UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉTUDE DE LA DÉGRADATION DES RÉFRACTAIRES ALUMINOSILICEUX PAR ABRASION, CHOCS THERMIQUES ET CORROSION PAR L'ALUMINIUM - CORRÉLATION ET INTERACTION DES MÉCANISMES

NICODÈME NTAKABURIMVO

DÉPARTEMENT DE GÉNIE PHYSIQUE
ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

THÈSE PRÉSENTÉE EN VUE DE L'OBTENTION
DU DIPLÔME DE PHILOSOPHIAE DOCTOR (Ph.D.)
(GÉNIE MÉTALLURGIQUE)

JANVIER 2003

© Nicodème Ntakaburimvo, 2003

National Library
of Canada

Acquisitions and
Bibliographic Services

395 Wellington Street
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Bibliothèque nationale
du Canada

Acquisisitons et
services bibliographiques

395, rue Wellington
Ottawa ON K1A 0N4
Canada

Your file Votre référence
ISBN: 0-612-80813-0
Our file Notre référence
ISBN: 0-612-80813-0

The author has granted a non-exclusive licence allowing the National Library of Canada to reproduce, loan, distribute or sell copies of this thesis in microform, paper or electronic formats.

The author retains ownership of the copyright in this thesis. Neither the thesis nor substantial extracts from it may be printed or otherwise reproduced without the author's permission.

L'auteur a accordé une licence non exclusive permettant à la Bibliothèque nationale du Canada de reproduire, prêter, distribuer ou vendre des copies de cette thèse sous la forme de microfiche/film, de reproduction sur papier ou sur format électronique.

L'auteur conserve la propriété du droit d'auteur qui protège cette thèse. Ni la thèse ni des extraits substantiels de celle-ci ne doivent être imprimés ou aturement reproduits sans son autorisation.

Canada

UNIVERSITÉ DE MONTRÉAL

ÉCOLE POLYTECHNIQUE DE MONTRÉAL

cette thèse intitulée :

ÉTUDE DE LA DÉGRADATION DES RÉFRACTAIRES ALUMINOSILICEUX PAR ABRASION, CHOCS THERMIQUES ET CORROSION PAR L'ALUMINIUM - CORRÉLATION ET INTERACTION DES MÉCANISMES

Présentée par : NICODÈME NTAKABURIMVO

En vue de l'obtention du diplôme de : Philosophiae Doctor

a été dûment acceptée par le jury d'examen constitué de :

M. RIGAUD Michel, D.SCA., président

M. ALLAIRE Claude, Ph.D., directeur de recherche

M. YELLE Henri, Ph.D., membre

M. BOUCHARD Dominique, Ph.D, membre externe

DÉDICACE

Je dédie cette thèse à :

- **Mes très chers enfants :**

Staëlle

Darcy

Axel et

La très gentille Marlenne qui a fait preuve de responsabilité exceptionnelle vis–à-vis de ses petit-frères et sa petite sœur, malgré son très jeune âge.

- **Ma très chère épouse Odile** qui a bien pris soin de nos enfants pour la plus grande partie du temps couvrant mes années de recherche en maîtrise et au doctorat.

Je dédie également cette thèse à **ma très chère Maman Perpétue BANKUWIHA et mon très cher regretté Papa Bonaventure NTAKABURIMVO,** qui n'ont rien ménagé pour que je devienne ce que je suis actuellement.

Je dédie aussi cette thèse **à mes très chers frères et sœurs** ainsi qu'à **mes amis** et **à tous ceux qui me sont chers**.

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier de façon particulière, mon directeur de thèse, le docteur et professeur Claude ALLAIRE, pour m'avoir fait confiance en me proposant un sujet de thèse intéressant tant du point de vue scientifique que technologique. Ses critiques et conseils nous ont permis d'aller toujours de l'avant. Je le remercie aussi et très sincèrement pour le support financier qu'il m'a octroyé au cours de la réalisation des présents travaux, ainsi que pour sa grande disponibilité.

Je voudrais également remercier très sincèrement le docteur et professeur Michel RIGAUD directeur du groupe CIREP et président de mon jury de thèse, d'avoir accepté cette présidence. Je le remercie aussi pour m'avoir fait découvrir l'importance des matériaux réfractaires lors de son cours "Matériaux réfractaires", au tout début de ma maîtrise en caractérisation microscopique des matériaux. L'intérêt qu'il a suscité en moi m'a poussé d'entreprendre la formation doctorale dans ce domaine bien complémentaire à notre formation initiale en métallurgie. Je ne manquerais pas de souligner ma très grande satisfaction quant à l'ambiance de travail qu'a imprimée le professeur Michel RIGAUD au sein du groupe CIREP, lequel comprend des gens de toute origine et de différentes cultures. Je voudrais aussi le remercier pour ses sages conseils.

Je souhaite adresser également mes remerciements au docteur et professeur Henri Yelle pour avoir accepté d'être membre du jury de cette thèse, et pour des échanges intéressants que nous avons eus ensemble au sujet d'une partie des présents travaux.

Mes remerciements vont également à l'endroit du docteur Dominique BOUCHARD, chercheur à l'Institut des Matériaux Industriels (IMI), pour avoir accepté d'être membre du jury en qualité d'examinateur externe ; et au docteur et professeur Remo A. MASUT qui a bien voulu accepter de siéger en tant que représentant du Doyen de la Faculté des Études Supérieures.

Je voudrais aussi remercier tous les membres du groupe CIREP, aussi bien les étudiants et les chercheurs que le personnel technique et administratif, pour m'avoir témoigné une bonne collaboration au cours de la réalisation de cette thèse. La liste est longue mais, nous ne pouvons ne pas souligner les caractéristiques particulières d'idéale secrétaire qu'incarne Mme Huguette RIOUX: courtoisie, ordre, respect, gentillesse, propreté, innovation, etc. Nous ne pouvons non plus ne pas mentionner Jean Philippe BOUCHARD, l'universel support technique de laboratoire au CIREP. Je voudrais aussi souligner la bonne collégialité de Jamal Eddine Sebbani avec qui j'ai partagé le bureau pendant plus de 4 ans et des points de vue très enrichissants. Je ne peux pas non plus oublier la bonne collégialité de Ningsheng ZHOU, He HUIGINQ, Roger PELLETIER, Christophe GAUBERT et Emmanuel DIVRY. J'ai bien apprécié la collaboration et la gentillesse des chercheurs Dr. Eugen PARANSKI, Stephan PALCO, et bien sûr le sage Vladimir KOVAC qui m'a toujours encouragé dans un esprit d'humour relaxant.

Je tiens à remercier de façon toute spéciale mon épouse et mes enfants pour leur encouragement et la patience dont ils ont fait preuve pendant la réalisation de la présente thèse.

RÉSUMÉ

Le problème permanent qui préoccupe les manufacturiers des matériaux réfractaires et l'industrie métallurgique qui en est le principal utilisateur réside, entre autre, au niveau du choix du meilleur matériau réfractaire pour chacune des différentes applications industrielles. Les réfractaires utilisés pour le revêtement des fours d'élaboration et de traitement des métaux et des alliages, servent dans un environnement très agressif.

Les réfractaires aluminosiliceux faisant l'objet de la présente étude et servant au garnissage des fours de refonte et de maintien de l'aluminium sont soumis à des sollicitations d'ordre mécanique tels que l'abrasion, les impacts mécaniques et l'érosion, d'une part ; et d'ordre chimique via la corrosion ainsi que d'ordre thermique par l'intermédiaire des chocs thermiques, notamment. Leur caractère hétérogène et cette diversité de sollicitations auxquelles ils sont répétitivement soumis en service, rendent encore plus difficile la tâche de définir des critères précis de sélection des matériaux plus appropriés. La procédure que nous jugeons adéquate pour cheminer logiquement vers la solution plus ou moins idéale, ou à défaut à un compromis raisonnable, est de disposer d'outils nécessaires de caractérisation de ces matériaux, puis d'étudier le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à l'action séparée ou combinée des différents mécanismes de dégradation intervenant en service.

Cette thèse vise quatre objectifs principaux. Le premier concerne la réalisation d'un montage expérimental permettant d'user les réfractaires par abrasion. Le deuxième

vise l'étude séparée de la détérioration des réfractaires aluminosiliceux par abrasion, choc thermique et corrosion. Le troisième traite de la corrélation de ces trois mécanismes pendant que le quatrième parle de l'interaction entre le choc thermique et la corrosion.

Une des contributions de cette thèse réside donc dans la réalisation d'un montage expérimental permettant d'exécuter des essais d'abrasion des réfractaires, aussi bien à froid qu'à haute température, en l'absence ou en présence d'un métal liquide. Ce montage permet donc d'étudier séparément le comportement d'un réfractaire lorsqu'il est soumis à la corrosion dynamique, à l'érosion et à l'abrasion. Il permet également d'étudier l'influence de chacun des trois mécanismes sur l'autre, d'une part, mais aussi de celle de leur interaction mutuelle, d'autre part. Une des caractéristiques importantes de ce montage est qu'il permet d'ajuster la sévérité du test selon la résistance mécanique du matériau à tester. L'autre point important est que les tests d'abrasion ont été pensés et exécutés de manière à pouvoir quantifier la dégradation, autrement que par la méthode traditionnelle de détermination de la perte de poids; en mesurant notamment la profondeur d'usure et les propriétés résiduelles du matériau, telles que la force et la contrainte de rupture.

Une parfaite corrélation a été observée entre la profondeur d'usure et la perte de poids, les deux étant inversement corrélées à la force de rupture résiduelle. La résistance à l'abrasion s'est avérée globalement corrélée à la contrainte à la rupture, la ténacité et le module d'élasticité. Cependant, pour une résistance mécanique comparable pour les

briques et les bétons, ces derniers se sont montrés plus dégradés à cause des défauts plus importants qu'ils renferment. De plus, dans le cas des bétons, nous avons également montré que la surface originale faisant face au moule d'élaboration était plus arrachée qu'une face rectifiée par suite du phénomène de ségrégation. L'autre contribution importante de cette thèse est d'avoir montré que le processus d'abrasion n'affecte les propriétés mécaniques du matériau que s'il créée des fissures de taille plus importante que celle des défauts initiaux contenus dans le matériau usé.

L'évaluation de la résistance à la corrosion a été faite en immergeant totalement et partiellement des échantillons réfractaires dans l'alliage Al-5% Mg pendant quatre jours. Le classement de la performance des matériaux en immersion totale a été fait selon le standard CIREP basé sur le niveau de pénétration, fissuration et friabilité. Qu'il s'agisse des tests d'immersion totale que ceux d'immersion partielle, il a été remarqué que les bétons étaient plus dégradés sur la face du côté du moule, pour les mêmes raisons que ci-dessus. Lorsque testées en immersion partielle, les briques, quant à elles, manifestent un degré élevé de fissuration et de friabilité au niveau de la ligne de métal. Pour ce type de test, tous les réfractaires sont beaucoup plus corrodés dans cette région, à cause de la pression partielle d'oxygène qui y est plus élevée que dans la région d'en dessous. Un réfractaire peu résistant à la corrosion par immersion totale est caractérisé par une forte augmentation des propriétés mécaniques à froid et une amélioration de la densité en vrac.

Il a été montré que le paramètre R_{st} de Hasselman contrôle mieux la résistance à l'endommagement des réfractaires par choc thermique que le paramètre R"". Cependant, le paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ défini au cours des présents travaux semble contrôler davantage cette propriété, surtout lorsqu'elle est exprimée en terme de résistance mécanique relative σ_r/σ_0. En plus d'être régie par de très faibles valeurs du coefficient d'expansion thermique, la résistance à l'initiation des fissures par choc thermique devrait être favorisée par des valeurs élevées de la contrainte à la rupture "σ_0" et du module d'élasticité "E_0", et donc par "$\sigma_0 \times E_0$" élevé ; plutôt que par des valeurs élevées de "σ_0" et faibles pour "E_0", tel que le préconise la littérature.

Il n'y a pas de corrélation positive possible entre les mécanismes d'abrasion, de chocs thermiques et de corrosion, surtout entre les chocs thermiques et la corrosion ainsi que l'abrasion car les propriétés favorisant la résistance au choc thermique nuisent généralement à la résistance à la corrosion et à l'abrasion. L'abrasion est d'autant plus élevée que la valeur du paramètre de résistance à la propagation des fissures courtes R"" est grande.

Le choc thermique réduit la résistance à la corrosion d'un réfractaire mais, l'interaction des deux mécanismes conduit à sa détérioration plus soudaine.

Il n'existe pas de matériau universel qui puisse résister identiquement à ces trois mécanismes. Le choix du revêtement doit donc se faire sur base du mécanisme plus dégradant ou selon un compromis judicieusement étudié. Beaucoup de travaux ont été exécutés au sein du groupe CIREP dans le domaine des matériaux réfractaires mais, de

nombreuses études restent encore à faire, avant d'en arriver à la définition des critères de sélection plus appropriés. Des recommandations intéressantes ont été émises pour des travaux futurs dans le cadre de la chaire REFRAL.

ABSTRACT

One unresolved problem, for refractory materials manufacturers and metallurgical industry, which is the principal user of these materials, is, amongst other things, how to select the best refractory for each of the various industrial applications. The refractories used for metals and alloys casting and treatment lining work in very aggressive environment.

Aluminosilicate refractories used for melting and holding furnaces on which the present work was focused are submitted to mechanical abuse such as abrasion, mechanical impact and erosion, on one hand; and to chemical degradation by corrosion, as well as to thermal stresses, mostly due to thermal shocks; on the other hand. Their heterogeneous character and the diversity of these detrimental mechanisms to which they are repetitively submitted in service, make much more difficult the task of defining selection criteria for best materials. The suggested procedure to achieve progressively a more acceptable solution, or a reasonable compromise, is to have necessary tools for material degradation characterisation, and then to study its behaviour when it is submitted separately and simultaneously to the action of the all service intervening degradation mechanisms.

