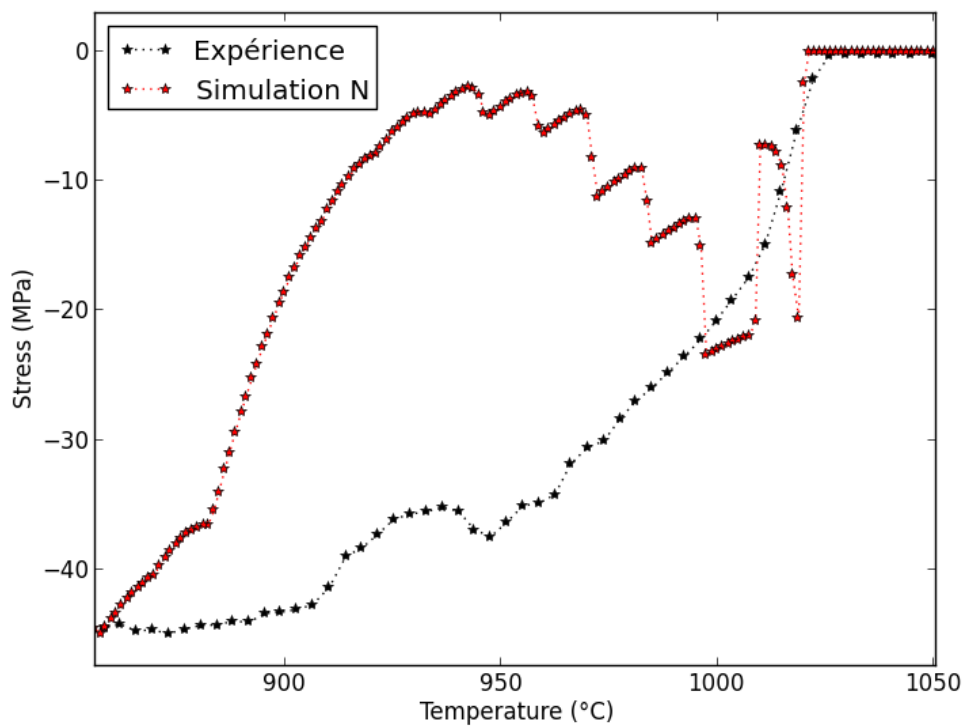


Figure VI-19 : Comparaison entre la simulation basée sur une fonction normale asymétrique et le résultat expérimental de l'essai à dilatation linéaire empêchée

Ta(°C)	σ	m_g	α
1025	45,5	7	20

Tableau VI-4 : Paramètres optimisés de la fonction g normale asymétrique

On peut constater que, si cette fonction permet de prédire correctement le niveau de contrainte à la fin de la transformation de phase, elle ne permet pas une description satisfaisante de la forme de la courbe expérimentale. Nous en avons déduit que l'évolution de la plasticité au cours de la transformation de phase est trop complexe pour être décrite par une fonction analytique. Nous nous sommes donc orientés vers une fonction g définie par une approximation affine par morceaux qui devrait permettre une meilleure description.

La fonction g ainsi construite est décrite en fonction de la température dans le Tableau VI-5.

Température (°C)	g (K ⁻¹)	Température (°C)	g (K ⁻¹)	Température (°C)	g (K ⁻¹)
830	1.10E-19	964	0.00165	996,5	0.00957
840	1.10E-19	965	0.0044	997	0.0198
850	8.80E-06	966	0.0022	998	0.02035
855	4.40E-05	967	0.0033	999	0.0209
860	0.00022	967,5	0.0011	1000	0.02145
865	6.60E-05	968	0.0022	1001	0.022
870	0.000165	969	0.0033	1002	0.02255
875	0.000132	970	0.0022	1003	0.0231
880	0.000165	971	0.00275	1004	0.02365
885	0.000385	972	0.0066	1005	0.02475
890	0.00044	973	0.00451	1006	0.02585
895	0.00033	974	0.00495	1007	0.0264
900	0.00044	975	0.00572	1008	0.0275
910	0.00044	976	0.00605	1009	0.02915
915	0.000495	977	0.00605	1009,5	0.0341
920	0.000495	978	0.00528	1010	0.0143
930	0.00066	979	0.0066	1011	0.0154
940	0.00077	980	0.0088	1012	0.0165
945	0.0011	980,5	0.0022	1013	0.01815
947,5	0.00165	981	0.0011	1014	0.0198
950	0.00066	982	0.0132	1015	0.022
951	0.00099	983	0.00308	1016	0.0275
952,5	0.00187	983,5	0.0033	1017	0.033
955	0.00143	984	0.00935	1018	0.044
957,5	0.00154	985	0.01012	1018,5	0.044
960	0.0022	990	0.011	1019	0.055
961	0.0033	995	0.01155	1019,5	0.044
962	0.0033	995,5	0.01166	1020	0.033
963	0.0022	996	0.01265	1025	1.10E-06

Tableau VI-5 : Valeurs prises par la fonction g déterminée par approximations successives en fonction de la température

La Figure VI-20 permet de constater que, globalement, la fonction g déterminée par approximations successives possède une forme similaire à celle de la loi normale asymétrique. La courbe associée à la fonction montre que l'évolution de la plasticité associée à la transformation de phase n'est pas régulière et se caractérise par de nombreux pics. Ce bruit important interdit d'obtenir une bonne description de la courbe expérimentale avec la fonction normale asymétrique. Les points singuliers sur la courbe engendrent une mauvaise convergence de calcul.

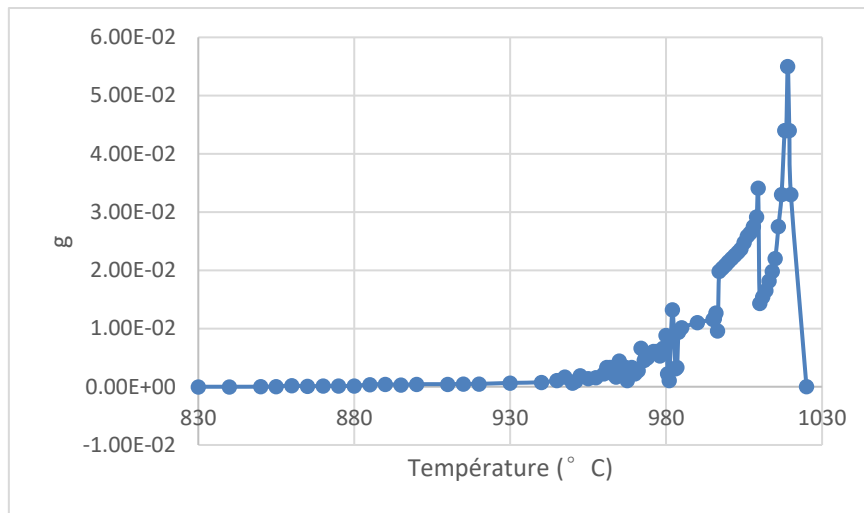


Figure VI-20 : Variations de g déterminée par approximations successives en fonction de la température

La Figure VI-21 prouve que la fonction déterminée par approximations successives permet une très bonne description de la courbe expérimentale. Par contre, comme l'évolution de la contrainte est très sensible à la température et trop irrégulière, il est très difficile d'avoir une précision supérieure.

La courbe numérique a été obtenue avec les coefficients définis dans le Tableau VI-3. Cet essai peut être considéré comme une première validation du modèle déterminé.

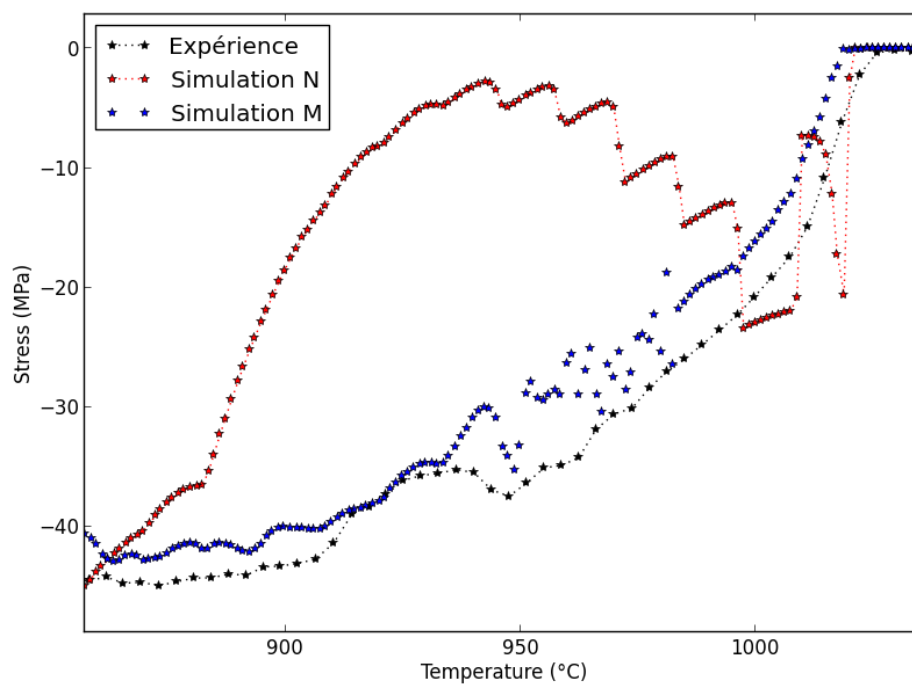


Figure VI-21 : Comparaison entre les simulations (N pour la fonction normale asymétrique, M pour la fonction déterminée par approximations successives) et l'expérience

VII. Validation du modèle thermomécanique

VII.1. Validation du modèle optimisé à partir des résultats d'essais de compression et de traction

Après avoir identifié les paramètres du modèle à partir d'essais dédiés, il est nécessaire de valider le modèle en confrontant ses prévisions avec des résultats d'autres essais. Les paramètres du modèle optimisé sont récapitulés dans le Tableau VII-1.

ε_c^{imp}	ε_t^{imp}	K	M	m	Pc	g
		MPa	MPa		MPa	K ⁻¹
-2*10 ⁻⁵	2*10 ⁻⁵	800	1,6	1	0	Tableau VI-5

Tableau VII-1 : Valeurs des paramètres du modèle optimisé

Ce modèle optimisé a été tout d'abord comparé à des résultats d'essais de compression et de traction : l'essai de compression sous -5 MPa et les essais de traction sous 0,75 MPa et 1 MPa.

Pour l'essai de compression -5 MPa (Figure VII-1) et pour les deux essais de traction (Figure VII-2 et Figure VII-3), le modèle permet de reproduire les niveaux d'allongement dans les deux directions de mesure (une seule direction pour les essais de compression), ainsi que la forme des courbes. Le « rebond » observé sur la simulation de l'essai sous 5 MPa est dû au fait que, pendant un court instant, la déformation plastique est plus rapide que le gonflement.

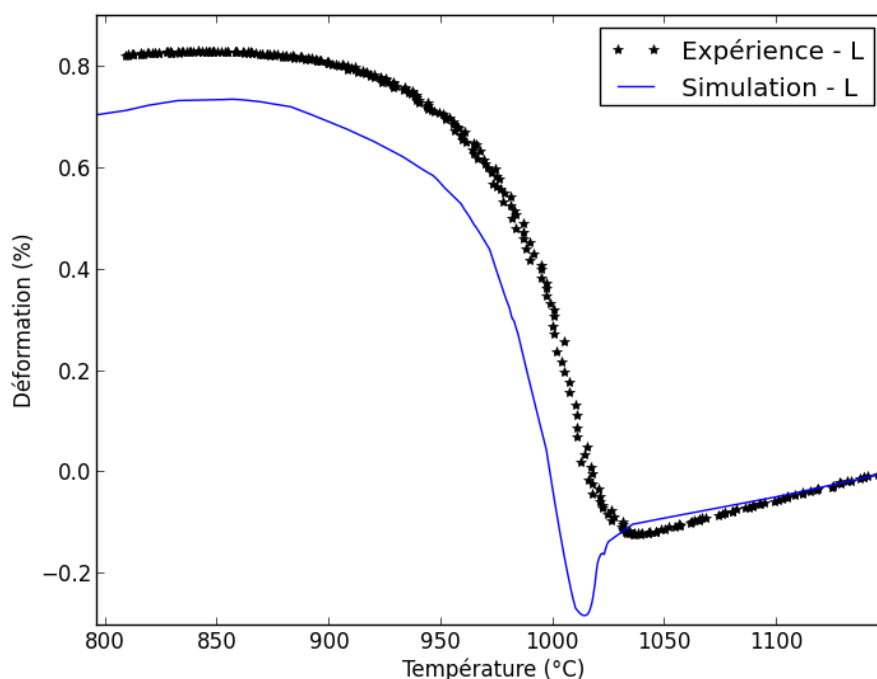


Figure VII-1 : Confrontation entre modèle et expérience pour l'essai de compression sous -5 MPa

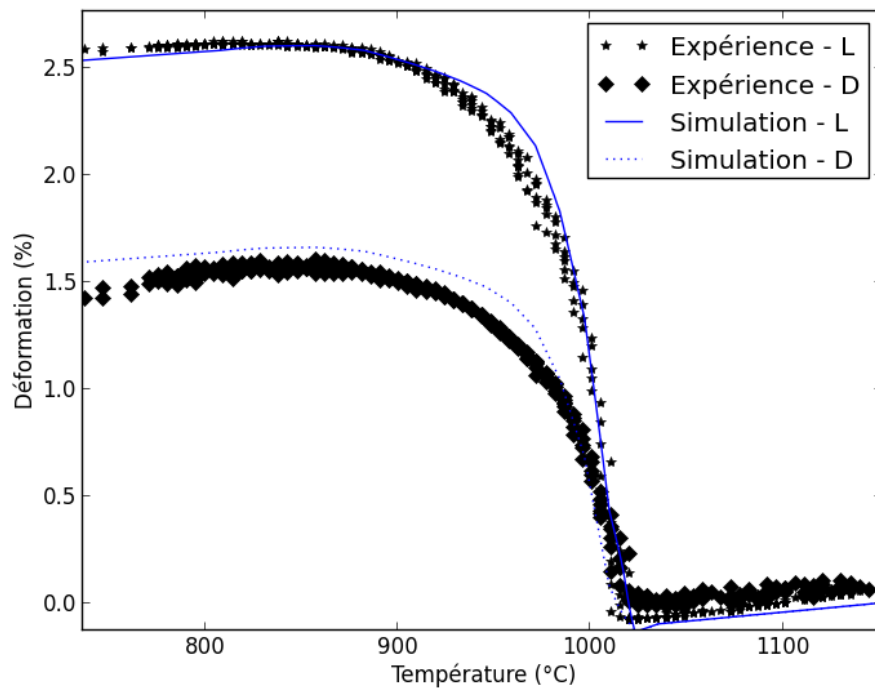


Figure VII-2 : Confrontation entre modèle et expérience pour l'essai de traction sous 0,75 MPa

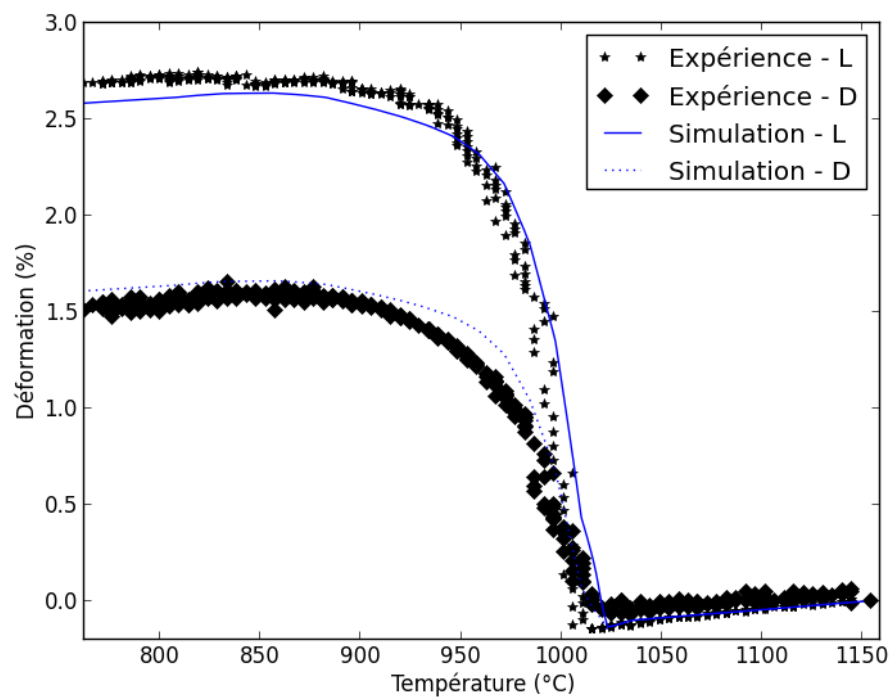


Figure VII-3 : Confrontation entre modèle et expérience pour l'essai de traction sous 1 MPa

Dans la direction contrainte (Figure VII-4), on peut voir que le modèle permet de prévoir l'allongement avec une précision satisfaisante. L'écart maximum $(L_{\text{simulation}} - L_{\text{expérience}}) / L_{\text{expérience}} * 100\%$ entre simulation et expérience reste limité à 5% (Figure VII-5) et l'écart moyen inférieur à 3%. Eu égard à la dispersion inhérente au matériau, ce niveau d'erreur est largement acceptable.

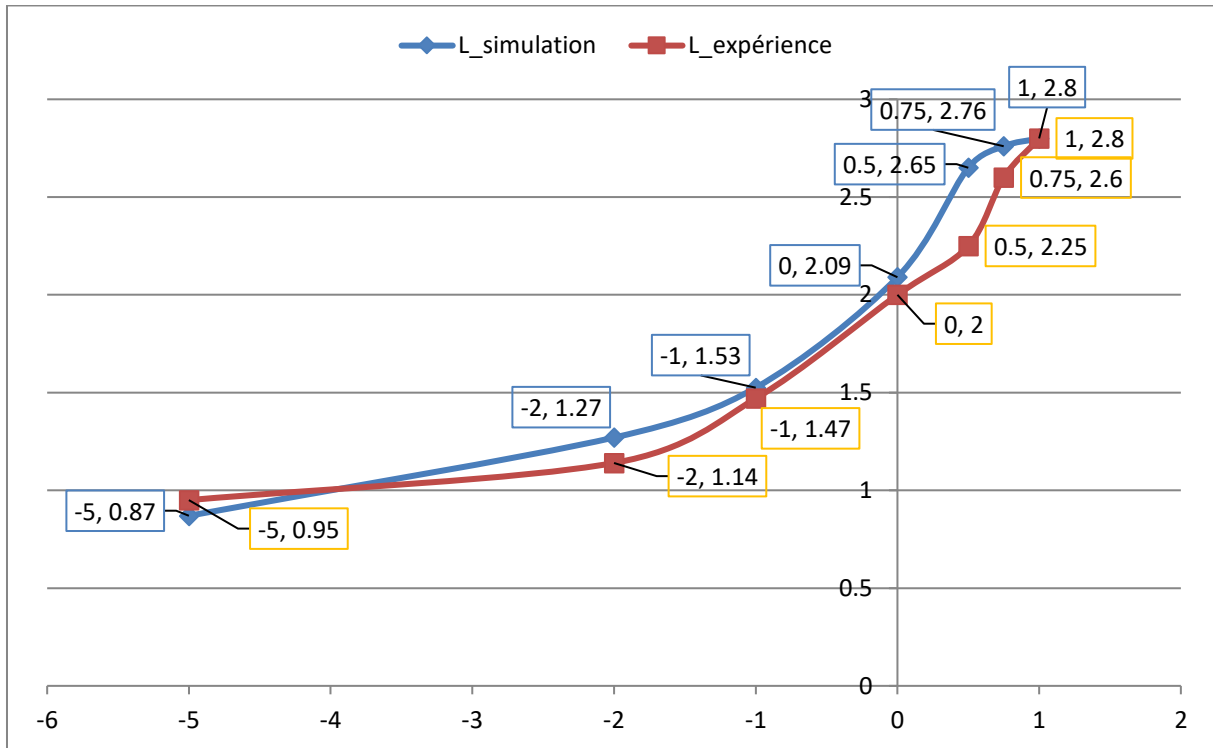


Figure VII-4 : Résumé des essais de compression et de traction : comparaison entre simulation et expérience de l'allongement dans la direction contrainte

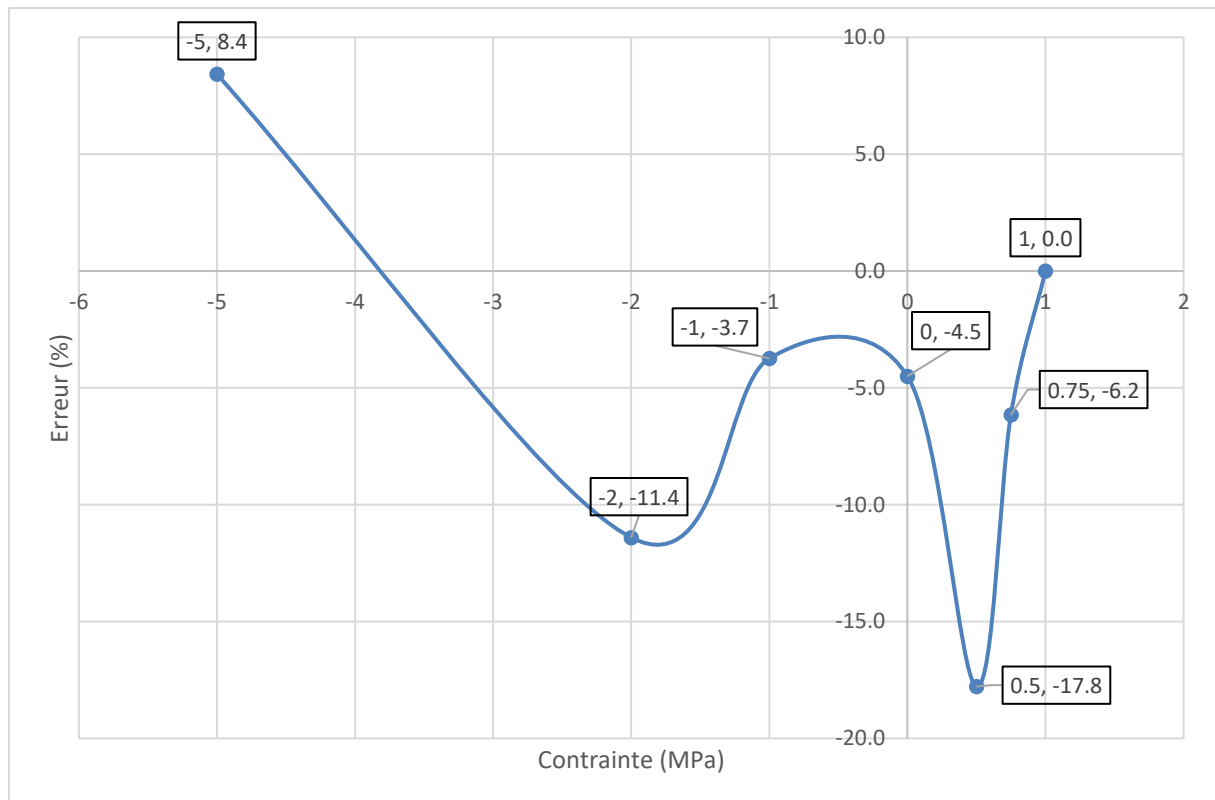


Figure VII-5 : Ecart entre simulation et expérience pour l'allongement dans la direction contrainte lors des essais de compression et de traction

Le modèle génère un gonflement volumique variant linéairement en fonction de la charge appliquée (Figure VII-6). Par contre, l'évolution du gonflement expérimental n'est pas une fonction linéaire de la charge. L'écart moyen entre simulation et mesure du gonflement (Figure VII-7) reste toutefois limité à 6 %. Rappelons par ailleurs que les valeurs expérimentales du gonflement ont été réalisées après retour à température ambiante, et sont donc entachées d'erreur.

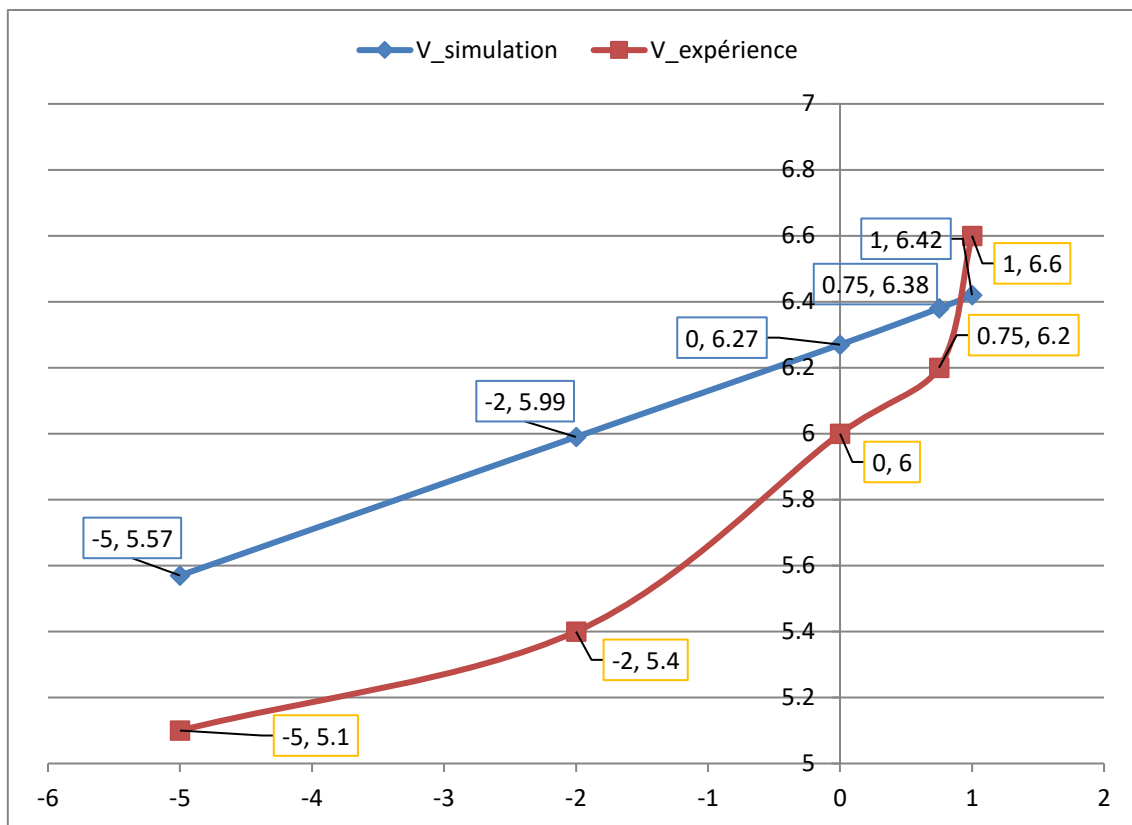


Figure VII-6 : Résumé des essais de compression et de traction : comparaison entre simulation et expérience pour le gonflement volumique

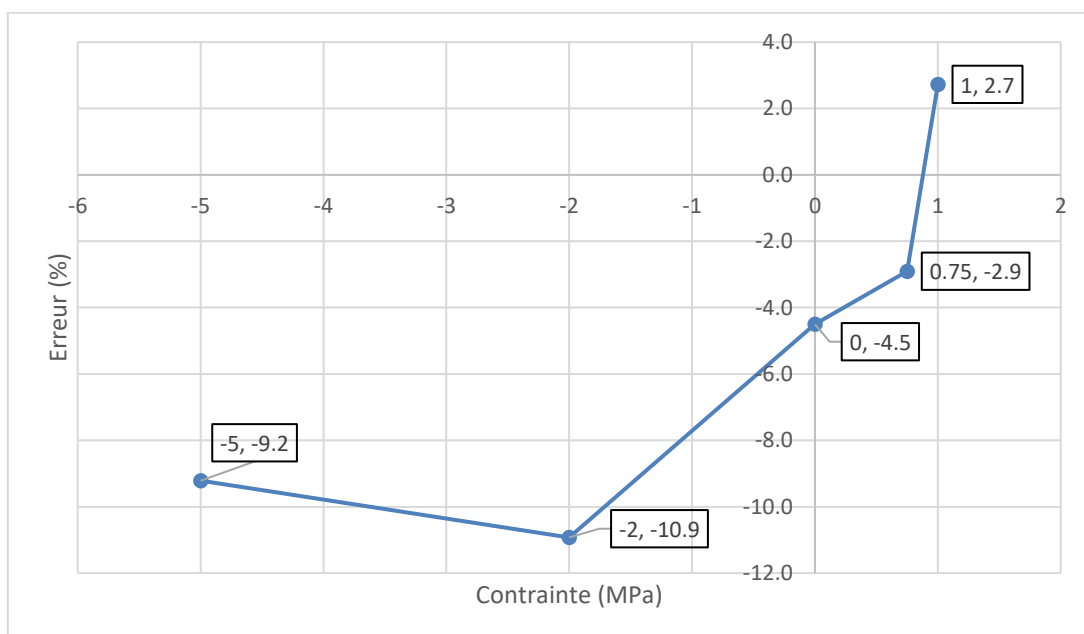


Figure VII-7 : Ecart entre simulation et expérience pour le gonflement volumique lors des essais de compression et de traction

Une autre observation importante qui ressort de ces simulations est que la convergence de calcul du modèle n'est pas très bonne, la fonction g déterminée par approximations successives introduisant beaucoup de non-linéarité dans le modèle. La simulation du refroidissement post-coulée constituant un calcul assez lourd, la convergence et le temps de calcul sont un indice de performance important pour l'utilisation pratique du modèle.

VII.2. Validation du modèle par confrontation avec les résultats d'essais de flexion trois points

VII.2.1. Présentation de l'essai de flexion

Un essai de flexion trois points, qui permet de créer simultanément une compression et une traction sur l'éprouvette, a été tout d'abord mis en œuvre. L'extensomètre sans contact a été configuré pour mesurer l'évolution de certaines distances caractéristiques.

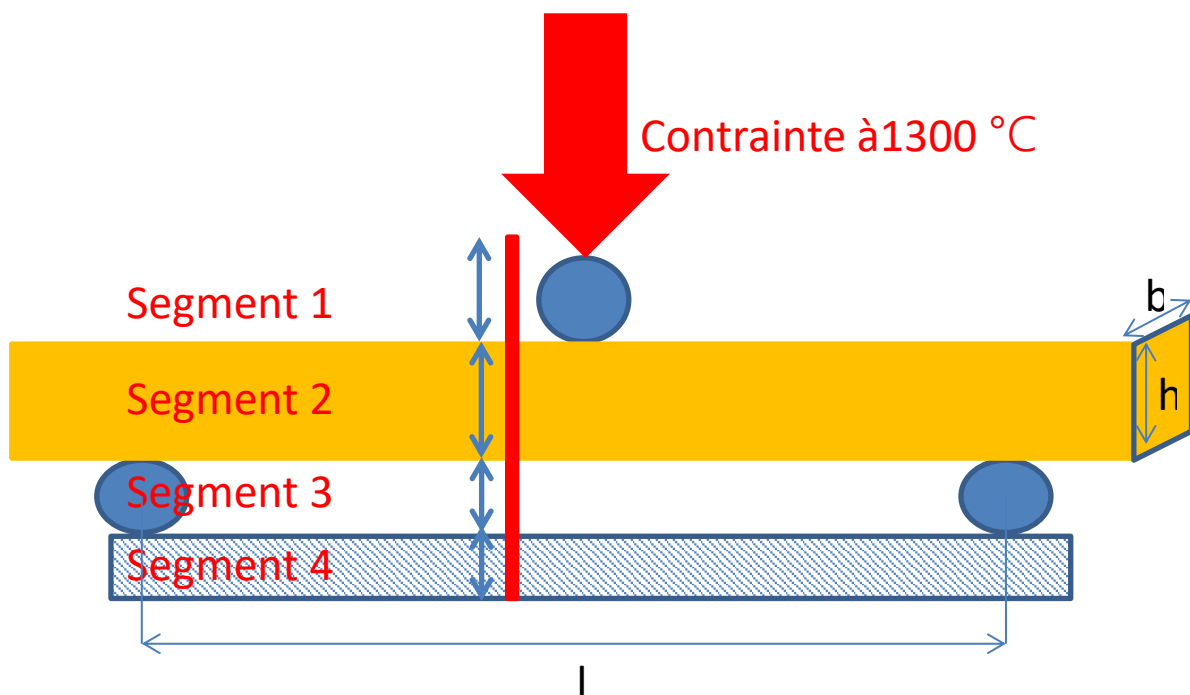


Figure VII-8 : Schéma de l'essai de flexion trois point et déplacements mesurés en continu avec l'extensomètre sans contact

La Figure VII-8 illustre la division en quatre segments du faisceau laser en quatre segments. La variation de longueur du segment 2 mesure le changement d'épaisseur de l'éprouvette. La variation de longueur du segment 3 caractérise la flèche prise par l'éprouvette.

Les dimensions des éprouvettes utilisées sont : entraxe x largeur x épaisseur = 120 x 25 x 15 mm³

En supposant que le comportement de l'éprouvette demeure élastique au cours d'essai, la relation entre la contrainte maximale σ_m dans la section médiane sur la fibre extérieure la plus tendue et la charge appliquée F s'écrit :

$$F = \frac{2\sigma_m b h^2}{3L}$$

Le cycle thermique standard défini dans le (Tableau IV-1) a été imposé, la charge étant appliquée à 1300°C lors du refroidissement.

VII.2.2. Présentation du modèle numérique de l'essai de flexion

Pour la validation à l'aide d'essais de flexion, nous nous sommes particulièrement intéressés aux déformations en fin de transformation de phase. Par conséquent, la forme de la fonction g utilisée n'a que peu d'influence dans les études suivantes. La fonction normale asymétrique a donc été utilisée pour effectuer les simulations d'essais de flexion, car elle conduit à des temps de calcul plus courts.

Les paramètres du modèle utilisés dans le calcul ont les valeurs suivantes :

ϵ_c^{imp}	ϵ_t^{imp}	K	M	m	Pc	g			
		MPa	MPa		MPa	K^{-1}			
$-2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6	1	0	Ta=1025	$\sigma=45,5$	$m_g=7$	a=20

Tableau VII-2 : Configuration du modèle utilisé pour la simulation d'essais de flexion

Le maillage utilisé pour la simulation de l'essai de flexion trois points est illustré par la FIGURE VII-9. L'éprouvette présentant un plan de symétrie vertical, seule une moitié de l'éprouvette a été modélisée.

Pour éviter les concentrations de contraintes ponctuelles, la charge a été appliquée sur une petite surface centrée sous forme d'une pression. La pression a été supposée constante et la contrainte appliquée a été choisie pour reproduire l'effort imposé.

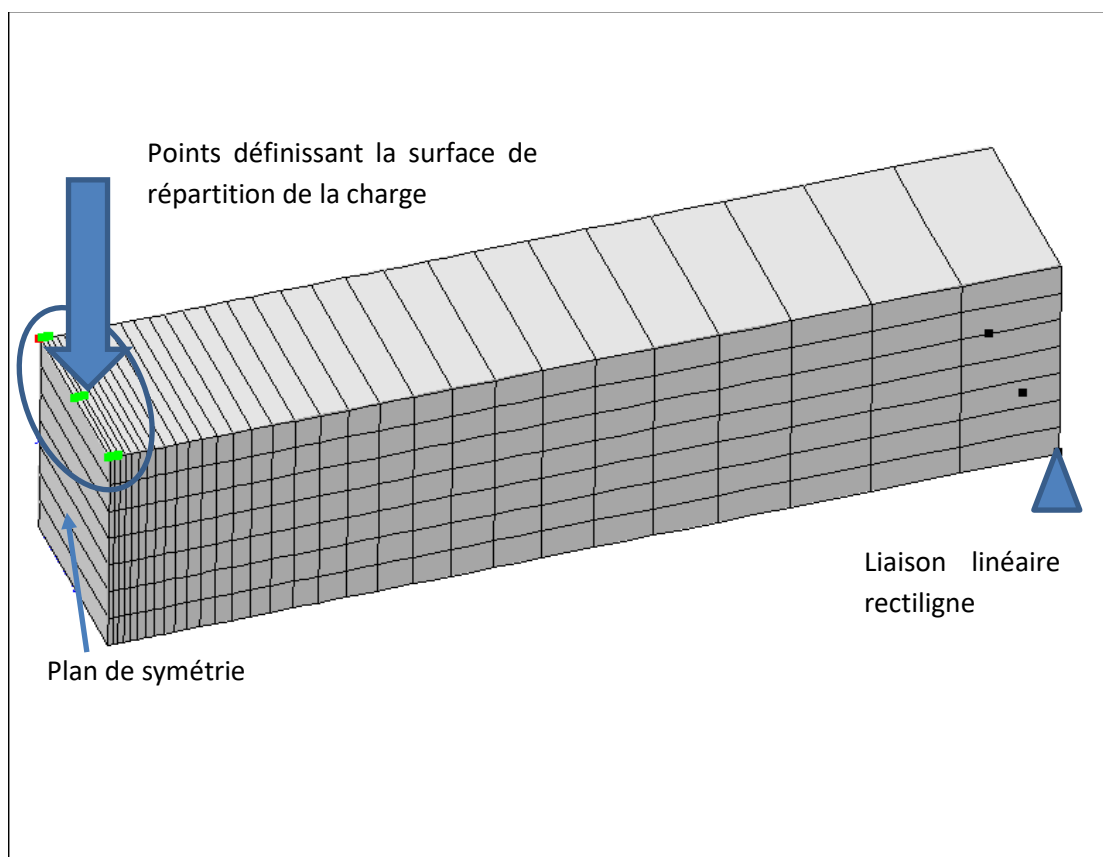


Figure VII-9 : Maillage utilisé pour la simulation de l'essai de flexion trois points

VII.2.3. Présentation des résultats expérimentaux et numériques

Trois contraintes ont été imposées lors des essais : 1, 2 et 5 MPa. Pour des contraintes supérieures à 5 MPa, les éprouvettes s'endommagent dès le début de la transformation de phase. Sous 5 MPa, seulement deux essais sur les trois réalisés n'ont pas donné lieu à fissuration. 5 MPa semble être une valeur limite à appliquer aux éprouvettes de flexion sans en provoquer une fissuration systématique.

La Figure VII-10 illustre le bon accord obtenu sur la flèche entre simulation et expérience. Une très bonne précision a été obtenue pour 2 MPa et une précision acceptable pour 5 MPa. Sous 1 MPa, la flèche expérimentale chute brutalement après 1000°C. Cette observation, inexpliquée mais confirmée par d'autres essais, confirme que le comportement du matériau est très complexe sous faibles contraintes, typiquement inférieures à 1 MPa. Le modèle ne permet bien sûr pas de rendre compte de ce comportement complexe.

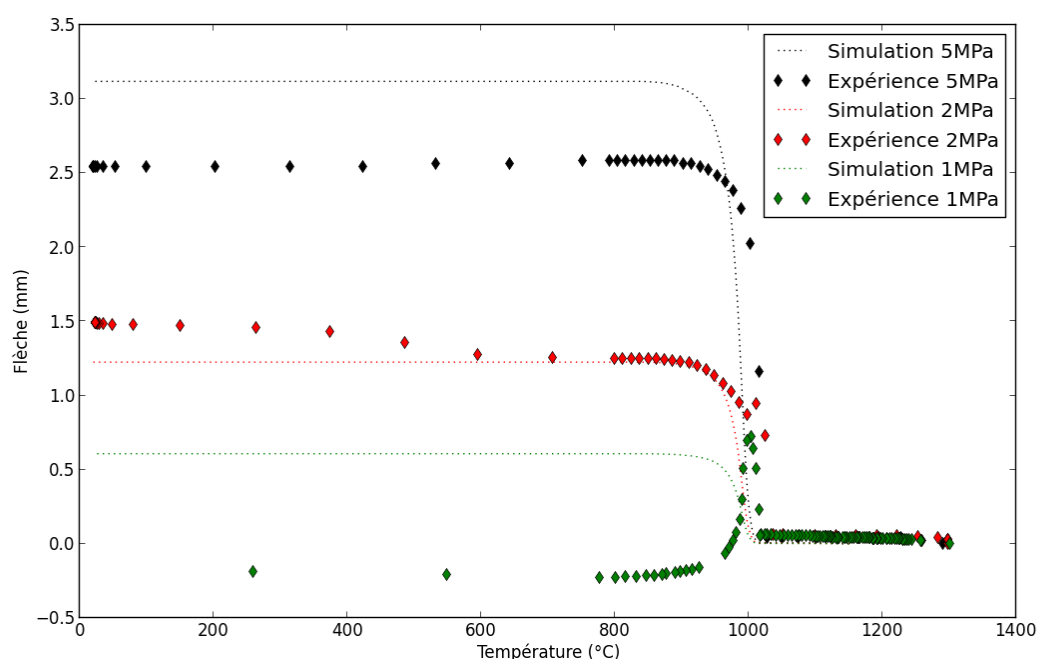


Figure VII-10 : Comparaison entre expérience et simulation des flèches associées à l'essai de flexion trois points sous 1, 2 et 5 MPa

La Figure VII-11 illustre le bon accord obtenu sur la variation d'épaisseur sous 1 et 2 MPa. Par contre, la variation expérimentale d'épaisseur sous 5 MPa est supérieure à celle sous 2 MPa. Egalement dans ce cas, cette anomalie inexpliquée est répétitive d'un essai à l'autre.