This thesis is focused on four main objectives. The first one is related to the designing of an experimental set-up allowing abrasion testing of refractories. The second deals with the separate study of the deterioration of aluminosilicate refractories by abrasion, thermal shock and corrosion. The third is the correlation between these

three mechanisms while the fourth is related to the interaction between thermal shock and corrosion.

One of the contributions of this thesis is the realisation of the above mentioned experimental set-up, which permits to carry out refractories abrasion testing, as well as at room and high temperature, in the absence or in the presence of molten metal. The fact of testing refractory resistance when it is submitted separately and simultaneously to the action of dynamic corrosion, erosion and abrasion leads to the studying of the influence of each of these three mechanisms on the other. One of the characteristics of the designed set-up is the fact that it allows to adjust the severity testing conditions according to the mechanical resistance of the test material. The other important point is related to the fact the abrasion tests were carried out in such manner to permit degradation quantification, otherwise than by the traditional method of loss of weight measurement; particularly by measuring the wear depth and the residual material properties, such as the rupture force and the strength.

A perfect correlation was observed between the wear depth and the loss of weight, both being negatively correlated with the residual rupture force. The abrasion resistance was found to be globally positively correlated with the original mechanical material's properties such as the modulus of rupture, the toughness and the elastic modulus. However, for same mechanical resistance for bricks and castables, the latter were more degraded because of more microstructural defects they contain. Moreover, in case of the castables, the original surface facing the mould was more abraded than a

rectified surface because of the segregation phenomenon. It has been shown in this study that the abrasion process has no longer effect on material's strength unless the cracks length it promotes is higher than that of the initial defects.

The corrosion tests have been carried out by totally and partially immersion of refractory samples in Al-5% Mg alloy during four days. The material performance classification in case of total immersion test was done according to CIREP standard criteria, which is based on the level of penetration, cracking and friability. For both types of corrosion tests, castables were found to be much more resistant than bricks but, they were more degraded on the mould face surface than on the cut or ground one, for same reasons as in case of abrasion. In case of partial immersion test, bricks showed higher degree of cracking and friability on the metal line level. For this type of test, it has been observed that all refractories are much more corroded in this area. This may be due to higher partial oxygen pressure in that region than in the lower zone. If there is no completely failure after corrosion by totally immersion test, a more corroded refractory is characterised by a strong improvement of cold mechanical properties and bulk density.

It has been shown that the Rst Hasselman's performance parameter controls better the refractories damage resistance by thermal shock than the R"" parameter. However, the parameter $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ we defined in the present study seems to be much more correlated with the thermal shock damage resistance, mostly with σ_r/σ_o. Moreover, besides the low values of thermal expansion coefficient and Poisson ratio, it

is more logical to admit that the crack initiation resistance (high value of R parameter) due to thermal shock may be favoured by high values of both σ_o and E_o, and then by increased value of "$\sigma_0 \times E_o$"; and not by high and low values of σ_o and E_0, respectively, as reported in the literature.

There is no possible positive correlation between abrasion, thermal shocks and corrosion mechanisms, especially between corrosion and thermal shock, and between the latter and abrasion. This is due to the fact that properties that enhance thermal shock resistance are generally harmful to corrosion and abrasion resistance. As an example, the abrasion wear is positively correlated with the short crack propagation parameter, R"".

The refractory corrosion resistance is much reduced by thermal shock but, the interaction of these two mechanisms leads to its more sudden deterioration.

There is no universal refractory material that can offer same level of resistance to the above three studied mechanisms. The selection of the lining has to be executed considering the more degrading mechanism, or according to a judiciously studied compromise. Many studies have been accomplished in refractories field by CIREP group, but many studies still remain to be made, before achieving the definition of global selection criteria. Interesting recommendations have been suggested for future work inside the REFRAL chair.

TABLE DES MATIÈRES

DÉDICACE iv

REMERCIEMENTS v

RÉSUMÉ vii

ABSTRACT xii

TABLE DES MATIÈRES xvi

LISTE DES TABLEAUX xxii

LISTE DES FIGURES xxv

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS xxxv

AVANT- PROPOS xxxviii

1. INTRODUCTION 1

2. REVUE DE LA LITTÉRATURE 5

2.1 VUE D'ENSEMBLE SUR LES MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES 5

2.1.1 Considérations générales 5

2.1.2 Le frittage 8

2.1.2.1 Introduction 8

2.1.2.3 Frittage en phase solide 9

2.1.2.3 Frittage en phase vapeur 16

2.1.2.4 Frittage en phase liquide 18

2.1.3 Les matériaux réfractaires aluminosiliceux 23

2.1.3.1 Introduction 23

2.1.3.2 Les produits à base d'argile 24

3.1.3.3 Les produits silico-alumineux 24
2.1.3.4 Les silicates d'alumine anhydres 25
2.1.3.5 Diagramme d'équilibre $Al_2O_3 - SiO_2$ 28
2.1.4 Caractérisation des matériaux réfractaires 33
2.1.4.1 Caractérisation microstructurale 34
2.1.4.2 Caractérisation minéralogique 35
2.1.4.3 Caractérisation des propriétés mécaniques 40
2.1.4.4 Caractérisation des propriétés physiques 47
2.2 PRINCIPES DE LA MÉCANIQUE DE LA RUPTURE 52
2.2.2 Rupture des matériaux ductiles 52
2.2.3 Rupture des matériaux fragiles 52
2.2.3.1 Contrainte théorique à la rupture 53
2.2.3.2 Contrainte réelle à la rupture 54
2.2.4 Modes de propagation d'une fissure dans un matériau 57
2.4 DÉGRADATION DES RÉFRACTAIRES PAR ABRASION 59
2.4.1 Considérations préliminaires 59
2.4.2 Abrasion proprement dite des matériaux réfractaires 64
2.4.2.1 Types d'abrasion 65
2.4.2.2 Montages d'essais d'abrasion 66
2.4.2.3 Méthodes d'évaluation de l'usure 77
2.4.2.4 Influence de différents paramètres sur la résistance à l'abrasion 78
2.4.2.5 Vue grossière du taux d'abrasion de certaines catégories de matériaux 98
2.4.2.6 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et les propriétés du matériau 99
2.5 DÉGRADATION DES MATÉRIAUX CÉRAMIQUES PAR CHOCS THERMIQUES 106
2.5.1 Introduction 106

2.5.2 Notion de contraintes thermiques 106
2.5.3 Analyse thermo-élastique de la résistance aux chocs thermiques 109
2.5.4 Analyse énergétique de la résistance aux chocs thermiques 112
2.5.5 Influence de la microstructure sur la résistance aux chocs thermiques 121
2.6 CORROSION DES RÉFRACTAIRES ALUMINOSILICEUX DANS LES FOURS DE MAINTIEN ET DE REFONTE DE L'ALUMINIUM 123
2.6.1 Corrosion par oxydo-réduction 125
2.6.1.1 Mécanisme mis en jeu lors de la corrosion par oxydo-réduction 126
2.6.1.2 Voies de solution pour minimiser la corrosion par oxydo-réduction ... 127
2.6.2 Corrosion par oxydation directe de l'aluminium liquide 128
2.6.3 Types de tests de corrosion 129
2.6.3.1 Essai de corrosion par immersion totale 129
2.6.3.2 Essai de corrosion par immersion partielle 133
2.6.3.3 Essai de corrosion de type creuset 134
2.6.3.4 Essai du doigt plongeant ou tournant 135
2.6.4 Considérations communes 136
3. MONTAGE EXPÉRIMENTAL RÉALISÉ POUR SIMULER LA DÉGRADATION DES RÉFRACTAIRES PAR ABRASION – ÉROSION - CORROSION 138
3.1 INTRODUCTION 138
3.2 PROBLÉMATIQUE DU MONTAGE 139
3.2.1 Quel type d'essai d'abrasion faut-il choisir ? 139
3.2.2 Quel type de matériau convient-il pour l'agitateur ? 140
3.2.3 Quelle doit être la composition chimique de l'agitateur ? 140
3.2.4 Comment fixer l'agitateur et quelles doivent être ses dimensions ? 141

3.2.5 Comment user le réfractaire et mesurer ses propriétés mécaniques résiduelles ? 142
3.2.6 Comment fixer les échantillons ? 142
3.2.7 Quelle doit être la taille des échantillons à tester ? 143
3.2.8 Quels facteurs faut-il considérer pour le choix du moteur ? 143
3.2.9 Comment éviter le problème de corindonage ? 144
3.2.10 Quel type de creuset d'essai faut-il choisir ? 144
3.2.11 Quel type de particules abrasives faut-il utiliser ? 144
3.3 DESCRIPTION DU MONTAGE RÉALISÉ 145
3.3.1 Facteurs d'influence de l'usure 149
3.3.2 Avantages du montage réalisé par rapport à ceux décrits dans la littérature 151
4. MATÉRIAUX TESTÉS ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES 154
4.1 MATÉRIAUX ÉTUDIÉS 154
4.2 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES 156
4.2.1 Préparation des échantillons 156
4.2.2 Mesure de propriétés mécaniques et physiques 157
4.2.2.1 Propriétés mécaniques 158
4.2.2.2 Propriétés physiques 159
4.2.3 Calcul des paramètres caractéristiques importants 161
4.2.4 Analyse minéralogique 161
4.2.5 Procédure expérimentale adoptée avant chaque test de simulation 162
4.2.6 Tests de chocs thermiques 163
4.2.7 Tests de corrosion 165
4.2.7.1 Tests de corrosion par immersion totale 165
4.2.7.2 Tests de corrosion par immersion partielle 166

4.2.7.3 Tests pour l'étude de l'effet de la corrosion sur les propriétés physiques et mécaniques 167
4.2.8 Effet du choc thermique sur la résistance à la corrosion et effet combiné des deux mécanismes 168
4.2.9 Tests d'abrasion 169
4.2.10 Calculs statistiques 170
5. PRÉSENTATION ET DISCUSSION DES RÉSULTATS 171
5.1 INTRODUCTION 171
5.2 PROPRIÉTÉS ORIGINALES DES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS 172
5.3 RÉSULTATS DES TESTS DE CHOCS THERMIQUES 178
5.3.1 Chocs thermiques simples 178
5.3.1.1 Corrélation de la résistance aux chocs thermiques avec les paramètres de performance de la littérature 190
5.3.2 Nouveau paramètre proposé pour la résistance à l'endommagement des réfractaires par choc thermique 203
5.3.4 Chocs thermiques répétitifs et cycliques 210
5.4 RÉSULTATS DES ESSAIS DE CORROSION 215
5.4.1 Essais de corrosion par immersion totale 215
5.4.2 Essais de corrosion par immersion partielle 225
5.4.3 Conclusions communes à la corrosion par immersion totale et partielle 232
5.4.4 Effet de la corrosion sur les propriétés mécaniques et physiques des réfractaires 233
5.5.4 Recommandations pour l'étude de la résistance à la corrosion des réfractaires 246
5.6 TESTS D'ABRASION 248
5.6.1 Considérations sur les résultats des essais préliminaires 248
5.6.2 Résultats d'essais d'abrasion 251

5.6.3 Conclusions principales 268
5.7 CORRÉLATION ENTRE LES MÉCANISMES D'ABRASION, DE CORROSION ET DE CHOC THERMIQUE 270
5.7.1 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et au choc thermique 270
5.7.2 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et à la corrosion 274
5.7.3 Corrélation entre la résistance au choc thermique et à la corrosion 275
5.7.4 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et au choc thermique ainsi qu'à la corrosion 278
5.8 ESSAIS D'INTERACTION 281
5.8.1 Effet du choc thermique sur la corrosion et influence de l'interaction des deux mécanismes 281
5.8.2 Recommandations 287
6. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS MAJEURES 288
6.1. CONCLUSIONS 288
6.2 RECOMMANDATIONS 292
7. BIBLIOGRAPHIE 294

LISTE DES TABLEAUX

Tableau 2.1: Variation de la perte de poids en fonction de quantité de particules abrasives chargées [33]. *80*

Tableau 2.2: Perte de masse par abrasion dans le cas de blocs de carbone pour diverses conditions expérimentales utilisant des particules d'alumine électrofondue (-20+30 mesh) [33]. *85*

Tableau 2.3: Effet du pourcentage d'eau de gâchage et de la température de cuisson sur la résistance à l'abrasion dans le cas de bétons contenant 25% de ciment (alumineux et Portland) et différents types d'agrégats (grog, traprock et expanded shale) [41]. *89*

Tableau 2.4: Effet des conditions de durcissement et de la température de cuisson sur la résistance à l'abrasion - cas d'échantillons de bétons contenant 25% de ciment et 3 types d'agrégats [41] *92*

Tableau 2.5 : Effet de la nature du liant sur la résistance à l'abrasion des bétons [28]. *94*

Tableau 2.6 : Effet de la température d'essai sur l'abrasion - échantillons d'argile de même composition chimique [32] *96*

Tableau 2.7 : Effet de la température d'essai sur la perte de masse par abrasion - Cas d'une pièce composée de 60% argile et 40% chamotte [32] *97*

Tableau 2.8 : Comparaison du taux d'abrasion des bétons réfractaires avec celui de quelques briques [41]. *98*

Tableau 2.9 : Effet de la taille de grains sur la résistance aux chocs thermiques d'après Norton [53]. *122*

Tableau 2.10 : Critères de classification des réfractaires selon leur résistance à la corrosion d'après l'essai standard CIREP d'immersion totale (Al+5%Mg) [55]..... *132*