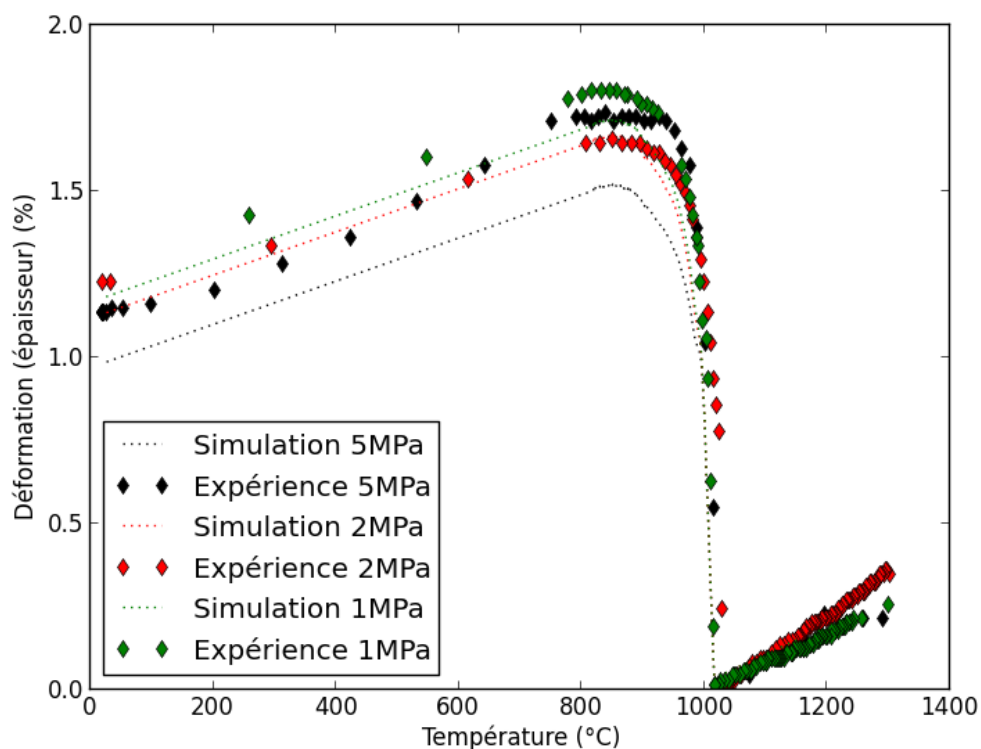


Figure VII-11 : Comparaison entre expérience et simulation des variations d'épaisseur associées à l'essai de flexion trois points sous 1, 2 et 5 MPa

En résumé, à quelques anomalies expérimentales de comportement constatées près (qui demeurent d'ailleurs inexpliquées), le modèle développé permet une description satisfaisante des résultats expérimentaux obtenus en flexion trois points.

VII.3. Validation du modèle par confrontation avec les résultats d'essais de flexion biaxiale

VII.3.1. Présentation des essais de flexion biaxiale

Les essais de flexion trois points ont permis une validation du modèle sous contraintes uniaxiales. Dans cette section, nous souhaitons valider le modèle par confrontation avec des résultats d'essais générant des contraintes biaxiales. L'éprouvette sous forme de disque est déposée sur un anneau en alumine et sollicitée par une charge en son centre (Figure VII-12). La géométrie générale de l'essai est définie par les dimensions récapitulées dans le Tableau VII-3.

Epaisseur Disque e (mm)	Diamètre Disque D _d (mm)	Rayon Disque R _d (mm)	Rayon d'appui r (mm)	Diamètre Anneau D _a (mm)	Rayon Anneau R _a (mm)
6	50	25	2.5	40	20

Tableau VII-3 : Dimensions caractéristiques de l'essai de flexion biaxiale

L'extensomètre différentiel précédemment décrit (Figure VII-13) a été utilisé pour mesurer la flèche. La distance entre les points de mesure de l'extensomètre (Figure VII-13) étant fixée, seule une mesure à 5 mm du centre de l'éprouvette a été possible. Il est important de noter que la mesure réalisée ne considère qu'une prise de flèche éventuelle de l'éprouvette et ne peut en aucun rendre compte d'un gonflement axial de celle-ci.

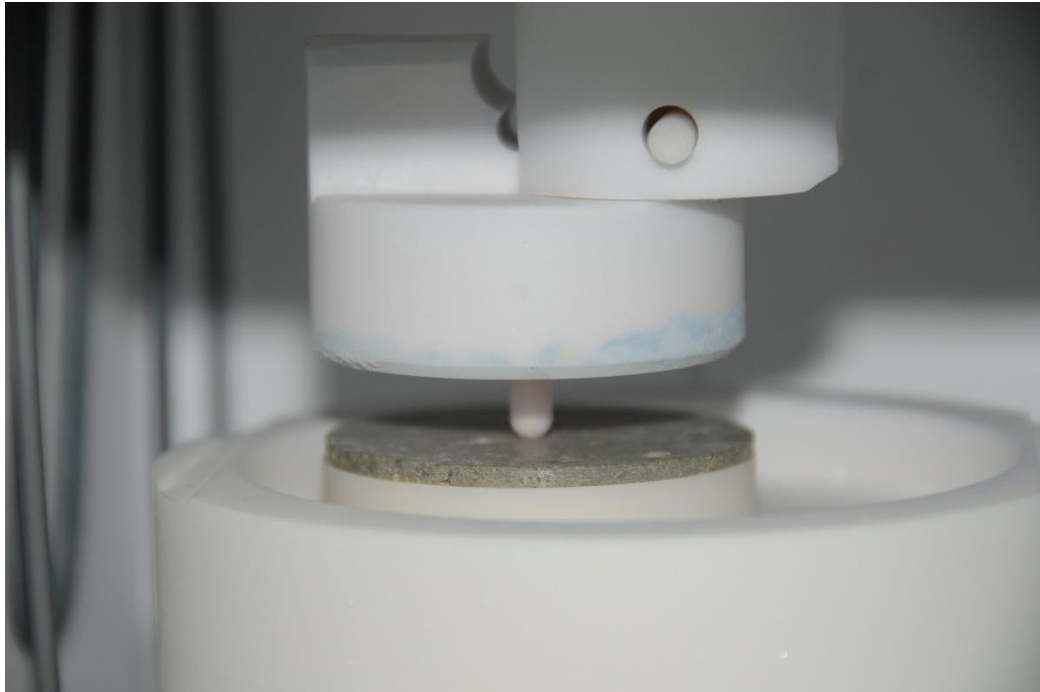


Figure VII-12 : Photographie de l'essai de flexion biaxiale

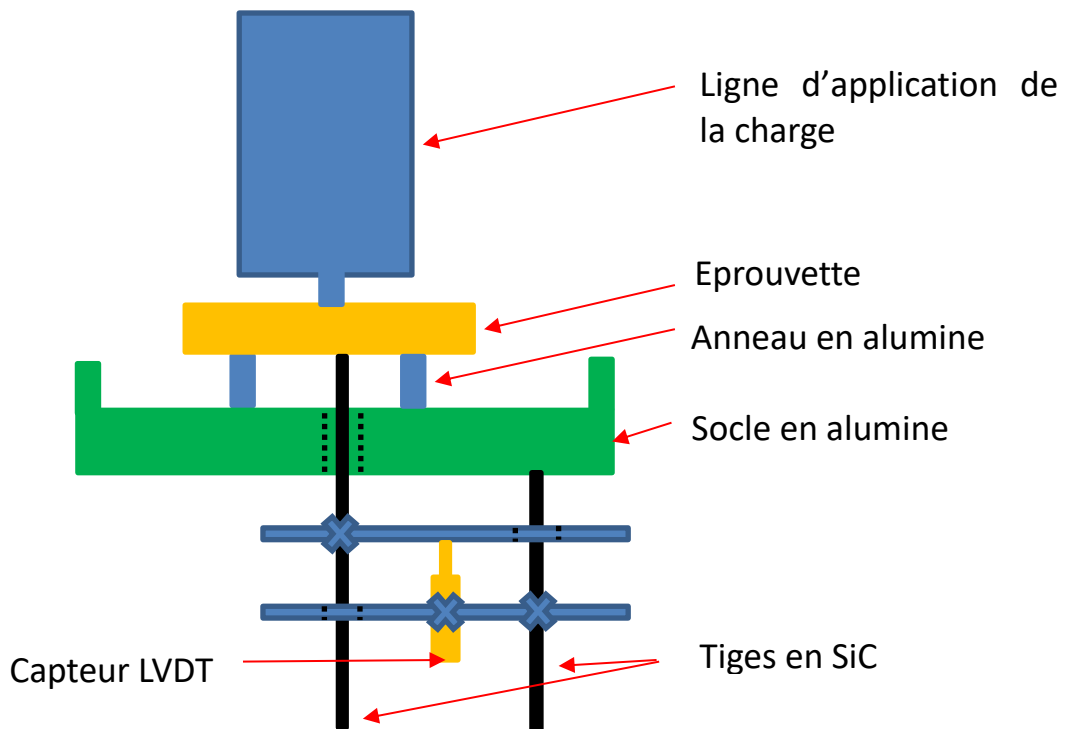


Figure VII-13 : Représentation schématique de l'essai de flexion biaxiale

Comme pour l'essai de compression, les données brutes de déplacement fournies par l'extensomètre doivent être corrigées en ôtant la dilatation thermique des pièces situées entre les deux points de contact de l'extensomètre : la différence de longueur des deux tiges, l'anneau et le socle en alumine. Rappelons que le coefficient de dilatation thermique de SiC est de $4,5 \cdot 10^{-6}$ et la différence de longueur entre tiges de 30 mm. Le coefficient de dilatation thermique de l'alumine est de $8 \cdot 10^{-6}$ et la somme de la hauteur de l'anneau et celle du socle de 30 mm.

On a donc :

$$D_{\text{corrigé}} = D_{\text{brut}} - 4,5 \cdot 10^{-6} \cdot 30(T - 20) + 8 \cdot 10^{-6} \cdot 30(T - 20) \quad \text{VII-1}$$

où T est la température, D_{brut} le déplacement mesuré et $D_{\text{corrigé}}$ est le déplacement corrigé.

En supposant un comportement élastique de l'éprouvette, la charge P devant être appliquée pour provoquer la contrainte maximale σ_m souhaitée au centre de l'éprouvette peut être calculée par l'équation :

$$P = \frac{4\pi e^2 \sigma_m}{3(1 + \nu) \left(1 + 2 \ln \left(\frac{R_a}{r} \right) + \left(\frac{1 - \nu}{1 + \nu} \right) \left(1 - \frac{r^4}{2R_a^2 R_d^2} \right) \right)} \quad \text{VII-2}$$

Le cycle thermique standard, défini dans le TABLEAU IV-1, a été imposé, la charge étant appliquée à 1300°C lors du refroidissement.

VII.3.2. Présentation de la modélisation numérique des essais de flexion biaxiale

L'éprouvette étant axisymétrique, un maillage 2D d'une section de l'éprouvette (Figure VII-14) a été développé, en utilisant les éléments axisymétriques disponibles dans Zebulon. La Figure VII-14 illustre la liaison ponctuelle qui interdit le déplacement vertical (y) du point support (contact entre éprouvette et anneau) et le déplacement dans la direction x de l'axe de symétrie : la liaison de l'éprouvette est alors isostatique. La charge a été appliquée sous forme de pression sur la surface définie par les points verts.

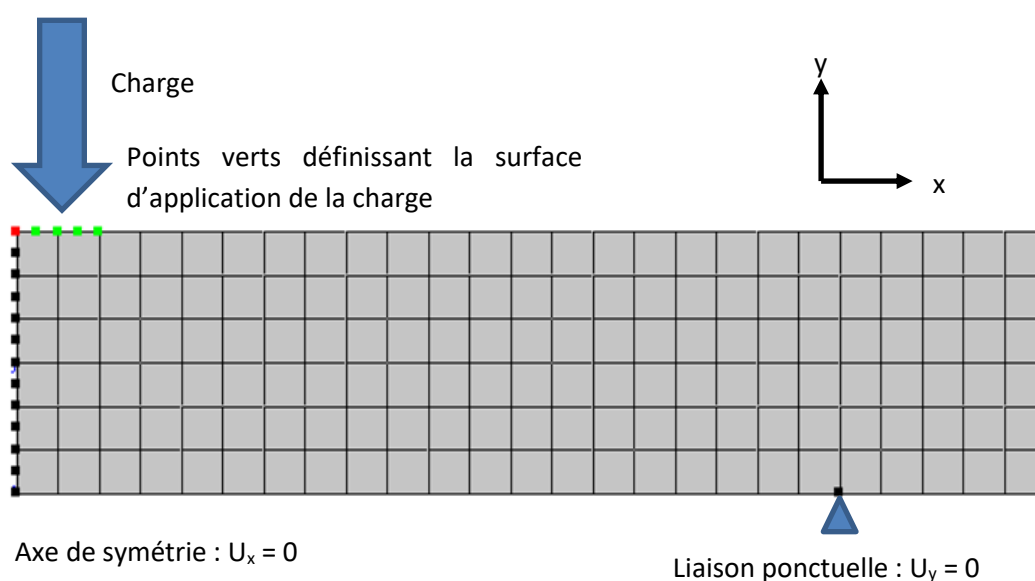


Figure VII-14 : Maillage utilisé pour la simulation de l'essai de flexion biaxiale

Le modèle de comportement et les paramètres associés sont identiques à ceux utilisés pour simuler la flexion 3 points et définis dans le Tableau VII-2.

VII.3.3. Confrontation entre résultats expérimentaux et numériques

Trois contraintes ont été imposées lors des essais : 1, 2 et 5 MPa. Pour des contraintes plus importantes, les éprouvettes rompent dès le début de la transformation de phase. Les éprouvettes présentent après essai une courbure, dans le sens d'application de la charge.

Une analyse simple peut être effectuée sur une section de l'éprouvette telle que définie par le maillage en considérant la partie supérieure (en compression) et la partie inférieure (en tension) de l'éprouvette. Pendant la transformation, la déformation irréversible du matériau est la somme du gonflement et de la déformation plastique provoquée par des contraintes. Le champ de compression diminue la déformation totale radiale de la partie supérieure, tandis que la traction augmente celle de la partie inférieure. La surface supérieure se déforme donc moins que l'inférieure, provoquant un bombage de l'éprouvette (Figure VII-15).

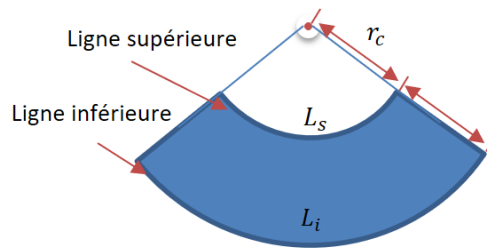


Figure VII-15 : Présentation schématique de la forme convexe de la section de l'éprouvette

Les Figure VII-16 et Figure VII-17 révèle un effet de « rebond » sur la prise de flèche de l'éprouvette : celle-ci croît dans un premier temps pour exhiber ensuite une recouvrance de la flèche. Ce phénomène reproductible reste pour l'instant physiquement inexpliqué. Trois différentes configurations du modèle (Tableau VII-4) ont été testées pour essayer de reproduire cet effet de « rebond ». La configuration de la simulation 1 est la configuration optimisée par les études antérieures. Dans la configuration 2, la variable ε_c^{imp} a été fixée à zéro pour diminuer la déformation plastique sous compression (augmentation de δL_s). Finalement, pour diminuer encore la déformation plastique sous compression (augmentation de δL_s) et augmenter celle sous traction (diminution de δL_i), Pc a été fixée à -1.

N° Simulation	ε_c^{imp}	ε_t^{imp}	K	M	m	Pc	g			
							K ⁻¹			
1	$-2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6	1	0	Ta=1025	$\sigma=45,5$	$m_g=7$	$\alpha=20$
2	0	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6	1	0	Ta=1025	$\sigma=45,5$	$m_g=7$	$\alpha=20$
3	0	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6	1	-1	Ta=1025	$\sigma=45,5$	$m_g=7$	$\alpha=20$

Tableau VII-4 : Configurations du modèle pour la reproduction du changement de sens de la flèche

La Figure VII-16 prouve que aucune de ces configurations n'est capable de décrire la recouvrance de flèche observée expérimentalement. ε^{imp} et Pc ne permettant que de modifier la déformation plastique cumulée en fin de la transformation de phase, les deux configurations conduisent seulement à augmenter $\frac{\delta L_s}{\delta L_i}$, mais, ce dernier reste néanmoins constant pendant la transformation de phase. Elles n'engendrent en définitive qu'une diminution de la flèche finale. La modification du sens de la flèche pendant la transformation de phase nécessiterait l'introduction d'une fonction g différente en traction et compression. Ceci pourrait constituer une perspective d'amélioration du modèle.

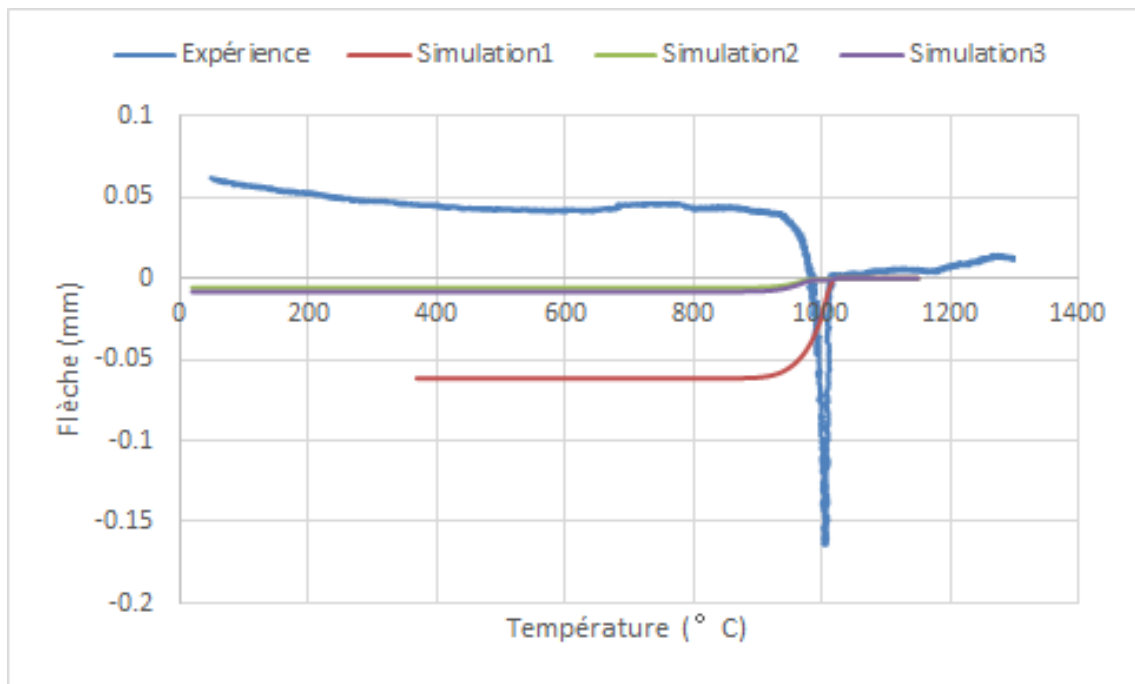


Figure VII-16 : Confrontation entre modèle et expérience pour l'essai de flexion biaxiale sous 1 MPa

Sous 2 MPa (Figure VII-17), les flèches expérimentale et numérique sont plus importantes que sous 1 MPa. La recouvrance de flèche observée expérimentalement a été réduite par la charge appliquée plus importante.

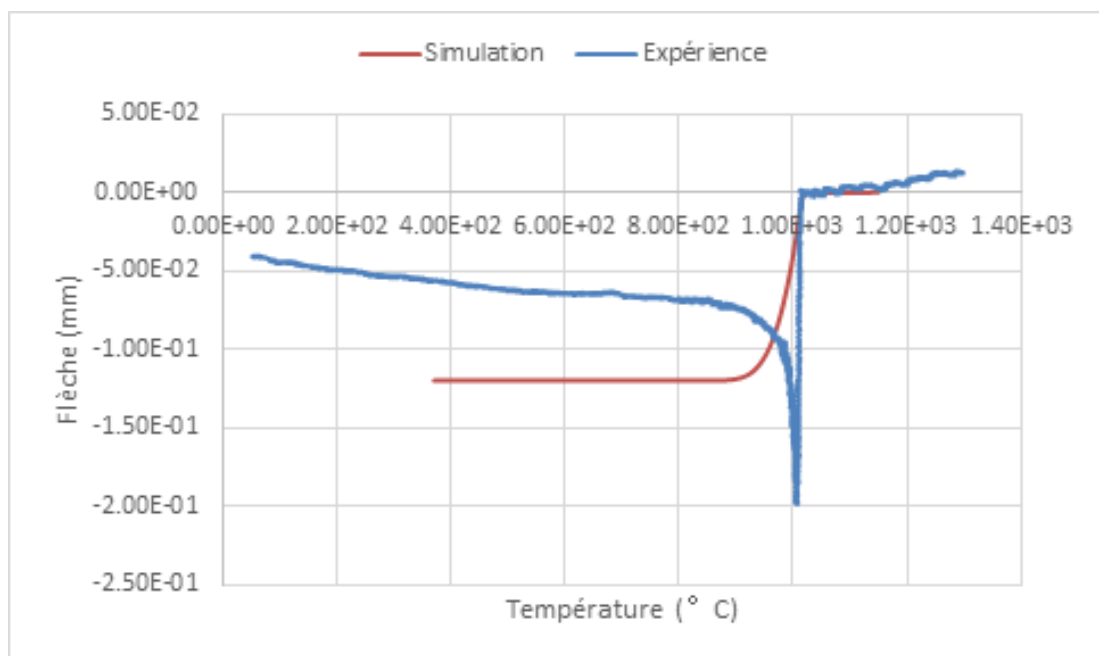


Figure VII-17 : Confrontation entre modèle et expérience pour l'essai de flexion biaxiale sous 2 MPa

Sur la courbe expérimentale observée sous 5MPa (Figure VII-18), aucune recouvrance de flèche n'est observée et la simulation sous-estime grandement la flèche finale. L'observation de la face en tension de l'éprouvette après essai (Figure VII-19) nous donne une explication en révélant une multifissuration de l'éprouvette. Cet endommagement, qui n'est pas pris en compte par notre modèle est certainement responsable de cette flèche importante de l'éprouvette.

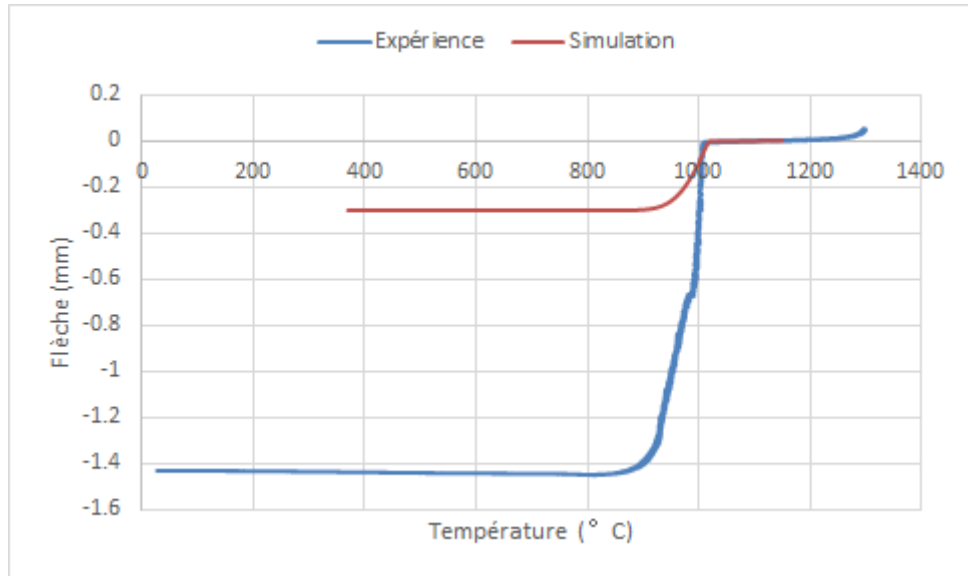


Figure VII-18 : Confrontation entre modèle et expérience pour l'essai de flexion biaxiale sous 5 MPa

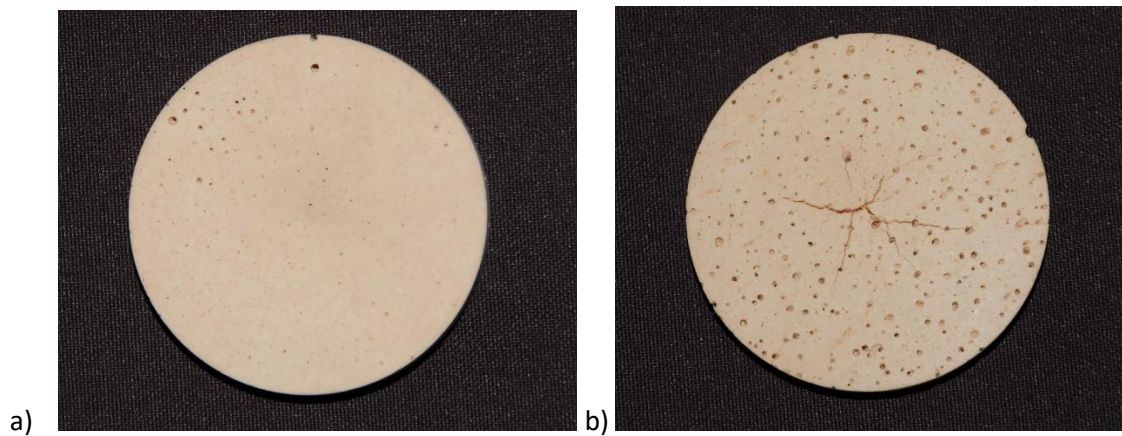


Figure VII-19 : Photographie de l'éprouvette de flexion biaxiale sous 5MPa : a) face en compression ; b) face en traction

VII.4. Validation du modèle avec essais sous gradient thermique imposé

Lors du refroidissement, les pièces sont soumises à des gradients thermiques (principaux générateurs de contraintes) et nous avons donc souhaité tester l'aptitude de notre modèle à décrire la réalité expérimentale dans ces conditions. Pour ce faire, un dispositif expérimental spécifique a été développé.

Un four à deux zones est équipé d'éléments chauffants à ses extrémités, comme illustré par la Figure VII-20. Une éprouvette de type flexion ($150 \times 25 \times 15 \text{ mm}^3$) est placée dans le four. Pour provoquer un gradient longitudinal, les deux extrémités sont chauffées indépendamment par chacune des zones du four, l'ensemble étant isolé « radialement » pour limiter tout échange thermique latéral (Figure VII-21). Côté mesures, deux thermocouples ont été placés dans les zones chauffées, un troisième étant situé au milieu de l'éprouvette. Les dimensions d'éprouvettes sont mesurées à température ambiante, avant et après essai. Les mesures ont été réalisées sur des points définis répartis le long des éprouvettes. La validation du modèle est effectuée par la confrontation entre ces mesures expérimentales et le résultat prévu par simulation numérique.

Une tentative de mesurer en continu l'épaisseur de l'éprouvette par une nappe laser s'est révélée infructueuse : les perçages dans l'isolation du four modifiaient exagérément le champ thermique.

Nous avons donc dû nous contenter de mesures à froid, avant et après essai. Ces mesures demeurent toutefois très approximatives, car la transformation de phase M-T vécue par l'éprouvette au chauffage qui a un impact important sur les dimensions finales de l'éprouvette après le cycle thermique complet n'est pas prise en compte par le modèle.

Une difficulté de mise en œuvre de cet essai est de produire un gradient thermique désiré, en contrôlant simplement le chauffage des deux extrémités de l'éprouvette. Par ailleurs, seul un refroidissement libre peut être envisagé. Un modèle thermique a donc été développé pour aider à optimiser les conditions expérimentales régissant le gradient thermique. Trop entaché d'erreurs expérimentales associées au chauffage préalable de l'éprouvette, cet essai n'a malheureusement pas permis d'aboutir à une validation fiable de notre modèle. Les résultats expérimentaux et numériques sont présentés dans l'ANNEXE 6.



Figure VII-20 : Photo du dispositif d'essai sous gradient thermique contrôlé

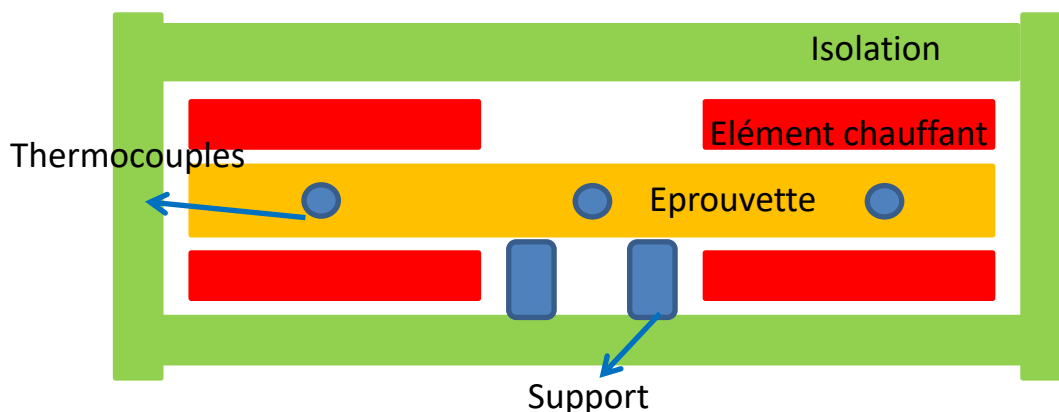


Figure VII-21 : Schéma du dispositif d'essai sous gradient thermique contrôlé

VIII. Simulation du refroidissement post-coulée avec le modèle de plasticité de transformation : Zirtrans

VIII.1. Configuration de la simulation

Dans cette section, le modèle optimisé et validé va être utilisé pour simuler le refroidissement post-coulée d'un bloc.

Des simulations ont été effectuées avec le bloc maillé extrait du maillage complet utilisé pour la simulation thermique (Figure VIII-2). Le bloc a été immobilisé de manière isostatique et a été laissé libre de gonfler et de se déformer.

Le résultat de la simulation thermique (évolution du champ de températures en fonction du temps) a servi de base pour le calcul des contraintes dans le bloc lors du refroidissement. L'évolution de l'état de contraintes à certains points choisis à partir du centre du bloc jusqu'à la grande face du bloc, sur l'axe normal de la grande face (ligne rouge dans la Figure VIII-2) a été étudiée.

Rappelons qu'un jeu s'établit rapidement entre le bloc et le moule après la coulée, qui limite fortement (hormis le poids du bloc supporté par la face inférieure) les interactions mécaniques du bloc avec son environnement. Un calcul analytique simple a été effectué pour estimer l'évolution de ce jeu. Le calcul prend en compte uniquement la dilatation thermique unidirectionnelle du bloc dans l'axe normal à la grande face (ligne rouge dans la Figure VIII-2) et celle du moule en graphite dans la même direction. Les coefficients de dilatation thermique du graphite sont issus de la littérature⁶⁸. Le résultat (Figure VIII-1) permet de constater qu'un jeu existe entre bloc et moule jusqu'à 400 °C. La forme a priori étrange de la courbe entre 1500 °C et 1700 °C s'explique par le fait que la coulée commence par réchauffer (donc dilater) considérablement le moule avant que l'ensemble ne commence à se refroidir conjointement. A environ 400 °C, le bloc rentre en contact avec le moule. Le comportement du ZB étant purement élastique après 800 °C, l'effet mécanique provoqué par ce contact est donc négligeable. Le déplacement alors imposé par le bloc lors du retour à température ambiante est de l'ordre de 0,5 mm, valeur faible qui peut être facilement compensée par le recul de l'agent de recuisson (poudre d'isolant) sous la pression exercée par le moule. Nous négligerons donc dans notre calcul toute interaction mécanique entre bloc et moule.

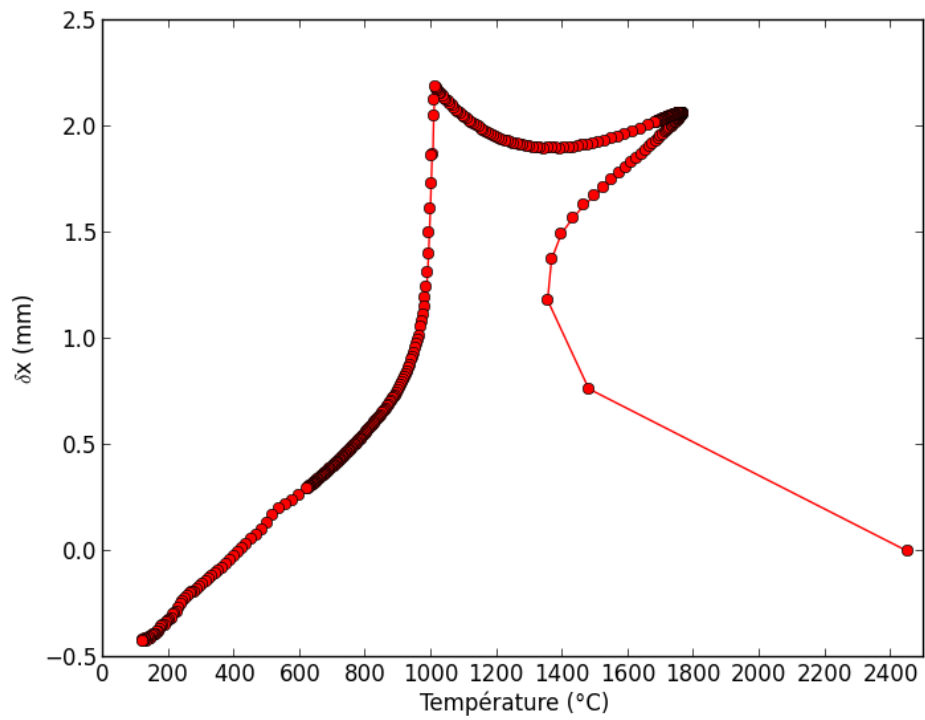


Figure VIII-1 : Evolution du jeu (δx) entre le bloc et le moule, en fonction de la température d'un point sur la surface du bloc

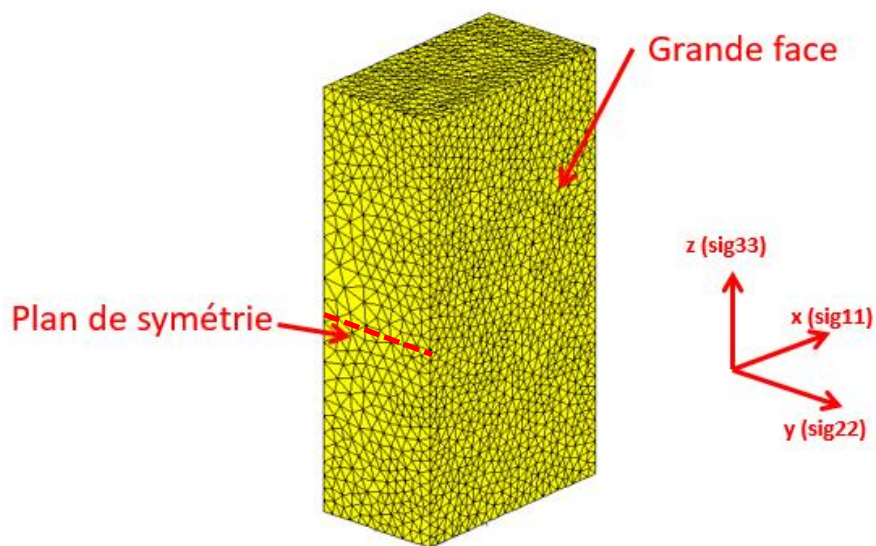


Figure VIII-2 : Maillage du bloc utilisé pour la simulation thermomécanique

Deux configurations du modèle Zirtrans ont été utilisées pour déterminer l'influence de la fonction g sur le calcul des contraintes d'origine thermique (à déformations imposées).

ϵ_c^{imp}	ϵ_t^{imp}	K	M	m	Pc	g			
		MPa	MPa		MPa	K^{-1}			
$-2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6	1	0	g déterminée par approximations successives (Tableau VI-5)			

Tableau VIII-1 : Valeurs des paramètres associées à la configuration 1 du modèle Zirtrans avec la fonction g déterminée par approximations successives (Gm)

ϵ_c^{imp}	ϵ_t^{imp}	K	M	m	Pc	g			
		MPa	MPa		MPa	K^{-1}			
$-2 \cdot 10^{-5}$	$2 \cdot 10^{-5}$	800	1,6	1	0	Ta=1025	$\sigma=45,5$	$m_g=7$	$\alpha=20$

Tableau VIII-2: Valeurs des paramètres associées à la configuration 2 du modèle Zirtrans avec la fonction g sous forme de loi normale asymétrique (Gn) (équations VI-1, VI-2 et VI-3)

Le module d'élasticité utilisé est celui défini dans le Tableau VI-1.

VIII.2. Etude de convergence et de précision du calcul

Des études de convergence et de précision du calcul ont été tout d'abord effectuées avec la configuration 1, pour déterminer le pas de temps maximal permettant une convergence, afin d'économiser le temps de calcul pour les simulations ultérieures.

Des simulations préliminaires ont démontré que 2000 pas de temps entre 79058 s et 133761 s (intervalle de la transformation de phase), soit un pas de temps de 27,35 s était une valeur minimale pour faire avancer la simulation. En dessous de cette valeur, la simulation ne peut atteindre la convergence locale : le calcul se trouve alors bloqué au premier pas de temps et ne peut progresser. Pour l'étude de la convergence globale de simulation, c'est-à-dire pour déterminer le nombre de pas de temps minimal pour converger vers un résultat stable, une simulation avec 5000 pas de temps pendant la transformation de phase a été effectuée.

La Figure VIII-3 révèle que les deux simulations produisent des résultats strictement similaires. Pour les simulations ultérieures, 2000 pas de temps seront donc suffisants pour avoir un résultat stable et suffisamment précis.

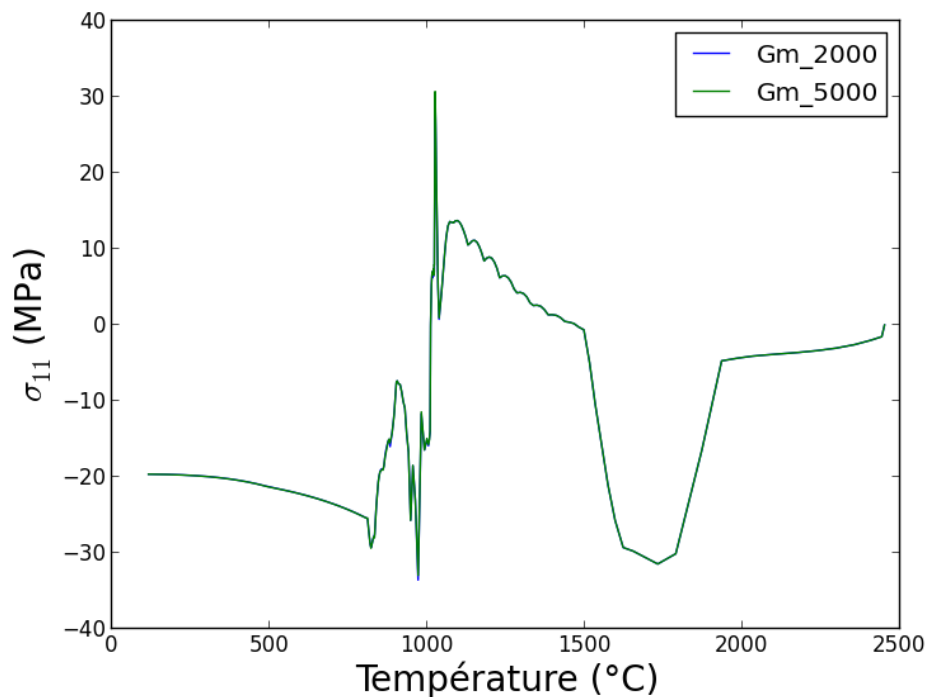


Figure VIII-3 : Evolution de l'état de contrainte σ_{11} (Figure VIII-2) au centre du bloc avec 2000 et 5000 pas de temps pendant la transformation de phase. Les deux courbes sont confondues.

VIII.3. Influence du module d'élasticité, du fluage et de la TRIP

La Figure VIII-3 indique que le niveau de contrainte est très faible au centre du bloc quand la température est supérieure à 1900 °C. Le changement d'état de liquide à solide du matériau a pu être obtenu en assignant au module d'élasticité une valeur fictive très faible de 10 MPa à 2500°C-à 1000 MPa) à 1900 °C.