Tableau 4.1 : Composition chimique des matériaux testés. *155*

Tableau 5.1 : Propriétés mesurées. *174*

Tableau 5.1 : Propriétés mesurées (suite). *175*

Tableau 5.2 : Valeurs résiduelles absolues (σ_r et E_r) et relatives (σ_r/σ_0 et E_r/E_0) de la résistance mécanique et du module d'élasticité après un choc thermique sévère (ΔT= 880°C). *181*

Tableau 5.3 : Pourcentage d'intensité nette relative de phases cristallines présentes dans les bétons BET-1, BET-2 et BET-4 après cuisson à différentes températures..... *188*

Tableau 5.4 : Paramètres calculés. *193*

Tableau 5.5 : Corrélation de la résistance mécanique résiduelle (σ_r) et relative (σ_r/σ_0) avec les paramètres de résistance aux chocs thermiques (R, R"" et R_{st}). *194*

Tableau 5.6 : Comparaison du degré de corrélation entre le paramètre de résistance à l'initiation des fissures R et la contrainte à la rupture (σ_0), le module d'élasticité (E_0) et le produit "$\sigma_0 \times E_0$" dans le cas des matériaux denses étudiés. *198*

Tableau 5.7 : Comparaison des degrés de corrélation entre les valeurs relatives de la contrainte à la rupture et du module d'élasticité avec celles du nouveau paramètre R_{dom} proposé et du paramètre R_{st} pour divers groupes de matériaux. *208*

Tableau 5.8 : Comparaison progressive du degré de corrélation entre la résistance à l'endommagement par choc thermique et le nouveau paramètre proposé R_{dom} $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ *d'une part, et le paramètre* R_{st}, *d'autre part, dans le cas des matériaux denses.* 209

Tableau 5.9 : Valeurs résiduelles et relatives de la contrainte à la rupture après chocs thermiques répétitifs à $\Delta T = 880^{o}C$. 211

Tableau 5.10 : Classement du niveau de la résistance à la corrosion des dix matériaux denses selon le critère CIREP et selon l'ordre proposé. 222

Tableau 5.11 : Effet de la corrosion sur la porosité apparente des réfractaires. 235

Tableau 5.12a : Effet de la corrosion sur la densité apparente des réfractaires. 236

Tableau 5.12b : Effet de la corrosion sur la densité en vrac des réfractaires. 236

Tableau 5.13 : Effet de la corrosion sur le module d'élasticité et la contrainte à la rupture. 237

Tableau 5.14 : Classement de la résistance à la corrosion en tenant compte de l'effet de la nature de la surface exposée. 239

Tableau 5.15 : Comparaison de la profondeur d'usure avec la taille des défauts initiaux et finaux après l'abrasion. 266

LISTE DES FIGURES

Figure 2.1: Phase initiale du processus de frittage [1]. 11

Figure 2.2: Phase intermédiaire du processus de frittage [1]. 12

Figure 2.3: Phase finale du processus de frittage [1]. 13

Figure 2.4 : Illustration du phénomène du frittage en phase solide [1]. 15

Figure 2.5: Illustration du processus de frittage en phase vapeur [1]. 17

Figure 2.6: Illustration du processus de frittage en phase liquide non réactive tel que défini par Kingery [2]. 19

Figure 2.7: Effet de la température sur la densification d'une porcelaine frittée en phase liquide par écoulement visqueux (Kingery [2] qui cite Norton-1931). 22

Figure 2.8: Effet du temps sur la densification d'une porcelaine frittée en phase liquide par écoulement visqueux (même matériau que dans la figure 2.7). 22

Figure 2:9 Diagramme d'équilibre du système Al_2O_3–SiO_2 [7]. 30

Figure 2.10 : Principe du diffractomètre à poudre dans la géométrie de Bragg-Brentano [11]. 37

Figure 2.11 : Échantillon à entaille en chevron pour la mesure du travail de rupture [14]. 44

Figure 2.12 : Courbe expérimentale typique "Force-déplacement" lors d'une propagation stable dans un matériau réfractaire. 45

Figure 2.13 : Illustration du phénomène de mouillage d'un substrat solide par une goutte de liquide. *51*

Figure 2.14 : Illutration de la décohésion de plans atomiques lors d'un essai de traction sur un matériau fragile [19]. *54*

Figure 2.15 : Les trois modes de rupture d'un matériau [19]. *58*

Figure 2.16 : Montage d'essai d'abrasion des céramiques développé par Olsson [21]. *62*

Figure 2.17: Illustration de la fissuration suite à l'indentation d'un matériau fragile [20]. *64*

Figure 2.18: Diagramme schématique du montage d'abrasion réalisé par Baab et Kraner [30] *68*

Figure 2.19: Montage d'abrasion développé par Aldred, Elliott et Cowling [33] *70*

Figure 2.20 : Montage d'abrasion développé par ASTM [34]. *71*

Figure 2.21: Montage d'essai d'abrasion développé par Mirtchi [35]. *72*

Figure 2.22: Schéma du montage d'abrasion développé par Oye [36]. *73*

Figure 2.23: Schéma du montage d'essai d'abrasion développé par Shapland [41]. ... *75*

Figure 2.24 : Pourcentage de perte de masse par abrasion en fonction de la quantité de particules abrasives chargées [32] *79*

Figure 2.25 : Pourcentage de perte de masse par abrasion pour deux quantités différentes de particules abrasives et différents temps d'essai [32]. *80*

Figure 2.26a: Perte volumique par abrasion en fonction de la quantité de particules abrasives dans le cas de tests effectués par Barna et Riley [37] sur du kaolin calciné. *81*

Figure 2.26b: Perte volumique par abrasion en fonction de la quantité de particules abrasives (kaolin calciné) dans le cas de tests effectués par Barna et Riley [37] pour différentes briques réfractaires. *82*

Figure 2.27: Comparaison de l'efficacité relative de différentes particules abrasives en fonction du prix relatif [37]..... *83*

Figure 2.28: Abrasion par impact en fonction de la distance séparant l'échantillon et la lance projetant les particules [37]. *87*

Figure 2.29 : Variation de la perte de masse par abrasion en fonction du module de rupture [30]...... *100*

Figure 2.30 : Variation de la perte de masse par abrasion en fonction de la densité en vrac [30]...... *101*

Figure 2.31 : Variation de la perte de masse par abrasion en fonction de la porosité apparente [30]...... *101*

Figure 2.32 : Variation de la perte volumique par abrasion en fonction de la perméabilité [27]...... *102*

Figure 2.33 : Variation de l'indice d'abrasion en fonction du module d'élasticité dans le cas des réfractaires aluminosiliceux [43]. *104*

Figure 2.34 : Variation de l'indice d'abrasion en fonction du module d'élasticité dans le cas des briques de carbone ***[43]*** *104*

Figure 2.35 : Variation de l'abrasion en fonction du module de résistance à l'écrasement à froid [27]..... *105*

Figure 2.36. Réchauffement uniforme d'une barre maintenue à ses deux extrémités [44]. *108*

Figure 2.37 : Écart critique de température requise pour initier la propagation des fissures en fonction de leur longueur et de leur densité d'après Hasselman [48]. *115*

Figure 2.38 : Influence de la variation de la température imposée sur la longueur de la fissure [48]. *120*

Figure 2.39 : Influence de la variation de la température imposée sur la résistance à la rupture [48]. *120*

Figure 2.40 : Test de corrosion par immersion totale. *129*

Figure 2.41 : Essai de corrosion par immersion partielle. *133*

Figure 2.42 : Essai de corrosion du type creuset. *134*

Figure 2.43 : Essai de corrosion dynamique. *135*

Figure 3.1 : Montage expérimental réalisé pour tester la résistance des matériaux réfractaires à l'action séparée ou combinée des mécanismes de dégradation par abrasion, érosion et corrosion. *148*

Figure 3.2 : Faces exposées et adjacentes ainsi que les bords de chargement et déchargement lors de l'usure par abrasion. *149*

Figure 5.1 : Corrélation entre le module de rupture et le module d'élasticité après cuisson pour les différents matériaux étudiés. *176*

Figure 5.2 : Module de rupture résiduel versus module de rupture original dans le cas de bétons à haute et moyenne densité préalablement cuits à 1200°C. *182*

Figure 5.3 : Résistance mécanique relative après un choc thermique sévère en fonction de la résistance mécanique originale du matériau tel que précuit..... 183

Figure 5.4 : Module de rupture résiduel versus module d'élasticité résiduel après un choc thermique sévère ($\Delta T = 880^{o}C$). 184

Figure 5.5 : Variation de la résistance mécanique relative versus module d'élasticité relatif après choc thermique simple à $\Delta T = 880^{o}C$. 185

Figure 5.6 : Variation de la résistance à l'endommagement par choc thermique versus le pourcentage de porosité apparente pour 19 matériaux. 186

Figure 5.7 : Spectre de diffraction rayons- x du béton BET-4 précuit à $800^{o}C$..... 189

Figure 5.8 : Résistance à l'endommagement par choc thermique versus paramètre de résistance à la propagation des fissures longues (R_{st}) dans le cas des matériaux denses.

..... 195

Figure 5.9 : Variation du paramètre de résistance à l'initiation de fissures "R" en fonction du coefficient d'expansion thermique dans le cas des matériaux denses. 199

Figure 5.10 : Résistance à l'endommagement par choc thermique versus le nouveau paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^{2})^{1/2}$ proposé. 207

Figure 5.11 : Variation de la résistance mécanique en fonction du nombre de chocs thermiques cycliques subis ($\Delta T = 880^{o}C$) par le matériau. 214

Figure 5.12 : Évolution de la taille des fissures en fonction du nombre de chocs thermiques cycliques subis ($\Delta T = 880^{o}C$) par le matériau. 214

Figure 5.13 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-1 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *216*

Figure 5.14 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-2 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *216*

Figure 5.15 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-3 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *217*

Figure 5.16 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-4 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *217*

Figure 5.17 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-5 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *218*

Figure 5.18 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-6 après 4 jours..... *218*

Figure 5.19 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-1 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5% Mg à 900 °C. *219*

Figure 5.20 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-2 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5% Mg à 900 °C. *219*

Figure 5.21 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-3 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *220*

Figure 5.22 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-4 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. *220*

Figure 5.23 : Niveau de résistance à la corrosion versus la densité en vrac dans le cas des dix matériaux testés. *224*

Figure 5.24 : Niveau de corrosion du béton BET-3 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. 227

Figure 5.25 : Niveau de corrosion du béton BET-4 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. 228

Figure 5.26 : Degré de corrosion du béton BET-6 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al + 5% Mg à 900 °C. 229

Figure 5.27 : Degré de corrosion de la brique BRI-2 après 4 jours d'immersion partielle dans un alliage Al + 5% Mg à 900 °C. 229

Figure 5.28 : Illustration du degré de corrosion de la brique BRI-3 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. 230

Figure 5.29 : Niveau de corrosion de la brique BRI-4 après 4 jours d'immersion partielle (les deux échantillons de gauche) et totale (l'échantillon de droite) dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C. 230

Figure 5.30 : Module d'élasticité résiduel maximal après corrosion versus classement de la résistance à la corrosion. 240

Figure 5.31 : Contrainte à la rupture résiduelle après corrosion versus contrainte originale à la rupture (toutes deux mesurées à froid). 242

Figure 5.32 : Corrélation entre les valeurs moyennes résiduelles du module d'élasticité et de la résistance mécanique après corrosion (mesures effectuées à froid). 243

Figure 5.33 : Gain de module d'élasticité par corrosion en fonction du niveau de la résistance à la corrosion. 244

Figure 5.34 : Comparaison de la variation du module de rupture à chaud (valeurs plus élevées) avec la résistance à la corrosion dans le cas de 4 matériaux (de gauche à droite : BET-4, BET-3, BET-6, BRI-1). *245*

Figure 5.35 : Illustration de l'effet de la nature de la surface exposée et de celles adjacentes sur l'usure par abrasion dans le cas du béton BET-7 précuit à 1200°C.... *250*

Figure 5.36 : Morphologie de la surface abrasée après 2h30 d'essai dans le cas du béton BET-4 précuit à 1200°C..... *252*

Figure 5.37 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'essai pour la brique BRI-1. *253*

Figure 5.38 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-3 précuit à 1200°C..... *254*

Figure 5.39 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-6 précuit à 1200°C..... *254*

Figure 5.40 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-4 précuit à 800°C..... *255*

Figure 5.41 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-7 précuit à 1200°C..... *256*

Figure 5.42 : Comparaison de la profondeur d'usure des matériaux testés après 2h30 d'abrasion. *257*

Figure 5.43 : Variation de la profondeur d'usure en fonction de la perte de poids dans le cas de 5 bétons et une brique..... *258*

Figure 5.44 : Variation de la force de rupture résiduelle en fonction de la profondeur d'usure dans le cas de 5 bétons et 1 brique. *259*

Figure 5.45 : Variation de la force de rupture résiduelle en fonction de la perte de poids après usure par abrasion de 2 h30 dans le cas de 5 bétons et 1 brique. *260*

Figure 5.46 : Force de rupture résiduelle versus module d'élasticité original. *262*

Figure 5.47 : Force de rupture résiduelle versus force de rupture originale. *262*

Figure 5.48 : Profondeur d'usure par abrasion versus contrainte originale à la rupture dans le cas des bétons. *263*

Figure 5.49 : Force de rupture résiduelle après abrasion versus ténacité dans le cas de 5 bétons. *264*

Figure 5.50 : Comparaison entre la contrainte originale à la rupture et celle résiduelle après un essai d'abrasion de 2h30 (valeurs originales en bleu et celles résiduelles en rouge). *265*

Figure 5.51 : Variation de la profondeur d'usure par abrasion en fonction de la densité en vrac. *267*

Figure 5.52 : Force de rupture résiduelle versus porosité apparente dans le cas des bétons. *267*

Figure 5.53 : Corrélation entre la force de rupture résiduelle après abrasion et la résistance à l'endommagement par choc thermique. *272*