Afin d'évaluer l'effet de la plasticité induite par la transformation de phase (TRIP) dans le modèle Zirtrans, une simulation de référence prenant en compte seulement le fluage, la dilatation thermique et le gonflement associé à la transformation de phase a été réalisée. Les Figure VIII-4 et Figure VIII-5 révèlent que, sans considérer la TRIP, le gonflement associé à la transformation de phase provoque une brutale élévation du niveau de la pression isostatiques qui peut atteindre 1100 MPa en traction au centre du bloc ! La TRIP permet de relaxer les contraintes et leur niveau s'en trouve ramené à 20 MPa.

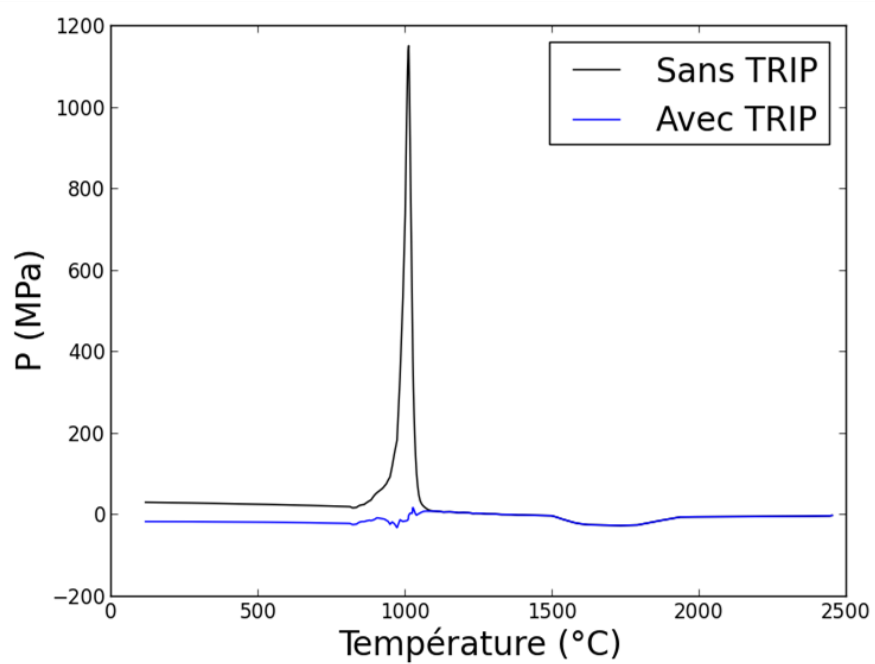


Figure VIII-4 : Comparaison entre les résultats (contrainte isostatique au centre du bloc) avec et sans la plasticité induite par la transformation de phase

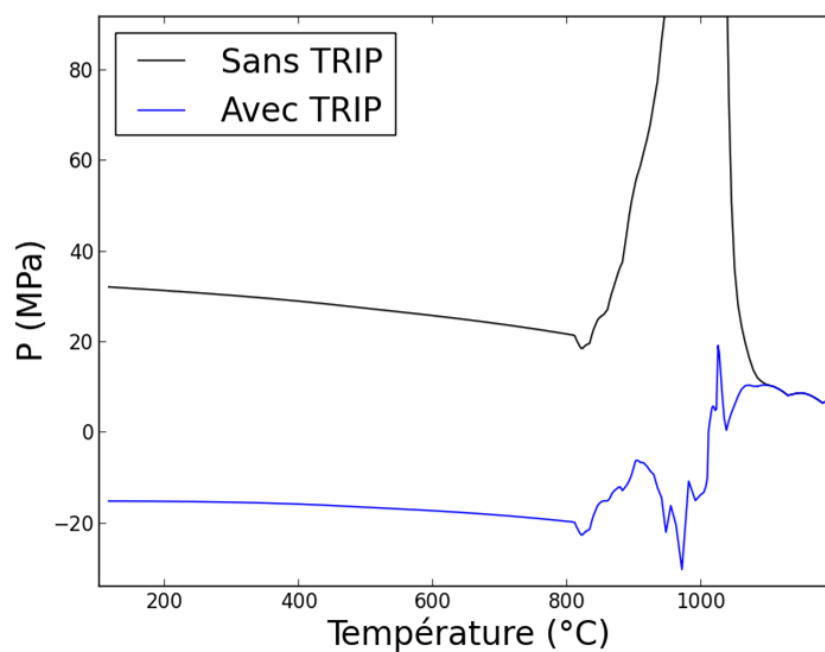


Figure VIII-5 : Comparaison entre les résultats (contrainte isostatique au centre du bloc) avec et sans la plasticité induite par la transformation de phase (zoom)

VIII.4. Influence de la fonction g

Après avoir étudié l'effet global du modèle Zirtrans sur le comportement du bloc, l'effet de la fonction g a été étudié en faisant une comparaison entre la fonction Gm (g déterminée par approximations successives) et la fonction Gn (g sous forme de loi normale). La Figure VIII-6 révèle la grande importance que la fonction g peut avoir sur le niveau de contrainte pendant la transformation de phase au centre du bloc.

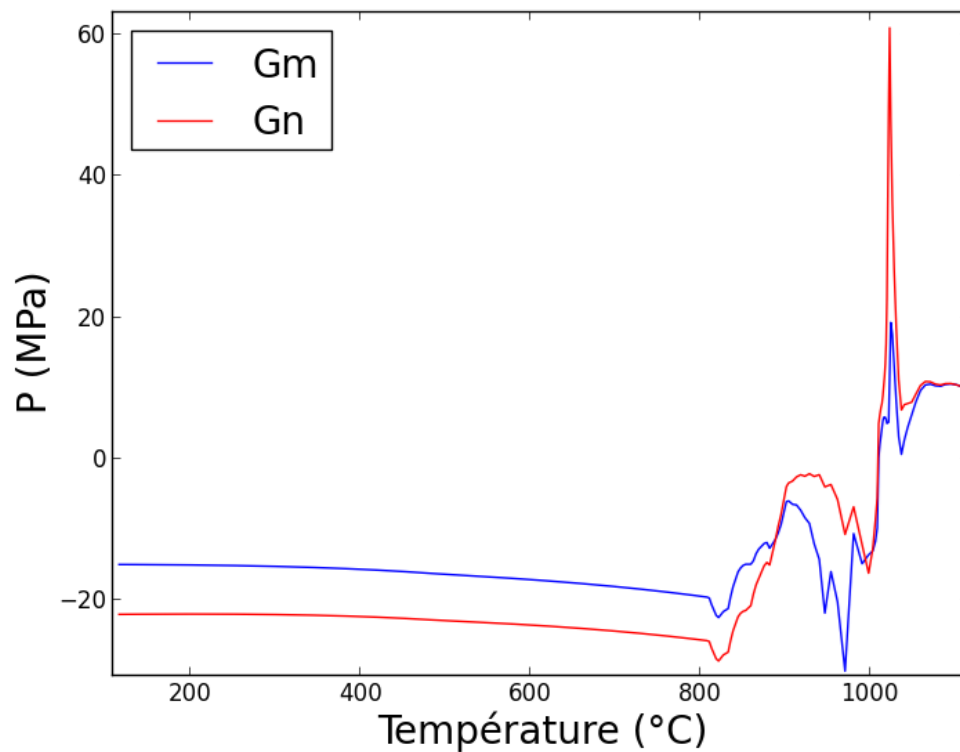


Figure VIII-6 : Comparaison entre les résultats (contrainte isostatique au centre du bloc) avec Gm et Gn

La fonction Gn, qui a une amplitude relativement faible au début de la transformation de phase (Figure VI-17 et Figure VI-19), a engendré une TRIP moins importante que celle de Gm, avec pour conséquence une augmentation importante du niveau de contrainte au début de la transformation de phase. Rappelons que la fonction g, dont l'intégrale pendant la transformation de phase est unitaire, n'a pas d'influence sur l'état de contrainte final du bloc. Toutefois, la sensibilité de la contrainte à la forme de la fonction g demeure forte, et la condition d'intégrale unitaire est délicate à respecter. Dans la section VI.4.3, lors de la détermination des fonctions g, une forme optimisée a été proposée. La simulation de l'essai sous déformation bloquée (Figure VI-21) avait simplement révélé une faible différence entre les formes choisies pour la fonction g. Cette différence se trouve fortement amplifiée dans la simulation du refroidissement du bloc, plus complexe. Hormis le pic de contrainte relevé en début de déformation, les deux fonctions produisent des résultats similaires. Toutefois, en pratique, il est important de noter que l'utilisation de la fonction Gm nécessite un temps de calcul six fois plus important que celle de la fonction Gn : 43 jours contre 7 jours.

VIII.5. « Effacement » de l'histoire thermomécanique par la TRIP

Deux paramètres K (cf. Equation V-35), différant d'un facteur 100 c'est-à-dire correspondant à des fluages rapide et lent, ont été utilisés pour simuler le refroidissement post-coulée. Les contraintes résiduelles éventuellement laissées dans le matériau par l'épisode de fluage ont été « effacées » par la TRIP : dans les deux cas, les contraintes résiduelles sont identiques après retour à température ambiante (FIGURE VIII-7).

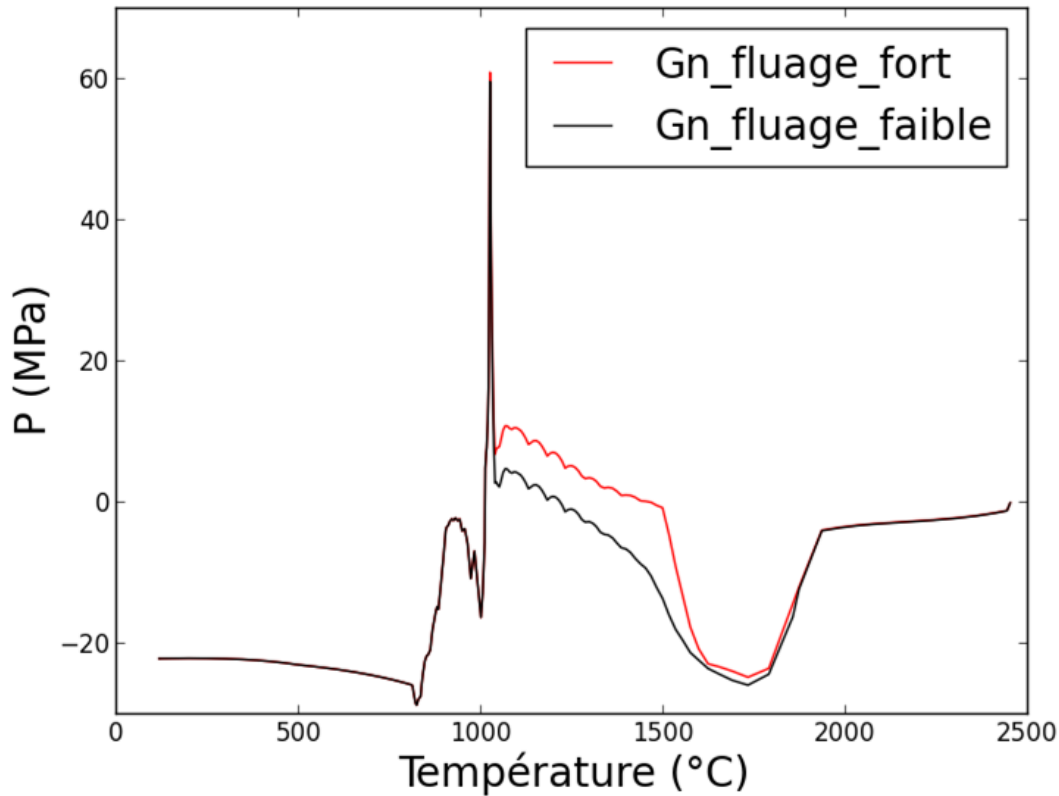


Figure VIII-7 : Comparaison entre les résultats (contrainte isostatique au centre du bloc) avec un fort fluage ($K = 3,2$ MPa et un faible fluage Fluage faible ($K = 3,2 \cdot 10^2$ MPa) au-dessus de 1300°C

VIII.6. Analyse de l'évolution du niveau de contraintes dans le bloc

La contrainte est examinée aux points sélectionnés sur l'axe définis par la Figure VIII-2. Nous verrons ultérieurement, lors des analyses 3D des contraintes, que cet axe peut être considéré comme représentatif de l'évolution de la contrainte à l'intérieur du bloc. Suivant cet axe, la contrainte σ_{11} constitue un bon indicateur de l'évolution des contraintes. En effet, l'évolution de la contrainte σ_{33} qui est aussi perpendiculaire à l'axe, est similaire à celle de σ_{11} . La contrainte σ_{22} , parallèle avec l'axe, varie peu. Les analyses suivantes sont basées sur des résultats de simulation sans prise en compte de la plasticité de transformation, puis en considérant la TRIP avec la fonction G_m . L'abscisse des figures représente la distance des points au centre du bloc. En comparant les deux résultats, l'influence de la prise en compte de la plasticité de transformation sur l'évolution de l'état de la contrainte σ_{11} (Figure VIII-2) dans le bloc est ainsi mise en évidence.

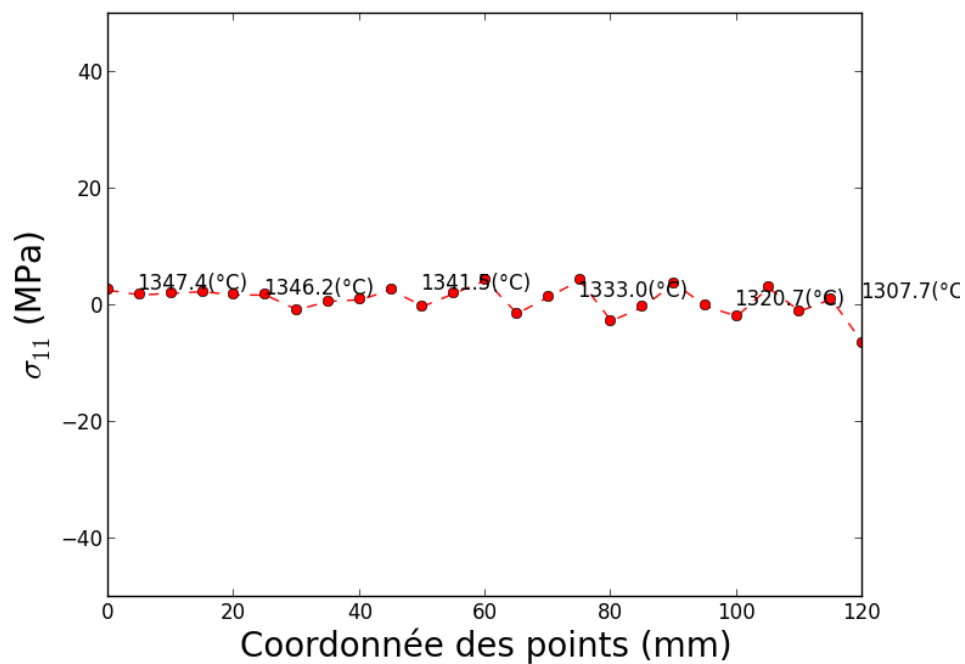


Figure VIII-8 : Etat de contraintes à 1300° C, fin de la période de fluage

Avant la transformation de phase, les deux simulations utilisent une loi de fluage et des coefficients de dilatation thermique identiques : l'évolution de la contrainte σ_{11} des deux simulations est donc la même. La FIGURE VIII-8 prouve que le fluage provoque une relaxation quasi-totale des contraintes, malgré une différence de température de 40 °C entre surface et cœur.

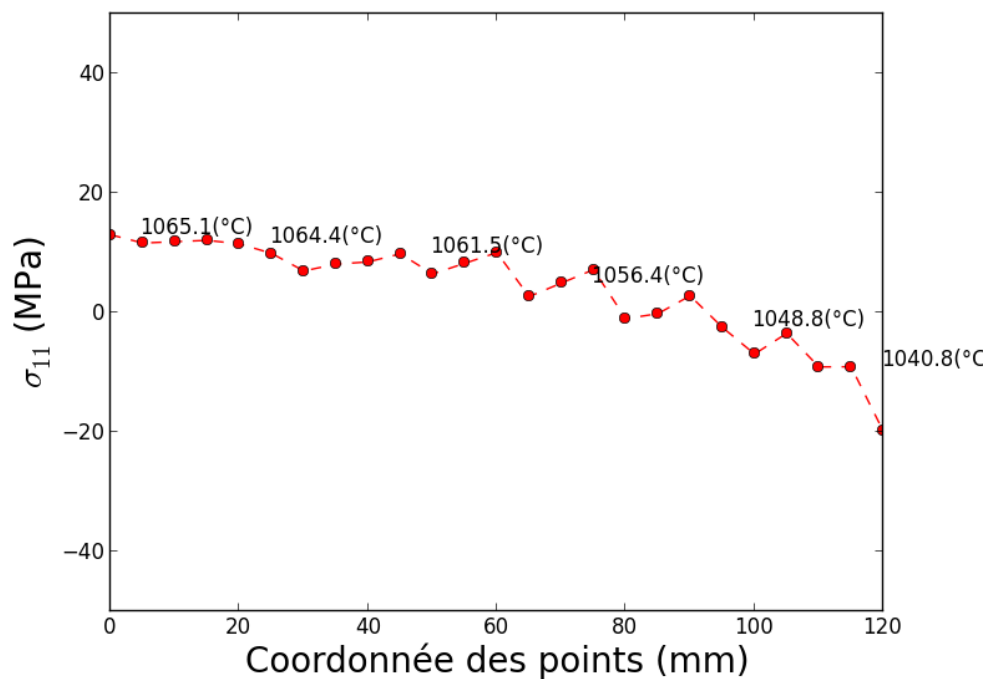


Figure VIII-9 : Etat de contraintes à 1040 °C, juste avant la transformation de phase

Entre 1300 °C et 1040 °C (Figure VIII-9), aucun mécanisme d'accommodation de contraintes n'est considéré. Le fluage est sans doute encore légèrement actif mais impossible à mesurer expérimentalement, donc négligé. Bien que la différence de température entre cœur et bord diminue de 40 °C à 25 °C entre 1500 °C et 1023 °C, le niveau de contrainte augmente de manière à peu près symétrique jusqu'à environ 20 MPa. Logiquement, la surface du bloc est en compression et le cœur en traction.

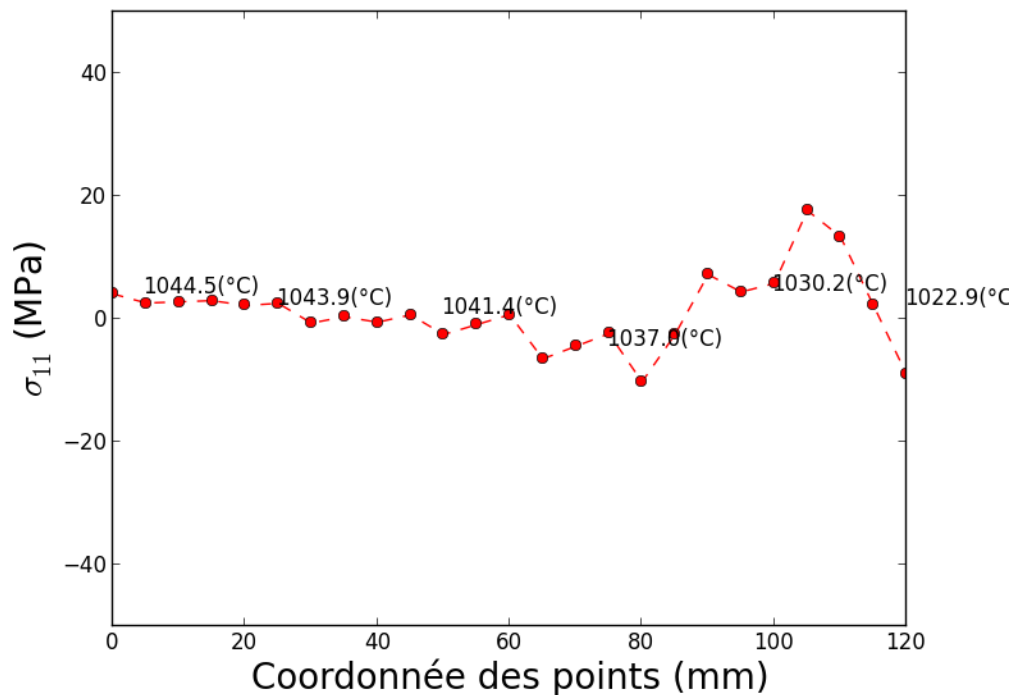


Figure VIII-10 : Etat de contraintes au début de la transformation de phase à 1023 °C en surface

A 1023 °C, la surface du bloc débute la transformation de phase, ce qui provoque son gonflement.

Pour mieux comprendre la variation des contraintes sur les points au cours de la transformation de phase, il faut rappeler certaines propriétés du gonflement et de la plasticité de transformation.

- 1) La vitesse du gonflement est très grande au début de la transformation de phase. Elle atteint un maximum vers 1000°C pour ensuite diminuer vers la fin de la transformation de phase (Figure IV-4).
- 2) La forme de la fonction g qui contrôle la vitesse de déformation plastique par rapport à χ (équations V-7 et V-8) ressemble à une loi normale, le pic de la fonction g se situant à 1020 °C (Figure VI-20).
- 3) Les contraintes de compression inhibent le gonflement et celles de traction le favorisent.

Pendant la transformation de phase, plusieurs facteurs influencent l'évolution de l'état de contraintes : la vitesse de gonflement, la vitesse de déformation plastique (TRIP), le gradient thermique (prenant en compte l'enthalpie de transformation) et l'évolution du module d'élasticité. La différence entre la simulation sans TRIP et la simulation avec TRIP réside essentiellement en la présence de la déformation plastique, qui est un mécanisme d'accommodation de contraintes.

Pour la simulation sans plasticité TRIP, le gonflement entraîne une augmentation drastique et rapide du niveau de contraintes. Comme illustré par la Figure VIII-11, quand tous les points sont en cours de transformation, le niveau de contraintes aux deux extrémités peut atteindre 500 MPa. Sur la Figure VIII-12, le niveau de contraintes atteint son maximum, de l'ordre de 1500 MPa.

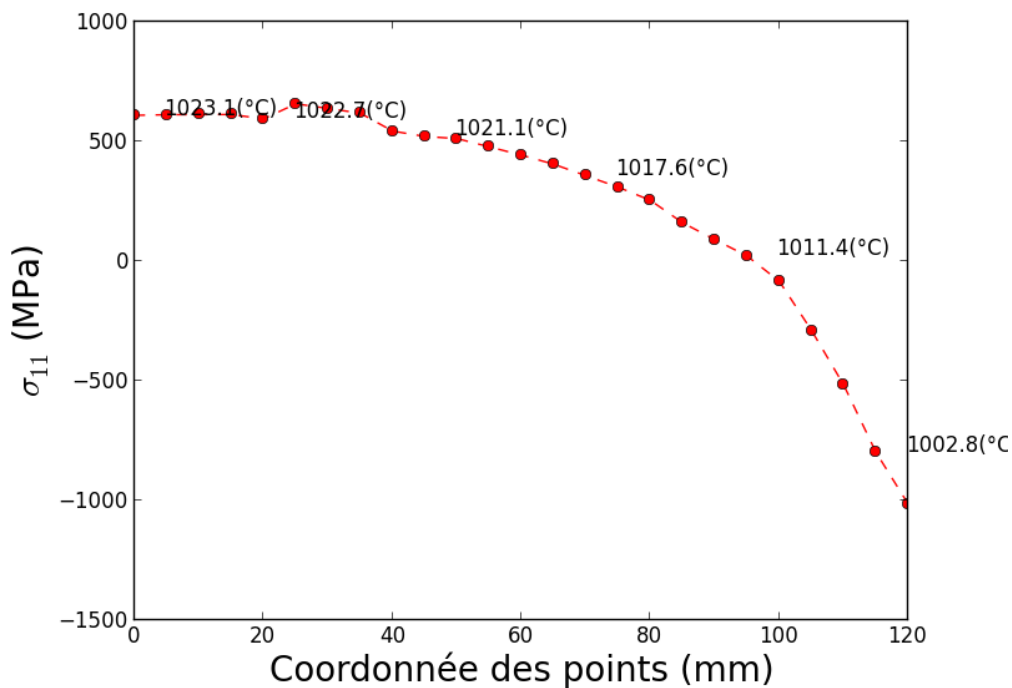


Figure VIII-11 : Sans plasticité TRIP : état de contraintes en cours de la transformation de phase à 1023 °C à cœur

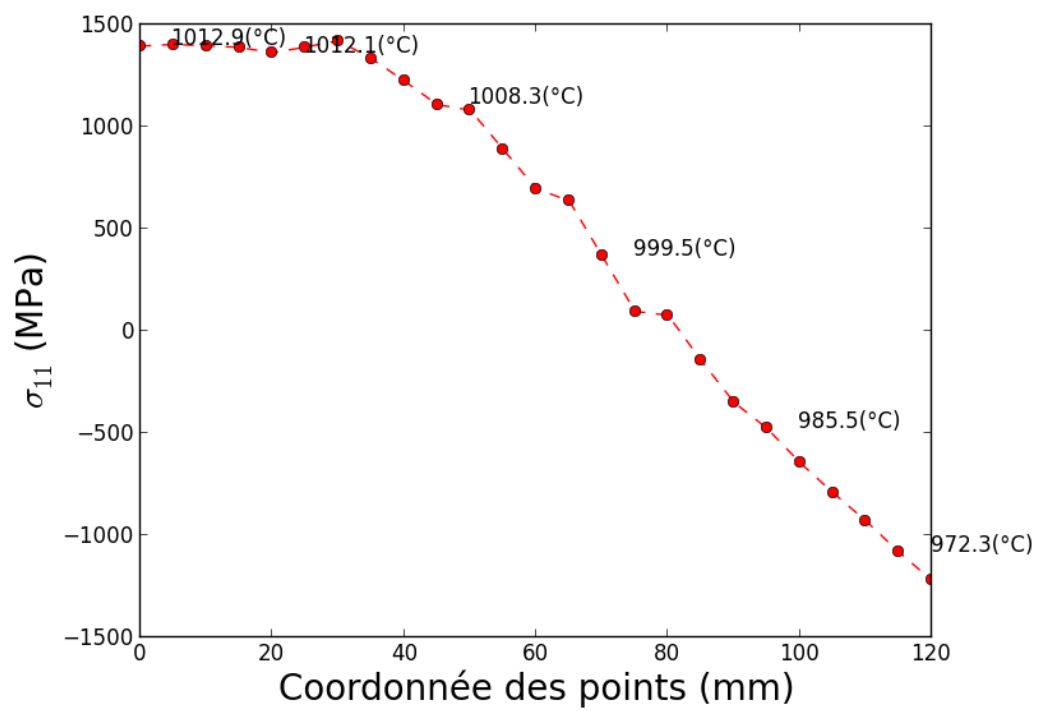


Figure VIII-12 : Sans plasticité TRIP : état de contraintes lorsque la vitesse de gonflement est maximale à mi-chemin entre cœur et surface, à environ 1000 °C

Aux mêmes instants, l'introduction de la plasticité TRIP diminue considérablement le niveau de contraintes, comme illustré par les Figure VIII-13 et Figure VIII-14.

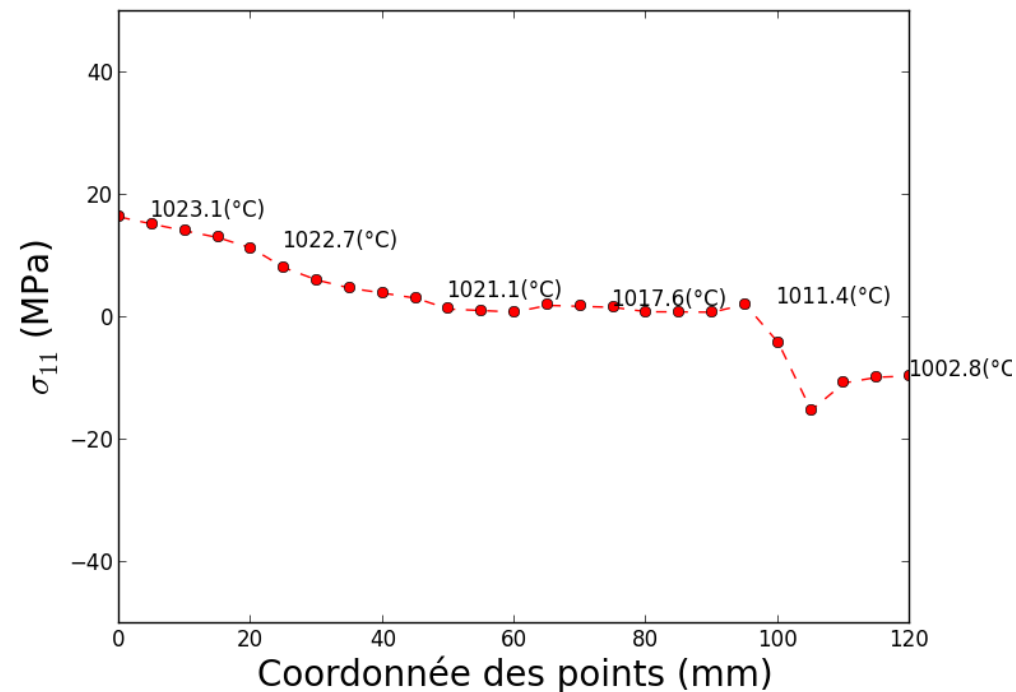


Figure VIII-13 : Avec plasticité TRIP (Gm) : état de contraintes en cours de la transformation de phase à 1023 °C à cœur

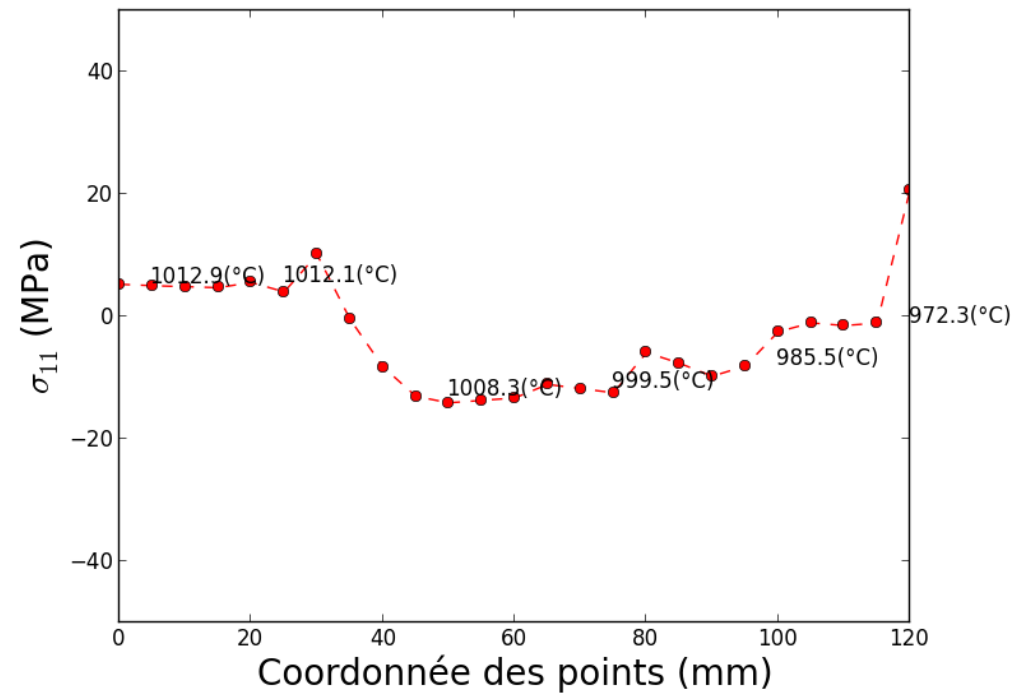


Figure VIII-14 : Avec plasticité TRIP (Gm) : état de contraintes lorsque la vitesse de gonflement est maximale à mi-chemin entre cœur et surface, à environ 1000 °C

Comme on peut le constater sur la Figure VIII-14, l'introduction de la TRIP a inversé le signe des contraintes entre la surface et le cœur en fin de transformation. Le gonflement induit par une diminution de température produit un effet de sens opposé à celui que produirait une trempe dans laquelle les surfaces plus froides ont tendance à se rétracter préférentiellement avant le cœur. Après totale transformation, le niveau de contraintes continuer à évoluer, mais le signe ne change plus, comme illustré par la Figure VIII-15 et la Figure VIII-16.

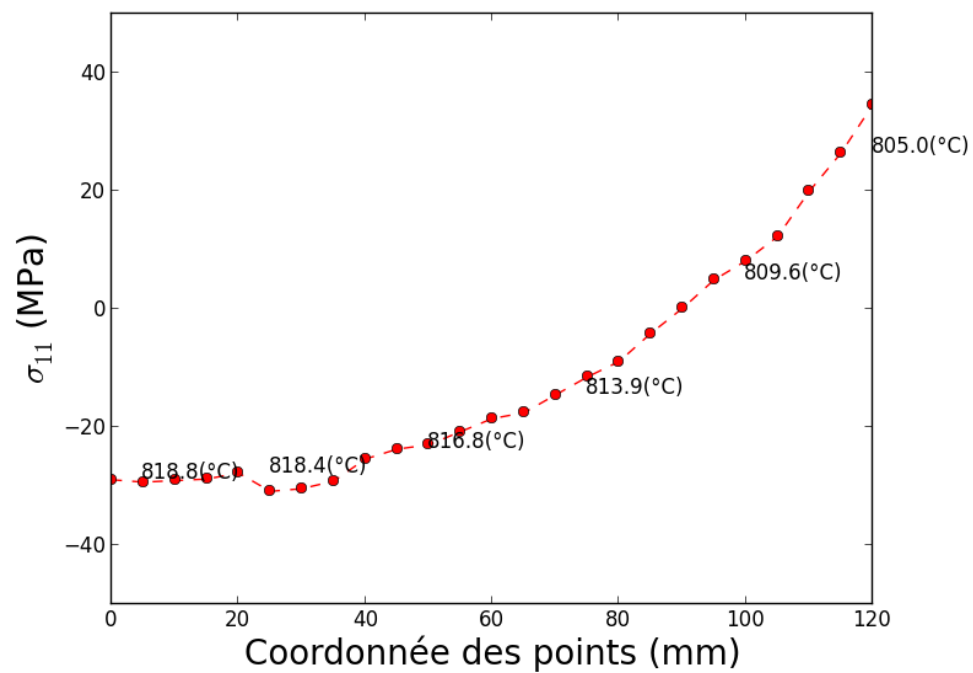


Figure VIII-15 : Avec plasticité TRIP (Gm) : état de contraintes en fin de transformation de phase à 820 °C à cœur

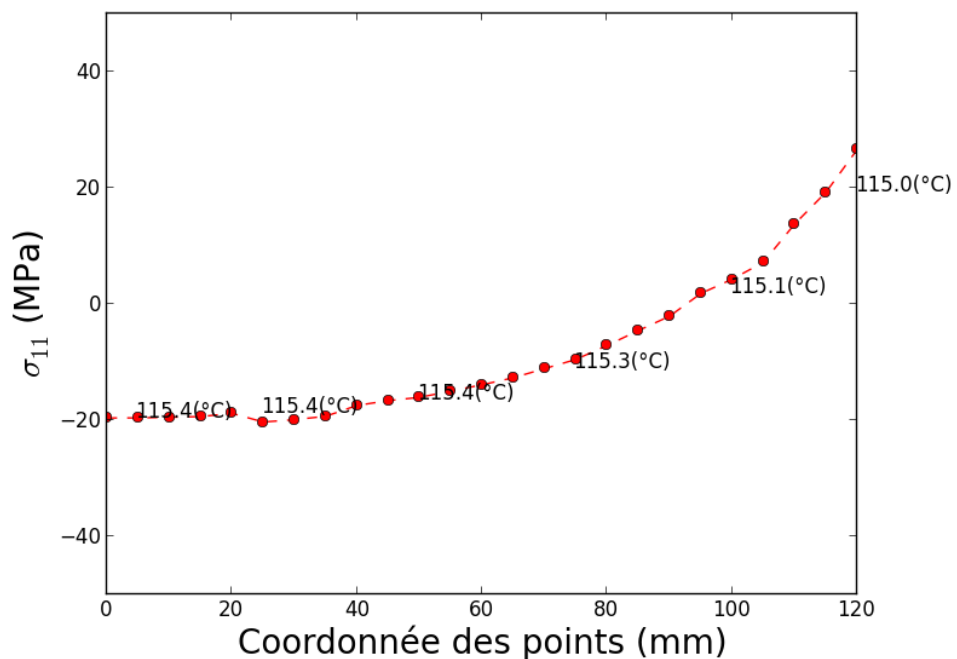


Figure VIII-16 : Avec plasticité TRIP (Gm) : état de contraintes en fin de calcul, quand la surface est à 115°C

Cette analyse prouve que la prise en compte de la TRIP relaxe considérablement le niveau de contraintes dans le bloc durant la transformation et inverse le signe des contraintes résiduelles.

VIII.7. Analyse tridimensionnelle de l'évolution des contraintes dans le bloc

Après l'analyse unidimensionnelle permettant d'avoir une vue locale de l'influence de la TRIP sur l'évolution des contraintes, une analyse tridimensionnelle a été mise en œuvre pour mieux comprendre les changements du champ de contraintes dans l'ensemble du bloc et en tirer des informations qui pourront être utilisées pour l'amélioration du procédé.

La Figure VIII-17 illustre le champ de la contrainte σ_{11} (Figure VIII-2) dans le bloc avant la transformation de phase (Figure VIII-18) : la surface est en compression et le cœur en traction, le niveau de contraintes restant globalement très faible. Pour les petites images en haut et à droite des figures des champs thermiques (Figure VIII-18, Figure VIII-20, Figure VIII-22, Figure VIII-24 et Figure VIII-26), elles permettent de voir l'état du bloc par rapport à la transformation de phase. La couleur marron représente une température au-dessus de l'intervalle de la transformation de phase, la couleur jaune représente une température dans cet intervalle et la couleur bleu représente une température en-dessous de ce dernier.

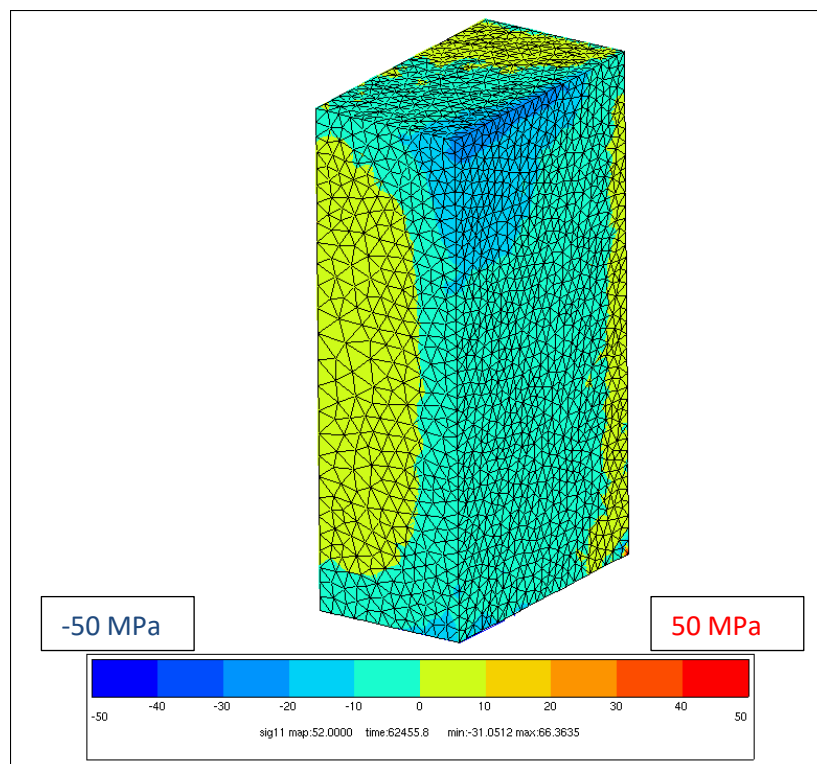


Figure VIII-17 : Etat de contrainte avant la transformation de phase

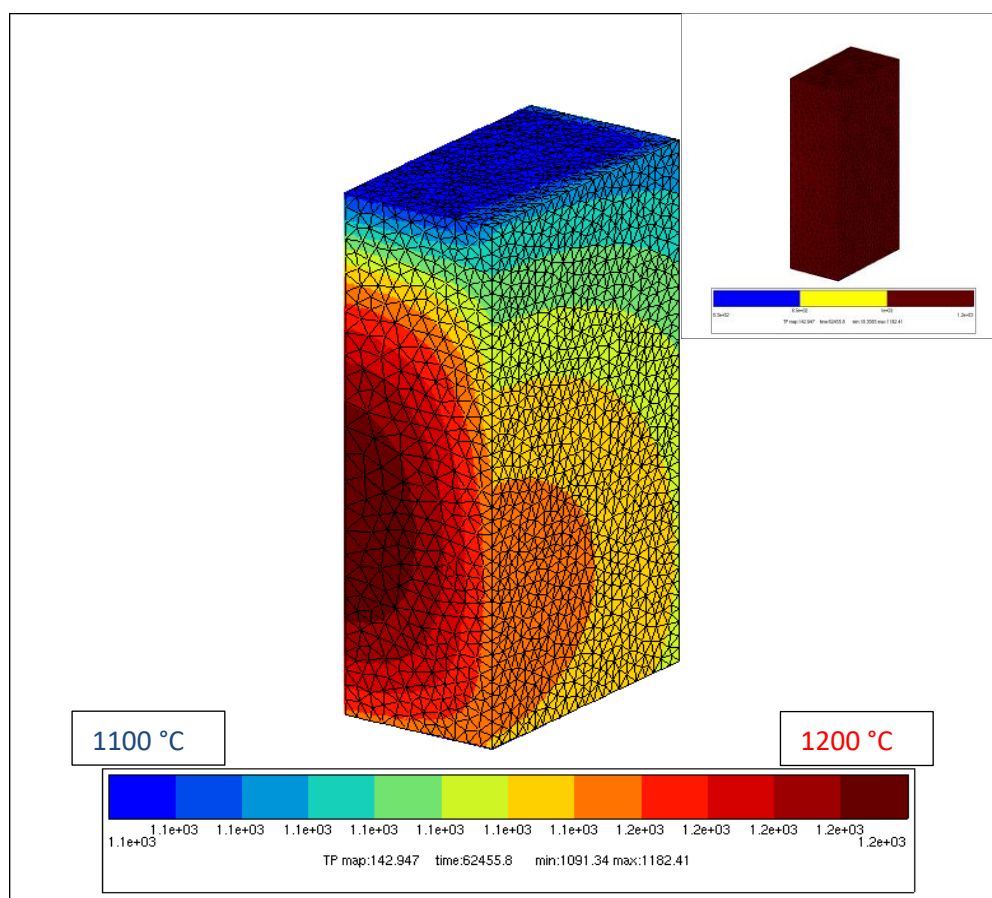


Figure VIII-18 : Champ de température avant la transformation de phase

Dans la Figure VIII-19, la transformation de phase a commencé en haut du bloc, qui est la partie qui se refroidit le plus vite (Figure VIII-20). Ensuite, la transformation se propage de haut en bas et de la surface vers le centre du bloc. La propagation de cette dernière est accompagnée d'un changement de signe de contraintes (Figure VIII-21 et Figure VIII-22).