Figure 5.54 : Corrélation entre la profondeur d'usure par abrasion et le paramètre de résistance à la propagation des fissures courtes R'''' dans le cas des bétons. *272*

Figure 5.55: Corrélation entre la force résiduelle de rupture après abrasion et le paramètre de résistance à la propagation des fissures courtes R'''' dans le cas de 5 bétons et une brique. *273*

Figure 5.56 : Effet de la porosité sur la résistance au dommage par choc thermique. *276*

Figure 5.57 : Effet de la porosité apparente sur la résistance à la corrosion de bétons denses dans le cas des bétons denses précuits à 1200°C. *277*

Figure 5.58 : Résistance au dommage par choc thermique versus niveau de résistance à la corrosion. *277*

Figure 5.59 : Classement de la résistance à l'abrasion en terme de force de rupture résiduelle. *279*

Figure 5.60 : Classement de la résistance à l'endommagement par choc thermique.. *279*

Figure 5.61 : Classement de la résistance à la corrosion selon l'ordre proposé..... *280*

Figure 5.62 : Illustration de l'effet d'un choc thermique mou sur la corrosion et de leur action combinée dans le cas du béton BET-3. ..... *284*

Figure 5.63 : Illustration de l'effet d'un choc thermique mou sur la corrosion et celui de leur action combinée dans le cas du béton BET-4. ..... *285*

Figure 5.64 : Illustration de l'effet d'un choc thermique mou sur la corrosion et celui de leur action combinée dans le cas du béton BET-6. ..... *286*

Figure 5.65 : Effet d'un choc thermique sévère sur l'action combinée de la corrosion et d'un choc thermique mou dans le cas du béton BET-4. ..... *286*

LISTE DES SIGLES ET ABRÉVIATIONS

CIREP : Céramiques Industrielles et Réfractaires de l'École Polytechnique

CIRNF : Céramiques et Réfractaires pour les Non-Ferreux

REFRAL : Réfractaires pour l'aluminium

ASTM : American Society for Testing and Materials

ΔV : variation de volume

L_0 : distance séparant les centres de gravité de deux particules voisines

k : constante de Boltzman

D* : coefficient d'auto-diffusion

t : temps

r : rayon d'une particule

a^3 : volume atomique de la diffusion lacunaire

η : viscosité

d : distance interatomique

λ : longueur d'onde

σ_0 : contrainte originale à la rupture

E_0 : module d'élasticité original

σr : contrainte résiduelle à la rupture après choc thermique

E_r : module d'élasticité résiduel après choc thermique

$\sigma r/\sigma_0$: contrainte à la rupture relative après choc thermique

E_r/E_0 : module d'élasticité relatif après choc thermique

Wwof : travail de rupture

γ_{wof} : énergie de rupture

γ_s : énergie de surface thermodynamique

γ_{eff} : énergie de surface effective

γ_{nbt} : énergie de surface effective déterminée lors du test "notch beam test"

a : longueur d'une fissure

K_I : facteur d'intensité de contrainte en mode I

K_{IC} : ténacité ou facteur critique d'intensité de contrainte en mode I

γ_p : énergie de surface due aux phénomènes inélastiques

γ : tension superficielle

γ_r : énergie de surface due à l'interaction des fissures avec la microstructure

α : coefficient d'expansion thermique

ν : coefficient de Poisson

ψ : facteur caractérisant la sévérité du choc thermique

β : nombre de Biot

k : conductivité thermique

ΔT : différence de température imposée

ΔT_C : différence de température critique

N : nombre de microfissures par unité de volume

R : paramètre de résistance à l'initiation des fissures dues aux chocs thermiques (Kingery)

R"" : paramètre caractérisant la résistance à la propagation des fissures courtes (Hasselman)

Rst : paramètre caractérisant la résistance à la propagation des fissures longues (Hasselman)

Papp : porosité apparente

ρ_{app} : densité apparente

ρ_{bulk} : densité en vrac ou "bulk"

AVANT- PROPOS

Face au défi permanent de développement technologique et scientifique que s'impose le monde moderne, les producteurs des différents matériaux doivent s'ajuster aux exigences de la demande et fournir des produits toujours plus performants pour demeurer compétitifs.

Pour améliorer la qualité de ses différents métaux et alliages utilisés dans les divers secteurs du monde contemporain, l'industrie métallurgique a besoin de matériaux réfractaires performants. En plus de la haute qualité du métal produit, elle est en même temps préoccupée par l'accroîssement de la longévité du revêtement réfractaire de ses différentes installations en vue de réaliser de grands profits. Les producteurs de ces réfractaires doivent donc tout faire pour répondre aux exigences de leurs clients et réaliser eux aussi des bénéfices.

Les réfractaires aluminosiliceux utilisés pour le garnissage des fours de maintien et de refonte de l'aluminium travaillent dans des conditions très sévères. En effet, ils sont dégradés par l'action de la corrosion, des chocs thermiques, des impacts mécaniques, de l'abrasion et de l'érosion. Cette sollicitation complexe combinée au caractère très hétérogène des matériaux réfractaires rend plus difficile le choix du revêtement approprié pour améliorer la qualité du métal produit et accroître la productivité. L'industrie métallurgique manque encore de critères précis pour sélectionner les meilleurs réfractaires pour le revêtement de ses différents équipements. De leur côté, les manufacturiers de ces matériaux cherchent sans cesse des critères

d'homologation garantissant la performance de ces produits en service. C'est donc un problème non résolu d'un côté comme de l'autre.

L'approche logique permettant d'aboutir à une solution équilibrée à ce problème doit être basée sur la connaissance complète des caractéristiques de ces réfractaires, et sur la compréhension de la dégradation causée par l'action séparée et combinée des différents mécanismes de dégradation intervenant en service. Ultimement, le but recherché est de pouvoir définir un jour des critères adéquats permettant de choisir les meilleurs réfractaires pour les diverses applications industrielles, à partir des propriétés du matériau et sans devoir faire des essais de simulation. Ceci exige beaucoup d'études et des outils appropriés de caractérisation des propriétés de base du matériau et de sa dégradation par les différents mécanismes. C'est à ce niveau que l'université intervient pour mettre en valeur les efforts des producteurs et des utilisateurs de ces matériaux réfractaires.

Les présents travaux portent d'abord sur la conception et la réalisation d'un montage expérimental permettant de simuler l'usure séparée et simultanée due à un certain nombre de mécanismes, puis sur la corrélation et l'interaction de la dégradation thermomécanique et chimique des réfractaires aluminosiliceux utilisés dans l'industrie de l'aluminium.

1. INTRODUCTION

En service, les matériaux réfractaires servant pour le revêtement des fours d'élaboration et de traitement des métaux et des alliages sont confrontés à des sollicitations thermomécaniques et chimiques répétitives. Dans le cas précis des réfractaires aluminosiliceux utilisés dans les fours de maintien et de refonte de l'aluminium, ou dans les installations connexes tels que les dalots de coulée et de transfert, la détérioration du revêtement réfractaire est due à l'action préférentielle ou combinée des mécanismes de dégradation tels que la corrosion, l'abrasion, l'érosion, les chocs thermiques et les impacts mécaniques. De ce fait, les alumineries se voient obligées d'arrêter prématurément certaines de leurs unités de production, pour réparer ou remplacer une partie et voire la totalité du garnissage des installations, en vue de maintenir la qualité du métal produit. Ces arrêts de production occasionnent des pertes considérables pour l'industrie.

Les unités de recherche et développement, tant celles des alumineries que celles des manufacturiers de ces réfractaires, font des efforts considérables pour améliorer la qualité du métal produit et augmenter la longévité du revêtement, et par conséquent la productivité. Cependant, en plus de l'exigence toujours croissante du monde moderne de disposer d'alliages encore plus performants et diversifiés, le caractère complexe des matériaux réfractaires et leurs conditions de service très sévères font que d'importantes recherches doivent être entreprises pour pouvoir fixer des critères de choix des matériaux plus appropriés. Ainsi, des études approfondies sur chacun des mécanismes

de dégradation qui interviennent dans le cas réel nous semblent primordiales pour déterminer les propriétés du matériau qui en contrôlent le comportement. De plus, étant donné la diversité des sollicitations que ces matériaux subissent en service, il importe également d'étudier le comportement de ces matériaux lorsqu'ils sont soumis alternativement ou simultanément à l'action de plus d'un mécanisme de dégradation.

Sur ce, mis à part les travaux effectués au sein du groupe CIREP " Céramiques Industrielles et Réfractaires de l'École Polytechnique" (de Montréal) où les présents travaux ont été réalisés, aucune étude faisant intervenir plus d'un mécanisme de dégradation, n'a, à notre connaissance, été entreprise. Ceci est peut être due, en partie, aux difficultés liées à la conception de montages expérimentaux permettant de simuler les différents types de dégradation qui interviennent en service.

Dans ce sens, le premier des quatre objectifs de cette thèse était de réaliser un montage expérimental permettant de simuler la dégradation des matériaux réfractaires par abrasion à basse et à haute température, d'une part; de même que leur dégradation lors d'action simultanée ou successive de l'abrasion et de l'érosion ainsi que de la corrosion, d'autre part. Un des points très importants du montage réalisé est qu'il permet non seulement de simuler la dégradation du matériau par l'ensemble des trois mécanismes, mais aussi que le test peut être conduit de manière à pouvoir mesurer les propriétés mécaniques résiduelles du matériau, en l'occurrence la force de rupture et la contrainte à la rupture.

Le deuxième objectif concerne l'étude de la résistance des réfractaires aluminosiliceux aux mécanismes de dégradation par abrasion, chocs thermiques et corrosion par l'alliage Al-5% Mg.

Le troisième vise à établir s'il existe ou pas une corrélation entre les résistances du matériau vis-à-vis de ces trois mécanismes de dégradation. Une telle démarche est importante car la nouvelle tendance est de définir des critères de sélection permettant d'assurer le meilleur compromis possible vis-à-vis de tous les mécanismes de dégradation qui interviennent en service, et pouvoir prédire par conséquent le comportement global du matériau.

Le quatrième objectif concerne l'étude de l'effet du choc thermique sur la résistance à la corrosion, de même que le comportement du réfractaire lorsqu'il est soumis à l'action conjuguée de ces deux mécanismes. Ce qui est recherché ici est de savoir si le classement de la performance des matériaux après interaction du choc thermique et de la corrosion est identique à celui des mêmes matériaux après l'action séparée de la corrosion d'une part, et du choc thermique, d'autre part.

À part ce chapitre d'introduction, cette thèse est constituée de 5 autres chapitres. Le deuxième traite de la revue de la littérature couvrant les informations relatives aux matériaux réfractaires et plus particulièrement les aluminosiliceux qui font l'objet de la présente étude; les notions de la mécanique de la rupture ainsi que les trois mécanismes de dégradation des matériaux réfractaires visés par la présente étude; c'est-à-dire l'abrasion, les chocs thermiques et la corrosion. Le troisième chapitre traite

de la problématique du montage expérimental réalisé, de sa description et de ses avantages ainsi que de la présentation des paramètres expérimentaux influençant l'usure. Le quatrième chapitre présente les matériaux étudiés ainsi que la méthodologie expérimentale adoptée pour les différents tests réalisés. Le cinquième chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des divers résultats obtenus. Enfin, le sixième et dernier chapire traite des conclusions majeures dégagées au cours de cette étude, de même que des recommandations pertinentes émises pour des études ultérieures. La liste bibliographique des références consultées est donnée à la fin de l'ouvrage.

2. REVUE DE LA LITTÉRATURE

Nous présenterons dans ce chapitre les informations relatives aux matériaux réfractaires d'abord, puis celles concernant les notions de la mécanique de la rupture. Il sera ensuite question de présenter la revue de la littérature couvrant les trois mécanismes de dégradation faisant l'objet de la présente étude, c'est-à-dire l'abrasion, les chocs thermiques et la corrosion.

2.1 VUE D'ENSEMBLE SUR LES MATÉRIAUX RÉFRACTAIRES

Cette section donne une vue d'ensemble sur les matériaux réfractaires en général, et particulièrement les réfractaires aluminosiliceux. Les différentes propriétés importantes, ainsi que les méthodes utilisées pour les mesurer y sont également présentées.

2.1.1 Considérations générales

Les matériaux réfractaires sont des matériaux fragiles caractérisés par une grande hétérogénéité aussi bien à l'échelle macroscopique que microscopique. Ce sont des matériaux multiphasés dont le point de ramollissement se situe généralement autour de 1500°C. Leur grande fragilité fait qu'ils se rompent sans déformation plastique préalable à basse température et que leur énergie de rupture soit faible. Leur manque de plasticité est dû à l'absence de dislocations et/ou à leur immobilité lorsqu'elles sont présentes. De façon générale, les matériaux réfractaires sont constitués de phases

cristallines et de pores ainsi que de phases vitreuses en proportions plus ou moins importantes dépendamment de la composition chimique du matériau et des températures de cuisson et d'utilisation. L'hétérogénéité des réfractaires provient principalement des matières premières et des méthodes de fabrication utilisées jusqu'à l'obtention du produit final.