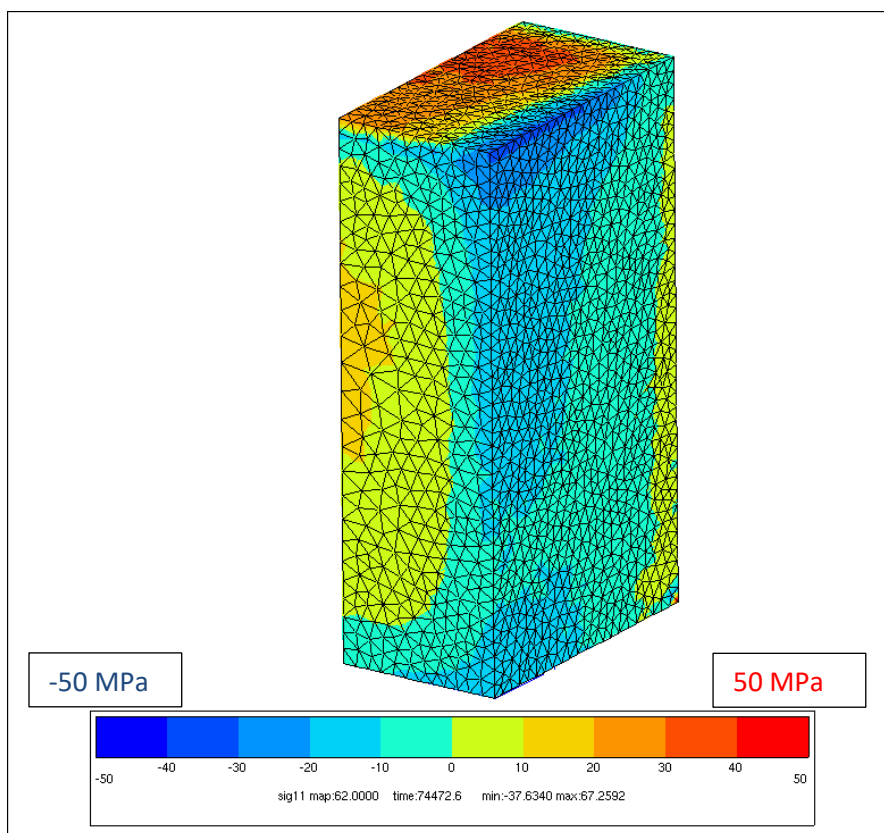


Figure VIII-19 : Etat de contrainte au début la transformation de phase

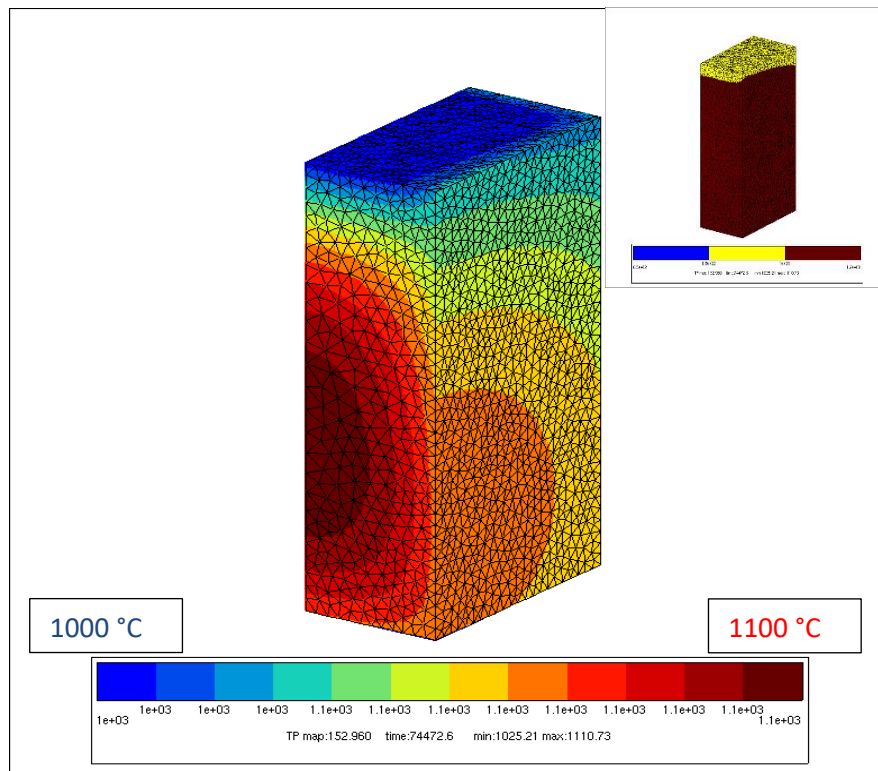


Figure VIII-20 : Champ de température au début de la transformation de phase

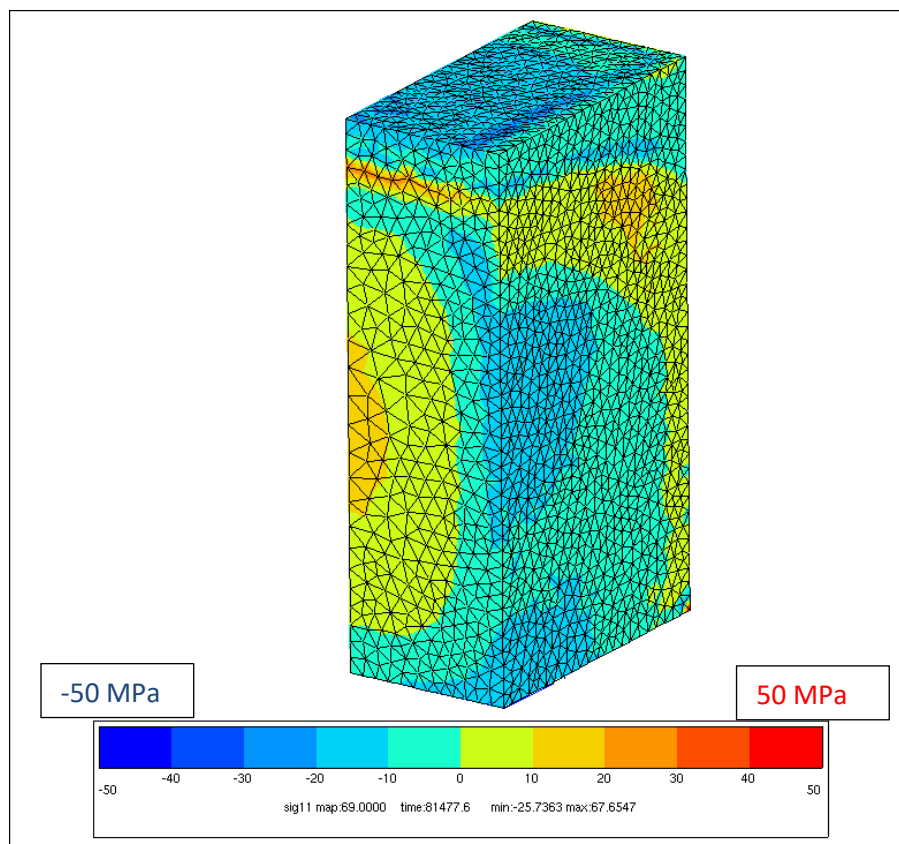


Figure VIII-21 : Etat de contrainte pendant la transformation de phase

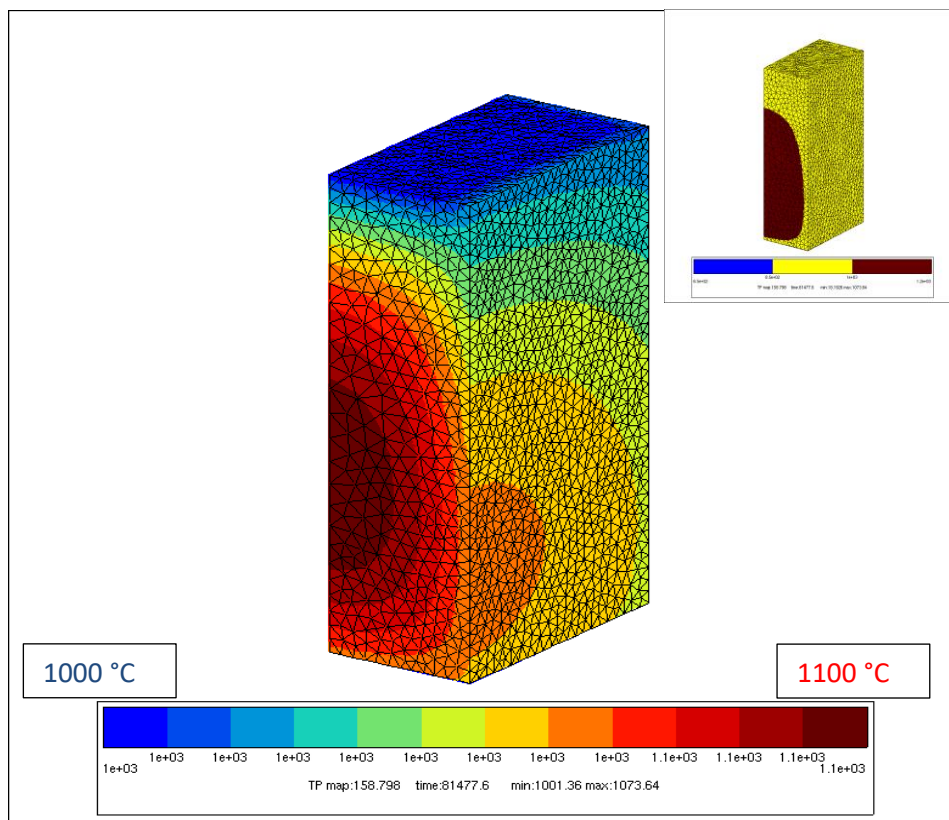


Figure VIII-22 : Champ de température pendant la transformation de phase

La majorité de la surface devient progressivement en traction, les contraintes présentant un maximum au milieu de la surface (Figure VIII-23), lors que l'ensemble du bloc est en transformation de phase (Figure VIII-24).

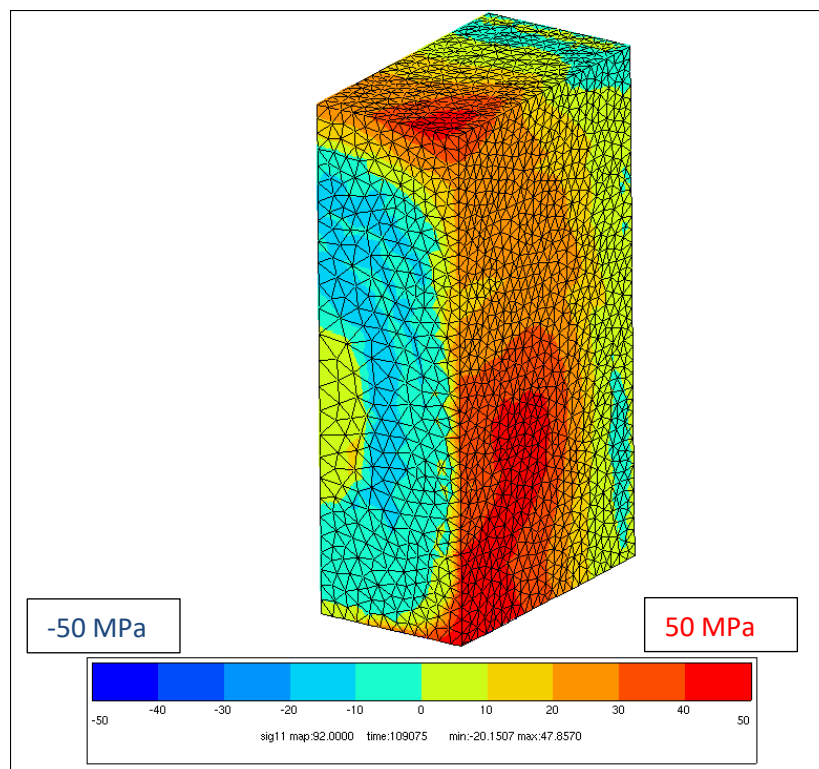


Figure VIII-23 : Etat de contraintes pendant la transformation de phase et après le changement du signe de contraintes (contrainte maximale sur la surface)

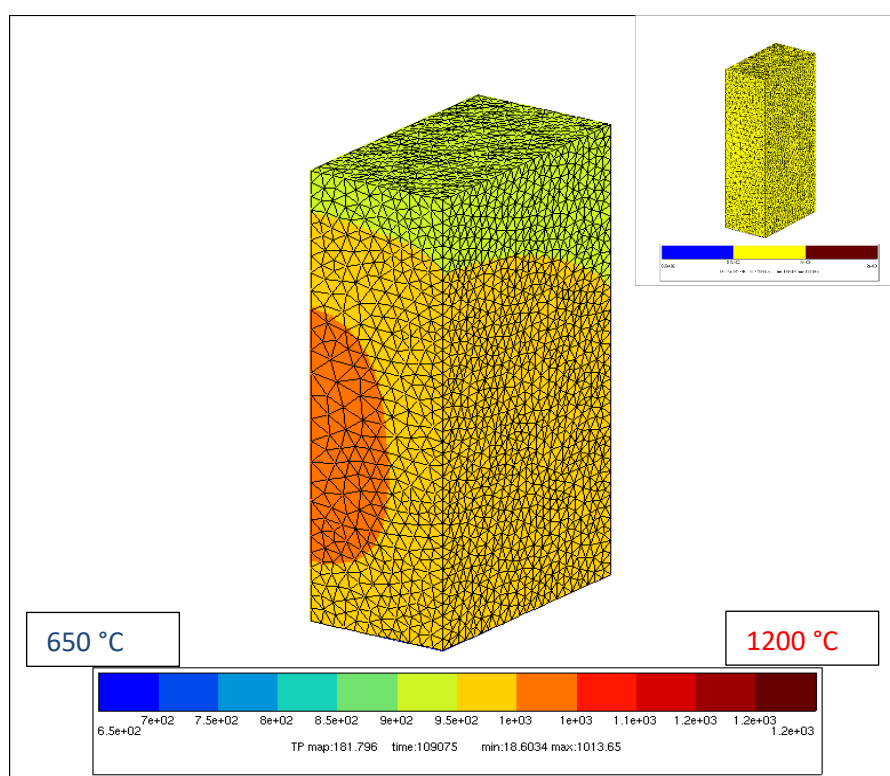


Figure VIII-24 : Champ de température pendant la transformation de phase et après le changement du signe de contraintes (contrainte maximale sur la surface)

L'allure du champ de contrainte commence à se stabiliser vers la fin de la transformation de phase (Figure VIII-25 et Figure VIII-26) et reste relativement stable jusqu'à la fin du refroidissement (Figure VIII-27 et Figure VIII-28). Les contraintes de traction élevées se concentrent essentiellement au milieu de la surface et en haut du bloc. Rappelons que l'évaluation des contraintes en haut du bloc est faussée par le développement de la retassure, qui n'est pas pris en compte par le calcul. La concentration des contraintes de traction au milieu du bloc peut, quant à elle, provoquer un amorçage et une propagation de fissure macroscopique de la surface du bloc vers le centre.

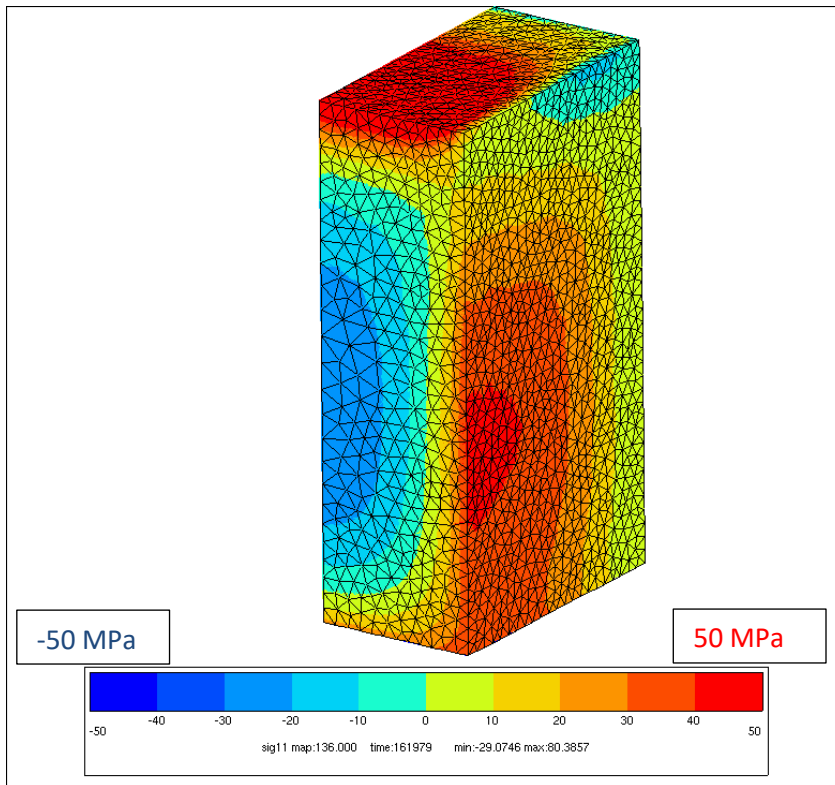


Figure VIII-25 : Etat de contraintes vers la fin de la transformation de phase

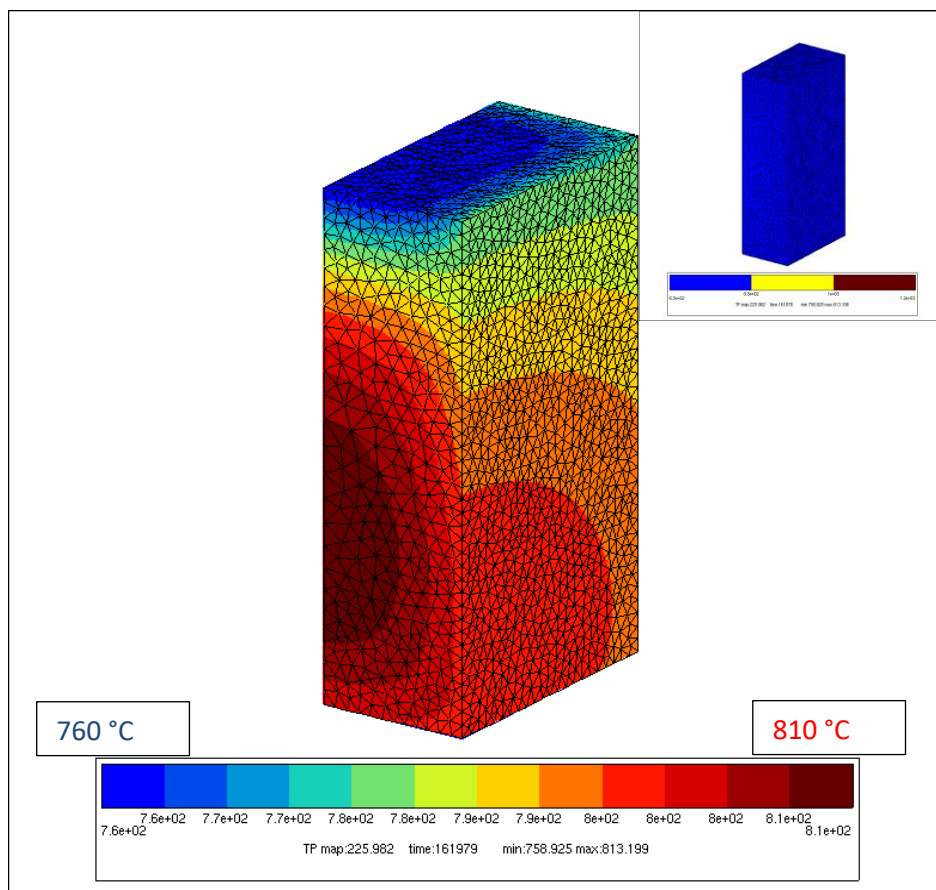


Figure VIII-26 : Champ de température vers la fin de la transformation de phase

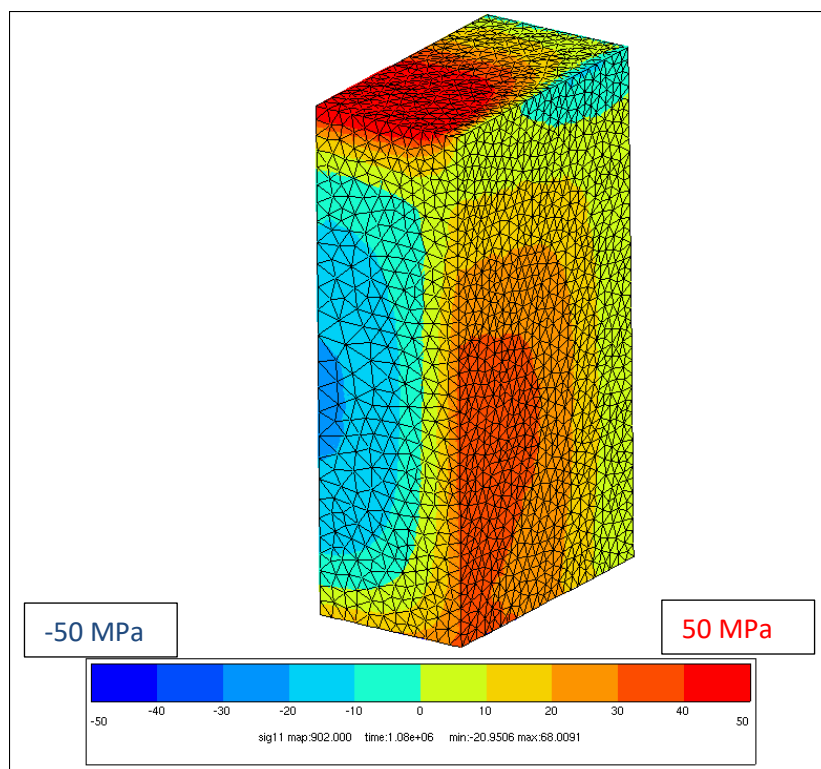


Figure VIII-27 : Etat de contraintes en fin du refroidissement

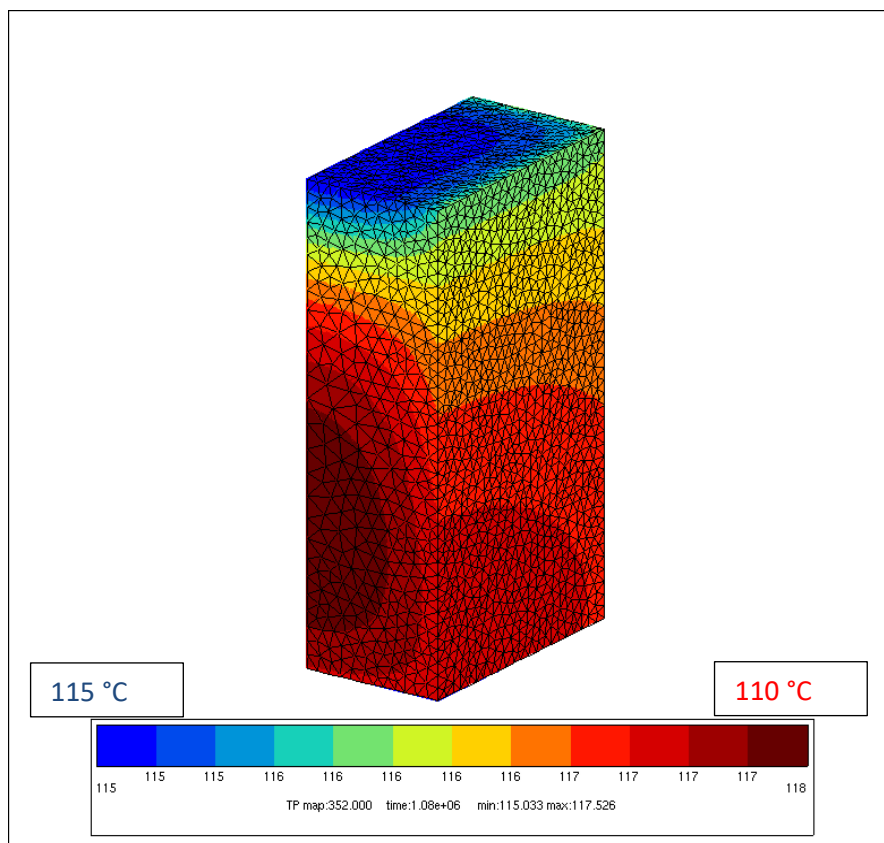


Figure VIII-28 : Champ de température en fin du refroidissement

VIII.8. Validation du modèle tridimensionnel du bloc

Trois tentatives ont été effectuées pour valider le modèle tridimensionnel du bloc :

1. L'enregistrement de capteurs d'émission acoustique pendant le refroidissement post-coulée du bloc, pour tenter de détecter la température de déclenchement de la transformation de phase, et de localiser dans le temps et dans l'espace l'amorçage de fissures, macroscopiques ou microscopiques.
2. La production des billes en ZB par le CEMHTI d'Orléans (méthode de fusion par laser de goutte en lévitation), dans le but d'investiguer les contraintes résiduelles sur une géométrie sphérique « modèle ». Ces essais n'ont malheureusement pas permis d'obtenir ni la géométrie (retassure centrale) ni la composition (évaporation de constituants) souhaitées.
3. Une étude des contraintes résiduelles de blocs THTZ a été menée par Fanny GOURAUD ⁹ sur le site de la société Microplan, pour la confrontation des résultats numériques avec des mesures expérimentales par corrélation d'image. Des mesures effectuées sur un bloc en ZS (THTZ avec phase vitreuse dopée au sodium) ont estimé des contraintes de traction à 20 MPa sur la surface du bloc après refroidissement à température ambiante. Cette valeur est cohérente avec le résultat numérique obtenu sur le bloc en ZB (cf. Figure VIII 16). Cet accord entre les ordres de grandeurs tendrait à valider le modèle. Toutefois, malgré tous les soins pris pour améliorer la précision de mesure, les différentes méthodes utilisés ⁹ n'ont pas permis d'obtenir des mesures suffisamment fiables pour réellement valider le modèle. Par conséquent, seuls les résultats de l'émission acoustique seront présentés dans cette section.

Sept voies de mesures d'émission acoustique ont été installées dans la caisse de la coulée réalisée le 11 février 2016 (Figure VIII-29). Les guides d'ondes des voies 2 et 5 ont malheureusement été cassés en raison d'une descente du bloc, et la localisation des fissures n'a donc pas pu être effectuée. Les voies 1, 3, 4 et 6 ont témoigné d'activités intenses (signaux de forte amplitude) autour de 1000 °C et de 600 °C. L'augmentation considérable d'amplitude constatée à 1000 °C pourrait être associée au déclenchement de la transformation de phase, ce qui validerait la modélisation thermique et mécanique associée. L'augmentation d'amplitude à 600 °C est concomitante au point d'inflexion sur les courbes de température dont la cause reste inconnue.



Figure VIII-29 : Photographie montrant le positionnement des capteurs d'émission acoustique avant remplissage de la caisse par l'agent de calage

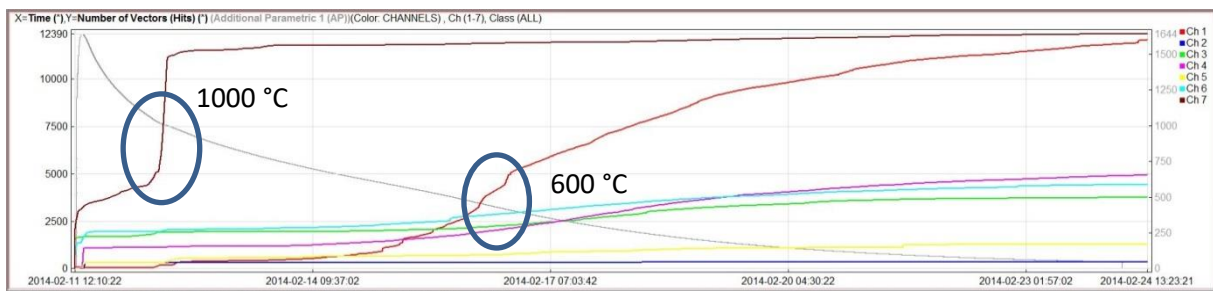


Figure VIII-30 : Enregistrement de l'émission acoustique

IX. Extension du modèle Zirtrans au Z70S

Le modèle thermomécanique Zirtrans a été développé à partir des résultats expérimentaux du ZB qui contient plus que 90 % de zircone. L'étude du Z70S contenant 70 % de zircone et 23 % d'alumine (composition définie dans le Tableau I-1), en développement chez Saint-Gobain CREE était également prévue dans ce travail. Par rapport au ZB, le Z70S a une structure rigidifiée par des phases élastique ne présentant pas de plasticité de transformation, comme l'alumine. Le but est ici de vérifier, moyennant un minimum de modifications, l'applicabilité du modèle Zirtrans au Z70S qui présente, lors de la transformation de phase, un comportement différent de celui du ZB.

IX.1. Extension de la partie thermique du modèle Zirtrans au Z70S

Le Z70S ayant été coulé dans le même format du bloc, le maillage et les conditions initiales et aux limites de la simulation sont similaires à celles du ZB. Les propriétés thermiques des composants de la caisse de coulée sont identiques. Par conséquent, pour simuler l'évolution du champ thermique du Z70S au cours du refroidissement, seules les propriétés thermiques du matériau coulé ont été modifiées.

Les mesures de conductivité thermique effectuées par Saint-Gobain CREE ont été utilisées (Tableau IX-1).

Température (°C)	λ (W*m ⁻¹ *K ⁻¹)
20	5.53
299	4.56
595	3.09
899	3.12
1201	2.98
2500	6.3574

Tableau IX-1 : Conductivité thermique du Z70S en fonction de la température, mesurée chez Saint-Gobain CREE

La capacité calorifique volumique a été calculée par le logiciel FactSage pour la composition nominale du Z70S (Tableau IX-2) :

Température (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ·K ⁻¹ ·m ⁻³)	Température (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ·K ⁻¹ ·m ⁻³)
50	2135	1300	3756
100	2279	1350	4100
150	2421	1369	4540
200	2533	1400	3614
250	2623	1450	3719
300	2697	1500	3913
350	2759	1550	4321
400	2812	1600	5816
450	2857	1650	6667
500	2897	1700	6750
550	2931	1750	8282
600	2961	1772	11094
650	2989	1800	4158
700	3013	1850	4505
750	3035	1900	5086
800	3054	1950	6025
850	3072	2000	7288
861	3241	2050	8498
900	3085	2100	9933
950	3098	2150	11196
1000	3113	2181	12440
1050	3126	2200	3981
1085	3144	2250	3977
1100	3284	2300	3981
1150	3311	2350	3977
1160,5	3339	2400	3976
1200	3462	2450	3975
1250	3570	2500	3973

Tableau IX-2 : Capacité calorifique volumique du Z70S ($\rho = 4555 \text{ kgm}^{-3}$) en fonction de la température, calculée par le logiciel FactSage

La Figure IX-1 révèle un excellent accord entre simulation et expérience. Ceci prouve que la partie thermique du modèle est fiable pour un autre matériau coulé, à la seule condition de changer les propriétés thermiques dudit matériau.

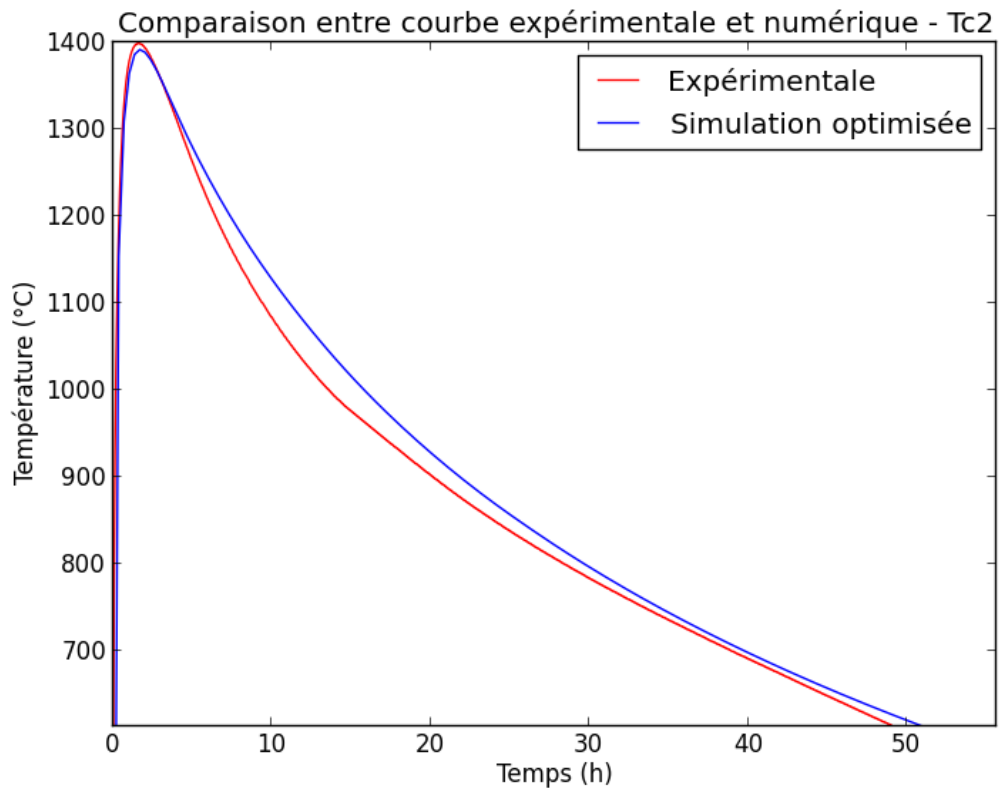


Figure IX-1 : Comparaison entre résultats expérimental et numérique du thermocouple 2 (Tc2 du Tableau III-1) pour le Z70S

IX.2. Extension de la partie mécanique du modèle Zirtrans au Z70S

Le Z70S a été tout d'abord étudié par simple dilatométrie sans contact, grâce au dispositif d'extensométrie laser précédemment décrit dans les Figure IV-2 et Figure IV-3. Durant la transformation de phase, le Z70S se déforme moins que le ZB, ce qui est logique étant donné sa plus faible teneur en zircone. De même qu'avec le ZB, le gonflement observé est très sensible à l'application d'une contrainte mécanique, même si elle est très faible comme dans le cas d'un dilatomètre classique (Figure IX-2).

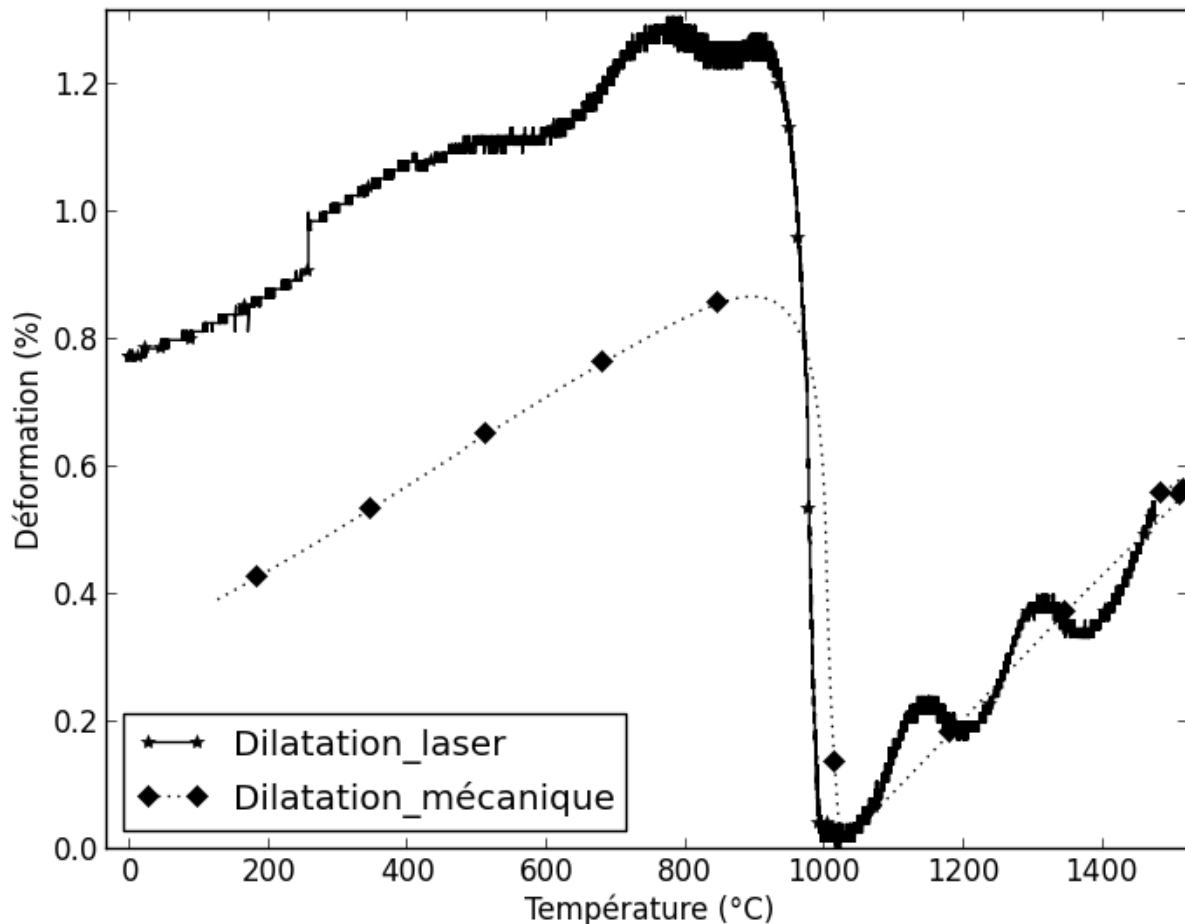


Figure IX-2 : Comparaison entre les dilatations mesurées par extensométrie laser sans contact et par extensométrie classique

De même que pour le ZB, des essais de passage de la transformation sous différents niveaux de contraintes ont été effectués en compression (cf. Figure IV-7) et en traction (cf. Figure IV-17). Durant la transformation de phase, le type de comportement du Z70S s'est avéré similaire à celui du ZB : l'allongement dans la direction contrainte est diminué par une contrainte de compression et augmenté par une contrainte de traction (Figure IX-3 et Figure IX-4). De manière analogue, quand le niveau de contrainte devient très faible, le dispositif extensométrique n'a pas permis d'observer une corrélation entre le niveau de contrainte appliqué et l'allongement. Par contre, contrairement au ZB, aucune dépendance significative du gonflement volumique au niveau de contrainte appliqué n'a été observée pour le Z70S (Figure IX-5).

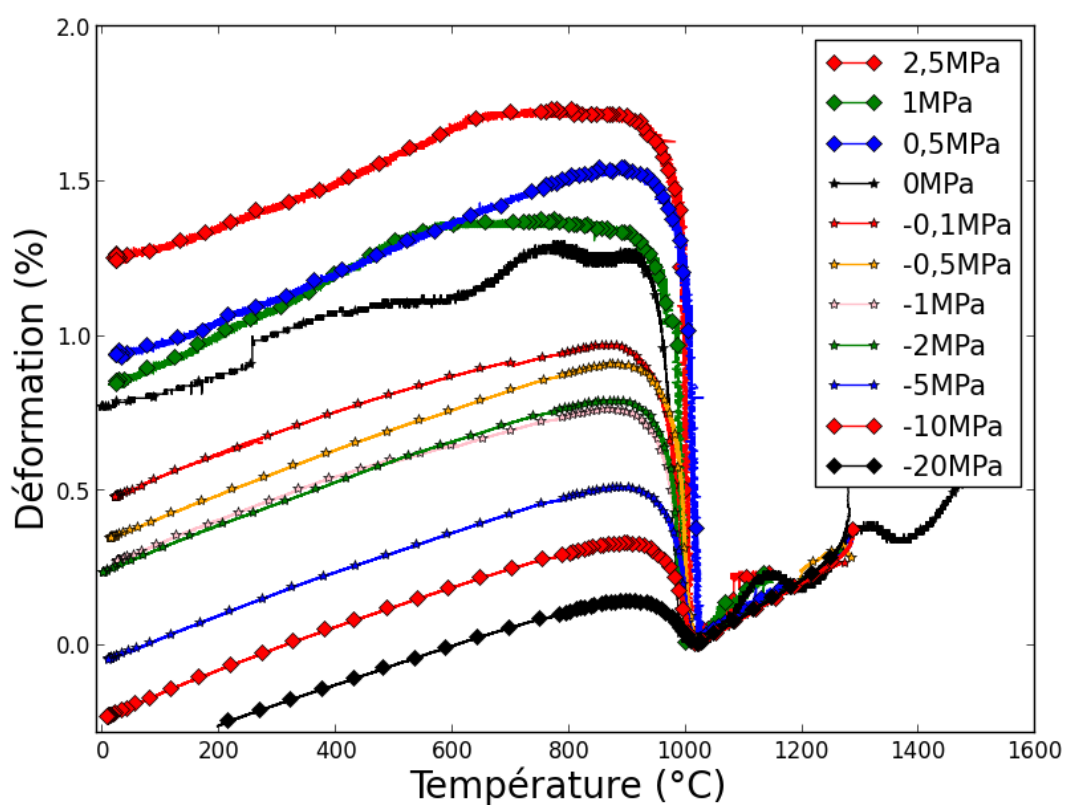


Figure IX-3 : Z70S - Déformation en fonction de la température sous différents niveaux de contraintes

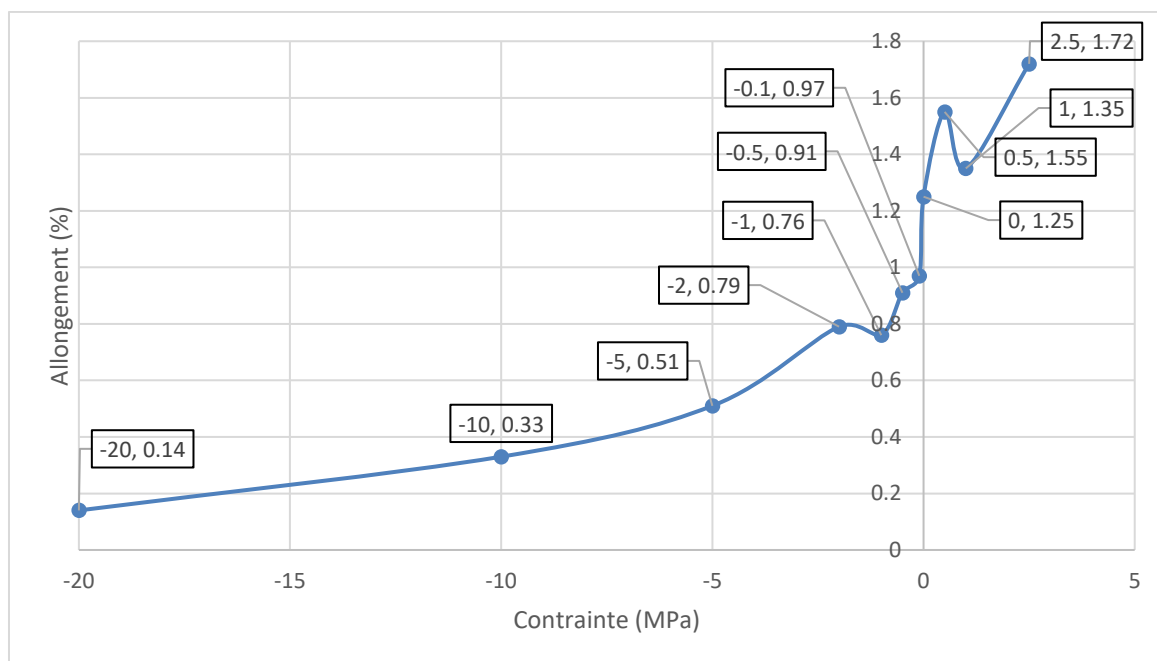


Figure IX-4 : Z70S – Allongement en fonction du niveau de contrainte appliqué

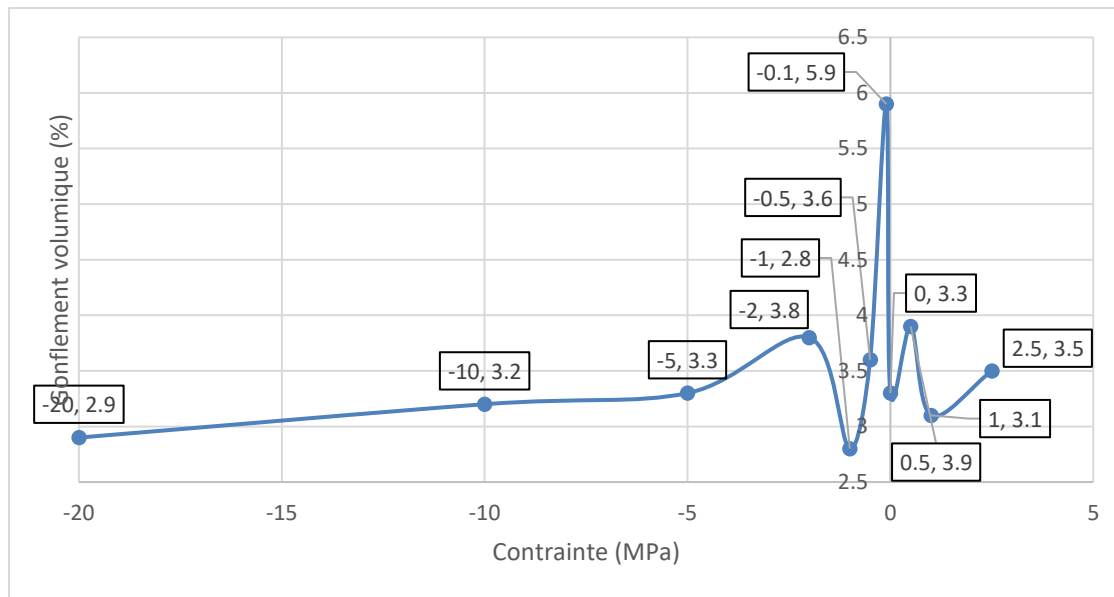


Figure IX-5 : Z70S - Gonflement volumique en fonction du niveau de contrainte appliqué

L'essai à gonflement empêché (Figure IX-6) a révélé que la forme de l'évolution de la contrainte (qui caractérise la déformation plastique) du Z70S est aussi similaire que celle du ZB (Figure VI-16). Durant des paliers en température effectués en cours d'essai, la contrainte reste stable (Figure IX-7), ce qui confirme le caractère athermique de la transformation de la zircone, même contenue en plus faible quantité. La présence d'alumine n'a donc pas modifié les propriétés intrinsèques de la transformation de phase de la zircone. Par contre, l'invariabilité du changement de volume par rapport à la contrainte appliquée est probablement à associer au remplacement d'une partie de la zircone par de l'alumine rigide qui limite ses possibilités de déformations. Ces observations permettent d'affirmer que le modèle Zirtrans tel qu'il a été développé pour ZB comprend toutes les composantes nécessaires pour décrire le comportement du Z70S. Seule une simplification consistant à supprimer les termes concernant l'effet de la contrainte hydrostatique sera nécessaire à l'adaptation du modèle.

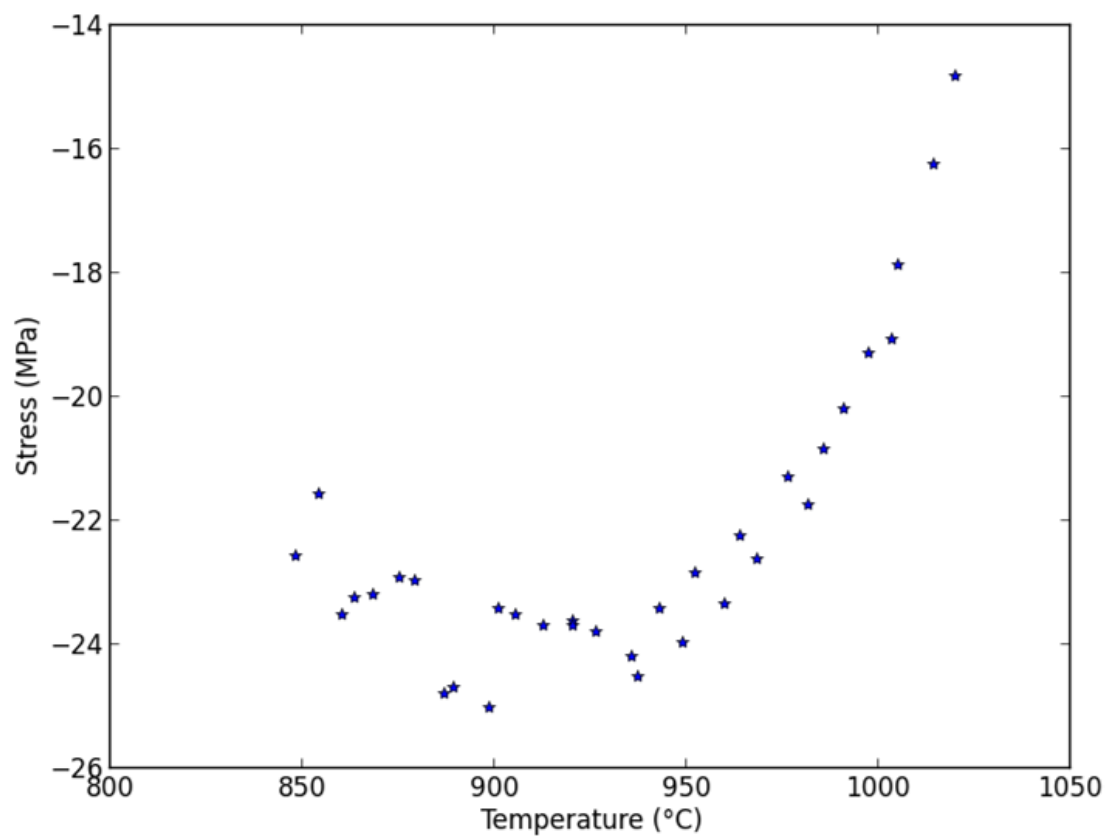


Figure IX-6 : Z70S - Résultat de l'essai à gonflement empêché

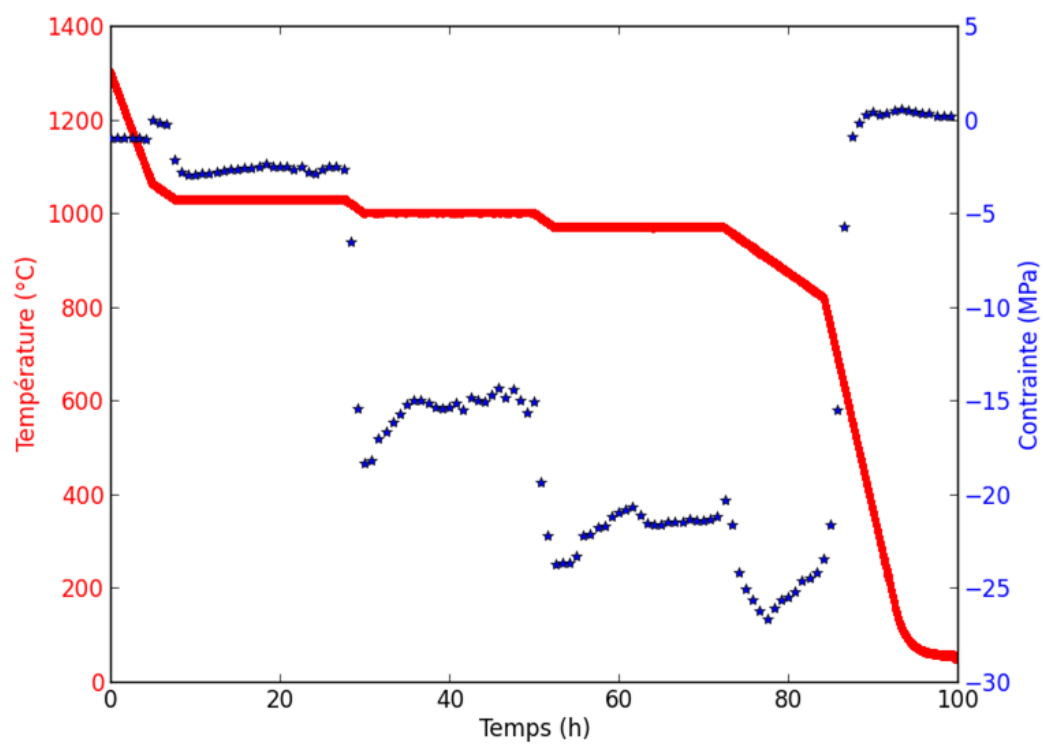


Figure IX-7 : Z70S - Résultat de l'essai à gonflement empêché avec paliers en température

La partie mécanique du modèle Zirtrans devient alors :

$$F(\sigma) = \sqrt{\frac{q^2}{M}} - \sigma_0$$

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = \frac{\partial \bar{\varepsilon}_s^p}{\partial \chi} = \left(\frac{F(\bar{\sigma})}{K} \right)_+^m g(\chi) \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}} = \left(\frac{\sqrt{\frac{q^2}{M}} - \sigma_0}{K} \right)_+^m g(\chi) \frac{3\bar{s}}{2M\sqrt{\frac{q^2}{M}}} \quad \text{IX-1}$$

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \left(\left(\frac{F(\bar{\sigma})}{K} \right)_+^m \frac{\partial F(\bar{\sigma})}{\partial \bar{\sigma}} + \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \right) \quad \text{IX-2}$$

Comme le comportement en compression et en traction est dissymétrique, on a $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp}$ pour $\sigma_I \in]-\infty, -1[$ et $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp}$ pour $\sigma_I \in]0,5, +\infty[$.

Pour $\sigma_I \in [-1, 0,5]$, quel que soit le niveau de charge appliqué, la déformation plastique générée est constante et ne dépend que du type de contrainte appliquée.

On a donc :

$$\frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} = g(\chi) \varepsilon^{imp} * \text{sgn}(\sigma_I) * \begin{pmatrix} e_{I1}^2 - \frac{1}{3} & e_{I1}e_{I2} & e_{I1}e_{I3} \\ e_{I2}e_{I1} & e_{I2}^2 - \frac{1}{3} & e_{I2}e_{I3} \\ e_{I3}e_{I1} & e_{I3}e_{I2} & e_{I3}^2 - \frac{1}{3} \end{pmatrix} \quad \text{IX-3}$$

$\varepsilon^{imp} = \varepsilon_c^{imp}$ pour $\sigma_I \in [-1, 0]$ et $\varepsilon^{imp} = \varepsilon_t^{imp}$ pour $\sigma_I \in [0, 0,5]$.

$$\frac{d\bar{\varepsilon}^p}{dt} = \frac{\partial \bar{\varepsilon}^p}{\partial \chi} \frac{d\chi}{dT} \frac{dT}{dt} \quad \text{IX-4}$$

Ce modèle simplifié a été intégré dans le logiciel Zebulon.

Comme pour le ZB, les coefficients de dilatation thermique ont été déterminés à partir de la mesure dilatométrique réalisée sans contact par laser. Des simulations d'essais de compression et de traction ont été effectuées, en utilisant les mêmes coefficients que ceux du modèle développé pour le ZB. La seule chose qui a été modifiée a été le module d'élasticité (Tableau IX-3).

Température (°C)	Module d'élasticité (GPa)
20	170
1050	153
1300	141
1500	120
1900	1
2500	0,01

Tableau IX-3 : Modules d'élasticité utilisés pour le modèle du Z70S, en fonction de la température

Une première simulation sans contrainte a été effectuée pour valider les coefficients numériques de dilatation thermique numérique (Figure IX-8).

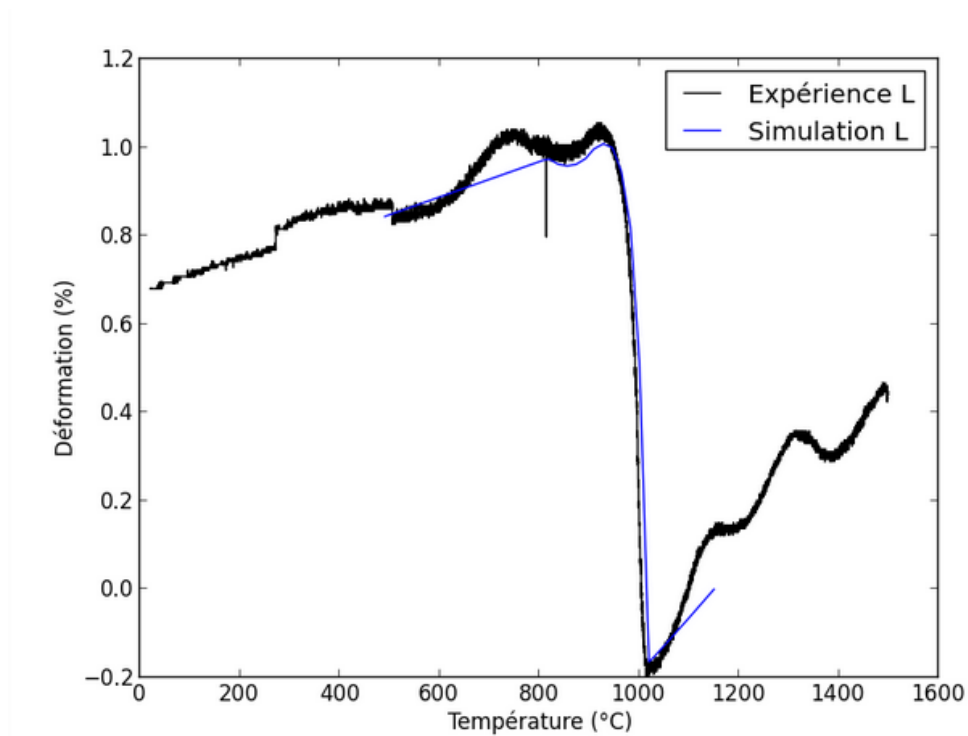


Figure IX-8 : Z70S – Comparaison entre expérience et simulation sans contrainte (dilatation simple)

La Figure IX-9 prouve que le modèle permet d'obtenir une bonne prédiction du comportement du Z70S sans avoir à modifier les paramètres principaux. Une meilleure précision pourrait certainement être obtenue en optimisant les paramètres du modèle pour le Z70S. En l'état, ces simulations du comportement du Z70S prouvent que l'utilisation du modèle Zirtrans développé pour le ZB est extrapolable, moyennant quelques modifications mineures, à d'autres matériaux, notamment à des réfractaires à plus faible teneur en zircone.

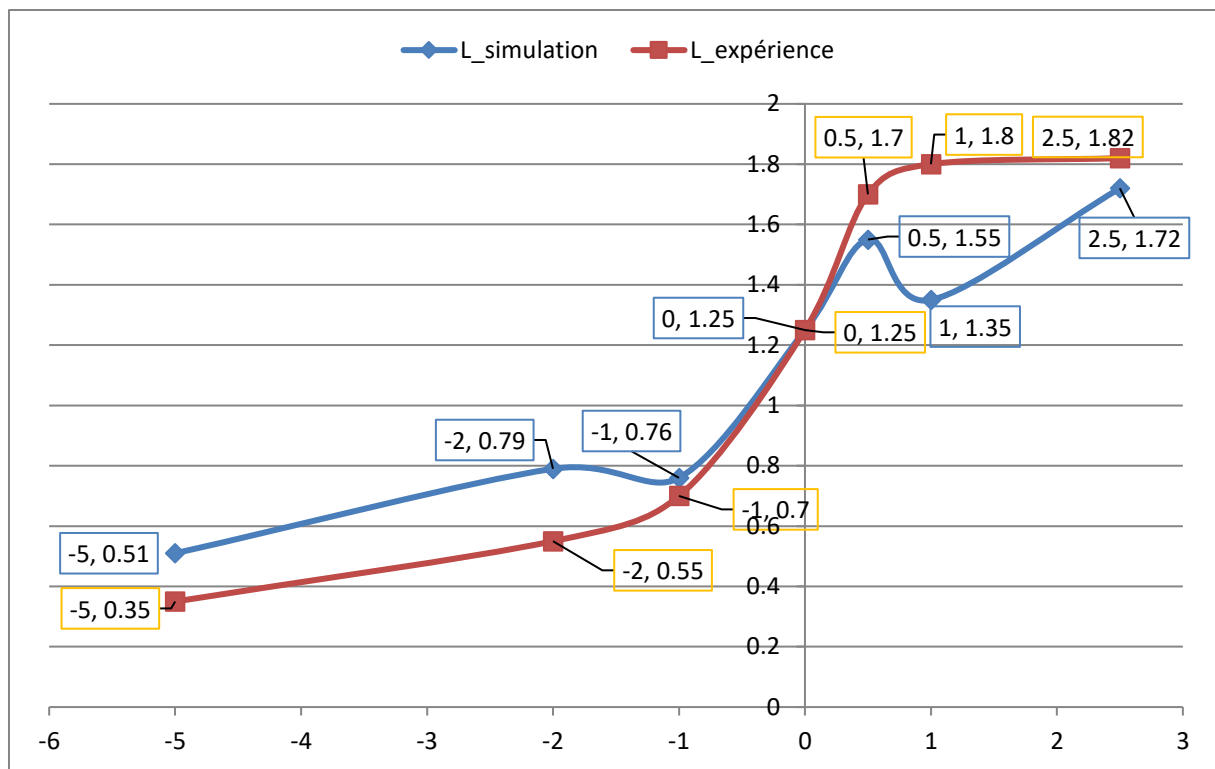


Figure IX-9 : Z70S – Comparaison entre expérience et simulation des essais de compression et de traction

X. Résumé et perspectives

X.1. Résumé

Les réfractaires électrofondus qui ont constitué l'objet de ce travail, appartiennent au système alumine-zircone-silice. Ils sont obtenus par coulée dans un moule à des températures supérieures à 2000 °C, rendant très difficile toute instrumentation. De nombreux phénomènes inhérents au matériau interviennent lors du refroidissement qui suit la coulée. Parmi ces derniers, ce travail a essentiellement porté sur la transformation de phase de tétragonale à monoclinique de la zircone (non stabilisée) au refroidissement, ainsi qu'aux phénomènes associés (gonflement, plasticité,...).

Un maillage tridimensionnel a été développé à partir de la configuration de coulées en format « bloc » pratiquées chez Saint-Gobain CREE. Le modèle thermique a été construit à partir des caractéristiques des matériaux fournies par Saint-Gobain CREE. L'enthalpie associée à la transformation de phase de la zircone a été prise en compte par une variation fictive de sa capacité calorifique, dont les valeurs ont été déterminées à partir de données issues de la littérature [62] et la mesure en DSC réalisée chez un laboratoire partenaire du projet (LEM3).

La limitation des mesures de température possibles nous a amenés à estimer certains paramètres du modèle grâce à une méthode inverse. Moyennant certaines hypothèses simplificatrices, le nombre de paramètres à optimiser par ce moyen a été réduit à deux : le coefficient d'échange thermique d'interface entre bloc et moule et la densité de l'agent de recuisson. L'équation de Maxwell-Eucken a été utilisée pour déterminer les propriétés thermiques de l'agent de recuisson à partir de sa densité.

La méthode inverse a permis d'obtenir des valeurs optimisées du coefficient d'échange thermique d'interface bloc-moule h et de la densité de l'agent de recuisson ρ ont été réalisées (cf. Tableau III-13) : l'erreur relative demeure inférieure à 4 % entre 1500 °C et 800 °C et devient quasiment négligeable dans l'intervalle de transformation de phase.

Paramètre	Valeur optimisée
h	$500 \text{ W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$
ρ	$1,1 \text{ kg}\cdot\text{m}^{-3}$

Tableau X-1 : Valeurs optimisées par méthode inverse des paramètres h et ρ

Cette simulation thermique a servi de base au calcul thermomécanique.

Les simulations prouvent que la température de l'ensemble bloc-moule devient rapidement quasiment homogène après la coulée. La différence de température entre le cœur du bloc et le moule devient inférieure à 6 % dès 1500 °C. Pour cette géométrie de pièce, à partir d'un temps assez court suivant la coulée, une bonne approximation de la température du bloc peut donc simplement être obtenue à partir d'une simple mesure de la température du moule. Néanmoins l'apparition des contraintes résiduelles étant liée aux gradients de température dans le bloc, l'estimation précise de ces derniers, en particulier durant la transformation de phase qui opère sur un intervalle de température très réduit, demeure indispensable.

Grâce à des essais mécaniques, les principales propriétés mécaniques du matériau ZB ont été caractérisées, pendant sa transformation de phase. Le taux de gonflement libre du matériau, qui correspond peu ou prou au taux de zirconie tétragonale transformée en monoclinique, a été choisi comme variable caractéristique du degré d'avancement de la transformation.

Le gonflement a été étudié sous trois aspects : le niveau du gonflement sans sollicitation mécanique, le niveau du gonflement avec application d'une contrainte et la cinétique de gonflement associée.

Trois dispositifs expérimentaux ont été utilisés : un extensomètre sans contact (cf. Figure IV-2, cf. Figure IV-3), une machine de compression (cf. Figure IV-6) et une machine de traction à éprouvette isotherme (cf. Figure IV-16, cf. Figure IV-15, cf. Figure IV-17). Les deux premières méthodes n'ont permis en continu que des mesures uniaxiales. Pour estimer le niveau du gonflement volumique, des mesures dimensionnelles avant et après essai ont été effectués (§ IV.2.1). Les niveaux d'allongement uniaxial et de gonflement volumique déterminés sont résumés respectivement dans les Figure IV-28 et Figure IV-29. Les principales caractéristiques mécaniques du matériau ZB ont ainsi été identifiées :

1. Sans contrainte, la transformation provoque un gonflement isotrope (cf. Figure IV-4) , et un intervalle de transformation de phase « mécanique » a été déterminé : [850 °C, 1025 °C] ;
2. Le gonflement est modifié et orienté par l'application d'une contrainte (cf. Figure IV-28 et cf. Figure IV-29) ;
3. Les déformations dépendent du niveau de contrainte (cf. Figure IV-28, cf. Figure IV-29) ;
4. Les contraintes de compression et de traction provoquent des effets dissymétriques (cf. Figure IV-28, cf. Figure IV-29) ;
5. L'ensemble des phénomènes est contrôlé par la température : une variation de cette dernière est nécessaire pour activer ces phénomènes (cf. Figure IV-24, cf. Figure IV-25).

Le module d'élasticité tangent ne varie que peu pendant la transformation de phase (cf. Figure IV-27).

A partir de caractérisations réalisés en laboratoire, les lois de comportements mécaniques en cours de transformation ont été établies et modélisées. En particulier, la plasticité à très bas seuil observée a été décrite par une vitesse de déformation inspirée du modèle de Leblond, une fonction d'écoulement de type Cam-clay sans consolidation et une fonction g définissant l'avancement de la transformation en fonction de la température. Le modèle a été implémenté dans le code de calcul Zébulon. Une étude paramétrique des influences des coefficients du modèle a été tout d'abord menée, dont les résultats ont servi de références pour l'optimisation de ces derniers. Parmi les coefficients, K , M , g , ε_c^{imp} et ε_t^{imp} ont été ajustés par méthode inverse sur la base des résultats des essais de compression (1 et 2 MPa) et des essais de traction (0,5 MPa). La fonction g a été définie à partir des résultats d'essais à dilatation linéaire empêchée. Deux formes de fonctions g ont été utilisées : une fonction g sous forme gaussienne asymétrique et une fonction g déterminée par approximations successives. La première s'est avérée moins précise que la deuxième pour la description de l'évolution de la vitesse de la déformation plastique au cours de la transformation de phase. Par contre, elle autorise un meilleur compromis entre temps de calcul et précision.

Le modèle ainsi optimisé a été validé par une confrontation avec des résultats d'essais sous contraintes non-uniformes (flexion trois points et flexion biaxiale sur disques). Trois niveaux de contraintes ont été appliqués : 1, 2 et 5 MPa. Pour l'essai de flexion trois points, mises à part quelques particularités expérimentales de comportement (inexpliquées mais reproductibles), le modèle développé produit une description satisfaisante des résultats expérimentaux obtenus. Pour l'essai de flexion biaxiale, de nouvelles particularités expérimentales, présentes pour les trois niveaux de contraintes, entravent la confrontation avec le modèle numérique. L'amélioration de la performance du modèle nécessiterait la compréhension des phénomènes expérimentaux observés (reproductibles mais pour l'instant inexpliqués), et leur prise en compte dans le modèle. Un troisième essai de validation original nommé « essai sous gradient thermique » a été conçu, réalisé et mis en œuvre. Malgré le soin pris pour optimiser les conditions d'essai, l'effet des phénomènes intervenant au chauffage (transformation M-T), ainsi que la forme « en cuvette » de la répartition longitudinale des températures, due aux pertes thermiques latérales empêchant l'obtention d'un gradient thermique uniaxial, introduisent des incertitudes expérimentales qui interdisent toute validation fiable.

Ce modèle a été assemblé avec les autres composantes du comportement mécanique (fluage, élasticité), pour décrire l'ensemble des phénomènes mécaniques observés lors du refroidissement.

L'application du modèle mécanique complet a permis de calculer l'évolution du champ des contraintes généré par les gradients thermiques en fonction du temps et, en particulier, de mettre en évidence le rôle essentiel joué par la transformation de phase sur la relaxation des contraintes. Le modèle est actuellement utilisé chez Saint-Gobain CREE pour optimiser la fabrication de nouveaux composants de fours verriers et/ou de nouveaux matériaux.

X.2. Perspectives

Si le modèle donne actuellement satisfaction chez Saint Gobain CREE en tant qu'outil d'aide à la réalisation de nouveaux produits, il demeure perfectible. Sa principale limite actuelle demeure un déficit de validation, que ce soit au plan thermique qu'au plan mécanique.

Au plan thermique, force est de constater que le format parallélépipédique sans masselotte choisi pour l'étude n'était sans doute pas le plus judicieux, la retassure modifiant considérablement la géométrie supérieure du bloc et ses échanges thermiques avec l'extérieur. Une validation sur des formats plus importants de pièces industrielles réalisées en usine pourrait aider à conforter le modèle.

Par ailleurs, étant données les températures de coulée des réfractaires électrofondus (de l'ordre de 2500 °C), l'instrumentation par thermocouples de l'intérieur du moule s'est avérée quasi-impossible. La tentative faite à l'aide d'un thermocouple Tungstène/Rhénium situé dans un tube graphite sous balayage d'argon a conduit à une sous-estimation des températures mesurées en raison de l'effet de « puits de chaleur » induit par le tube graphite, le balayage d'argon et le thermocouple lui-même. Dès lors, seule l'instrumentation thermique du moule en graphite et de la caisse de coulée demeure possible, mais requiert l'utilisation de certaines hypothèses fortes pour « remonter » au champ de température dans le bloc lui-même.

Une autre technique consisterait à détecter des phénomènes affectant le bloc et intervenant à des températures connues. Malheureusement, dans notre cas, aucun phénomène de ce type (fin de solidification et transformation de phase) n'a donné lieu à une émission acoustique suffisamment caractéristique pour pouvoir être déconvoluée de l'ensemble des bruits émis par la caisse de coulée lors du refroidissement (§ VIII.8). De ce point de vue, la coulée d'un matériau « modèle », plus simple que les réfractaires électrofondus, présentant un phénomène physique à « signature » caractéristique intervenant à une température bien définie, pourrait aider à valider la partie thermique du modèle. Enfin, un bilan entre l'énergie fournie par la coulée du réfractaire (énergie thermique et enthalpies de changements de phases) et celle répartie dans la caisse de coulée après retour à un état thermique quasi-statique, associée à une analyse temporelle des flux thermiques entre bloc et moule, permettrait de vérifier la cohérence du calcul : le temps imparti à la réalisation de cette thèse n'a malheureusement pas permis de réaliser ces calculs.

Au plan mécanique, des mesures de contraintes macroscopiques apparaissent extrêmement difficiles –voire impossible– à réaliser au cours du refroidissement qui suit la coulée. Des mesures (par exemple par DRX) pourraient être envisagées à hautes températures, mais paraissent toutefois délicates à mener étant données les dimensions importantes des blocs. Enfin, des méthodes consistant à mesurer les déformations induites par des découpes de blocs après retour à température ambiante, dans la ligne des essais exploratoires pratiquées par Fanny GOURAUD ⁹, pourraient sans doute être affinées pour donner des résultats plus probants.

Demeure enfin dans notre cas la question classique posée par les calculs par éléments finis : une fois des contraintes calculées et minimisées pour la réalisation d'un nouveau composant et/ou d'un nouveau matériau, comment évaluer les chances de succès d'une coulée ? Ce problème est directement lié à la définition de critères de rupture et/ou de tolérance à l'endommagement d'un matériau soumis à des sollicitations données. Dans le cadre d'ASZTech, Fanny GOURAUD ⁹ a démontré que les réfractaires électrofondus soumis à des sollicitations à déformations imposées (ce qui est le cas du refroidissement post-coulée) pouvaient présenter une certaine tolérance au dommage sous forme de multifissuration. Cette capacité d'adaptation du matériau, corrélée à son énergie de rupture, s'est avérée être très supérieure pour le ZB que pour le Z70S, corroborant en cela la réalité constatée lors des coulées, à savoir une fabrication plus aisée du ZB que du Z70S. Cette notion de tolérance au dommage (c'est-à-dire de résistance à une rupture fragile brutale) dépend certainement de beaucoup de facteurs dont les importances respectives restent à déterminer : niveaux et types de contraintes (traction, cisaillement, uni- ou multi-axiales...), niveau et vitesse de déformation imposés, ténacité... Cet aspect du problème mériterait certainement des études plus poussées, car il joue très probablement un rôle très important, non seulement dans la capacité de fabrication des matériaux, mais également dans leur aptitude à résister à certaines sollicitations exceptionnelles rencontrées en service dans les fours verriers.

ANNEXE

ANNEXE 1

Référence	Année	Méthode expérimentale	Ms(Onset cooling) (K)	(°C)	Commentaires
Aldebert et al.	1975	HTXRD (High-temperature X-ray diffraction)	1243	970	Pure Zirconia
Wolten	1963	HTXRD	1183	910	Pure Zirconia
Moyenne			1213	940	
Ecart-type			30	30	
Perry et al.	1985	RS (Raman scattering)	1273	1000	
Moyenne					
Ecart-type					
Boysen et al.	1991	ND (neutron diffraction)	1373	1100	Pure Zirconia
Simeone et al.	2003	ND	1390	1117	Pure Zirconia
Frey et al.	1990	ND	1285	1012	Pure Zirconia
Moyenne			1349,3	1076,3	
Ecart-type			46	46	
Ruh et al.	1968	DTA (Differential thermal analysis)	1311	1038	Pure Zirconia
Mitsubishi and Fujiki	1973	DTA	1343	1070	Pure Zirconia
Ruh et al.	1984	DTA	1318	1045	
Shevchenko et al.	1987	DTA	1283	1010	Pure Zirconia
Duran et al.	1990	DTA	1273	1000	
Andrievsakaya and Lopatp	1995	DTA	1284	1011	
Wang and al.	2006	DTA, extrapolated	1305	1032	
Moyenne			1302,4	1029,4	
Ecart-type			22,5	22,5	
Adams et al.	1985	Dilatometry	1321	1048	Pure Zirconia
Kasper and Troyanchuk	1997	Dilatometry	1317	1044	
Hayakawa et al.	1999	Dilatometry	1320	1047	
Moyenne			1319,3	1046,3	
Ecart-type			1,7	1,7	
Yashima et al.	1995	DSC (Differential scanning calorimetry)	1323	1050	Pure Zirconia
Suresh et al.	2003	DSC	1286	1013	
Moriya and Navrotsky	2006	DSC	1325	1052	Pure Zirconia
Moyenne			1311,3	1038,3	
Ecart-type			17,9	17,9	

Tableau A-1 : Tableau de synthèse de la température du déclenchement de la transformation de phase de la zircon T-M

Méthode expérimentale	Moyenne (K)	Moyenne (°C)	Ecart-type (°C)
HTXRD	1213	940	30
RS	1273	1000	0
ND	1349,3	1076,3	46
DTA	1302,4	1029,4	22,5
Dilatometry	1319,3	1046,3	1,7
DSC	1311,3	1038,3	17,9
Total		1021,7	19,7

Tableau A-2 : Analyse statistique de la température du déclenchement de la transformation de phase de la zircon T-M pour différentes méthodes expérimentales

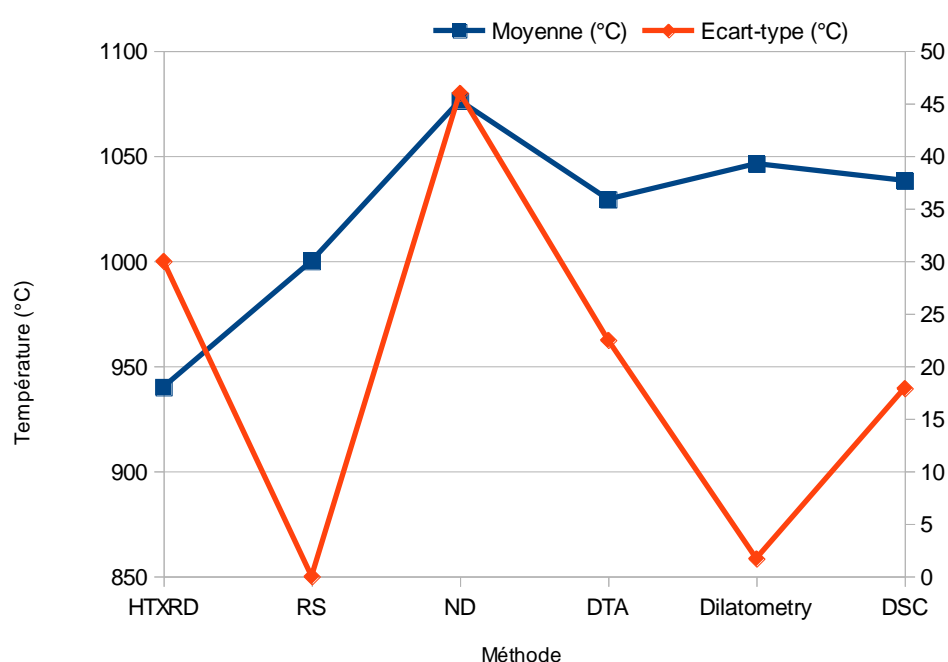


Figure A-0-1 : Analyse statistique de la température du déclenchement de la transformation de phase de la zircon T-M pour différentes méthodes expérimentales

On voit que la moyenne globale est de 1021 °C. La moyenne des mesures effectuées avec la zircon pure vaut 1055 °C, avec un écart-type de 33,9 °C (Tableau A-3). La présence d'impuretés dans la zircon tend donc à diminuer la Ms.