On distingue deux types de matériaux réfractaires : les matériaux réfractaires façonnés et ceux non-façonnés. La différence essentielle entre les deux réside au niveau de la méthode de fabrication. En effet, les matériaux façonnés qui sont représentés surtout par les briques s'obtiennent généralement par compaction des composants au moyen d'une presse. Les non façonnés qui sont représentés principalement par les bétons réfractaires comprennent également les pisés réfractaires, les réfractaires plastiques, les enduits et les revêtements de surface ainsi que les matériaux de jointement. Comme dans le cas de toutes les pièces céramiques, la fabrication des matériaux réfractaires comprend trois étapes principales : le choix et le mixage des composants, la mise en forme et le frittage. Les bétons et les briques peuvent au départ être conçus à partir des mêmes agrégats. Cependant, dans le cas des bétons, on doit ajouter un liant pour assurer la cohésion des agrégats. Leur mise en forme se fait par coulage avec ou sans vibration à la suite d'un mixage des composants pendant lequel on ajoute une certaine quantité d'eau de gâchage dans les proportions recommandées par le fabricant. Dans le cas des bétons, on utilise des agrégats de granulométrie plus étendue que dans le cas des briques. Après coulage, on laisse le béton sécher dans le moule à

température ambiante pendant 24 heures au minimum, puis dans l'étuve à environ 110 ° C pendant une autre période de 24 heures. Ces deux types de séchage visent à permettre au liant, généralement du ciment hydraulique, de faire prise par cristallisation des hydrates. La tendance actuelle est d'utiliser des bétons à basse et ultra basse teneur en ciment qui offrent des caractéristiques plus intéressantes. Qu'il s'agisse des briques ou des bétons, le choix et le dosage des divers composants du réfractaire ainsi que sa mise en œuvre doivent s'exécuter de manière à maximiser les propriétés désirées lors de son exploitation.

Malgré toutes les imperfections que renferment les matériaux réfractaires, ils restent les seuls matériaux à pouvoir servir pour le revêtement des fours d'élaboration et de traitement d'autres matériaux, tels que les métaux et les alliages, les verres ainsi que les produits pétrochimiques et les ciments, qui ont façonné le monde moderne.

2.1.2 Le frittage

2.1.2.1 Introduction

Le frittage constitue une étape très importante dans la fabrication des matériaux mis en forme à partir d'un mélange de poudres, c'est-à-dire les céramiques et les réfractaires ainsi que les pièces métalliques obtenues par métallurgie des poudres. Il s'agit d'un traitement thermique à haute température qu'on fait subir à tout matériau mis en forme notamment par pressage ou par coulage en vue de lui faire acquérir les propriétés physiques et mécaniques requises pour ses applications ultérieures. Le frittage conduit à la densification du matériau par suite de l'établissement de ponts de raccordement entre les différentes particules constituant le matériau, ce qui conduit généralement à la diminution de la porosité. L'opération de frittage nécessite donc un mécanisme de transport de matière et une source d'énergie pour activer ce transport et l'assurer pendant un temps requis.

Le transport de matière lors du frittage peut s'effectuer par diffusion en phase solide ou en phase vapeur mais également par écoulement visqueux, selon le cas. On parlera alors de frittage en phase solide et de frittage en phase vapeur ainsi que de frittage en phase liquide, respectivement. Pour ces trois types de frittage, la source d'énergie provient essentiellement du chauffage. Il importe de souligner que la densification des réfractaires aluminosiliceux s'effectue principalement par frittage en phase liquide. Cependant, comme ces deux autres mécanismes de frittage peuvent agir de manière secondaire, nous en présentons également les principes généraux.

2.1.2.3 Frittage en phase solide

Citant l'ASTM International, D.W. RICHERSON [1] précise que cette l'opération se déroule généralement en trois phases: la phase initiale, la phase intermédiaire et la phase finale.

La première phase ou phase initiale consiste au réarrangement des particules et à la formation de ponts de raccordement ou cols entre les diverses particules constituant le matériau (Figure 2.1).

La deuxième phase ou phase intermédiaire est consacrée à la croissance de ces ponts de raccordement (cols) entre les particules et au rapprochement des centres de gravité de ces particules (Figure 2.2), ce qui conduit à la diminution de la porosité. Ceci se traduit par un certain retrait de la pièce frittée ($\Delta l/l>0$, où l = longueur initiale entre deux centres de gravité de deux particules voisines). Cette phase intermédiaire dure le temps requis pour que les chaînes de pores interconnectés deviennent des pores isolés ayant des formes différentes de celles originales. C'est au cours de cette étape que s'établissent des joints de grains, d'où on peut ainsi parler de grains à la place de particules.

La troisième phase ou phase finale assure la réduction maximale de la porosité (Figure 2.3). En effet, c'est pendant cette étape que les pores disparaissent (ou presque) par suite d'une diffusion lacunaire tout au long des joints de grains. Cette diffusion est à la fois contrôlée par le déplacement des joints de grains, d'une part, et par la croissance des grains, d'autre part. Le maintien d'une certaine quantité de pores dans le matériau

fritté peut être causé par une croissance accélérée des grains, due à un déplacement plus rapide des joints de grains par rapport à celui des pores. Ceci fait qu'il reste des pores résiduels qui se retrouvent isolés loin des joints de grains.

Il convient de souligner que la force motrice pour la croissance des grains est constituée d'énergie de surface totale de l'ensemble des particules du matériau à fritter. Par le frittage, on cherche à réduire au minimum cette énergie de surface. En fait, la croissance des grains vient du fait que les joints de grains se déplacent de manière à augmenter leurs rayons de courbure. Les petits grains qui ont beaucoup plus de force motrice (faible rayon de courbure) que les gros grains se déplacent plus rapidement que ceux-ci tout en changent de forme et certains d'entre eux se font "absorbés" par la suite par les gros grains (Figure 2.3). En fait, l'objectif du frittage vise à éliminer les interfaces solide-vapeur et à les remplacer par des interfaces solide-solide.

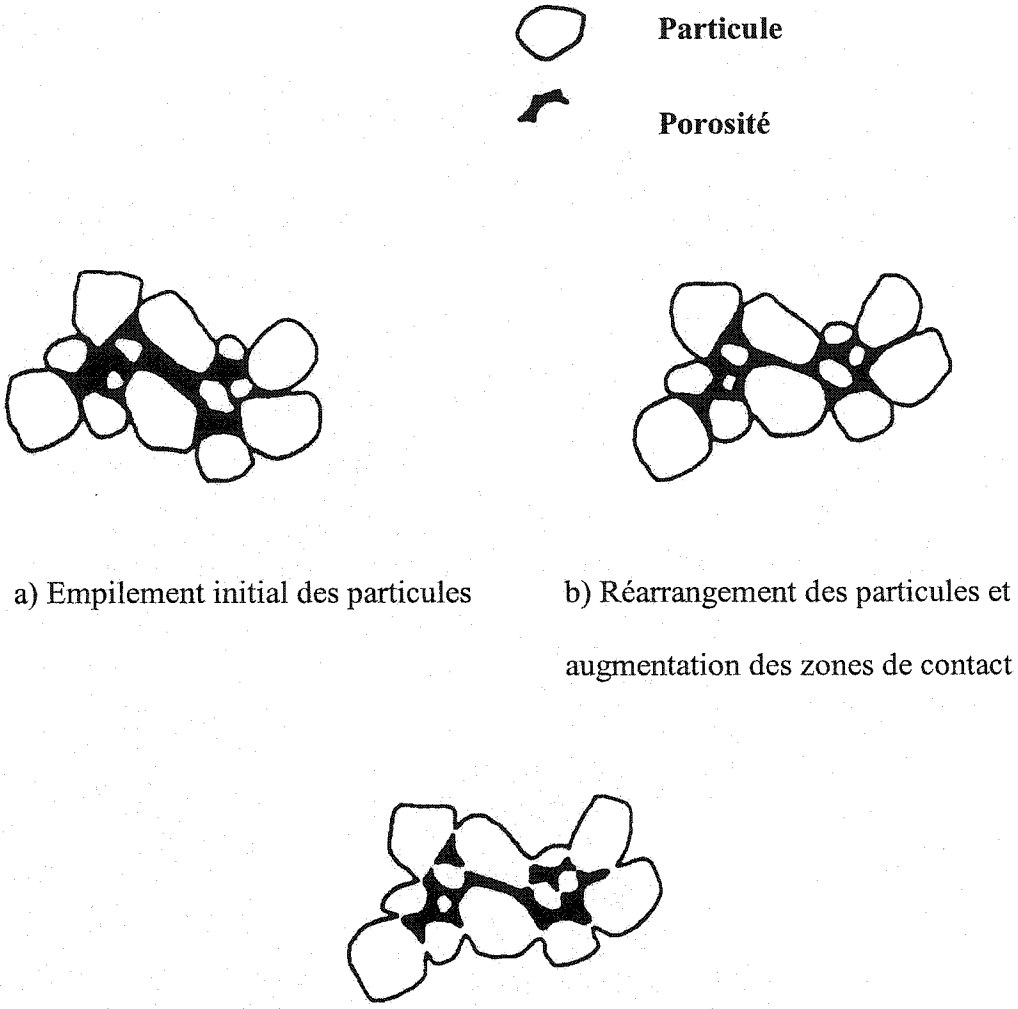
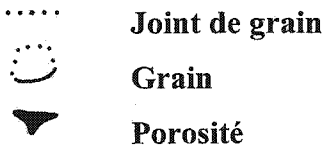


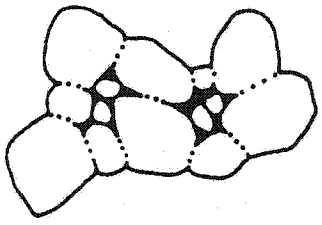
Figure 2.1: Phase initiale du processus de frittage [1].





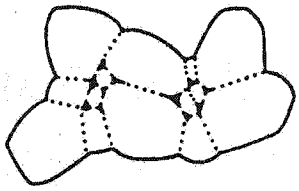
a) croissance du col et retrait volumique

b)allongement des joints de grains

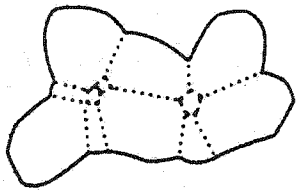


C) croissance des cols + allongement des joints de grains + croissance des grains + retrait volumique

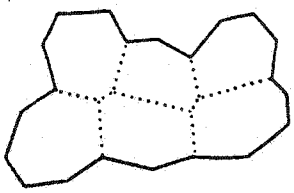
Figure 2.2: Phase intermédiaire du processus de frittage [1].



a) Croissance des grains et discontinuité des pores



b) croissance des grains et réduction de la porosité



c) microstructure idéale sans pore

Figure 2.3: Phase finale du processus de frittage [1].

Le frittage en phase solide intervient notamment dans le cas de la densification des pièces métalliques fabriquées par métallurgie des poudres ainsi que dans celui de certains oxydes purs (exemples: Al_2O_3, BeO, Y_2O_3, UO_2, ThO_2, ZrO_2). Il s'effectue par

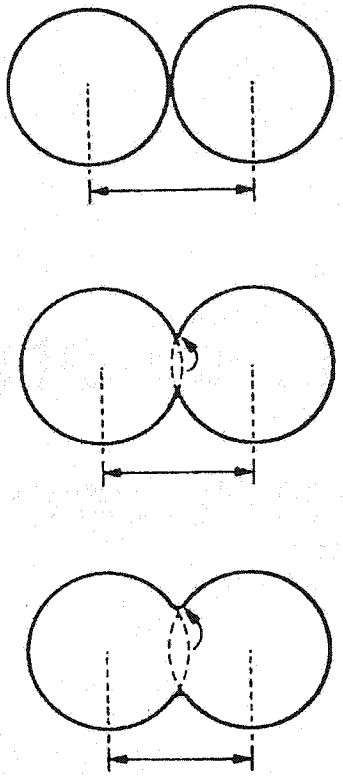
diffusion à l'état solide, des atomes ou des lacunes tout au long de la surface de joints de grains ou à travers le volume du matériau. En fait, la force motrice du frittage en phase solide est constituée de la différence d'énergie libre entre les surfaces libres des particules et les ponts de contact entre les particules adjacentes [1].

Le modèle général exprimant le retrait volumique suite au mécanisme de transport de matière par diffusion à partir du point de contact des particules vers la région du col (Figure 2.4) est exprimé par la relation suivante [2]:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = 3\frac{\Delta L}{L_0} = 3\left(\frac{20\gamma a^3 D^*}{\sqrt{2}kT}\right)^{2/5} r^{-6/5} t^{2/5} \qquad (1)$$

Où:

- $\Delta L/L_0$ = retrait linéaire
- L_0 = distance initiale séparant les centres de gravité de deux particules voisines
- γ = énergie de surface
- a^3 = volume atomique de la diffusion lacunaire
- k = constante de Boltzmann
- D* = coefficient d'auto-diffusion
- T = température en degré absolu
- t = temps
- r = rayon d'une particule



Mise en contact de particules voisines

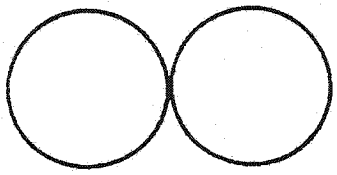
Formation d'un col par diffusion

Diminution de la distance entre les centres des particules, soudage des particules et diminution de la porosité

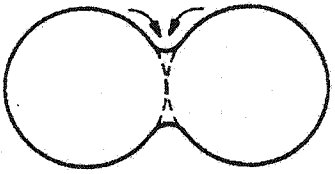
Figure 2.4 : Illustration du phénomène du frittage en phase solide [1].

2.1.2.3 Frittage en phase vapeur

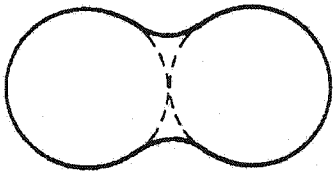
Le frittage en phase vapeur se manifeste à température assez élevée. Il s'effectue par transport de matière à partir de la surface des particules ayant un rayon de courbure positif et une pression de vapeur relativement élevée, vers la région de contact entre les particules, qui est caractérisée par un rayon de courbure négatif et une pression de vapeur plus faible (Figure 2.5). Il conduit ainsi à la fermeture des pores ouverts du matériau et par conséquent à la réduction de sa perméabilité. Ce type de frittage ne conduit pas à la densification du matériau fritté parce qu'il ne provoque pas de retrait (pas de rapprochement des centres de gravité des particules). C'est pour cette raison qu'il doit être accompagné par d'autres mécanismes de frittage. Comme mécanisme principal de densification, le frittage en phase vapeur n'est rencontré que très rarement. L'exemple donné [2] est celui du cas des "halogénures" tel que le NaCl.