Ref de zircon pure	Ms(K)	Ms (°C)
Boysen et al. (DN)	1373	1100
Simeone et al. (DN)	1390	1117
Frey et al. (DN)	1285	1012
Ruh et al. (DTA)	1311	1038
Mitsuhashi and Fujiki (DTA)	1343	1070
Shevchenko et al. (DTA)	1283	1010
Adams et al. (Dilatometry)	1321	1048
Yashima et al. (DSC)	1323	1050
Moriya and Navrotsky (DSC)	1325	1052
Moyenne	(K)	(°C)
	1328,2	1055,2
Ecart-type	33,9	

Tableau A-3 : Analyse statistique de la température du déclenchement de la transformation de phase de la zircon T-M pour les mesures avec zircon pure

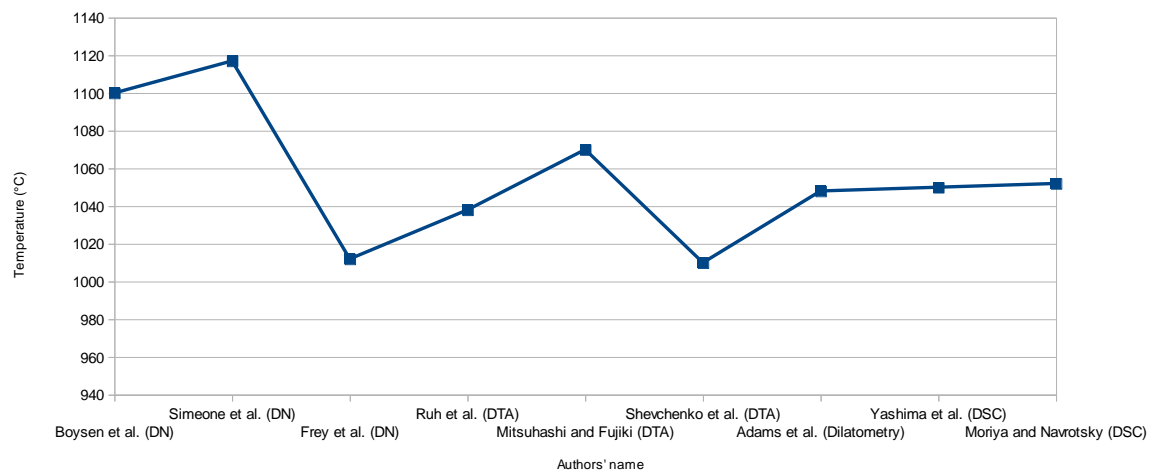


Figure A-0-2 : Moyenne de la transformation de phase Ms de la zircon T-M pour les mesures effectuées sur de la zircon pure

ANNEXE 2

T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ·K ⁻¹ ·m ⁻³) 3)	T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ·K ⁻¹ ·m ⁻³)
20	2590	1350	3795
50	2590	1400	4014
100	2743	1450	4538
150	2889	1472.04	5426
200	3001	1500	3502
250	3092	1550	3506
300	3166	1600	3512
350	3228	1650	3521
367.7	3265	1700	3531
400	3291	1750	3566
448.85	3328	1800	3603
450	6048	1850	3623
500	3372	1900	3651
550	3408	1950	3695
600	3440	2000	3770
650	3469	2050	3930
700	3495	2100	4507
750	3519	2150	6794
800	3541	2200	6858
850	3562	2250	6912
900	3581	2300	7427
950	3599	2350	8371
1000	3617	2400	9975
1019.38	3628	2410.17	11416
1050	3809	2450	18543
1094.3	3669	2500	14194
1100	3862	2550	21942
1150	3706	2600	12906
1170.3	3692	2650	4091
1200	12801	2700	4092
1250	3932	2750	4091
1272.16	4088	2760.02	4096
1300	3699	2800	4284

Tableau A-4 : Valeurs en fonction de la température de capacité thermique volumique fournies par le logiciel FactSage pour le réfractaire ZB

La loi des mélanges constitue un autre moyen de calculer ces valeurs en fonction de la température :

T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)	T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)
940	3657	1726,85	3738
950	3665	1800	3816
960	3698	1895	3832
970	3990	1900	8849
980	6553	2000	8866
990	15847	2100	8817
992	16506	2200	8834
1000	12187	2300	8851
1010	4443	2400	8867
1020	3726	2500	3868

Tableau A-5 : Valeurs en fonction de la température de capacité thermique volumique fournies par la loi des mélanges pour le réfractaire ZB

Le logiciel FactSage permet de déterminer la capacité calorifique volumique de matériaux, en prenant en compte tous les phénomènes intervenant pendant le refroidissement et inscrits dans sa base de donnée, y compris la formation éventuelle d'eutectiques. Les valeurs déterminées à partir de la variation d'enthalpie calculée par FactSage sont détaillées dans Tableau A-5. Ces données d'enthalpie associée à la transformation de phase sont aussi basées sur des mesures au chauffage et concernent donc la transformation de phase M-T.

T (°C)	$\rho \cdot C_p$ (kJ*K ⁻¹ *m ⁻³)
1150	3706
1170,3	3692
1200	12801
1250	3932
1272,16	4088
1300	3699

Tableau A-6 : Valeurs en fonction de la température de capacité thermique volumique fournies par le logiciel FactSage pour le réfractaire ZB, pendant la transformation de phase

ANNEXE 3

T (°C)	Cp (J*K ⁻¹ *kg ⁻¹)	T (°C)	Cp (J*K ⁻¹ *kg ⁻¹)
25	456	1206.85	2337
26.85	457	1216.85	809
126.85	516	1226.85	669
226.85	547	1236.85	655
326.85	568	1246.85	654
426.85	583	1326.85	656
526.85	596	1426.85	660
626.85	607	1526.85	663
726.85	617	1626.85	666
826.85	626	1726.85	669
926.85	635	1800	672
1026.85	643	1895	675
1126.85	652	1900	675
1146.85	654	2000	678
1156.85	656	2100	682
1166.85	662	2200	685
1176.85	720	2300	688
1186.85	1225	2400	691
1196.85	3059	2500	695
1198.85	3189		

Tableau A-7 : Valeurs en fonction de la température de capacité calorifique massique de la zircone pure ⁶²

T (°C)	Cp (J*K ⁻¹ *kg ⁻¹)	T (°C)	Cp (J*K ⁻¹ *kg ⁻¹)
25	775	1206.85	1295
26.85	779	1216.85	1296
126.85	942	1226.85	1297
226.85	1041	1236.85	1299
326.85	1103	1246.85	1300
426.85	1147	1326.85	1308
526.85	1178	1426.85	1317
626.85	1202	1526.85	1325
726.85	1223	1626.85	1333
826.85	1242	1726.85	1339
926.85	1258	1800	1343
1026.85	1272	1895	1349
1126.85	1286	1900	1349
1146.85	1288	2000	1355
1156.85	1289	2100	1362
1166.85	1290	2200	1368
1176.85	1292	2300	1374
1186.85	1293	2400	1380
1196.85	1294	2500	1386
1198.85	1294		

Tableau A-8 : Valeurs en fonction de la température de la capacité calorifique massique de l'alumine ⁶⁹

T (°C)	Cp (J*K ⁻¹ *kg ⁻¹)
25	761
26.85	763
126.85	895
226.85	991
326.85	1056
426.85	1108
526.85	1149
626.85	1171
726.85	1190
826.85	1205
926.85	1219
1026.85	1230
2500	1230

Tableau A-9 : Valeurs en fonction de la température de la capacité calorifique massique du verre ⁷⁰

ANNEXE 4

Bubble extension of hyper-reduced models for temperature gradient assessment in casting solidification simulation

Yang Zhang, David Ryckelynck, Michel Boussuge

MINES ParisTech, PSL Research University, MAT-Centre des matériaux, CNRS UMR 7633, BP 87 91003 Evry, France

Corresponding author : David Ryckelynck, david.ryckelynck@mines-paristech.fr

November 8, 2016

1 Highlights

- POD modes fail to perform robust hyper-reduced predictions when considering non-academic transient thermal problems involving nonlinear heterogeneous materials.
- We show accurate hyper-reduced solidification simulations of high zirconia fused-cast refractories by using an extended hyper-reduced order model.
- Additional modes, termed bubble modes, are extracted from POD modes by using an image segmentation technique.
- A metamodel generated by extended hyper-reduced simulations have been used for the calibration of two thermal parameters.

2 Abstract

The lack of robustness of POD modes is shown on a non-academic case of study. We consider, casting moulds designed by the recourse to finite element simulations. These simulations generate a large amount of numerical data like temperature fields for instance. These data are incorporated in reduced order models that accelerate both the predictions used for monitoring solidification and the predictions used for calibrating numerical models. This work presents a method that improves hyper-reduced thermal models without requiring additional finite element simulation. A practical engineering case of high-zirconia refractories solidification is considered. The nonlinear material behavior and the strong heterogeneities of thermal diffusivity in the mold make the usual hyper-reduction technique not accurate enough. We propose to improve the way empirical modes are extracted from available numerical data. Bubble modes are introduced to expand the reduced basis generated by singular value decomposition. Contrary to usual empirical modes, bubble modes have a local support. The related hyper-reduced thermal model has then shown to be more accurate. The proposed protocol is versatile enough in order to incorporate the real location of thermocouples in the hyper-reduced model, after the mold has been placed in an experimental setup.

keywords: solidification simulation; model reduction; calibration; High zirconia fused-cast refractories; region growing algorithm

3 Nomenclature

C Specific heat, $\text{J kg}^{-1}\text{K}^{-1}$
 \mathbf{B} Matrix of additional bubble modes
 \mathbf{g}_β Vector of nodal values related to a single bubble
 k heat conductivity, $\text{W m}^{-1}\text{K}^{-1}$
 N Number of POD modes
 N^h Number of finite element degrees of freedom
 N^Q Number of snapshots
 \mathbf{Q} Matrix of snapshots, K, W m^{-2}
 \mathbf{q}^n Finite element solution at discrete time t^n
 \mathbf{R} Residual matrix of the singular value decomposition
 \mathbf{r}^n Residual of the finite element heat equations at discrete time t^n
 \mathbf{S} Matrix of singular values
 T Temperature forecast by the finite element method, K
 \hat{T} Temperature forecast by the hyper-reduction method, K
 \mathbf{V} Matrix of POD reduced vectors, K
 $\hat{\mathbf{V}}$ Matrix of reduced vectors extended by bubble modes, K
 \mathbf{W} Matrix of right eigenvectors in the singular value decomposition
 \mathbf{Z} Truncated identity matrix
 ϵ_{tol} Tolerance for the singular value decomposition
 ϵ_R Tolerance for residue of the finite element heat equation
 $\boldsymbol{\gamma}$ Vector of reduced coordinates
 $\hat{\boldsymbol{\gamma}}$ Vector of extended reduced coordinates
 $(\varphi_i)_{i=1}^{N^h}$ Finite element shape functions
 $(\psi_k)_{k=1}^N$ POD mode
 $(\zeta_k)_{k=1}^{N^B}$ Bubble modes
 $\boldsymbol{\mu}$ Vector of parameters
 Ω Domain occupied by the mold
 ρ Density, kg m^{-3}

4 Introduction

High zirconia fused-cast refractories (HZ refractories) are increasingly widely-used for the construction of glass furnaces. Their excellent corrosion resistance is especially appreciated for producing high quality glass with very few flaws, for making LCD or plasma screens, for example [1]. The fabrication process consists in casting, at 2500°C , a fused mixture of oxides in a graphite mould surrounded by a heat insulating material, and supported by a bloc of concrete. Here, the insulating material is a porous alumina.

Nowadays, most of design procedures generate a large number of numerical simulations. When designing a mold, thermal solidification simulations are performed several times with different mold parameters or material parameters. This procedure generates a large amount of numerical data, like temperature fields for instance. In usual protocols, most of these data are ignored after the design process although many approaches are available to better exploit them in further solidification predictions by using reduced model. Such predictions are required when monitoring the solidification process or when calibrating the thermal parameters of the solidification model in order to replicate experimental temperatures. In this paper, the simulation protocol proposed in [2] for model calibration in heterogeneous plasticity is extended to casting solidification simulations. During the preparation of the mold, after its design, we have time to develop hyper-reduced order models that aim to accelerate simulations used for process monitoring or model calibration. This approach can be viewed as a continuation of the approach proposed in [3] on model reduction of the heat equation. The proposed protocol is shown in Figure 1.

In general, the robustness and the accuracy of a reduced order model are often tested on academic numerical examples. In this paper, we consider a nonlinear transient problem very close to a realistic case of a HR refractory solidification. Attention is paid to accurately capture, by an hyper-reduced order model (HROM), the temperature sensitivity to variation of both: a heat transfer coefficient between the melted material and the mold; and the density of a heat insulating material. In this non-academic case of study, the lack of robustness of the proper orthogonal decomposition (POD) [4] requires the development of an improved reduced basis for the hyper-reduced order model.

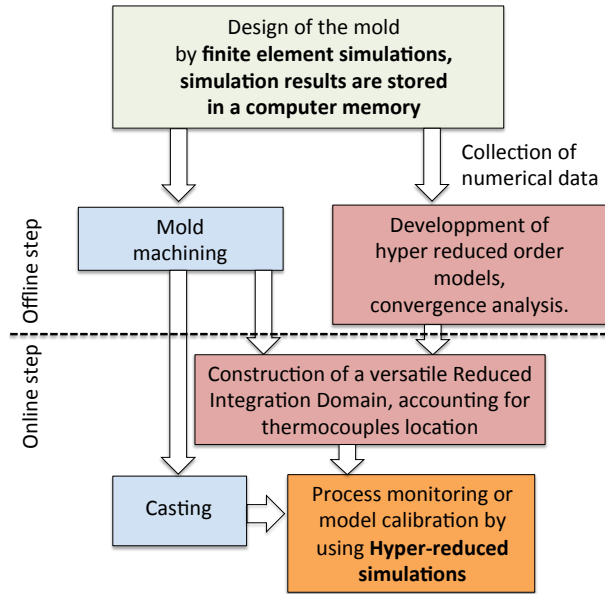


Figure 1: Simulation protocol for a better exploitation of available simulation results for the purpose of model calibration or process monitoring.

The dimensionality of data can be reduced by principal component analysis (PCA), also termed

proper orthogonal decomposition (POD) [4], or neural networks [5]. Model order reduction means more than just reducing data. The predictions forecast by reduced order models (ROMs) are solutions for reduced physical equations in which all the physical parameters of an original full order model (FOM) are preserved. The FOM could be a finite element model or a finite volume model. The original equations are projected onto a reduced space. In this context, the POD extracts from stored data, reduced bases for the approximation of temperature fields.

Let's denote by $\mathbf{Q} \in \mathbb{R}^{N^h \times N^Q}$ the matrix of data related to available temperature predictions at the end to the design process. N^h is the number of nodes in the mesh of the original finite element model. Each column of \mathbf{Q} corresponds to a vector of all the nodal values of a temperature field available in the database. The POD reduced vector, also termed POD modes, are stored in a matrix denoted by $\mathbf{V} \in \mathbb{R}^{N^h \times N}$. They are the solutions of the singular value decomposition (SVD) of \mathbf{Q} :

$$\mathbf{Q} = \mathbf{V} \mathbf{S} \mathbf{W}^T + \mathbf{R}, \quad \|\mathbf{R}\| < \epsilon_{tol} \|\mathbf{Q}\| \quad (1)$$

where $\mathbf{S} \in \mathbb{R}^{N \times N}$ is the diagonal matrix of the highest singular values and $\mathbf{W} \in \mathbb{R}^{N^Q \times N}$ is the matrix of right eigenvectors. ϵ_{tol} is a numerical parameter that truncates the SVD. When introducing the residual of FOM equations at discrete time t^n , denoted by $\mathbf{r}^n \in \mathbb{R}^{N^h}$, the Galerkin projection of these equations to the reduced space reads:

$$\mathbf{V}^T \mathbf{r}^n(\mathbf{q}^n, \mathbf{q}^{n-1}; \boldsymbol{\mu}) = 0, \quad \mathbf{q}^j = \mathbf{V} \boldsymbol{\gamma}^j(\boldsymbol{\mu}), \quad i = 1, \dots, n, \quad n > 1 \quad (2)$$

where $\boldsymbol{\mu}$ is the vector of model parameters, and \mathbf{q}^n is the approximate vector of the nodal temperature at discrete time t^n using the reduced basis \mathbf{V} . \mathbf{r}^n is the residual of the FOM equations. It is a nonlinear function of temperature predictions \mathbf{q}^n and \mathbf{q}^{n-1} . At time step t^n , the variables of the reduced equations are $\boldsymbol{\gamma}^n$. In practice, N is several orders of magnitude lower than N^h . There is no guaranty that the data stored in \mathbf{Q} generate an accurate ROM for all the values of $\boldsymbol{\mu}$ in a given parameter space \mathcal{D} . In general, we can guarantee that the ROM solution error is bounded by a prescribed scalar over a finite set of 'training points' in the parameter space [6]. Usually, the accuracy of the reduced prediction is admitted to be acceptable if the residual of the FOM equations is small enough [7]:

$$\|\mathbf{r}^n(\mathbf{V} \boldsymbol{\gamma}^n(\boldsymbol{\mu}), \mathbf{V} \boldsymbol{\gamma}^{n-1}(\boldsymbol{\mu}); \boldsymbol{\mu})\| < \epsilon_R, \quad \forall n > 1 \quad (3)$$

Obviously, the smaller the extent of the parameter space \mathcal{D} around available training points, the better the ROM accuracy over this domain. Some methods have been proposed to tailor the ROM to specific regions of the parameter space [8, 9, 10, 11], time domain [11, 12], and state space [13, 14]. And few methods exist to improve a ROM solution when residuals are too high. A greedy sampling of the parameter space is proposed in [15] in order to rapidly locate the worst point in a training set where a new FOM solution is added to the reduced basis, and proceeded until ROM accuracy is satisfactory. For transient problems, the extension of the ROM can be performed on the fly during the incremental solution of the equations [7, 16]. If at the end of a time step the residuals are too large, a new solution of the full order equations over one time step is added to the reduced basis. The extension of reduced bases by using Krylov subspaces has also been proposed in [17, 7, 18, 19].

However, all these reduced-basis extensions involve large scale operations or they require the development of intrusive algorithms in software used for the numerical solution of the FOM. Our goal is to better exploit the available data in \mathbf{Q} to improve the reduced bases \mathbf{V} , prior to considering

such adaptive procedures. Similarly to the mode-splitting procedure proposed in [20], we introduce additional modes with compact support, without incurring new solution of heat equation. But instead of considering k-means clustering of data as it is done in [20], we take advantage of spatial fluctuations of POD modes to define additional bubble modes.

To achieve the expected simulation speedups for nonlinear models, we incorporate the additional bubble modes in a hyper-reduced order model. For the reduced setting of the heat equation, we only need N independent equations on $\mathbf{r}^n \in \mathbb{R}^N$, at discrete time t^n . In the usual Galerkin setting of the reduced equations, the residual \mathbf{r}^n is fully computed although it is related to a very large number of discrete heat equations, and then it is projected to the reduced space according to Equation (2). Therefore, the Galerkin setting involves large operations at each iteration of the Newton-Raphson algorithm used to solve the nonlinear reduced equations. This makes the Galerkin projection ineffectual in many nonlinear problems, because of longer computational time than that of the finite element. Hyper-reduction methods have been proposed to limit the computation of residual to few entries, r_i $i \in \mathcal{F}$, in order to setup hyper-reduced heat equations. Various approaches have been developed for that purpose:

- interpolation methods [21, 22] or the gappy POD method [23, 24] that estimate a surrogate residual $\tilde{\mathbf{r}}^n$ by using only $(r_i^n)_{i \in \mathcal{F}}$; in interpolation methods, \mathcal{F} is generated by the method itself such that $[v_{ik}]$ $i \in \mathcal{F}$ $k = 1, \dots, N$ is a square matrix of rank N ;
- cubature methods [25] that estimate the spacial integrals involved in the product $\mathbf{V}^T \mathbf{r}^n$ by using unassembled residuals;
- boundary value problems restrained to a reduced integration domain (RID) [26], denoted by Ω_Z , whose extent is the union of few shape function supports $\Omega_Z = \cup_{i \in \mathcal{F}} \text{supp}(\varphi_i)$.

We adopt the last approach for the following practical reason: it preserves the usual assembly loop on the elements involved in finite element simulations. Here, we have implemented this method in the in-house code Zset (<http://www.zset-software.com>).

In Section 5 of this paper, the investigated thermal problem is presented in details. In Section 6, the proposed reduced basis extension is exposed. The related hyper-reduced order model is presented in Section 7. In the last section, we discuss the numerical results related to the accuracy, the computational speedup and the calibration of parameters. This calibration is performed by the recourse to a metamodel generated by the proposed hyper-reduced order model.

In the remainder of this paper, matrices are denoted by capitalized bold letters, vectors by lowercase bold letters, scalars by lowercase letters, and sets by caligraphic letters. The columns of a matrix $\mathbf{A} \in \mathbb{R}^{m \times n}$ are denoted by $\mathbf{a}_i \in \mathbb{R}^m$ for $i = 1, \dots, n$, such that $\mathbf{A} := [\mathbf{a}_1, \dots, \mathbf{a}_n]$. The scalar-valued matrix elements are denoted by a_{ij} such that $\mathbf{a}_j^T = [a_{1j}, \dots, a_{mj}]$.

5 Thermal simulation of zirconia solidification

Hyper-reduction is applied to a practical engineering case of study, where the mold contains very heterogeneous materials. Effect of heterogeneities on model reduction efficiency is rarely debated in the scientific literature. We can refer the reader to [27] for instance. We denote by Ω_o , Ω_g , Ω_a ,

Ω_c and Ω the domains occupied by the melted oxides, the graphite casing, the porous alumina, the concrete and the filled mold respectively:

$$\Omega = \Omega_o \cup \Omega_g \cup \Omega_a \cup \Omega_c \quad (4)$$

The initial temperature of the mold is 20°C. Zirconia crystallizes in the liquid phase to form a saturated dendritic structure. In the final material, zirconia constitutes 88 vol% of the material and the residual glassy phase 12 vol%. Figure 2 shows a finite element model of the mold filled by melted oxides at the beginning of the solidification process. Here, we have considered that melted oxides have a constant thermal conductivity: $k_o = 2.4 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$ [28] and a temperature dependent volumetric heat to account for a phase transition at 1000°C such that:

$$\rho_o C_o(T) = 3.10^6 \text{ J m}^{-3}\text{K}^{-1} \quad T < 950^\circ\text{C} \text{ or } T > 1050^\circ\text{C} \quad (5)$$

$$\rho_o C_o(T) = 17.10^6 - 14.10^6 \frac{(T-1000.)^2}{2500.} \text{ J m}^{-3}\text{K}^{-1} \quad T \in [950^\circ\text{C}, 1050^\circ\text{C}] \quad (6)$$

where ρ_o is the oxides density and C_o the specific heat. Several parameters must be calibrated to replicate monitored temperatures at point B and C in Figure 2. Here, we restrict our attention to two parameters:

- h , the heat conductivity between the external face of Ω_o and the graphite part of the mold,
- ρ_a , the density of the porous alumina.

Hence $\mu = [h, \rho_a]$. In the sequel, the range of variation of heat transfer coefficient h is $[80. \text{ W m}^{-2}\text{K}^{-1}, \dots 800. \text{ W m}^{-2}\text{K}^{-1}]$ and the range of density variation for alumina is $[800. \text{ kg m}^{-3}, \dots 1200. \text{ kg m}^{-3}]$.

The parameters can change significantly from one solidification to another. By following the Maxwell-Eucken law [29], the thermal conductivity of alumina depends on its density. Here the solid content of the powder is less than 50% of the volume fraction, then:

$$k(\rho_a) = \tilde{k} \frac{1 - (1 - \frac{\alpha k_s}{\tilde{k}}) (1 - \epsilon)}{1 + (\alpha - 1) (1 - \epsilon)} \quad (7)$$

$$\alpha = \frac{3 \tilde{k}}{2 \tilde{k} + k_s} \quad (8)$$

$$\epsilon = 1 - \frac{\rho_a}{\rho_s} \quad (9)$$

where ρ_s and k_s are alumina density and conductivity respectively, when there is no pore ($\rho_s = 3.97 \text{ kg m}^{-3}$). \tilde{k} is the air conductivity. It is temperature dependent by following [30]. k_s is also temperature dependent according to [31]:

$$k_s(T) = 5.5 + 34.5 \exp(-0.0033 (T - 273.)) \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1} \quad (10)$$

The specific heat of alumina is $C_a = 1900. \text{ J kg}^{-1}\text{K}^{-1}$ [31]. The concrete has thermal coefficients similar to granite: $k_c = 2.6 \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1}$, $\rho_c C_c = 2.5 10^6 \text{ J m}^{-3}\text{K}^{-1}$. Graphite casing properties can be found in [1]. They approximately fulfill the following equations:

$$k_g = \max(-0.05 T + 94., 33.) \text{ W m}^{-1}\text{K}^{-1} \quad (11)$$

$$\rho_g C_g = \min(2.10^3 T + 1.6 10^6, 3.10^6) \text{ J m}^{-3}\text{K}^{-1} \quad (12)$$

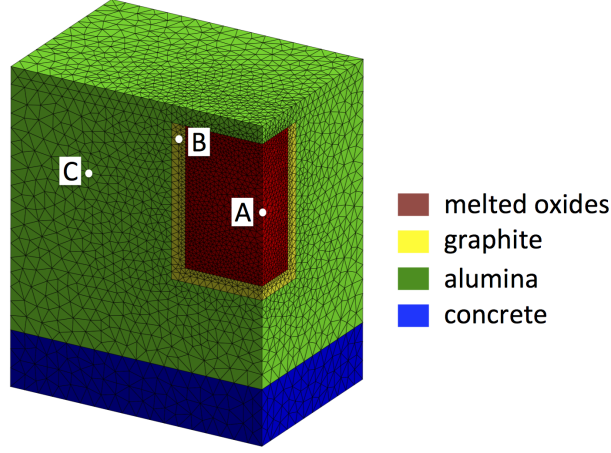


Figure 2: Solidification of zirconia refractories in a mold made of a graphite casing surrounded by porous alumina and supported by a block of concrete. During the solidification, temperature is monitored by thermocouples at point B and C. Simulation outputs are considered in point A, B and C.

At the beginning of the solidification, the equivalent thermal diffusivity of graphite is two order of magnitude higher than the equivalent diffusivity of the melted oxides and concrete, and depending on ρ_a , it can be three orders of magnitude higher than the diffusivity of alumina.

The finite element method is used to define the FOM of the heat equation (e.g., Bathe, 2002; Zienkiewicz et al., 2006). The finite element temperature at discrete time t^n reads:

$$T^n(\mathbf{x}; \boldsymbol{\mu}) := \sum_{i=1}^{N^h} \varphi_i(\mathbf{x}) q_i^n(\boldsymbol{\mu}), \quad \forall \mathbf{x} \in \Omega \quad (13)$$

where $(\varphi_i)_{i=1}^{N^h}$ are usual finite element shape functions. In this paper, a tetrahedral mesh of linear elements have been considered.

By following the backward Euler scheme, the residual of the finite element equations reads:

$$\begin{aligned} r_i^n(\mathbf{q}^n, \mathbf{q}^{n-1}; \boldsymbol{\mu}) &:= \int_{\Omega} \rho(\mathbf{x}; \boldsymbol{\mu}) C(\mathbf{x}, T^n) \varphi_i \frac{T^n - T^{n-1}}{t^n - t^{n-1}} d\Omega + \int_{\Omega} k(\mathbf{x}, T^n; \boldsymbol{\mu}) \nabla \varphi_i \nabla T^n d\Omega \\ &+ \int_{\Gamma} h(\boldsymbol{\mu}) \varphi_i [T^n] d\Gamma + \int_{\partial\Omega} \lambda \varphi_i (T^n - T_e) d\Gamma \end{aligned} \quad (14)$$

where ρ , C and k , are the density, the specific heat and the heat conductivity. These material coefficients take local values according to the location of \mathbf{x} in Ω_o , Ω_g , Ω_a or Ω_c . λ is the heat transfer coefficient between the mold and its environment. h is the heat transfer coefficient between graphite and zirconia in the mold. Γ is the external surface of zirconia. The temperature field is discontinuous on Γ . $[T^n]$ is the graphite temperature minus zirconia temperature at the interface between both materials.

We consider 3 simulation outputs: temperatures at points A , B and C in Figure 2. The related temperatures are denoted T_A , T_B and T_C respectively.

During the design of the mold, several finite element simulations of the solidification are performed. Here, we arbitrarily consider the results of three thermal simulations, named S1, S2 and S3 with respect to the following parameters ($h = 500. \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}, \rho_a = 1000. \text{ kg.m}^{-3}$), ($h = 80. \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}, \rho_a = 1000. \text{ kg.m}^{-3}$), ($h = 250. \text{ W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}, \rho_a = 1200. \text{ kg.m}^{-3}$) respectively. 95 times step were used for the time integration during these simulations.

Forty-nine POD modes of temperature field have been extracted from simulation S1, by using $\epsilon_{tol} = 10^{-6}$. Few of these modes are shown in Figure 3.

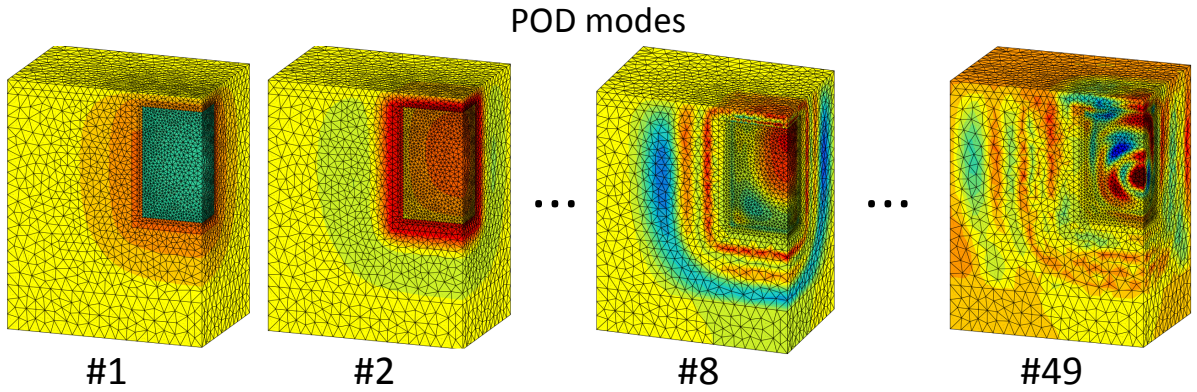


Figure 3: POD modes related to simulation S1. The yellow color corresponds to zeros of modes. Blue and green colors are related to negative values. Red and orange are related to positive values.

Heterogeneity of the mold constituents is a source of complexity. If we replace the properties of graphite, alumina, and concrete by the properties of zirconia, the numerical simulation gives only 8 POD modes for the same ϵ_{tol} . Then the hyper-reduced order model is rather accurate. It replicates the simulation output of S1 with a relative error lower than 3%.

But the real case of study, for a practical engineering application, is strongly heterogeneous. Hyper-reduction with POD modes fails to accurately replicate the simulation outputs of simulation S1. More details on these preliminary numerical results are shown in Section 8.

If all residual entries are incorporated in the reduced equations by using the Galerkin POD, then the approximation error is close to 1% when reproducing the simulation outputs related to S1. But, this reduced simulation is 50% longer than S1. Hence, Galerkin POD is really ineffectual here.

6 Additional bubble modes

Each POD mode \mathbf{v}_k has a finite element representation denoted $\psi_k(\mathbf{x})$:

$$\psi_k(\mathbf{x}) := \sum_{i=1}^{N^h} \varphi_i(\mathbf{x}) v_{ik}, \quad k = 1, \dots, N \quad (15)$$

These modes are ordered from the most significant mode to the less significant, according to the singular value of the SVD. The matrix \mathbf{V} is orthonormal. Moreover, POD modes rarely have a compact support, although compact support functions are good candidates for solution approximation in case of partial differential equations. In practice, for large values of the mode index, we observe spatial fluctuations in POD modes, as shown in Figure 3. We propose to take advantage of these fluctuations to extend the reduced basis by splitting modes. To control the size of the extended basis, the splitting procedure is applied on the $M \leq N$ first modes of the POD basis (i.e. the most significant ones). M is the main parameter of the proposed numerical method.

The proposed additional bubble modes are denoted $(\zeta_k)_{k=1}^{N^B}$. By definition, a bubble mode fulfills the following properties:

- Bubble modes have a finite element representation in order to span a subspace of the FOM approximation space:

$$\zeta_k(\mathbf{x}) := \sum_{i=1}^{N^h} \varphi_i(\mathbf{x}) b_{ik}, \quad \forall \mathbf{x} \in \Omega, k = 1, \dots, N^B \quad (16)$$

We denote by $\mathbf{B} \in \mathbb{R}^{N^h \times N^B}$ the matrix of additional bubble-modes.

- They have non-negative nodal values:

$$b_{ik} \geq 0 \quad \forall i = 1, \dots, N^h, k = 1, \dots, N^B \quad (17)$$

- They have a compact support:

$$\|\mathbf{b}_k\|_0 < N^h \quad (18)$$

$$\mathcal{L}_k = \{i \in \{1, \dots, N^h\} \mid b_{ik} > 0\} \quad (19)$$

$$\text{supp}(\zeta_k) = \cup_{i \in \mathcal{L}_k} \text{supp}(\varphi_i) \quad (20)$$

where $\|\cdot\|_0$ is the zero-norm that gives the number of non-zero terms in a vector.

- They are linearly independent such that the rank of the extended reduced matrix $\hat{\mathbf{V}} := [\mathbf{V}, \mathbf{B}]$ is $N + N^B$.
- They have a significant Frobenius norm:

$$\|\mathbf{b}_k\| > \epsilon_s, \quad k = 1, \dots, N^B \quad (21)$$

- They have a support larger than the support of finite element shape functions:

$$\|\mathbf{b}_k\|_0 > s_{min}, \quad k = 1, \dots, N^B \quad (22)$$

where s_{min} is a given threshold, larger than one.

The last property prevents the selection of finite element shape functions as bubble mode, because coupling POD approximation to finite element approximation is not the purpose of bubble mode extensions. Approaches coupling reduced basis approximations and finite element approximations can be found in [32].

The extended reduced basis $\widehat{\mathbf{V}} \in \mathbb{R}^{N^h \times \widehat{N}}$ ($\widehat{N} > N$) is obtained via a basis splitting method as proposed in [20]. In this paper, the positive and negative contributions to each POD modes are treated separately in order to capture spatial fluctuations. Non-negative vectors are generated by splitting the positive part and the negative part of each POD modes. The positive part and the negative part of a mode \mathbf{v}_k are denoted by \mathbf{v}_k^+ and \mathbf{v}_k^- respectively, such that:

$$v_{ik}^+ = \frac{v_{ik} + |v_{ik}|}{2}, \quad i = 1, \dots, N^h, k = 1, \dots, M \quad (23)$$

$$\mathbf{v}_k^- = \mathbf{v}_k^+ - \mathbf{v}_k \quad k = 1, \dots, M \quad (24)$$

The positive part and the negative part of modes are not necessarily significant in terms of Frobenius norm and their norm is lower than one. As a first step, a set of significant non-negative vectors is introduced. This set is denoted by $(\mathbf{v}_\alpha^s)_{\alpha=1}^{N^s}$. Then, the splitting procedure is applied to $(\mathbf{v}_\alpha^s)_{\alpha=1}^{N^s}$. The extraction algorithm to obtain the $(\mathbf{v}_\alpha^s)_{\alpha=1}^{N^s}$ is shown in Algorithm 1.

Algorithm 1 Extraction of significant non-negative vectors

Input: $(\mathbf{v}_k^+)_{k=1}^M, (\mathbf{v}_k^-)_{k=1}^M, \epsilon_s$

Output: $(\mathbf{v}_\alpha^s)_{\alpha=1}^{N^s}$

```

1:  $\alpha \leftarrow 0$ 
2: for  $k = 1, \dots, M$  do
3:   if  $\|\mathbf{v}_k^+\| > \epsilon_s$  then
4:      $\alpha \leftarrow \alpha + 1$ 
5:      $\mathbf{v}_\alpha^s = \mathbf{v}_k^+$ 
6:   end if
7:   if  $\|\mathbf{v}_k^-\| > \epsilon_s$  then
8:      $\alpha \leftarrow \alpha + 1$ 
9:      $\mathbf{v}_\alpha^s = \mathbf{v}_k^-$ 
10:  end if
11: end for
```

When M is large enough, we observe that significant non-negative vectors $(\mathbf{v}_\alpha^s)_{\alpha=1}^{N^s}$ involve several bubble functions for high values of index α . Each vector in $(\mathbf{v}_\alpha^s)_{\alpha=1}^{N^s}$, represents a finite element field. Image segmentation algorithms [33] are good candidates to recognize the various bubbles involved in this set of vectors. As explained in [33], image segmentation can be viewed as a clustering process. The difference between image segmentation and clustering is that in clustering, the grouping is done in a measurement space. In image segmentation, the grouping is done on the spatial domain of the image. Here, the spatial domain is represented by the mesh. A region growing algorithm is applied on each vectors \mathbf{v}_α^s in order to split the related finite element functions in bubble functions having local support. In the sequel, the index α is no more mentioned in the notations. The splitting algorithm is shown in Algorithm 2. It propagates the copy of each bubble in a separated bubble function. We denote by $(\mathbf{g}_\beta)_{\beta=1}^{N^g}$ the set of nodal vector representing a single bubble function.

Bubbles are one by one subtracted to \mathbf{v}_α^s in line 21 of Algorithm 2. The remaining vector at step β is denoted by \mathbf{u} . In line 7 of Algorithm 2, the region growing algorithm is initialized by a seed placed at the maximum value of \mathbf{u} . The support of the bubble is formed by connected nodes, via the finite element mesh. This step corresponds to line 13 to 17 in Algorithm 2. We use element connectivity to propagate the extraction of the bubble function. The nodes connected to the p^{th} element are stored in a table e_{pj} , $p = 1, \dots, N^e$, $j = 1, \dots, n^e$, where N^e is the number element in the mesh and n^e is the number of nodes per elements. We denote by $\mathbf{C}^{(p)} \in \mathbb{R}^{n^e \times N^h}$ the matrix that restricts a global vector to the nodes of element number p . In line 13 of Algorithm 2, if an element has already a contribution to the bubble \mathbf{g}_β , then the copy of the bubble vector is extended to all the nodes of this element. The process ends when no more values are added to the bubble \mathbf{g}_β , in line 9 of Algorithm 2. This happens if there is no new elements connected to the support of \mathbf{g}_β . At the end of the region growing

Algorithm 2 Region growing algorithm

Input: $\mathbf{v}^s, \beta_o, \epsilon_s$

Output: $(\mathbf{g}_\beta)_{\beta=\beta_o+1}^{N^g}$

```

1:  $\mathbf{u} \leftarrow \mathbf{v}^s$ 
2:  $\beta \leftarrow \beta_o$ 
3: while  $\|\mathbf{u}\| > \epsilon_s$  do
4:    $\beta \leftarrow \beta + 1$ 
5:    $\mathbf{g}_\beta \leftarrow 0$ 
6:    $a = \|\mathbf{g}_\beta\|_o$ 
7:    $i^* = \operatorname{argmax}_{i \in 1, \dots, N^h} u_i$ 
8:    $g_{i^* \beta} \leftarrow u_{i^*}$ 
9:   while  $\|\mathbf{g}_\beta\|_o > a$  do
10:     $a \leftarrow \|\mathbf{g}\|_o$ 
11:    for  $p = 1, \dots, N^e$  do
12:       $\boldsymbol{\theta} \leftarrow \mathbf{C}^{(p)} \mathbf{g}$ 
13:      if  $\|\boldsymbol{\theta}\|_\infty > \epsilon_m \|\mathbf{u}\|_\infty$  then
14:        for  $j = 1, \dots, n^e$  do
15:           $i \leftarrow e_{pj}$ 
16:           $g_{i \beta} \leftarrow u_i$ 
17:        end for
18:      end if
19:    end for
20:  end while
21:   $\mathbf{u} \leftarrow \mathbf{u} - \mathbf{g}_\beta$ 
22: end while
```

algorithm, the following decomposition holds:

$$\mathbf{v}^s = \sum_{\beta=\beta_o+1}^{N^g} \mathbf{g}_\beta + \mathbf{u}, \quad \|\mathbf{u}\| < \epsilon_s \quad (25)$$

Let's consider a simple numerical example. Figure 4 shows the intermediate identification of the last bubble of the positive part of function $x \in [0, 1] \rightarrow y(x) = c(\sin(4\pi x) + x/100)$. Here, c is a

constant such that the norm of the positive part of the nodal vector is one. The interval related to x has been split in 50 one-dimensional linear elements. The function involves 2 separate bubbles as shown in Figure 4. The seed is located where the maximum of the last bubble is reached. The region growing algorithm propagates the copy of the last bubble in \mathbf{g}_β from the seed to connected nodes. Here, the Frobenius norm of \mathbf{u} is 0.7. This last bubble is added to the reduced basis if $\epsilon_s < 0.7$.

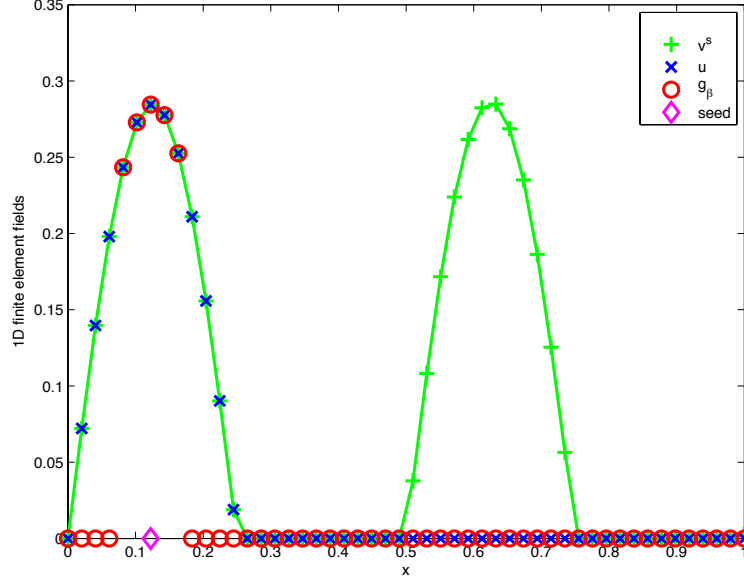


Figure 4:

ϵ_s is both related to the maximum of bubble functions that we accept to extract from each POD modes and the shape of these modes. If a vector \mathbf{v}^s is the sum of m non-overlapping bubble functions having the same Frobenius norm then, each bubble has a norm equal to $\frac{\|\mathbf{v}^s\|}{\sqrt{m}}$. So, in this case, if $\epsilon_s > \frac{1}{\sqrt{m}}$ then, no bubble function will be generated.

The reduced basis extension is performed by Algorithm 3. This algorithm selects bubble modes in order to have a set of linearly independent vectors in $\hat{\mathbf{V}}$. To preserve the local support of bubble modes, no orthogonalization is performed. In Algorithm 3, ϵ_\perp is a fixed numerical parameter that selects independent vectors. Its value has been set to 10^{-6} .

The numerical parameters of the proposed numerical method are: ϵ_{tol} , M , ϵ_s , s_{min} . When $M = 0$, no extension is performed and the reduced basis is the POD reduced basis.

7 Hyper-reduction by using bubble modes

Hyper-reduction method introduces a RID in order to setup the reduced heat equations [7]. The RID is denoted by Ω_Z . The construction of the RID follows the heuristic reasoning: if the RID enable to interpolate both the temperature and the heat flux by using dedicated reduced basis, then it should be convenient to setup the heat equation. Here, we have considered the extended reduced basis for

Algorithm 3 Reduced basis extension

Input: $\mathbf{V}, \epsilon_s, (\mathbf{g}_\beta)_{\beta=1}^{N^g}, s_{min}$
Output: $\hat{\mathbf{V}}, \mathbf{B} \in \mathbb{R}^{N^h \times N^B}$

```

1:  $\mathbf{B} \leftarrow []$ 
2:  $\hat{\mathbf{V}} \leftarrow \mathbf{V}$ 
3: for  $\alpha = 1, \dots, N^g$  do
4:    $\mathbf{u} \leftarrow \mathbf{g}_\alpha - \hat{\mathbf{V}}(\hat{\mathbf{V}}^T \hat{\mathbf{V}})^{-1} \hat{\mathbf{V}}^T \mathbf{g}_\alpha$ 
5:   if  $\|\mathbf{u}\| > \epsilon_\perp \|\mathbf{g}_\alpha\|$  and  $\|\mathbf{g}_\alpha\| > \epsilon_s$  and  $N^h > \|\mathbf{g}_\alpha\|_o > s_{min}$  then
6:      $\mathbf{B} \leftarrow [\mathbf{B}, \frac{\mathbf{g}_\alpha}{\|\mathbf{g}_\alpha\|}]$ 
7:      $\hat{\mathbf{V}} \leftarrow [\hat{\mathbf{V}}, \frac{\mathbf{g}_\alpha}{\|\mathbf{g}_\alpha\|}]$ 
8:   end if
9: end for

```

the interpolation of temperature fields and the usual POD reduced basis for the interpolation of flux. The POD reduced basis related to flux is denoted by \mathbf{V}^ϕ . An extended reduced basis could have been also considered for the interpolation of flux, but it generates a larger RID and longer hyper-reduced simulations.

The discrete empirical method [22] has been applied to obtain a set of interpolation indexes for both reduced basis $\hat{\mathbf{V}}$ and \mathbf{V}^ϕ . Algorithm 4 shows the selection algorithm of interpolation indexes related to $\hat{\mathbf{V}}$. \mathbf{V}^ϕ is extracted from nodal values of heat flux stored in a matrix denoted $\mathbf{Q}^\phi \in \mathbb{R}^{3N^h \times N^Q}$, by using the SVD. The interpolation indexes related to $\hat{\mathbf{V}}$ and \mathbf{V}^ϕ are denoted by \mathcal{F}^T and \mathcal{F}^ϕ . The set of node number related to interpolation indexes \mathcal{F}^ϕ is denoted by $\widetilde{\mathcal{F}}^\phi$. The thermocouples in the mold are located in few elements. We denote by \mathcal{F}^θ the set of element nodes where a thermocouple is located. The union of the support of finite element shape functions that are attached to nodes in \mathcal{F}^T , $\widetilde{\mathcal{F}}^\phi$ or \mathcal{F}^θ , generates a subdomain denoted by $\Omega_{\mathcal{F}}$:

$$\Omega_{\mathcal{F}} := \cup_{i \in \mathcal{F}^T} \text{supp}(\varphi_i) \cup_{i \in \mathcal{F}^\phi} \text{supp}(\varphi_i) \cup_{i \in \mathcal{F}^\theta} \text{supp}(\varphi_i) \quad (26)$$

The set of nodes attached to $\Omega_{\mathcal{F}}$ is denoted by $\overline{\mathcal{F}}$. The RID aims at containing all the elements and nodes that are directly coupled to nodes in $\overline{\mathcal{F}}$ by thermal equations.

In thermal simulations of casting by using hyper-reduction, attention must be paid to coupling terms related to heat conduction between the melted part and the mold over the interface Γ . Here, such coupling is not supported by elements but by nodes sharing the same position in conforming meshes.

Usually, it is sufficient to take as a RID all the elements connected to nodes in $\overline{\mathcal{F}}$. Here it is not the case. To account for the coupling terms due to heat transfer, the evaluation of $[T^n]$ on $\Gamma \cap \Omega_Z$ must be performed. To do so, the set $\overline{\mathcal{F}}$ has been extended by adding all nodes of the mesh having the same position than a node in $\overline{\mathcal{F}}$. These nodes are located on Γ . The extended set is denoted by $\widehat{\mathcal{F}}$. Then, the Ω_Z is such that:

$$\Omega_Z := \cup_{i \in \widehat{\mathcal{F}}} \text{supp}(\varphi_i) \quad (27)$$

For HROM simulation, the reduced mesh of Ω_Z is uploaded in computer memory. An interface appears between the RID and the remainder of the domain. It is denoted by \mathcal{I} .

$$\mathcal{I} := \Omega_Z \cap (\Omega \setminus \Omega_Z) \quad (28)$$

Algorithm 4 Selection of interpolation indexes by using the DEIM [22].

Input: $\hat{\mathbf{V}} \in \mathbb{R}^{N^h \times N}$

Output: \mathcal{F}

```

1:  $\mathbf{U} \leftarrow [\hat{\mathbf{v}}_1]$ 
2:  $i^* \leftarrow \arg \max_i |\hat{v}_{i1}|$ 
3:  $\mathcal{F} \leftarrow \{i^*\}$ 
4:  $\mathbf{P} = [\mathbf{e}_{i^*}]$  (here  $\mathbf{e}_i$  is the  $i^{th}$  canonical vector in  $\mathbb{R}^{N^h}$ )
5: for  $k = 2, \dots, N$  do
6:    $\mathbf{u} \leftarrow \hat{\mathbf{v}}_k - \mathbf{U}(\mathbf{P}^T \mathbf{U})^{-1} \mathbf{P}^T \hat{\mathbf{v}}_k$ 
7:    $i^* \leftarrow \arg \max_i |w_i|$ 
8:    $\mathcal{F} \leftarrow \mathcal{F} \cup \{i^*\}$ 
9:    $\mathbf{P} = [\dots \mathbf{e}_{i \in \mathcal{F}} \dots]$  (This collects all the canonical vectors having their index in  $\mathcal{F}$ )
10:   $\mathbf{U} \leftarrow [\hat{\mathbf{v}}_1, \dots, \hat{\mathbf{v}}_k]$ 
11: end for

```

Dirichlet like boundary conditions are imposed on this interface [26]. Therefore, test functions in the setting of hyper-reduced equation are set to zero on this interface. A formal matrix denoted by \mathbf{Z} is introduced for that purpose. It is a truncated identity matrix. The matrix of hyper-reduced test functions reads $\mathbf{Z}^T \mathbf{Z} \hat{\mathbf{V}}$, where \mathbf{Z} selects indexes not connected to the interface \mathcal{I} . Therefore, the hyper-reduced heat equations read: find $\hat{\boldsymbol{\gamma}}^n$ at time t^n such that,

$$\hat{\mathbf{V}}^T \mathbf{Z}^T \mathbf{Z} \mathbf{r}^n(\hat{\mathbf{V}} \hat{\boldsymbol{\gamma}}^n, \hat{\mathbf{V}} \hat{\boldsymbol{\gamma}}^{n-1}; \boldsymbol{\mu}) \quad (29)$$

After each time step, the full prediction of temperature field can be recovered by:

$$\hat{\mathbf{q}}^n := \hat{\mathbf{V}} \hat{\boldsymbol{\gamma}}^n \quad (30)$$

We can notice that a single reduced basis directly appears in the hyper-reduced heat equation. In DEIM [22], the reduced equations involve two reduced bases: one related to \mathbf{q}^n and one related to the residual \mathbf{r}^n . When $\Omega_Z = \Omega$, the hyper-reduced heat equation and the POD-Galerkin setting coincide.

Truncated finite element residuals $\mathbf{Z} \mathbf{r}^n$ give access to an error indicator denoted by η :

$$\eta^n = \frac{\|\mathbf{Z} \mathbf{r}^n\|}{\|\mathbf{Z} \mathbf{r}^n\|_o} \quad (31)$$

This error indicator has a low computational complexity. It can be used in a greedy sampling algorithm to add more finite element simulation and extend the subspace span by finite element simulation results.

8 Numerical results

8.1 Bubble modes and reduced integration domain

Figure 6 shows few bubble modes extracted from the 8^{th} POD mode, by using $\epsilon_{tol} = 10^{-4}$, $M = 14$, $\epsilon_{tol} = 0.1$ and $s_{min} = 30$. In that case, 20 POD modes have been extracted from S1, and 161

bubble modes have been generated. Then $\hat{N} = 181$. Five POD modes were considered to extract interpolation indexes for heat flux.

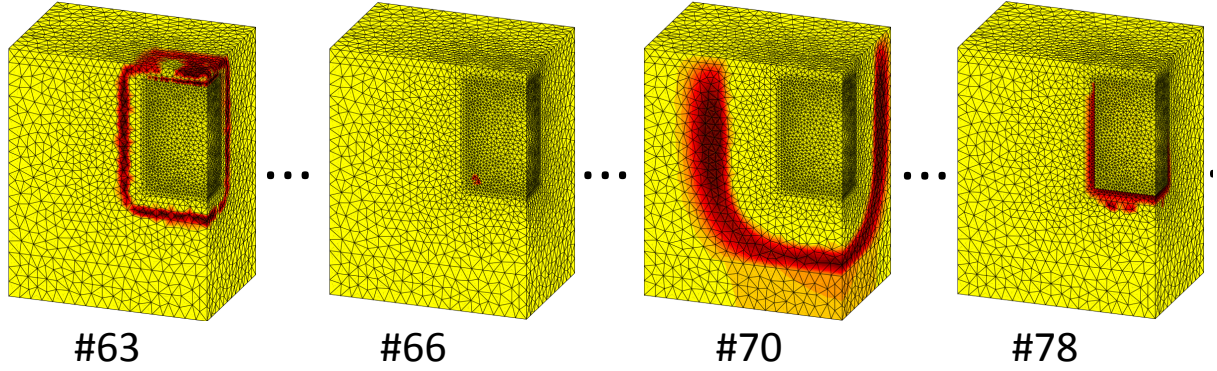


Figure 5: The 8th POD mode generates 16 bubble modes. Some of them have a very local support.

Figure 6 shows the RID of the HROM by using the additional bubble modes. The construction

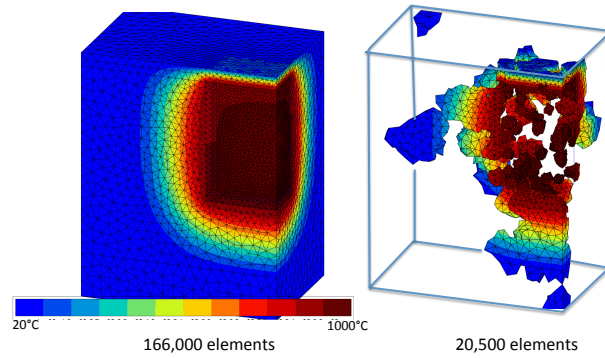


Figure 6: Finite element prediction for S1 on the left and related Hyper-reduced prediction on the Reduced Integration Domain on the right, both at the same time instant $t^n = 10^5$ s.

of the bubble modes took approximately 1% of S1 computational time. The RID construction took only 0.2% of S1 computational time. The computational complexity of these numerical processes is negligible.

8.2 Convergence results

Experimental data are not available until the end of the mold design. During this period, we have time to setup the parameters of the hyper-reduced model [2], as shown by the simulation protocol in Figure 1.

The numerical parameters of the method are setup during the offline step of the simulation protocol. No more than 10 bubble modes per non-negative vectors are extracted from POD modes. So we set $\epsilon_s = 0.1$. We arbitrarily set $s_{min} = 30$. Finally, to avoid the selection of too many POD modes, we setup ϵ_{tol} to 10^{-4} . Then, we obtain $N = 20$ POD modes before starting the bubble extension of the reduced basis.

To setup the parameter M , we replicate the simulation S1 by hyper-reduced simulation for various values of M in the set $\{8, 10, 12, 14, 16, 20\}$.

The number of additional bubble modes is proportional to M and the number of elements in the RID, too. Surprisingly, the speedup of the HR-POD is not the best, because of longer iterative solutions of the nonlinear equations. The best speedup is achieved with $M = 8$. In all cases, the speedup is upper than 2. Best accuracy is obtained for $M = 14$ and the related speedup (about 5) is acceptable. In the sequel, we choose $M = 14$ to generate the HROM. We must acknowledge that we did not succeed in having errors lower than 1% for all simulation outputs, under the condition to speedup predictions.

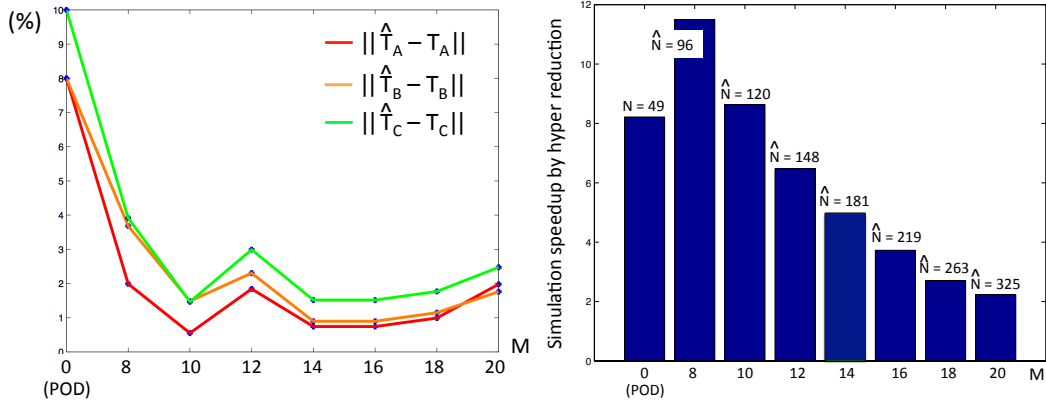


Figure 7: On the left, approximation errors on simulation outputs T_A , T_B and T_C depending on M , in case of simulation S1. On the right, we have reported the simulation speedups and the dimension of the extended reduced basis \hat{v} .

In Figure 7, it is clear that the last bubble modes added when $M = 20$ spoil the HROM accuracy. High spatial fluctuations in POD modes are not necessarily related to thermal phenomena. Some fluctuations are purely numerical fluctuations. For this reason ϵ_{tol} must not be too small.

8.3 Checking prediction improvement

Since several FOM results are available in the database for S2 and S3, we can compare these results to the related HROM predictions by using or not the bubble modes. Approximation errors on simulation outputs T_A , T_B and T_C have been reported in Table 1. This table also contains the approximation errors obtained when extrapolating S1 simulation outputs to predict other simulation outputs.

Extrapolation of S1 simulation outputs to predict other simulation outputs is considered in or-

Table 1: Accuracy when predicting again available simulation outputs by using data related to S1

		S1	S2	S3
Extrapolation of S1	$\frac{ \hat{T}_A - T_A }{ T_A }$	0%	4 %	8%
	$\frac{ \hat{T}_B - T_B }{ T_B }$	0%	4 %	5%
	$\frac{ \hat{T}_C - T_C }{ T_C }$	0%	2 %	11%
POD-HR	$\frac{ \hat{T}_A - T_A }{ T_A }$	8%	10 %	7%
	$\frac{ \hat{T}_B - T_B }{ T_B }$	8%	9 %	8%
	$\frac{ \hat{T}_C - T_C }{ T_C }$	10%	12 %	10%
Bubble-HR	$\frac{ \hat{T}_A - T_A }{ T_A }$	1%	1%	1%
	$\frac{ \hat{T}_B - T_B }{ T_B }$	1%	1%	2%
	$\frac{ \hat{T}_C - T_C }{ T_C }$	2%	1%	0.5%

der to check if the HROM prediction captures the sensitivity of simulation outputs to parameter variations. Hyper-reduction is useless if the related approximation error is comparable to the approximation error induced by extrapolation of S1 outputs. It is clear that HROM generated by using usual POD modes fails to do better than extrapolating results from S1.

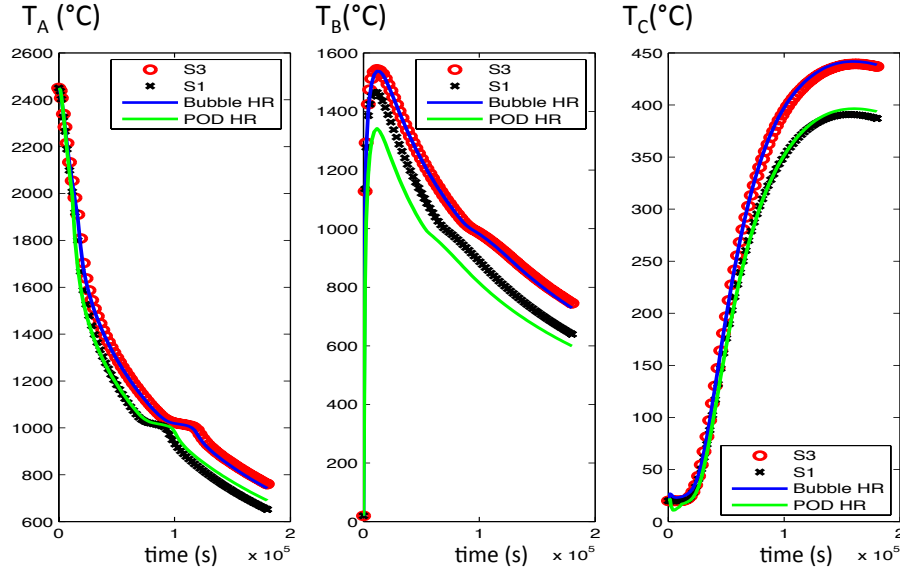


Figure 8: Output simulations for S3 and their prediction by hyper-reduction. Bubble HR stands for the HROM that incorporate additional bubble modes and POD HR stands for the ROM generated with POD modes. Predictions with POD modes are stuck to simulation outputs forecast by S1.

Figure 8 shows that HROM generated with POD modes does not capture properly the sensitivity of simulation outputs to variation of parameters between the simulations S1 and S3. The simulations outputs forecast by POD modes are stucked to simulation outputs forecast by S1. These are very bad results because a rough extrapolation of S1 simulation outputs could have given more or less the same results for less computational effort.

Thanks to the bubble extension of the reduced basis, the HROM predictions are accurate enough to replicate simulation outputs for S1 and to capture the sensitivity to parameters for S2 and S3. The HROM with bubble extension clearly outperform HROM with POD modes.

We have checked the stability of the numerical method by considering two modifications of numerical parameters. We have increased the value of s_{min} up to 100% to reject more bubbles with small supports. We have also increased the threshold ϵ_s up to 20% to reduce the number of additional bubble modes. These modifications do not have a significant effect on the prediction of S1, S2 and S3 simulation outputs. The approximation errors are reported in Table 2. These numerical results confirm that M is the main parameter of the bubble extension method.

Table 2: Numerical stability of the HROM based on additional bubble modes

		S1	S2	S3
$s_{min} + 100\%$	$\frac{\ \hat{T}_A - T_A\ }{\ T_A\ }$	1%	3 %	1%
	$\frac{\ \hat{T}_B - T_B\ }{\ T_B\ }$	1%	3 %	1%
	$\frac{\ \hat{T}_C - T_C\ }{\ T_C\ }$	2%	2 %	1%
$\epsilon_s + 20\%$	$\frac{\ \hat{T}_A - T_A\ }{\ T_A\ }$	2%	5 %	1%
	$\frac{\ \hat{T}_B - T_B\ }{\ T_B\ }$	1%	4 %	1%
	$\frac{\ \hat{T}_C - T_C\ }{\ T_C\ }$	2%	4 %	0.5%

8.4 Metamodeling by the recourse to hyper-reduced simulations

Model reduction has been shown to accelerate inverse problem on parabolic equations [34] and calibration of a Robin coefficient [35, 36]. Similarly, HROM are surrogate models for FOM in inverse problems. They have the same input-parameters and they forecast the same simulation outputs.

An other advantage of HROM is the capability to do more parametric simulations since they run faster. These simulations are performed during the offline phase of the simulation protocol in Figure 1. Here a full factorial experimental design has been carried out for the two parameters h and ρ_a . Nine discrete values of h and 20 discrete values of ρ_a have been considered in intervals $[80. \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}, \dots 800. \text{W.m}^{-2}.\text{K}^{-1}]$ and $[800. \text{kg.m}^{-3}, \dots 1200. \text{kg.m}^{-3}]$ respectively. We then obtained a metamodel which provides simulation outputs with a negligible computational time. This metamodel has been used for a fast calibration of h and ρ_a by using experimental temperature. The visualization of this metamodel and the experimental temperature have been performed by using parallel coordinates [37] has shown in Figure 9. The curves on the left in Figure 9 represent the time evolution of one simulation output, T_B . Each curve is connected to a value of ρ_a , h and η . The black

curves are related to HROM results having an error indicator η higher than its value obtained for simulation S1. Regarding the calibration procedure, the visualization of parallel coordinates enables to select optimal parameters in real time.

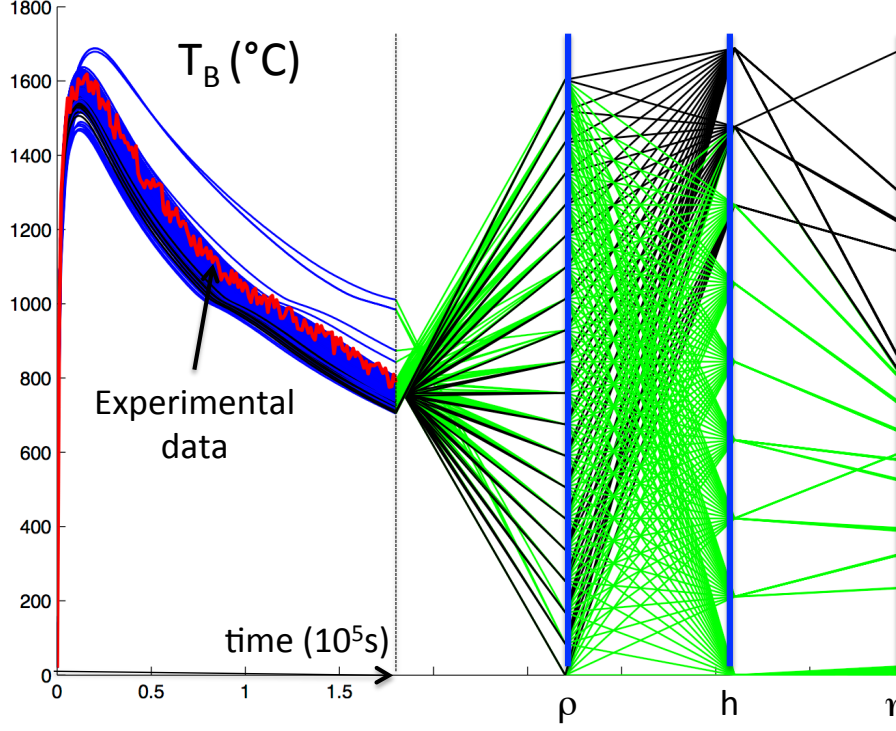


Figure 9: The metamodel predictions are plotted by using parallel coordinates related to ρ_a , h and η . Experimental data in red are superposed to this plot in order to calibrate ρ_a and h .

9 Conclusions

We develop simulation protocols that better incorporate simulation results as data for model reduction. Usually data are ignored after the design process of molds, although they can accelerate the predictions used for monitoring solidification or calibrating physical parameters. The robustness and the accuracy of the proposed hyper-reduced model have been evaluated on a non-academic case: the model calibration for the thermal simulation of high zirconia fused-cast refractories.

The effect of heterogeneities on model reduction efficiency is rarely debated in the scientific literature. In thermal simulation of casting solidification, diffusivity of materials are highly heterogeneous. By using additional bubble modes, the hyper-reduction of nonlinear heterogeneous solidifications has been improved.

Attention must be paid to coupling terms related to heat conduction between the melted part and the mold. Here the reduced integration domain has been extended by adding nodes sharing the

same location of nodes already selected in the reduced integration domain.

A simulation speedup of 5 has been achieved by the hyper-reduced order model. This hyper-reduced order model has been used to generate a metamodel of the output temperatures as a function of two parameters. This metamodel enabled a fast calibration of the parameter when monitoring the solidification.

The proposed bubble modes have a compact support. They provide local corrections of hyper-reduced predictions. They are extracted from POD modes by using a region growing algorithm similar to algorithms used in image segmentation. Further investigations should be performed to improve reduced basis extraction from available data by using image segmentation techniques.

10 ACKNOWLEDGEMENTS

This research was supported by ANR program ASZTECH of the French government.

References

- [1] Laetitia Petroni, Michel Boussuge, and David Ryckelynck. Numerical simulation of the cooling-down of high-zirconia fused-cast refractories. *Journal of the European Ceramic Society*, 32:3941–3947, 2012.
- [2] David Ryckelynck and Djamel Missoum Benziane. Hyper-reduction framework for model calibration in plasticity-induced fatigue. *Advanced Modeling and Simulation in Engineering Sciences*, 3(1):1–16, 2016.
- [3] Robert Bos, Xavier Bombois, and Paul Van den Hof. Accelerating large-scale non-linear models for monitoring and control using spatial and temporal correlations. In *Proceeding of the 2004 American Control Conference, Boston, Massachusetts June 30-July 2, 2004*.
- [4] J.L. Lumley. The structure of inhomogeneous turbulence. *Atmospheric Turbulence and Wave Propagation, Nauka, Moscow*, pages 166–178, 1967.
- [5] G. E. Hinton and R. R. Salakhutdinov. Reducing the dimensionality of data with neural networks. *Science*, 313:504–507, 2006.
- [6] A.T. Patera and G. Rozza. *Reduced Basis Approximation and A Posteriori Error Estimation for Parametrized Partial Differential Equations*. MIT: Cambridge, MA, 2006.
- [7] D Ryckelynck. A priori hyperreduction method: an adaptive approach. *Journal of computational physics*, 202(1):346–366, JAN 1 2005.
- [8] D. Amsallem, J. Cortial, K. Carlberg, and Farhat C. A method for interpolating on manifolds structural dynamics reduced- order models. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 80:1241–1258, 2009.

- [9] J. L. Eftang, A. T. Patera, and Ronquist E. M. An ‘hp’ certified reduced basis method for parametrized elliptic partial differential equations. *SIAM Journal on Scientific Computing*, 32:3170–3200, 2010.
- [10] B Haasdonk, M Dihlmann, and M. Ohlberger. A training set and multiple bases generation approach for parameterized model reduction based on adaptive grids in parameter space. *Mathematical and Computer Modelling of Dynamical Systems*, 17:423–442, 2011.
- [11] M. Drohmann, B. Haasdonk, and M. Ohlberger. Adaptive reduced basis methods for nonlinear convection-diffusion equations. *Finite Volumes for Complex Applications VI Problems & Perspectives*, pages 369–377, 2011.
- [12] M. Dihlmann, M. Drohmann, and B. Haasdonk. Model reduction of parametrized evolution problems using the reduced basis method with adaptive time-partitioning. In *Proc. of ADMOS 2011*, 2011.
- [13] Peherstorfer Benjamin, Butnaru Daniel, Willcox Karen, and Bungartz Hans-Joachim. Localized discrete empirical interpolation method. *SIAM Journal on Scientific Computing*, 36:A168–A192, 2014.
- [14] D. Amsallem, M. J. Zahr, and Farhat C. Nonlinear model order reduction based on local reduced-order bases. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 92:891–916, 2012.
- [15] C. Le Bris, T. Lelièvre, and Y. Maday. Results and questions on a nonlinear approximation approach for solving high-dimensional partial differential equations. *Constructive Approximation*, 30(3):621–651, 2009.
- [16] D. Ryckelynck and D. Missoum-Benziane. Multi-level a priori hyper-reduction of mechanical models involving internal variables. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 199(17-20):1134–1142, 2010.
- [17] S. Sidi-Ali-Cherif and K.M. Grigoriadis. Efficient model reduction of large scale systems using krylov-subspace iterative methods. *International Journal of Engineering Science*, 41:507–520, 2003.
- [18] K. Carlberg and C. Farhat. An adaptive pod-krylov reduced-order model for structural optimization. *8th World Congress on Structural and Multidisciplinary Optimization, Lisbon, Portugal, June 1–5*, pages 1–10, 2009.
- [19] P. Kerfriden, P. Gosselet, S. Adhikari, and S. P. A. Bordas. Bridging proper orthogonal decomposition methods and augmented newton-krylov algorithms: An adaptive model order reduction for highly nonlinear mechanical problems. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 200(5-8):850–866, 2011.
- [20] Kevin Carlberg. Adaptive h-refinement for reduced-order models. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 2014.

- [21] M. Barrault, Y. Maday, N. C. Nguyen, and A. T. Patera. An 'empirical interpolation' method: application to efficient reduced-basis discretization of partial differential equations. *Comptes Rendus Mathématique*, 339(9):667–672, 2004.
- [22] S. Chaturantabut and D. C. Sorensen. Nonlinear model reduction via discrete empirical interpolation. *Siam Journal on Scientific Computing*, 32(5):2737–2764, 2010.
- [23] D. Galbally, K. Fidkowski, K. Willcox, and O. Ghattas. Non-linear model reduction for uncertainty quantification in large-scale inverse problems. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 81(12):1581–1608, 2010.
- [24] K. Carlberg, C. Bou-Mosleh, and C. Farhat. Efficient non-linear model reduction via a least-squares petrov-galerkin projection and compressive tensor approximations. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 86(2):155–181, 2011.
- [25] Charbel Farhat, Philip Avery, Todd Chapman, and Julien Cortial. Dimensional reduction of nonlinear finite element dynamic models with finite rotations and energy-based mesh sampling and weighting for computational efficiency. *International Journal for Numerical Methods in Engineering*, 98(9):625–662, 2014.
- [26] David Ryckelynck, Komlanvi Lampoh, and Stéphane Quilici. Hyper-reduced predictions for lifetime assessment of elasto-plastic structures. *Meccanica*, pages 1–9, 2015.
- [27] Elena Palomo Del Barrio, Jean-Luc Dauvergne, and Christophe Pradere. Thermal characterization of materials using karhunen, loève decomposition techniques, part ii. heterogeneous materials. *Inverse Problems in Science and Engineering*, 20(8):1145–1174, 2012.
- [28] Schlichting K. W., P. N., and Klemens Padture, P. G. Thermal conductivity of dense and porous yttria-stabilized zirconia. *Journal of material science*, pages 3003–3010, 2001.
- [29] Eucken A. Allgemeine gesetzmäßigkeiten für das wärmeleitvermögen verschiedener stoffarten und aggregatzustände. *Forschung Auf Dem Gebiete Des Ingenieurwesens*, pages 373–381, 1940.
- [30] Kannuluik W. G. and Carman E. H. The temperature dependence of the thermal conductivity of air. *Australian Journal of Chemistry*, 4, 1951.
- [31] Morell R. *Handbook of Properties of Technical & Engineering Ceramics*. H.M.S.O., 1985.
- [32] Annika Radermacher and Stefanie Reese. Model reduction in elastoplasticity: proper orthogonal decomposition combined with adaptive sub-structuring. *Computational Mechanics*, 54(3):677–687, 2014.
- [33] Robert Haralick and Linda Shapiro. image segmentation techniques. *Computer Vision, Graphics, and Image Processing*, 29:100–132, 1985.
- [34] Liliana Borcea, Vladimir Druskin, Alexander V Mamonov, and Mikhail Zaslavsky. A model reduction approach to numerical inversion for a parabolic partial differential equation. *Inverse Problems*, 30(12):125011, 2014.

- [35] Bangti Jin and Jun Zou. Inversion of robin coefficient by a spectral stochastic finite element approach. *Journal of Computational Physics*, 227(6):3282 – 3306, 2008.
- [36] Sébastien Boyaval, Claude Le Bris, Yvon Maday, Ngoc Cuong Nguyen, and Anthony T. Patera. A reduced basis approach for variational problems with stochastic parameters: Application to heat conduction with variable robin coefficient. *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering*, 198(41,À44):3187 – 3206, 2009.
- [37] Alfred Inselberg. The plane with parallel coordinates. *The Visual Computer*, 1(2):69–91, 1985.

ANNEXE 5

Le code Python de l'algorithme Savitzky-Golay a été défini comme suit :

```
def sg(Ton, Toff, T, alpha, nr, ordre):
    alpha_sg=[]
    T_sg=[]
    regression=[]
    for i in range(0, len(T), 1):
        if Ton-5<=T[i]<=Ton+5:
            idon=i
        if Toff-5<=T[i]<=Toff+5:
            idoff=i

    for k in range(0, len(T[idon:idoff]), nr):
        i=idon+k
        T_sgi=np.mean(T[i:i+nr])
        T_sg.append(T_sgi)
        regression.append(np.polyfit(T[i:i+nr], alpha[i:i+nr], ordre))
    for j in range(0, len(T_sg), 1):
        alpha_sgi=0
        for h in range(0, len(regression[j]), 1):
            alpha_sgi=alpha_sgi+T_sg[j]**(len(regression[j])-1-float(h))*regression[j][h]
        alpha_sg.append(alpha_sgi)

    return T_sg, alpha_sg

T_sg_h, alpha_sg_h=sg(1050, 2500, T_final, alpha, 50, 3)
T_sg_m3, alpha_sg_m3=sg(700, 1049, T_final, alpha, 10, 3)
T_sg_b, alpha_sg_b=sg(500, 699, T_final, alpha, 50, 3)

T_sg=T_sg_b+T_sg_m3+T_sg_h
alpha_sg=alpha_sg_b+alpha_sg_m3+alpha_sg_h
```

ANNEXE 6

Modélisation thermique et quantification du refroidissement contrôlé

Le modèle numérique utilise le maillage défini par la FIGURE A-3. Les points verts délimitent les deux zones chauffées par les résistances, de longueur 30 mm. Comme pour l'interface bloc-moule, un coefficient de convection h ($\text{W}\cdot\text{m}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$) fictif a été utilisé sur la surface de l'éprouvette, qui prend en compte tous les modes d'échange thermique (rayonnement, convection et conduction). Ce coefficient a été calibré à partir des résultats fournis par un essai préliminaire, réalisé dans la période de chauffage de l'éprouvette.

L'éprouvette a été chauffée à ses deux extrémités jusqu'à 1500°C , température à laquelle un palier de 10h a été réalisé pour stabiliser la température de l'éprouvette. La Figure A-4 révèle que la température au centre de l'éprouvette se stabilise à environ 1300°C . Malgré les précautions prises pour isoler les faces latérales de l'éprouvette, les déperditions thermiques « radiales » sont donc importantes. Cet état d'équilibre a été reproduit en attribuant au coefficient h (FIGURE A-5) une valeur optimisée de $0,7 \text{ W}\cdot\text{M}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$. Cette valeur n'est pas dans l'ordre de grandeur d'un coefficient de conduction (généralement de l'ordre de $10 \text{ W}\cdot\text{M}^{-2}\cdot\text{K}^{-1}$) car les échanges par rayonnement jouent un rôle important, particulièrement à haute température.

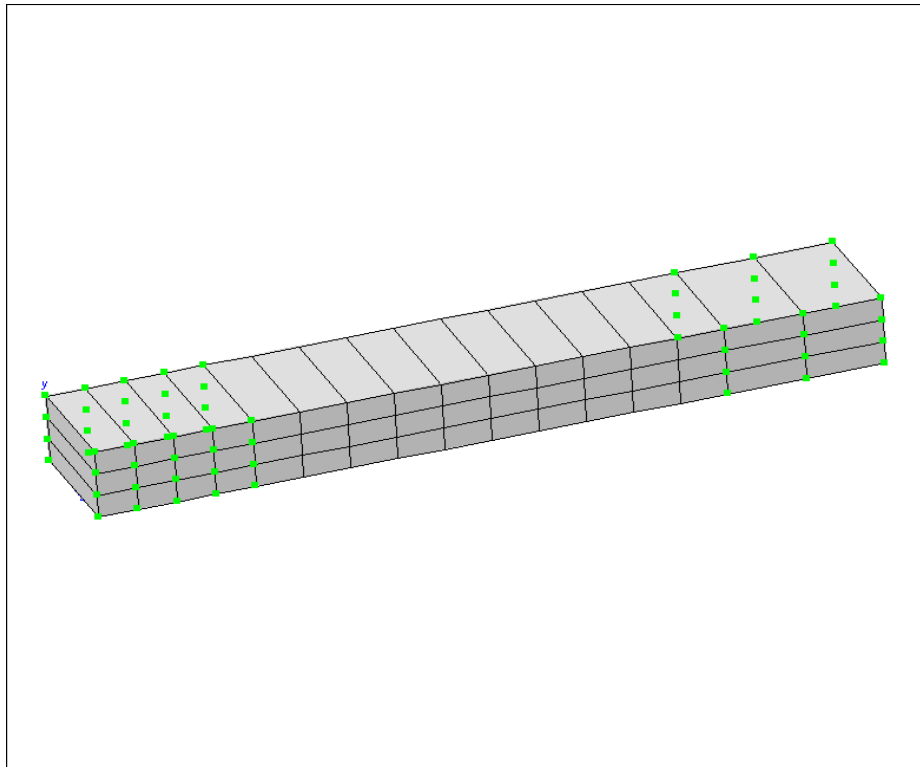


Figure A-3 : Maillage de l'éprouvette soumise à un gradient thermique contrôlé

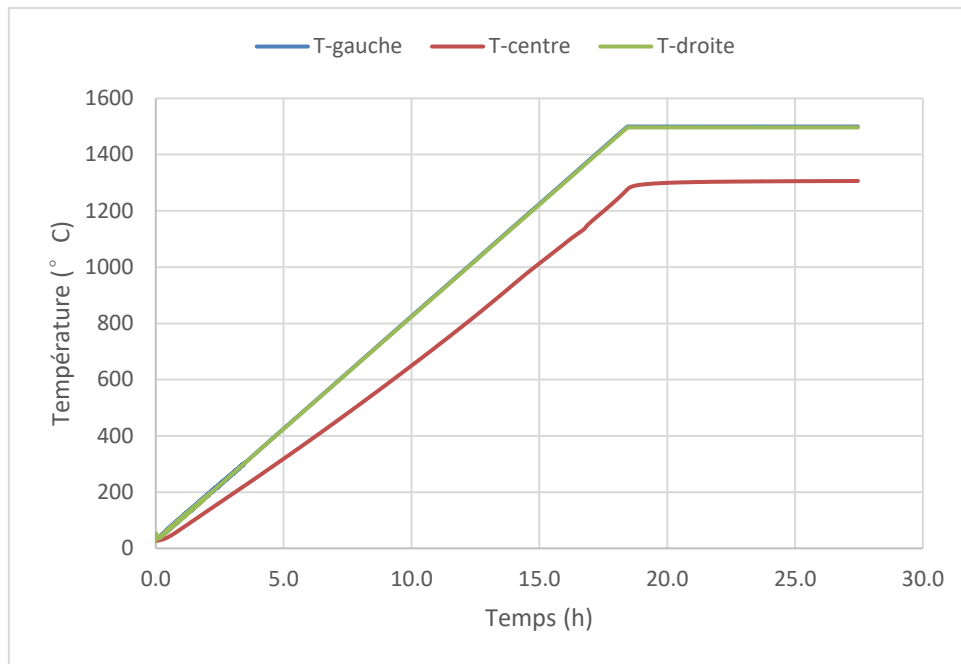


Figure A-4 : Essai préliminaire : rampe de chauffage et palier (les températures à droite et à gauche de l'éprouvette sont confondues)

Après optimisation du coefficient h , des simulations ont été réalisées dans le but de valider le modèle. Un premier essai a consisté à générer le gradient thermique le plus fort, dans le but d'obtenir une éprouvette très déformée dont les changements des dimensions seraient plus faciles à mesurer. Pour ce faire, il faut éteindre un élément chauffant et contrôler le champ thermique dans l'éprouvette en diminuant la puissance de l'autre élément chauffant. Ceci n'est pas facile à réaliser car, en raison de la répartition longitudinale en forme de « cuvette » de la température, si l'on diminue trop rapidement la puissance, on risque de diminuer le gradient thermique. Il faut donc déterminer cette limite de la diminution de la puissance par la simulation.