Mise en contact de particules voisines



Formation d'un col par transport en phase vapeur



Fin du transport en phase vapeur : particules liées, changement de la forme du pore, mais pas de retrait

Figure 2.5: Illustration du processus de frittage en phase vapeur [1].

2.1.2.4 Frittage en phase liquide

Le frittage en phase liquide nécessite l'apparition d'un liquide visqueux à la température de frittage. Il se manifeste plus facilement lorsque le liquide formé mouille les particules du matériau à fritter. Selon que la phase liquide formée réagit ou pas avec les particules solides en présence, on parle de frittage liquide réactif ou de vitrification, respectivement. La différence essentielle entre les deux types de frittage réside essentiellement au niveau de la quantité de liquide formé et de son caractère à dissoudre (ou pas) les particules solides du matériau qu'on fritte [3]. Ainsi, dans le cas du frittage en phase liquide réactive, le liquide formé est en quantité plus importante et dissout partiellement les particules solides, surtout celles plus fines telles que les particules de mullite. Par contre, dans le cas du frittage en phase liquide non réactive, il se forme peu de liquide, juste la quantité nécessaire pour former des cols entre les particules mais sans dissoudre celles-ci.

Le frittage en phase liquide avec formation d'un liquide non réactif (Figure 2.6) constitue la voie principale de densification de la plupart des systèmes renfermant des silicates tels que les réfractaires aluminosiliceux [1,2]. Les paramètres dont il dépend sont la viscosité, la tension de surface et la taille des particules. Bien entendu, la viscosité est à la fois fonction de la température de frittage et de la composition chimique du matériau. Par l'effet de la pression capillaire, le liquide siliceux qui se forme pénètre dans les interstices se trouvant entre les particules et y forme des cols. Il s'ensuit un écoulement visqueux qui conduit au frittage par suite du réarrangement des

particules en vue d'atteindre un meilleur empilement. Le frittage se traduit notamment par le rapprochement des particules.

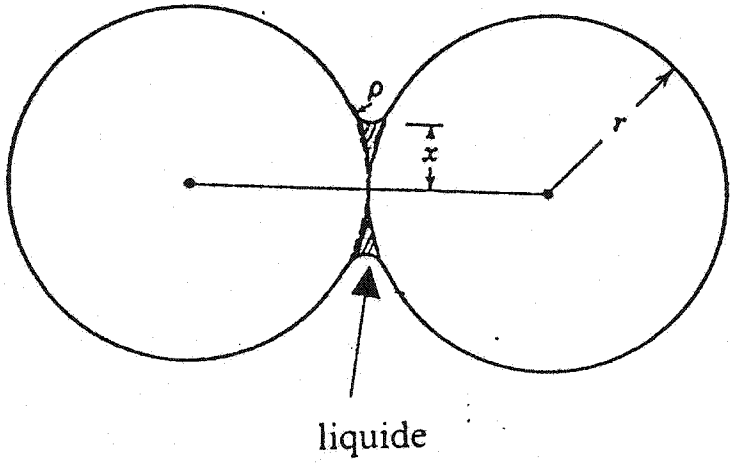


Figure 2.6: Illustration du processus de frittage en phase liquide non réactive tel que défini par Kingery [2].

Le taux de croissance du col (ou cou) lors de la phase initiale de frittage est exprimé par le ratio de la taille du col, "x", et par le rayon de la particule, "r", selon la relation suivante:

$$\frac{x}{r} = \left(\frac{3\gamma}{2\eta\rho}\right)^{1/2} t^{1/2} \qquad (2)$$

– γ = tension superficielle

- η = viscosité

- ρ = rayon de courbure du col formé entre deux particules

- r = rayon d'une particule

- t = temps de frittage

Tel que montré dans la relation donnée ci-dessous par Kingery et al. [2], le taux de retrait volumique dû au rapprochement des centres de gravité des particules est proportionnel à la tension de surface et inversement proportionnel à la taille de particule ainsi qu'à la viscosité:

$$\frac{\Delta V}{V_0} = 3\frac{\Delta L}{L_0} = \frac{9\gamma}{4\eta r}t \qquad (3)$$

Où:

- V_0 = volume initial du matériau
- L_0 = longueur initiale du matériau

Les autres termes de cette équation gardent la signification donnée ci-dessus.

Les équations de ci-dessus indiquent qu'on obtient une meilleure densification avec des particules de petite taille parce qu'elles ont un faible rayon de courbure et

qu'en plus elles conduisent à une forte pression capillaire. Il importe aussi qu'elles soient distribuées uniformément et que leur granulométrie soit également variée.

- Effet de la température et du temps sur le frittage

Comme dans le cas du frittage en phase solide, l'augmentation du temps et de la température de frittage conduit à une meilleure densification et à de meilleures propriétés mécaniques, en autant que la température ne soit pas trop élevée pour que la quantité de liquide formé provoque le ramollissement du matériau ou une croissance excessive des grains. Les études menées par F.H. Norton et F.B Hodgdon (1931) sur la vitrification d'une porcelaine et rapportées par Kingery [2] montrent que, pour une même densité, l'effet de la température est plus prépondérant (Figure 2.7) que celui du temps (Figure 2.8). Il est important de souligner que les conditions de chauffage en vue du frittage ainsi que celles de refroidissement après frittage se doivent d'être bien contrôlées en vue d'obtenir les propriétés escomptées.

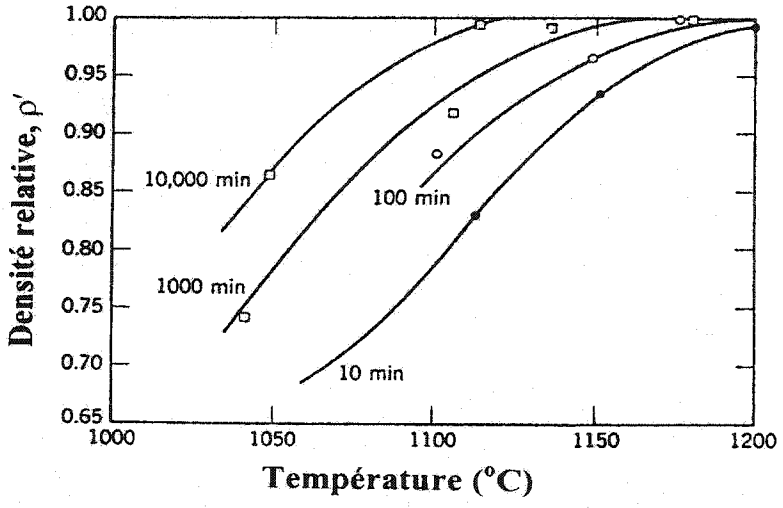


Figure 2.7 : Effet de la température sur la densification d'une porcelaine frittée en phase liquide par écoulement visqueux (Kingery [2] qui cite Norton-1931).

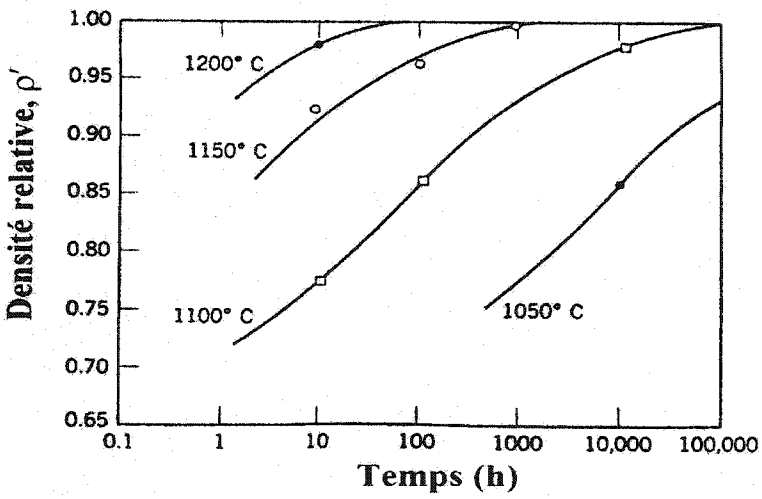


Figure 2.8 : Effet du temps sur la densification d'une porcelaine frittée en phase liquide par écoulement visqueux (même matériau que dans la figure 2.7).

2.1.3 Les matériaux réfractaires aluminosiliceux

2.1.3.1 Introduction

Les matériaux réfractaires aluminosiliceux sont connus de l'homme depuis plus plusieurs siècles. Ils renferment principalement les deux oxydes les plus abondants dans la croûte terrestre, c'est-à-dire l'alumine (Al_2O_3) et la silice (SiO_2). Ils sont largement utilisés dans l'industrie de l'aluminium mais aussi dans plusieurs autres secteurs industriels tels que l'aciérie, le reste de l'industrie des non-ferreux, celle du verre, l'industrie du ciment, de même que les industries chimiques et pétrochimiques, etc.

Comme dans le cas d'autres réfractaires, leurs propriétés reposent essentiellement sur la nature et les proportions de phases cristallines et vitreuses initiales ainsi que celles qui se forment lors de la cuisson et durant leur utilisation. Ces nouvelles phases dépendent donc des compositions chimique et minéralogique des matières premières et des températures de cuisson et/ou d'utilisation.

On distingue des réfractaires aluminosiliceux à base d'argile qu'on pourrait appeler "silicates d'alumine hydratés" et des silicates d'alumine anhydres constitués de mélanges de Al_2O_3-SiO_2, de même que des produits à base de bauxite. Selon Sosman [4], on exclue généralement de cette catégorie tous les produits ayant des teneurs en Al_2O_3 inférieures à 5% (exemple: les briques de silice) et supérieures à 90% (exemple: briques de corindon).

2.1.3.2 Les produits à base d'argile

Ils seraient les premiers réfractaires utilisés par l'homme et ils restent largement d'actualité. Les argiles sont des roches sédimentaires composées de combinaisons assez complexes de minéraux qui sont eux-mêmes constitués d'associations complexes de silice et dont les plus importants sont les aluminosilicates. Selon leur teneur en alumine, Letort [5] classe ces produits en trois catégories : les silico-alumineux (15 à 32% Al_2O_3), les produits alumineux (32 à 40% Al_2O_3) et extra-alumineux (plus de 40% Al_2O_3). Chesters [6] précise que les produits à base d'argile les plus utilisés (aciérie, industrie du verre, industrie du cuivre, etc.) sont des briques argileuses contenant entre 25% et 45% Al_2O_3. En aciérie, les briques ayant une teneur en alumine comprise entre 25% et 28% sont utilisées dans les poches de coulée pendant que celles contenant 40 à 45% d'alumine servent pour le revêtement intérieur du four.

3.1.3.3 Les produits silico-alumineux

Les argiles silico-alumineuses sont de 3 catégories [5] : le groupe kaolinite-halloysite et auquel on adjoint les anauxites et les allophanes, le groupe montmorillonite et le groupe palygorskite-attapulgite. Étant donné que ces catégories ne constituent pas d'intérêt pour le présent travail, nous préférons parler beaucoup plus des silicates d'alumine anhydres et référer le lecteur intéressé par les silico-alumineux aux ouvrages traitant de ce sujet, notamment ceux de Letort [5] et Jouenne [7].

2.1.3.4 Les silicates d'alumine anhydres

On distingue les silicates d'alumine du groupe sillimanite et la mullite. Les deux types ont un point commun puisque les silicates du groupe sillimanite donnent lieu, entre autre, à la mullite lors de la cuisson à haute température.

i) Silicates d'alumine anhydres du groupe sillimanite

Le 1er symposium sur les réfractaires d'alumine-silice, tenu en 1933, a permis de confirmer que la nature renferme trois minéraux de silicates d'alumine anhydres ayant une même formule chimique "$Al_2O_3.2SiO_2$" et contenant 63% d'alumine et 37 % de silice. Il s'agit de: la sillimanite, l'andalousite et la cyanite qu'on appelle aussi disthène [4]. Les deux premiers cristallisent suivant le système orthorhombique alors que la cyanite cristallise suivant le système triclinique [7]. Leurs densités originales respectives varieraient de 3,1 à 3,2 pour l'andalousite, 3,23 à 3,25 pour la sillimanite et de 3,56 à 3,67 pour la cyanite [5]. Ces trois silicates sont métastables à température ambiante et ils ne peuvent pas se transformer l'un dans l'autre. Lorsqu'ils sont portés à haute température (1545°C pour la sillimanite, 1380°C-1400°C pour l'andalousite et 1350°C-1380°C pour la cyanite), et qu'on les y maintienne pendant un temps assez long, leur deuxième point commun et qu'ils se transforment irréversiblement en mullite ($3Al_2O_3.2SiO_2$) et en silice libre, selon la relation (4). Théoriquement, cette silice libérée devrait être de la cristobalite, mais elle se présente à l'état vitreux, alliée aux impuretés

(par exemple le FeO) de la roche mère. Étant donné l'important changement de volume (15 %) qui intervient lors de la dissociation de la cyanite en mullite [4], il est conseillé de la calciner d'abord au-dessus de sa température de dissociation, avant de l'utiliser pour la fabrication des réfractaires, en vue d'éviter des dilatations excessives qui provoqueraient la fissuration pendant la cuisson de ces derniers.

$$3(Al_2O_3.SiO_2) \rightarrow 3Al_2O_3.2SiO_2 + SiO_2 \qquad (4)$$

En plus de la température de dissociation, ces trois silicates se distingueraient par le parallélisme et la taille des aiguilles de mullite formée. Dans le cas de l'andalousite et de la sillimanite, les aiguilles de mullite croîtraient parallèlement entre elles et dans une même et unique direction et resteraient ainsi même aux températures plus élevées. Par contre, dans le cas d'une mullite formée à partir d'un grain de cyanite, les aiguilles de mullite germeraient parallèlement et croîtraient ensuite vers l'intérieur en même temps que la silice. Cependant, ce parallélisme serait moins prononcé aux températures plus élevées. La taille des aiguilles de mullite formées serait remarquablement plus petite dans le cas de la sillimanite.

ii) La mullite

Par rapport aux trois premiers silicates d'alumine anhydre, la mullite est très peu répandue dans la nature. Elle fut identifiée comme telle un peu plus récemment par Bowen et Greig en 1924 [8] dans des minéraux des enclaves volcaniques provenant de l'île de Mull (Ecosse), d'où son nom. Cependant, la mullite était préparée synthétiquement depuis 1858 par Sainte-Calire Deville et Caron mais ceux-ci croyaient synthétiser de la sillimanite. La confusion entre les deux produits est restée pendant longtemps, à cause de leur ressemblance tant du point de vue des caractéristiques cristallographiques (même système cristallin) qu'optiques (indices de réfraction très proches). La distinction nette entre la sillimanite et la mullite n'a été possible que vers les années 1920, grâce à l'avènement des outils de caractérisation plus spécialisés utilisant des clichés de diffraction R-X.