L'échauffement à 1500 °C des deux côtés de l'éprouvette provoque un gradient thermique initial dans celle-ci, préexistant avant le refroidissement (FIGURE A-4). Pour imposer ce gradient initial, une simulation, schématisée sur la FIGURE A-5, a été réalisée pour reproduire ce champ initial. La FIGURE A-6 représente l'état initial simulé de l'éprouvette. A partir de cette condition initiale, des simulations ont été réalisées pour identifier la vitesse du refroidissement pertinente de la partie droite de l'éprouvette permettant de maximiser le gradient. Grâce aux simulations, on sait qu'il faut commencer à diminuer la puissance de l'élément chauffant à droite 1560 s après l'extinction de l'élément à gauche, en ciblant une vitesse de refroidissement de 138 °C/h. Les FIGURE A-7, FIGURE A-8 et FIGURE A-9 témoignent que l'accord de la simulation avec ces conditions expérimentales n'est pas satisfaisant. Le modèle ne permet pas de reproduire précisément l'évolution de la température de l'éprouvette.

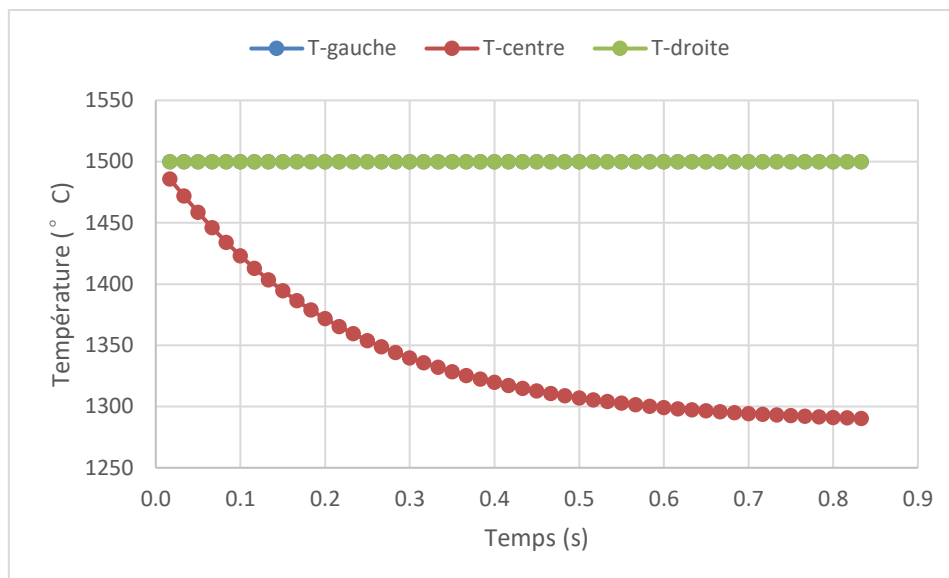


Figure A-5 : Essai sous gradient thermique imposé : simulation des premiers instants du refroidissement (les températures à droite et à gauche de l'éprouvette sont confondues)

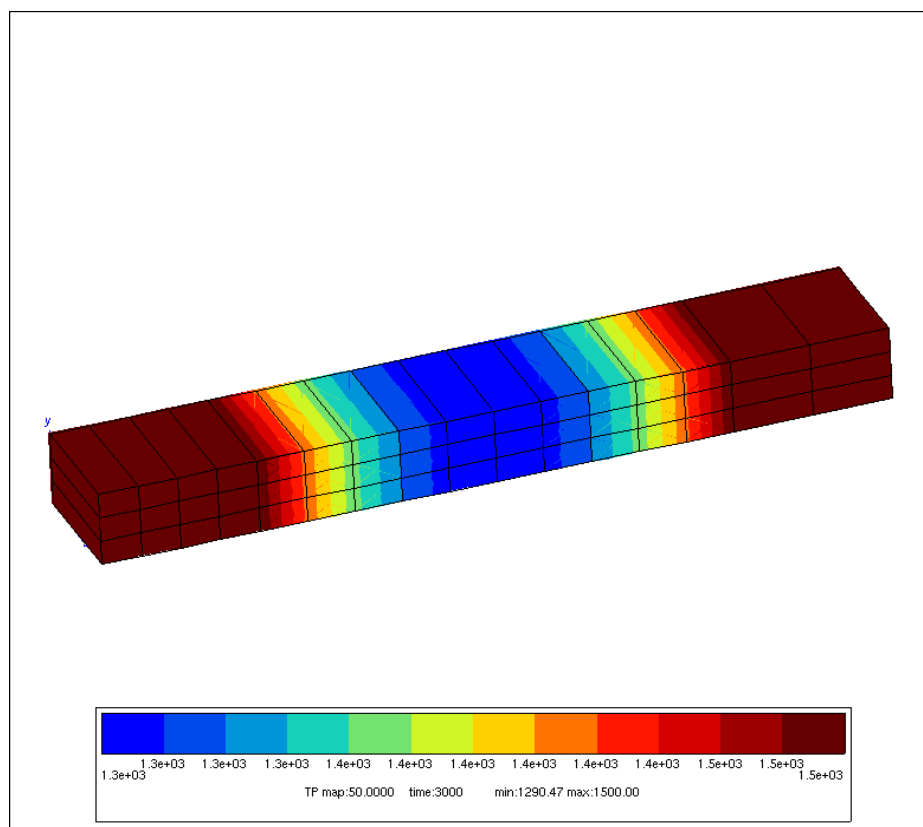


Figure A-6 : Champ de température initial : les extrémités sont à la même température

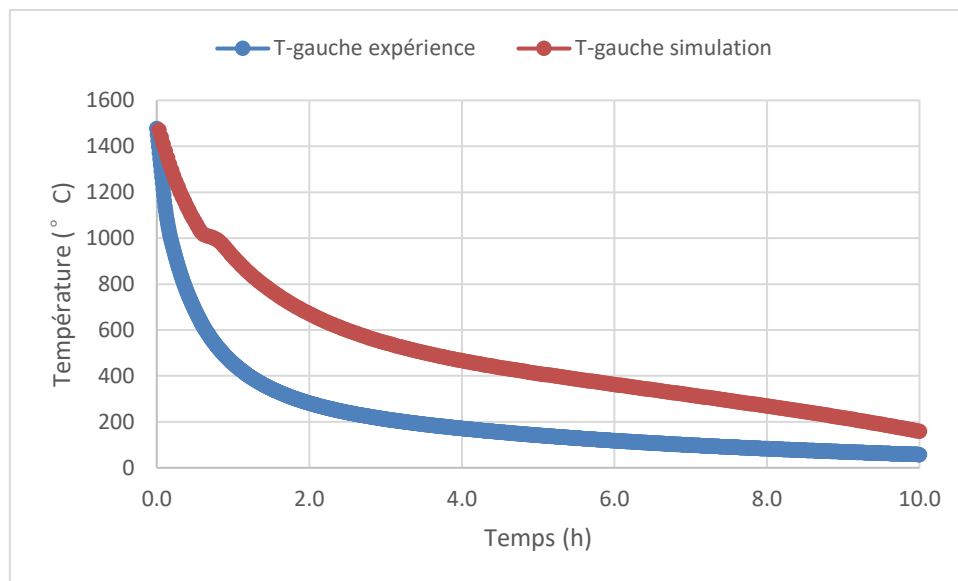


Figure A-7 : Essai de gradient thermique : comparaison entre la température mesurée et la température simulée à l'extrémité gauche de l'éprouvette

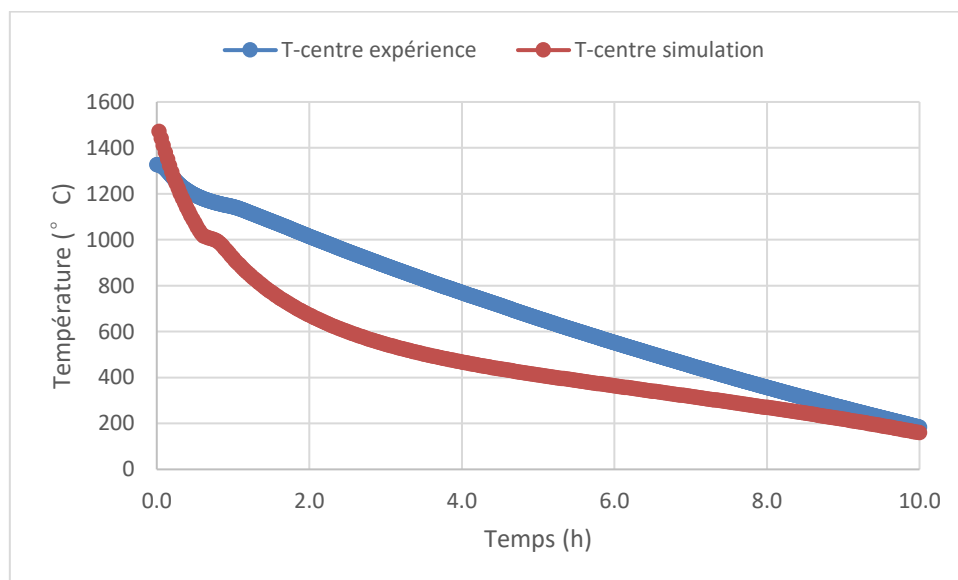


Figure A-8 : Essai de gradient thermique : comparaison entre la température mesurée et la température simulée au centre de l'éprouvette

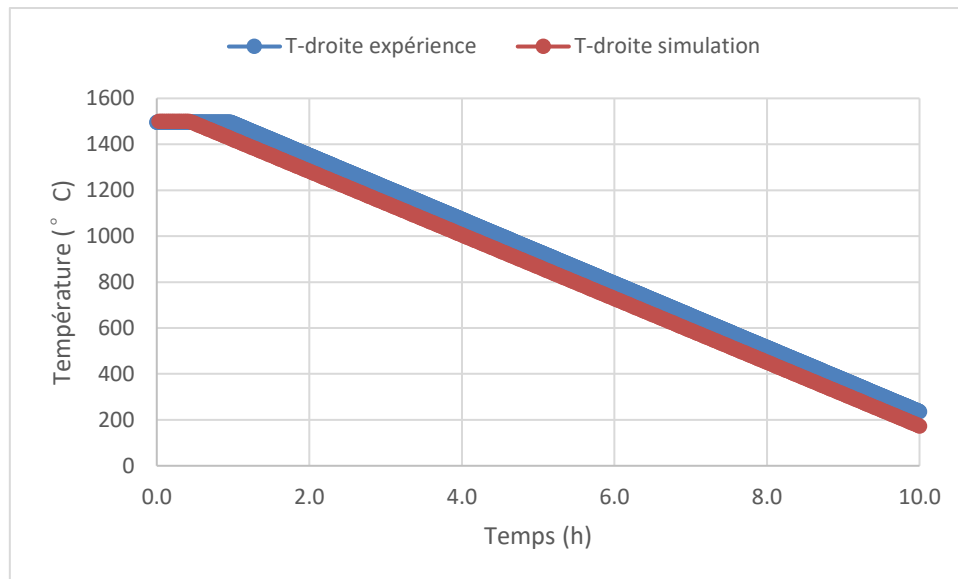


Figure A-9 : Essai de gradient thermique : comparaison entre la température mesurée et la température simulée à l'extrémité droite de l'éprouvette

Validation du modèle avec l'essai sous gradient thermique très fort

Les Figure A-7, Figure A-8 et Figure A-9 indiquent que la transformation de phase opère dans l'éprouvette entre une demi-heure et six heures. Dans la configuration présentée dans le § précédent, un gradient thermique expérimental relativement constant, de l'ordre de 6 °C/mm, est observé pendant la transformation de phase de l'éprouvette. Ce gradient est très supérieur au gradient thermique dans le bloc, qui est de l'ordre de 0,4 °C/mm. Le gradient thermique obtenu avec la simulation est moitié moindre, de l'ordre de 3 °C/mm.

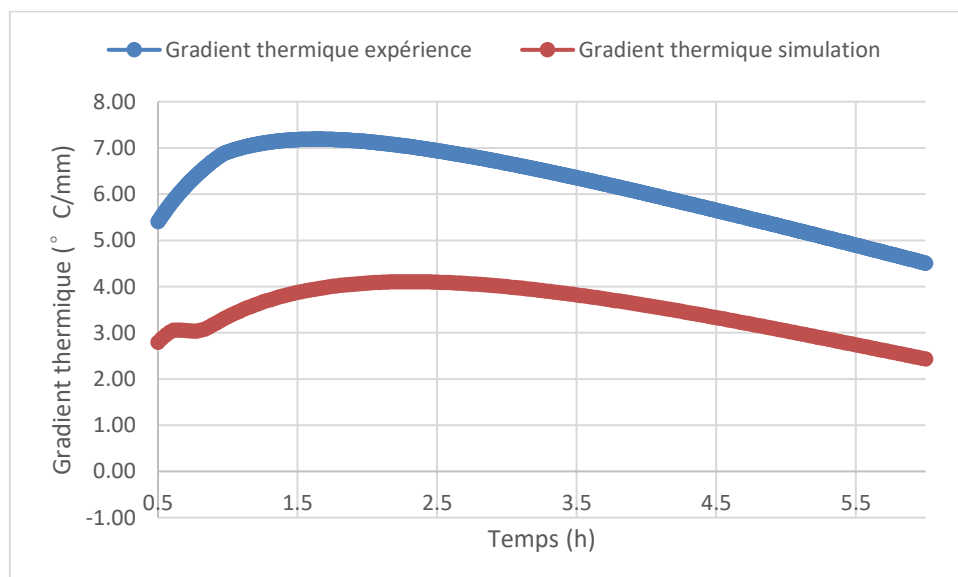


Figure A-10 : Gradient thermique pendant la transformation de phase de l'éprouvette

Les dimensions de plusieurs éprouvettes ont été mesurées avant et après cycle thermique avec un pied-à-coulisse, avec une précision de l'ordre de 0,1 mm. Les éprouvettes ont été mises en butée sur leur extrémité gauche, les mesures étant effectuées tous les 15mm à partir de ce point de référence. La division de la différence des dimensions (avant et après le cycle thermique) par les dimensions initiales permet le calcul d'un allongement relatif, exprimé en %, dont les valeurs sont résumées dans le TABLEAU A-10.

Distance du côté gauche (mm)	0	15	30	45	60	75	90	105	135	150
Déformation (épaisseur) (%)	1.54	1.3	1.40	1.24	1.12	1.08	1.24	1.46	1.30	1.07
Déformation (largeur) (%)	1.04	1.35	1.30	1.25	1.22	1.16	1.19	1.13	1.30	1.52

Tableau A-10 : Allongement relatif d'épaisseur et de largeur des éprouvettes après essai sous gradient thermique fort

Les déformations ainsi obtenues sont constituées de la somme des déformations rencontrées au cours du cycle thermique complet : dilatation thermique au chauffage, rétraction associée à la transformation de phase M-T au chauffage, dilatation thermique au refroidissement et gonflement associé à la transformation de phase T-M au refroidissement. La simulation ayant démarré à 1500 °C, la déformation finale simulée de l'éprouvette revenue à 20 °C est la somme de la rétraction thermique au refroidissement et du gonflement volumique associé à la transformation de phase T-M (FIGURE IV-5). Pour obtenir une déformation comparable avec le résultat expérimental, une déformation de 0,7 % a été ôtée pour compenser la part associée à la dilatation thermique au chauffage (FIGURE A-11 et FIGURE A-12).

Les FIGURE A-11 et FIGURE A-12 révèlent que, pour les courbes expérimentale et numérique, le gonflement est plus important aux deux extrémités de l'éprouvette et diminue au centre. La non-prise en compte de la rétraction du matériau lors de la transformation M-T au chauffage pourrait expliquer que la simulation produise un changement de géométrie plus marqué.

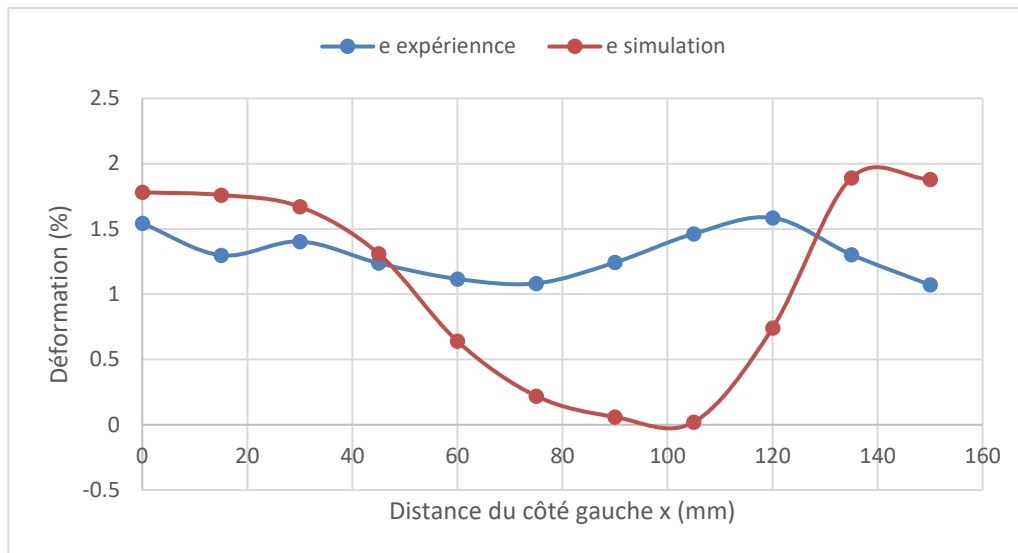


Figure A-11 : Essai sous gradient thermique fort : comparaison entre les variations d'épaisseur mesurée et simulée

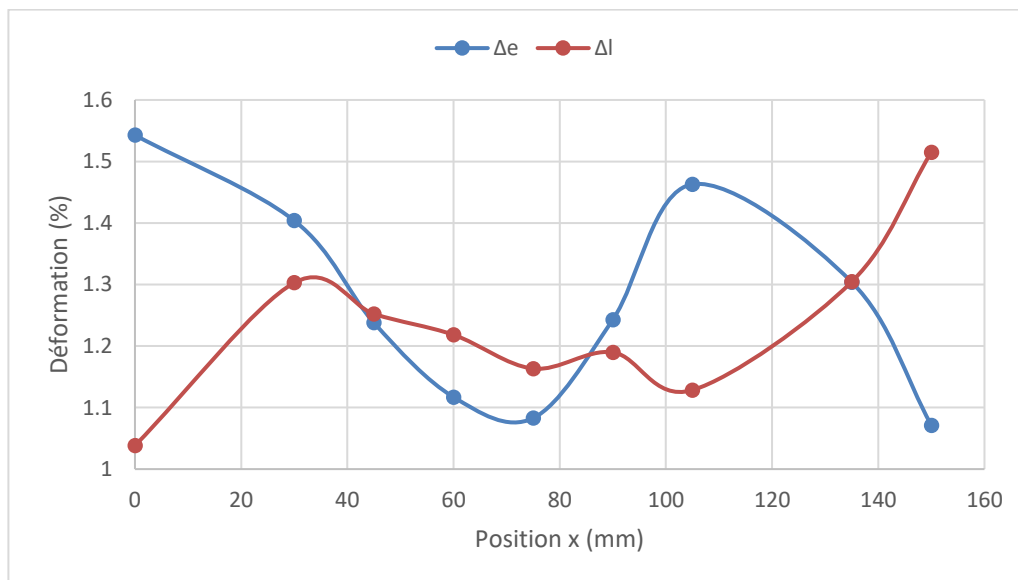


Figure A-12 : Essai sous gradient thermique fort : comparaison entre les variations de largeur mesurée et simulée

Si l'idée de valider notre modèle dans des conditions anisothermes était a priori intéressante, celle-ci s'est avérée irréalisable pour deux raisons principales. La première a été l'impossibilité d'obtenir sur l'éprouvette un gradient thermique uniaxial en raison de pertes thermiques latérales trop importantes. Le fait de ne pas pouvoir s'affranchir des phénomènes intervenant au chauffage (en particulier de la transformation M-T) dans le dépouillement final de l'essai a également posé un problème majeur.

En conclusion, en raison de ces problèmes et malgré les efforts déployés pour les résoudre, les résultats fournis par cet essai se sont révélés totalement inexploitable dans le cadre de notre travail : c'est pour cette raison que nous avons fait le choix de les reléguer en annexe.

Références

1. Massard, L. Etude du fluage de réfractaires électrofondus du système alumine-zircone-silice. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2005. Français. <tel-00150692>.
2. Madi, K. Influence de la morphologie tridimensionnelle des phases sur le comportement mécanique de réfractaires électrofondus. Mécanique [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2006. Français. <tel-00147059>.
3. Madi, K., Forest, S., Cordier, P. & Boussuge, M. Numerical study of creep in two-phase aggregates with a large rheology contrast : implications for the lower mantle. *Earth Planet. Sci. Lett.* **237**, 223–238 (2005).
4. Madi, K. *et al.* Finite element simulations of the deformation of fused-cast refractories based on X-ray computed tomography. *Comput. Mater. Sci.* **39**, 224–229 (2007).
5. Petroni, L., Boussuge, M. & Ryckelynck, D. Numerical simulation of the cooling-down of high-zirconia fused-cast refractories. *J. Eur. Ceram. Soc.* **32**, 3941–3947 (2012).
6. Petroni, L. Etude du comportement post-coulée de réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircone (THTZ). Matériaux [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2011. Français. <NNT : 2011ENMP0046>. <pastel-00657812>.
7. Ding, Y. Analyse morphologique de la microstructure 3D de réfractaires électrofondus à très haute teneur en zircone : relations avec les propriétés mécaniques, chimiques et le comportement pendant la transformation quadratique-monoclinique. Matériaux [physics.med-ph]. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris, 2012. Français. <NNT : 2012ENMP0031>. <pastel-00743511>.
8. Leblond, J. B., Mottet, G. & Devaux, J. C. A theoretical and numerical approach to the plastic behaviour of steels during phase transformations—II. Study of classical plasticity for ideal-plastic phases. *J. Mech. Phys. Solids* **34**, 411–432 (1986).

9. Gouraud, F. Influence des transformations de phase de la zircone sur le comportement thermomécanique de réfractaires à haute teneur en zircone. PhD thesis. Université de Limoges, 2016. Français.
10. Ruff, O. & Ebert, F. Beiträge zur Keramik hochfeuerfester Stoffe: I, Die Formen des Zirkondioxyds (Ceramics of Highly Refractory Materials: I, Forms of Zirconium Dioxide). *Z. Anorg. Allgem. Chem.*, **180**, 19–41 (1929).
11. McCullough, J. D. & Trueblood, K. N. Crystal Structure of Baddeleyite (Monoclinic ZrO_2). *Acta Cryst.* **12**, 507–511 (1959).
12. Smith, D. K. & Cline, C. F. Verification of existence of cubic zirconia at high temperature. *J. Am. Ceram. Soc.* **45**, 249–250 (1962).
13. Teufer, G. Crystal Structure of Tetragonal ZrO_2 . *Acta Cryst.* **15**, 1187 (1962).
14. Lambertson, W. A. & Mueller, M. H. Uranium Oxide Phase Equilibrium Systems: III, $\text{UO}_2\text{-ZrO}_2$. *J. Am. Ceram. Soc.* **36**, 365–68 (1953).
15. Wolten, G. M. Solid-Phase Transitions in the $\text{UO}_2\text{-ZrO}_2$ System. *J. Am. Chem. Soc.* **80**, 4772–4775 (1958).
16. Wolten, G. M. Diffusionless Phase Transformations in Zirconia and Hafnia. *J. Am. Ceram. Soc.* **46**, 418–422 (1963).
17. Heuer, A. H. Transformation Toughening in ZrO_2 -Containing Ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* **70**, 689–698 (1987).
18. Hayakawa, M., Nishio, K., Hamakita, J. & Onda, T. Isothermal and athermal martensitic transformations in a zirconia-yttria alloy. *Mater. Sci. and Eng.* **273-275**, 213–217 (1999).
19. Pee, J.-H., Akao, T., Ohtsuka, S. & Hayakawa, M. The kinetics of isothermal martensitic transformation of zirconia containing a small amount of yttria. *Mater. Trans.* **44**, 1783–1789 (2003).

20. Kobayashi, K., Kuwajima, H. & Masaki, T. Phase change and mechanical properties of ZrO₂-Y₂O₃ solid electrolyte after ageing, *Solid State Ionics* **3-4**, 489–493 (1981).
21. Lange, F. F., Dunlop, G. L. & Davis, B. I. Degradation During Aging of Transformation-Toughened ZrO₂-Y₂O₃ Materials at 250°C. *J. Am. Ceram. Soc.* **69**, 237–240 (1986).
22. Sato, T., Ohtaki, S. & Shimada, M. Transformation of yttria partially stabilized zirconia by low temperature annealing in air. *J. Mater. Sci.* **20**, 1466–1470 (1985).
23. Matsui, K. *et al.* Cubic-Formation and Grain-Growth Mechanisms in Tetragonal Zirconia Polycrystal. *J. Am. Ceram. Soc.* **86**, 1401–1408 (2003).
24. King, A. G. & Yavorsky, P. J. Stress Relief Mechanisms in Magnesia- and Yttria-Stabilized Zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.* **51**, 38–42 (1968).
25. Kriven, W.M. Possible Alternative Transformation Tougheners to Zirconia: Crystallographic Aspects. *J. Am. Ceram. Soc.* **71**, 1021–1030 (1988).
26. Evans, A. G. & Cannon, R. M. Overview no. 48: Toughening of brittle solids by martensitic transformations. *Acta Metall.* **34**, 761–800 (1986).
27. Stevens, R. Engineering properties of zirconia, *Engineered Materials Handbook: ceramics and glasses*. **4**, (1991).
28. Basu, B. Toughening of yttria-stabilised tetragonal zirconia ceramics. *Int. Mater. Rev.* **50**, 239–256 (2005).
29. Becher, P. F. & Swain, M. V. Grain-Size-Dependent Transformation Behavior in Polycrystalline Tetragonal Zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.* **75**, 493–502 (1992).
30. Kelly, J. R. & Denry, I. Stabilized zirconia as a structural ceramic: An overview. *Dent. Mater.* **24**, 289–298 (2008).
31. Evans, A. G. & Heuer, A. H. Review-Transformation Toughening in Ceramics: Martensitic Transformations in Crack-Tip Stress Fields. *J. Am. Ceram. Soc.* **63**, 241–248 (1980).

32. Hannink, R. H. J., Kelly, P. M. & Muddle, B. C. Transformation Toughening in Zirconia-Containing Ceramics. *J. Am. Ceram. Soc.* **83**, 461–487 (2000).
33. Gupta, T. K., Lange, F. F. & Bechtold, J. H. Effect of stress-induced phase transformation on the properties of polycrystalline zirconia containing metastable tetragonal phase. *J. Mater. Sci.* **13**, 1464–1470 (1978).
34. Heuer, A. H., Lange, F. F., Swain, M. V. & Evans, A. G. Transformation Toughening: An Overview. *J. Am. Ceram. Soc.* **69**, I–IV (1986).
35. Videau, J.-C., Cailletaud, G. & Pineau, A. Experimental Study of the Transformation-Induced Plasticity in a Cr-Ni-Mo-Al-Ti Steel. *J. Phys. IV Colloq.* **06**, C1-465-C1-474 (1996).
36. McMeeking, R. M. & Evans, A. G. Mechanics of transformation toughening in brittle materials. *J. Am. Ceram. Soc.* **65**, 242–246 (1982).
37. Budiansky, B., Hutchinson, J.W. & Lambropoulos J.C. Continuum Theory of Dilatant Transformation Toughening In Ceramics. *Int. J. Solids Struct.* **19**, 337–355 (1983).
38. Lambropoulos, J. C. Shear, shape and orientation effects in transformation toughening. *Int. J. Solids Struct.* **22**, 1083–1106 (1986).
39. Chen, I.-W. & Reyes-Morel, P. E. Transformation Plasticity and Transformation Toughening in Mg-PSZ and Ce-TZP. in : Materials research symp. 78, *Advances in Structural Ceramics*, 75 (4 pages) (1986).
40. Stump, D. M. The role of shear stresses and shear strains in transformation-toughening. *Philos. Mag. A* **64**, 879–902 (1991).
41. Chen, I.-W. & Reyes-Morel, P. E. Implications of Transformation Plasticity in ZrO₂-Containing Ceramics: I, Shear and Dilatation Effects. *J. Am. Ceram. Soc.* **69**, 181–189 (1986).

42. Block, S., Da Jornada, J. A. H. & Piermarini, G. J. Pressure-Temperature Phase Diagram of Zirconia. *J. Am. Ceram. Soc.* **68**, 497–499 (1985).
43. Yashima, M. *et al.* Tetragonal—Monoclinic Phase Transition Enthalpy and Temperature of ZrO₂-CeO₂ Solid Solutions. *J. Am. Ceram. Soc.* **78**, 2225–2228 (1995).
44. Wang, C., Zinkevich, M. & Aldinger, F. The zirconia-hafnia system: DTA measurements and thermodynamic calculations. *J. Am. Ceram. Soc.* **89**, 3751–3758 (2006).
45. Mamivand, M., Asle Zaeem, M., El Kadiri, H. & Chen, L.-Q. Phase field modeling of the tetragonal-to-monoclinic phase transformation in zirconia. *Acta Mater.* **61**, 5223–5235 (2013).
46. Mamivand, M., Asle Zaeem, M. & El Kadiri, H. Phase field modeling of stress-induced tetragonal-to-monoclinic transformation in zirconia and its effect on transformation toughening. *Acta Mater.* **64**, 208–219 (2014).
47. Bansal, G. K. & Heuer, A. H. On a martensitic phase transformation in zirconia (ZrO₂)—I. Metallographic evidence. *Acta Metall.* **20**, 1281–1289 (1972).
48. Wolten, G.M. Direct high-temperature single-crystal observation of orientation relationship in zirconia phase transformation. *Acta Crystallogr.* **17**, 763–765 (1964).
49. Bailey, J.E. The Monoclinic-Tetragonal Transformation and Associated Twinning in Thin Films of Zirconia. *Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.* **279**, 395–412 (1964).
50. Mitter, W. Umwandlungsplastizität und ihre Berücksichtigung bei der - Berechnung von Eigenspannungen -. (1987). Available at: https://www.schweizerbart.de/publications/detail/isbn/9783443230081/Mitter_Umwandlungsplastizitat_Material. (Accessed: 12th August 2016).
51. Coret, M., Calloch, S. & Combescure, A. Experimental study of the phase transformation plasticity of 16MND5 low carbon steel induced by proportional and nonproportional biaxial loading paths. *Eur. J. Mech. - A/Solids* **23**, 823–842 (2004).

52. Trinh, N. T. Sur la modélisation du comportement thermomécanique et métallurgique des aciers. Application au procédé de soudage et de traitements thermiques. PHD thesis, Ecole polytechnique, 2008. Français. <pastel-00004738>.
53. Greenwood, G.W. & Johnson, R.H. The Deformation of Metals Under Small Stresses During Phase Transformations. *Proc. R. Soc. Lond. Math. Phys. Eng. Sci.* **283**, 403–422 (1965).
54. Magee, C. L. Transformation Kinetics, Microplasticity and Aging of Martensite In Fe-31 Ni. Doctoral Thesis, Carnegie Inst Of Tech Pittsburgh, (1966).
55. Taleb, L., Cavallo, N. & Waeckel, F. Experimental analysis of transformation plasticity. *Int. J. Plast.* **17**, 1–20 (2001).
56. Leblond, J. B., Devaux, J. & Devaux, J. C. Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I: Case of ideal-plastic phases. *Int. J. Plast.* **5**, 551–572 (1989).
57. Leblond, J. B. Mathematical modelling of transformation plasticity in steels II: Coupling with strain hardening phenomena. *Int. J. Plast.* **5**, 573–591 (1989).
58. Leblond, J. B. Simulation Numérique du Soudage- Modélisation Mathématique des Transformations Métallurgiques-Etat d’Avancement des Travaux. (1980).
59. Leblond, J. B., Mottet, G. & Devaux, J. C. A theoretical and numerical approach to the plastic behaviour of steels during phase transformations—I. Derivation of general relations. *J. Mech. Phys. Solids* **34**, 395–409 (1986).
60. Santos, C. A., Quaresma, J. M. V. & Garcia, A. Determination of transient interfacial heat transfer coefficients in chill mold castings. *J. Alloys Compd.* **319**, 174–186 (2001).
61. Rajan, T. P. D., Narayan Prabhu, K., Pillai, R. M. & Pai, B. C. Solidification and casting/mould interfacial heat transfer characteristics of aluminum matrix composites. *Compos. Sci. Technol.* **67**, 70–78 (2007).

62. Moriya, Y. & Navrotsky, A. High-temperature calorimetry of zirconia: Heat capacity and thermodynamics of the monoclinic–tetragonal phase transition. *J. Chem. Thermodyn.* **38**, 211–223 (2006).
63. Eucken, A. Allgemeine Gesetzmäßigkeiten für das Wärmeleitvermögen verschiedener Stoffarten und Aggregatzustände. *Forschung auf dem Gebiete des Ingenieurwesens* 373–381 (1940).
64. Kannuluik, W.G. & Carman, E.H. The Temperature Dependence of the Thermal Conductivity of Air. *Aust. J. Chem.* **4**, 305–314 (1951).
65. Morrell, R. *Handbook of properties of technical & engineering ceramics*. (H.M.S.O, 1985).
66. Savitzky, A. & Golay, M. J. E. Smoothing and Differentiation of Data by Simplified Least Squares Procedures. *Anal. Chem.* **36**, 1627–1639 (1964).
67. Roscoe, K. H. & Burland, J. B. On the generalized stress–strain behaviour of wet clays in : *Engineering plasticity* (eds J. Heyman and F. A. Leckie), Cambridge univ press. 535–609 (1968).
68. Kelly, B. T. The thermal expansion coefficients of graphite crystals-the theoretical model and comparison with 1990 data. *Carbon* **29**, 721–724 (1991).
69. Ditmars, D. A., Ishihara, S., Chang, S. S., Bernstein, G. & West, E. D. Enthalpy and Heat-Capacity Standard Reference Material: Synthetic Sapphire (α - Al_2O_3) From 10 to 2250 K. *J. Res. Natl. Bur. Stand.* **87**, 159–163 (1982).
70. Sosman, R. B. *The Properties of Silica* (Chemical Catalog Company, New York, 1927).
71. Brückner, R. Properties and structure of vitreous silica. *J. Non-Cryst. Solids* **5**, 123–175 (1970).
72. Christian, J. W. & Mahajan, S. Deformation twinning. *Prog. Mater. Sci.* **39**, 1–157 (1995).

73. Chevalier, J., Gremillard, L., Virkar, A. V. & Clarke, D. R. The Tetragonal-Monoclinic Transformation in Zirconia: Lessons Learned and Future Trends. *J. Am. Ceram. Soc.* **92**, 1901–1920 (2009).
74. Chaturantabut, S. & Sorensen, D. C. Discrete Empirical Interpolation for nonlinear model reduction. in : *Proceedings of the 48th IEEE Conference on Decision and Control, 2009 held jointly with the 2009 28th Chinese Control Conference. CDC/CCC 2009* 4316–4321 (2009).
75. Ryckelynck, D. Hyper-reduction of mechanical models involving internal variables. *Int. J. Numer. Methods Eng.* **77**, 75–89 (2009).
76. Huang, S., Binner, J. G. P., Vaidhyanathan, B. & Todd, R. I. Quantitative analysis of the residual stress and dislocation density distributions around indentations in alumina and zirconia toughened alumina (ZTA) ceramics. *J. Eur. Ceram. Soc.* **34**, 753–763 (2014).
77. Reyes-Morel, P.E. & Chen, I.-W. Transformation Plasticity of CeO₂-Stabilized Tetragonal Zirconia Polycrystals: I, Stress Assistance and Autocatalysis. *J. Am. Ceram. Soc.* **71**, 343–353 (1988).
78. Yong Lam, K. & Min Zhang, J. Transformation twinning in monoclinic zirconia particles. *Acta Metall. Mater.* **40**, 1395–1401 (1992).
79. Smith, J., Liu, W. K. & Cao, J. A general anisotropic yield criterion for pressure-dependent materials. *Int. J. Plast.* **75**, 2–21 (2015).
80. First, R. C. & Heuer, A. H. Deformation by moving interfaces (deformation twinning) in monoclinic zirconia (Baddeleyite). *J. Struct. Geol.* **15**, 1241–1247 (1993).
81. Sukharevskii, B. Y. & Vishnevskii, I. I. Polymorphic Transition Kinetics of ZrO₂. *Dokl. Akad. Nauk SSSR*, 882–885 (1962).
82. Garvie, R. C., Hannink, R. H. J. & Pascoe, R. T. Ceramic steel. *Nature* **258**, 695–708 (1975).

83. Chaturantabut, S. & Sorensen, D. C. Nonlinear Model Reduction via Discrete Empirical Interpolation. *SIAM J. Sci. Comput.* **32**, 2737–2764 (2010).
84. Heuer, A. H. & Hobbs, L. W. *Science and technology of zirconia*. American Ceramic Society (1981).

Résumé

Les réfractaires électrofondus, qui constituent l'objet de ce travail, appartiennent au système alumine-zircone-silice. Ils sont obtenus par coulée dans des moules à des températures supérieures à 2000°C, rendant très difficile toute instrumentation. De nombreux phénomènes intrinsèques au matériau interviennent lors du refroidissement qui suit la coulée. Parmi ces derniers, cette recherche a essentiellement porté sur la transformation de phase (de tétragonale à monoclinique) de la zircone et aux phénomènes associés (gonflement, plasticité,...).

A partir d'essais mécaniques à haute température réalisés en laboratoire, les lois de comportements thermiques et mécaniques ont été caractérisées et modélisées en cours de transformation de la zircone. La plasticité à très bas seuil de contrainte observée a, en particulier, été décrite par une vitesse de déformation dérivée du modèle de Leblond, une fonction de rendement de type Cam-clay sans consolidation et une fonction de rendement définissant l'avancement de la transformation en fonction de la température. Après implémentation dans un code de calcul par éléments finis et validation par confrontation avec des résultats d'essais sous contraintes multiaxiales, ce modèle a été assemblé aux autres composantes du comportement mécanique (fluage, élasticité,...), pour décrire l'ensemble des phénomènes thermomécaniques observés lors du refroidissement.

Parallèlement, des coulées de blocs en laboratoire, instrumentées par des thermocouples et des capteurs d'émission acoustique, ont permis de reconstruire par simulation numérique l'évolution du champ de température à l'intérieur de la dalle au cours du refroidissement. L'enthalpie de solidification, ainsi que celle associée à la transformation de phase, préalablement quantifiées par DSC, ont été prises en compte. L'application du modèle mécanique complet, associant toutes les composantes du comportement, a permis de calculer l'évolution du champ de contraintes généré par les gradients thermiques en fonction du temps et, en particulier, de mettre en évidence le rôle essentiel joué par la transformation de phase sur la relaxation des contraintes.

Mots Clés

Réfractaires électrofondus, transformation de phase de la zircone, plasticité, méthode des éléments finis, Simulation thermomécanique, Modèle Leblond, réduction de modèles

Abstract

Fused-cast refractories, which are the subject of this work, belong to the alumina-zirconia-silica system. They are obtained by casting in moulds at temperatures above 2000°C, which makes any instrumentation very difficult. Many phenomena intrinsic to the material occur during cooling-down after casting. Amongst the latter, this research has essentially focussed on the phase transformation (from tetragonal to monoclinic) of zirconia and the associated phenomena (swelling, plasticity...).

From high temperature mechanical laboratory tests the thermal and mechanical behaviour laws were characterized and modelled during the zirconia transformation. Plasticity at very low stress threshold levels was observed. A Leblond type model has been extended by introducing a Cam-clay yield function without consolidation. In this model, the progress of the transformation is controlled by the evolution of the temperature. This model was complemented by other components of the mechanical behaviour (creep, elasticity ...). It has been validated by experimental tests under multiaxial loadings that replicate the main thermomechanical phenomena observed during cooling.

In parallel, blocks, casted under laboratory conditions and instrumented with thermocouples and acoustic emission sensors, allowed a numerical simulation of the changes in the temperature field within the block during cooling-down. This simulation took into account the solidification enthalpy and the enthalpy associated with the phase transformation, previously quantified by DSC. The implementation of the complete mechanical model integrating all the behavioural components leading to a calculation of changes in the stress field generated by thermal gradients as a function of time and, in particular, to highlight the essential role played by the phase transformation in stress relaxation.

Keywords

Fused-cast refractory, zirconia phase transformation, plasticity, finite element method, Thermomechanical simulation, Leblond model, model reduction