Il est important de souligner que la mullite est la seule forme stable à haute température (Figure 2.9) parmi tous les composés d'alumine-silice. En effet, tant et aussi longtemps que son point de fusion n'est pas atteint, elle peut être cuite et refroidie de manière répétitive sans changer sa constitution minéralogique. Elle présente des caractéristiques intéressantes telles qu'un très faible coefficient d'expansion thermique et un point de fusion très élevé ainsi qu'une haute densité. Une mullite de haute pureté (Al_2O_3+SiO_2 = 99,25%) combinée à sa haute densité et son faible coefficient de dilatation thermique ainsi que son excellente résistance aux chocs thermiques font qu'elle soit très appréciée pour la construction d'équipements fonctionnant à des

températures allant de 1700°C et plus, tels que les fours ("kilns") et les réacteurs des industries chimiques. La mullite se présente généralement sous forme aciculaire mais, Letort [9] et Halm [10] affirment qu'elle peut exister aussi sous forme granulaire. La mullite synthétique est actuellement produite par fusion d'un mélange de bauxite et de silice ou de celui d'alumine calcinée et de silice d'une part, ou par frittage d'un mélange d'argile et d'alumine, d'autre part.

2.1.3.5 Diagramme d'équilibre $Al_2O_3 - SiO_2$

Ce diagramme est d'une grande importance dans la technologie des réfractaires. En effet, les différentes propriétés des matériaux réfractaires renfermant principalement l'alumine et la silice dépendent de la nature et des proportions des différentes phases cristallines et vitreuses qui se forment à haute température. Il a été mis au point de manière plus élaborée par Bowen et Greig en 1924 [8] après qu'une une version extrêmement simplifiée ait été publiée par Shephard et Rankin [8] en 1910. La plus récente version (1990) est présentée à la figure 2.9. Celle-ci diffère de celle de Bowen et Greig sur trois points: le nombre d'eutectiques et les températures correspondantes, de même que la composition chimique de la mullite et son caractère de fusion "congruente/incongruente". En effet, alors que Bowen et Greig ont présenté un diagramme avec un seul eutectique à 1545°C et où la mullite a une composition chimique fixe (71,8% Al_2O_3 et 28,2% SiO_2) ainsi qu'une fusion incongruente à 1810°C, la nouvelle version présente une mullite à fusion congruente et dont la teneur en Al_2O_3

est comprise entre 71,8% et 73,5%. De plus, elle montre l'existence de deux eutectiques qui se forment à 1595°C et à 1840 °C, respectivement. Le premier comporte la même composition chimique (95% SiO_2 et 5% Al_2O_3) que dans le cas de celui de Bowen et Greig [8] alors que le second est beaucoup plus riche en Al_2O_3.

Cependant, compte tenu du fait que ce diagramme d'équilibre a été construit à partir de mélanges de composés de silice et d'alumine pures et que les réfractaires renferment toujours des impuretés (Fe_2O_3, Na_2O, K_2O, Ti_2O, MgO et CaO) parfois inévitables, le domaine de stabilité des phases peut changer considérablement. La présence des impuretés tend à baisser significativement le point de fusion de l'eutectique par suite de l'apparition de phase vitreuse à des températures plus basses (< 1595 °C). De ce fait, les proportions de phases cristallines et vitreuses sont dictées par le pourcentage d'alumine et des impuretés. De manière générale, plus un réfractaire aluminosiliceux est riche en alumine, plus il se formera une quantité importante d'aiguilles de mullite et une proportion faible de phase vitreuse et meilleures seront ses propriétés. La quantité de phase vitreuse serait également favorisée par une granulométrie fine de la silice [6]. La silice en gros grains redresserait par contre la rigidité à chaud du matériau. L'effet de chacune des impuretés sus-mentionnées est résumé dans les lignes qui suivent.

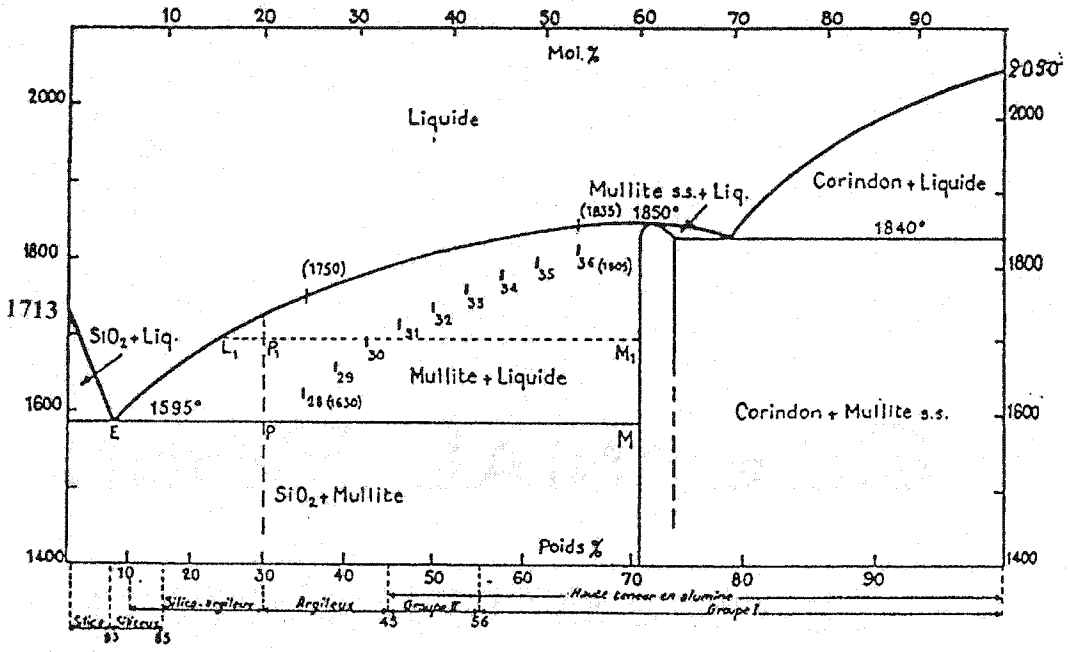


Figure 2.9 : Diagramme d'équilibre du système Al_2O_3–SiO_2 [7].

- Effet des impuretés et des additifs

Les impuretés sont des composants indésirables dans un réfractaire mais dont la présence est difficile à éliminer. Lorsque présentes en proportions considérables, elles conduisent à la dissolution de phases cristallines et à l'accroissement de celle amorphe.

i) Effet de la silice libre

La silice dite libre est celle qui n'est pas combinée à d'autres composants du réfractaire. Elle peut s'avérer très dangereuse par suite des transformations polymorphiques (quartz ↔ tridymite ↔ cristobalite) et des changements de volume qu'elle subit lors de la variation de la température. Ceci peut entraîner des changements dans la microstructure du réfractaire durant la période d'utilisation.

Le quartz est stable aux températures inférieures à 867°C alors que la tridymite et la cristobalite le deviennent dans les domaines de températures compris entre 867°C et 1470°C, et entre 1470°C et 1713°C, respectivement. Il semblerait que chacune des trois formes peut subsister longuement ou définitivement dans sa forme métastable et à toute température aussi longtemps qu'il n'y a pas d'action extérieure permettant de la faire passer à une forme stable. L'action de la température seule ne suffirait pas puisqu'une intervention d'agents minéralisateurs servant de catalyseurs est nécessaire pour avoir un nouveau regroupement d'atomes, en passant par un état intermédiaire désordonné et moins stable. En présence d'un catalyseur, le quartz se transforme d'abord en cristobalite métastable entre 867°C et 1470°C, puis en tridymite. La transformation directe du quartz en tridymite serait plutôt rare et lente puisqu'il semble qu'elle peut prendre plusieurs mois. Par contre, celle du quartz en cristobalite ne requerrait que quelques jours de cuisson. La tridymite se transforme toujours en cristobalite au-dessus de 1470°C après un temps très long (plus de 18 mois dans les fours Martin, selon

Jouenne [7]). La transformation de la cristobalite en tridymite entre 1470°C et 867°C serait par contre impossible en l'absence d'un catalyseur.

ii) L'oxyde de fer (Fe_2O_3)

Il peut se présenter sous forme de grains ou à l'état dispersé. Il semblerait qu'il serait plus difficile d'éliminer l'oxyde de fer des réfractaires sous cette dernière forme [6]. Pendant la cuisson, il se combine avec la phase vitreuse du réfractaire et en augmente ainsi la quantité. Son effet est jugé négligeable jusqu'à une teneur de 3% et voire- même peu dangereux à 4%.

iii) L'oxyde de titane (TiO_2)

Sa présence à des teneurs inférieures à 2% n'affecterait pas la qualité du réfractaire [6].

iv) Effet des oxydes CaO et MgO

Ils se combinent avec la phase vitreuse silicatée et abaissent le point de fusion et la résistance chimique du réfractaire. Ce sont des impuretés très nocives et une présence supérieure à 0,5% et 1%, respectivement, ne devrait pas être tolérée dans un réfractaire alumino-siliceux.

v) Effet des alcalins

Il s'agit essentiellement des oxydes de sodium (Na_2O) et de potassium (K_2O). À poids égal, leur présence est plus nocive que celle de la chaux (CaO) et de la magnésie (MgO) réunies parce qu'ils sont plus actifs. De ce fait, la présence du Na_2O+K_2O ne devrait pas dépasser 0,5 à 1%. Dans les mélanges Al_2O_3-SiO_2 où le pourcentage de silice est assez élevé, le Na_2O peut descendre le liquidus jusqu'à 800°C [6], ce qui raccourcit fortement la durée de vie du réfractaire.

vi) Effet des additifs

Contrairement au caractère nocif des impuretés sus-mentionées, certains additifs comme le B_2O_3, peuvent servir de catalyseurs pour la formation de la mullite à des températures aussi basses que 900°C si le réfractaire y est maintenu assez longtemps (200 heures par exemple).

2.1.4 Caractérisation des matériaux réfractaires

Dans les sections qui suivent, nous résumons les différentes techniques et méthodes qui servent pour la caractérisation des matériaux réfractaires aussi bien sur les plans microstructural et minéralogique que sur celui des propriétés physiques et mécaniques.

2.1.4.1 Caractérisation microstructurale

Comme dans le cas d'autres matériaux tels que les métaux et les composites, les outils servant à caractériser la microstructure des matériaux réfractaires sont le microscope optique, le microscope électronique à balayage et le microscope électronique à transmission ainsi que l'analyseur d'images. La microscopie optique reste la méthode la plus traditionnellement utilisée pour observer la microstructure des matériaux parce que peu dispendieuse. Pour observer des détails encore plus petits, on se sert du microscope électronique à balayage ou mieux encore du microscope électronique à transmission qui a un pouvoir de résolution de loin plus élevé (jusqu'à 0,2 nm). Les échantillons qui doivent être observés au microscope optique et au microscope électronique à balayage sont préalablement polis mécaniquement à l'aide d'abrasifs de taille de grains bien choisie. La préparation d'échantillons destinés à l'observation au microscope électronique à transmission est plus délicate et dispendieuse car cette technique d'analyse exige des échantillons très minces (quelques dizaines à environ 200 nm d'épaisseur).

L'observation microscopique et voire même macroscopique des matériaux réfractaires révèle que leur microstructure est composée d'agrégats de taille variable, d'une matrice formée de particules plus fines et de pores. Les agrégats ainsi que la matrice sont en majeure partie constitués de phases cristallines mais, il peut y avoir une proportion considérable de phases amorphes. Les proportions de phases cristallines et vitreuses ainsi que de pores dépendent de plusieurs facteurs tels que la composition

chimique de la matière première, la granulométrie des poudres ainsi que les paramètres de frittage.

Lorsque les pores sont distribués plus ou moins uniformément et que chaque région est représentative, leur taille et leur fraction surfacique peuvent être déterminées à l'aide de la technique d'analyse d'images à partir de photos prises au microscope optique ou électronique. Le couplage d'un analyseur d'images à un microscope électronique à balayage rend la tâche encore plus facile. Les résultats peuvent être comparés avec ceux obtenus par porosimétrie. Cette dernière technique est basée sur des modèles théoriques considérant les pores comme des capillaires cylindriques. Elle consiste à forcer l'entrée d'un gaz ou d'un liquide (généralement du mercure) dans les pores sous différentes pressions, puis à calculer la taille des pores à partir d'équations mettant en relation la pression, l'angle de contact entre le liquide et le réfractaire ainsi que le diamètre du pore.

En général, une augmentation de la température et/ou du temps de frittage conduisent à la diminution de la quantité des pores du réfractaire.

2.1.4.2 Caractérisation minéralogique

La composition minéralogique d'un réfractaire dépend de celles minéralogique et chimique de la matière première utilisée ainsi que de la température et du temps de frittage. En général, si la quantité d'impuretés contenues dans un réfractaire aluminosiliceux est négligeable, l'augmentation de la température et/ou du temps de

frittage conduit à la formation d'une quantité plus considérable de mullite. Celle-ci est d'autant plus importante que le rapport Al_2O_3/SiO_2 est élevé.

La caractérisation qualitative et quantitative des différentes phases cristallines présentes dans un matériau réfractaire est effectuée au moyen de la diffraction des R-X. On utilise la méthode de diffraction de poudres. Celle-ci nécessite de concasser et broyer un morceau de réfractaire en vue d'obtenir une poudre relativement fine.

Le principe de fonctionnement d'un diffractomètre à poudre est illustré par le schéma de la figure 2.10 qui représente un montage en réflexion appelé aussi montage Bragg-Brentano [11]. Comme on peut le remarquer sur cette figure, le faisceau incident provenant de la source de R-X, S, tombe sur l'échantillon constitué d'un ensemble de cristallites orientées aléatoirement et dont le plan de référence "E" passe par l'axe "C" du diffractomètre. L'échantillon tourne autour de cet axe avec une vitesse angulaire "ω" pendant que la fenêtre "F" du détecteur se déplace sur le cercle du diffractomètre à une vitesse double "2ω". Des rayons incidents de même longueur d'onde et légèrement divergents dans les limites de Bragg sont diffractés sous un même angle de Bragg par la multitude de cristallites et atteignent le compteur F au même moment. Le balayage est effectué dans l'intervalle "θ-2θ". Un tel balayage suppose une source fixe (faisceau incident fixe) et une rotation simultanée de l'échantillon et du détecteur autour de l'axe du diffractomètre aux vitesses respectives mentionnées ci-dessus. Le spectre de diffraction enregistré est sous-forme du couple (θ-intensité diffractée). Ceci permet de

déterminer la distance interréticulaire, d, à partir de l'équation de Bragg donnée ci-dessous, et de déterminer ainsi le couple (d, intensité diffractée).

$$\lambda = 2d \sin\theta \qquad (5)$$

Il importe de souligner que la détermination qualitative des phases cristallines présentes dans un matériau réfractaire est facilitée lorsqu'on connaît exactement la composition chimique et minéralogique de la matière première, de même que le diagramme d'équilibre des constituants majeurs ainsi que les paramètres de frittage.

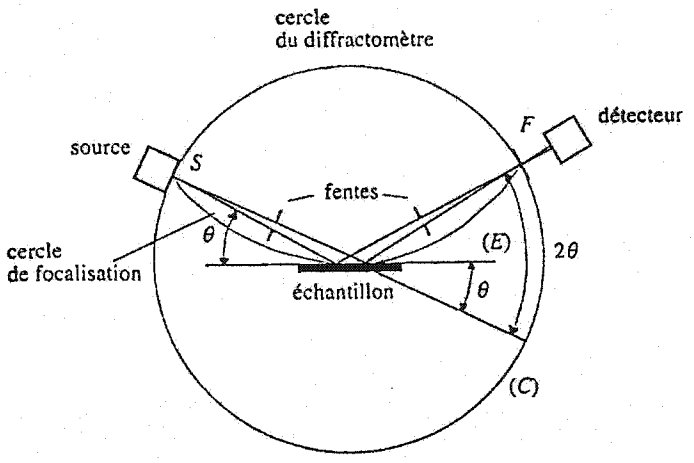


Figure 2.10 : Principe du diffractomètre à poudre dans la géométrie de Bragg-Brentano [11].

L'analyse quantitative de chaque phase cristalline présente dans un échantillon est basée sur le pourcentage de l'intensité nette relative de son pic majeur, par rapport à la somme de celles de toutes les phases en présence. On suppose en effet que l'intensité diffractée est proportionnelle à la matière diffractante. Pour cela, il est de coutume d'utiliser l'intensité maximale ou celle intégrée. Très souvent, on estime les proportions de phases cristallines présentes en utilisant la méthode basée sur l'intensité maximale correspondant à la hauteur du pic principal de chaque phase. Cependant, même si certains opérateurs semblent dire que les deux méthodes sont équivalentes les scientifiques en diffraction suggèrent plutôt d'utiliser la méthode de l'intensité intégrée représentée par l'aire sous la courbe I(θ) pour une quantification plus adéquate. Cette intensité nette intégrée "I_h" est donnée par la relation suivante :

$$I_h = \left(\frac{I_o \lambda^3 l_s}{64\pi R}\right)\frac{1}{\mu}\left(\frac{e^2}{4\pi\varepsilon_0 mc^2}\right)\frac{j_h}{V_c^2}[L][P]|F_h| \qquad (6)$$

Où:

- I_0 = Intensité du faisceau incident
- λ = longueur d'onde des radiations de la source utilisée
- l_s = hauteur de la fente du détecteur
- r_o = rayon de l'électron $\left(r_0 = \frac{e^2}{4\pi\varepsilon_0 mc^2}\right)$
- R = distance séparant l'échantillon et le détecteur

- μ = coefficient linéaire d'absorption
- j_h = multiplicité de la réflexion
- [L] = facteur de Lorentz
- [L] = facteur de polarisation

Si la première méthode est jugée moins précise, elle a l'avantage d'être plus simple et rapide. L'inconvénient d'utiliser la méthode de l'intensité intégrée est qu'il y a risque de déboucher sur un résultat erroné lorsqu'on a des pics superposés et qu'on ne dispose pas de logiciels adéquats pour les déconvoluer. À défaut d'avoir des résultats expérimentaux comparant les deux méthodes, on peut donc dire que la méthode de l'intensité maximale reste semi-quantitative.

Que ce soit pour l'une ou l'autre des deux méthodes, l'idéal serait de rapporter l'intensité du pic majeur de chaque phase à celle du pic d'un échantillon standard renfermant 100% de cette phase. Cependant, le caractère multiphasé des matériaux réfractaires fait qu'on éprouve des difficultés réelles à trouver des échantillons purs pouvant servir d'échantillons témoins pour chaque phase d'intérêt. Dans un cas comme dans l'autre, on estime le pourcentage de phases vitreuses en soustrayant le pourcentage de toutes les intensités nettes relatives des phases cristallines détectées du 100% d'intensité totale détectée. D'après nous, en procédant de cette façon, il est possible d'aboutir à une surestimation des phases amorphes puisque l'intensité du fond continu qu'on leur attribue généralement peut provenir, en partie, des imperfections de

l'appareillage utilisé ou de l'échantillon (diffusion Compton, l'effet de fluorescence ou la diffusion diffuse).

2.1.4.3 Caractérisation des propriétés mécaniques

De la même façon que la plupart d'autres types de matériaux, les propriétés mécaniques d'un réfractaire dépendent de sa microstructure. En d'autres termes, son comportement mécanique repose sur la quantité et la distribution des différentes phases cristallines et amorphes mais également des défauts constitués de pores et de microfissures. Par conséquent, tous les facteurs dont dépend la microstructure d'un réfractaire jouent sur son comportement mécanique.

Les propriétés mécaniques les plus mesurées dans le cas d'un matériau réfractaire sont : la contrainte à la rupture qu'on appelle couramment " module de rupture", le module d'élasticité, la ténacité et l'énergie de rupture.

a) Contrainte à la rupture

Comme dans le cas d'autres matériaux fragiles, à défaut de pouvoir déterminer la contrainte à la rupture en traction, c'est l'essai de flexion 3-points (ou 4-points) qu'on utilise pour déterminer la résistance mécanique à la rupture des matériaux réfractaires.

En général, la résistance mécanique d'un matériau réfractaire est d'autant plus élevée que sa température de frittage est élevée. Dans le cas des aluminosiliceux, elle devrait aussi augmenter avec la teneur en alumine. Cependant, à haute température, le

comportement mécanique est beaucoup influencé par la présence de phases vitreuses. Sauf exception, la résistance mécanique des réfractaires aluminosiliceux chute remarquablement à partir des températures voisines de 1100°C suite à la présence d'impuretés. Ceci veut dire qu'il existe, pour chaque réfractaire aluminosiliceux, une température de service au-delà de laquelle l'augmentation du pourcentage d'alumine et/ou de la température de cuisson n'ont plus d'effet bénéfique pour la résistance mécanique à chaud. Par contre, dans le cas où il y a dévitrification, on peut penser que les nouvelles phases cristallines formées à partir des phases vitreuses contribuent à l'amélioration de la résistance mécanique à chaud du réfractaire. L'imprégnation des réfractaires alumino-siliceux de l'oxyde de chrome améliorerait aussi leur résistance mécanique à haute température (Chesters [6] qui cite Lakin et Haglington ainsi que Somiya et al. (1970)).

b) Module d'élasticité

Le module d'Young, E, ou module d'élasticité, est normalement une propriété intrinsèque du matériau. Il est associé aux forces de liaison entre les atomes. Il ne devrait donc pas varier. Cependant, dans le cas des matériaux réfractaires, l'hétérogénéité de leur microstructure fait que cette propriété dépende beaucoup des aspects microstructuraux tels que les pores et d'éventuelles microfissures. Ainsi, dans le cas des réfractaires, on parle plutôt de module technique d'élasticité pour le différencier du module d'Young représenté par la pente de la droite "contrainte = f (déformation)"

obtenue lors d'un essai de traction dans le cas des matériaux homogènes tels que les métaux. La détermination de cette constante élastique "E" sert dans d'explication du comportement aux chocs thermiques des céramiques que nous présenterons dans les sections ultérieures. Le module d'élasticité peut être aussi mesuré au moyen des méthodes non destructives. La plus utilisée est la méthode dynamique qui consiste à générer des vibrations dans un échantillon à l'aide de petites sollicitations mécaniques longitudinales, flexionnelles ou torsionnelles et de déterminer sa fréquence de résonance naturelle.

L'influence de la porosité sur le module d'élasticité des céramiques est exprimée à travers les expressions (7) et (8) [12] ainsi que (9) [13].

$$E = E_0(1 - bP) \tag{7}$$

$$E = E_0 \exp(-bP) \tag{8}$$

Où:

E_0 = module d'élasticité à porosité nulle,

E = module d'élasticité correspondant à la porosité P,

P = F_v = fraction volumique des pores,

b = constante.

La constante "b" varierait de 2 à 3 à température ambiante et de 3 à 4 pour les essais à haute température.

Selon Bradt [13], l'expression (8) ainsi que la suivante sont les plus populaires.

$$E = E_0(1 - bP + CP^2) \qquad (9)$$

b, c = constantes empiriques.

De manière générale, le module d'élasticité d'un réfractaire est d'autant plus élevé que le pourcentage de pores ouverts est faible. La relation de Bradt [13] donnée ci-dessous montre que la présence des microfissures affecte négativement le module d'élasticité.

$$E = E_0\left(1 + \frac{16(1-\upsilon^2)NC^3}{3}\right)^{-1} \qquad (10)$$

Où:

E_0 = module d'élasticité sans microfissures,

E = module d'élasticité avec microfissures,

N = nombre de microfissures par unité de volume,

C = taille d'une microfissure,

ν = coefficient de Poisson qu'on estime entre à 0,05 (réfractaires monolithiques) et 0,20 (briques réfractaires).

L'influence des phases vitreuses sur le module d'élasticité des réfractaires aluminosiliceux se fait beaucoup plus sentir à haute température. En effet, comme dans le cas de la contrainte à la rupture, Letort [5] rapporte que le module d'élasticité des silico-

alumineux se détériorerait sensiblement au-delà 1100°C, par suite du ramollissement de ces phases.

c) L'énergie de rupture

L'énergie de rupture des matériaux fragiles est mesurée en soumettant à un essai de flexion 3-points une éprouvette comportant une entaille triangulaire qu'on appelle souvent "entaille en chevron", tel que montré sur la figure 2.11.

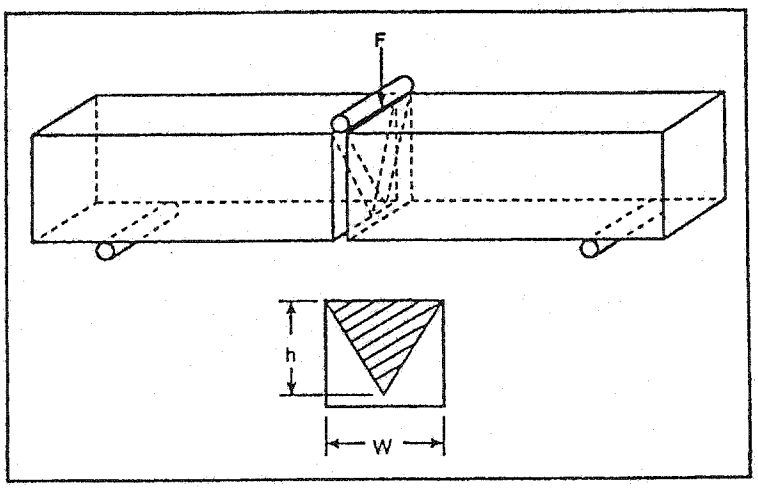


Figure 2.11 : Échantillon à entaille en chevron pour la mesure du travail de rupture [14].

L'aire sous la courbe "Force-déplacement" (Figure 2.12) obtenue permet de calculer le travail de rupture "W_{wof}" requis pour créer de nouvelles surfaces, et de déterminer ainsi l'énergie de rupture, γ_{wof}, selon la relation suivante:

$$\gamma_{wof} = \frac{W_{wof}}{2S} \qquad (11)$$

Où: S = surface triangulaire de rupture d'un des deux morceaux de l'échantillon rompu.

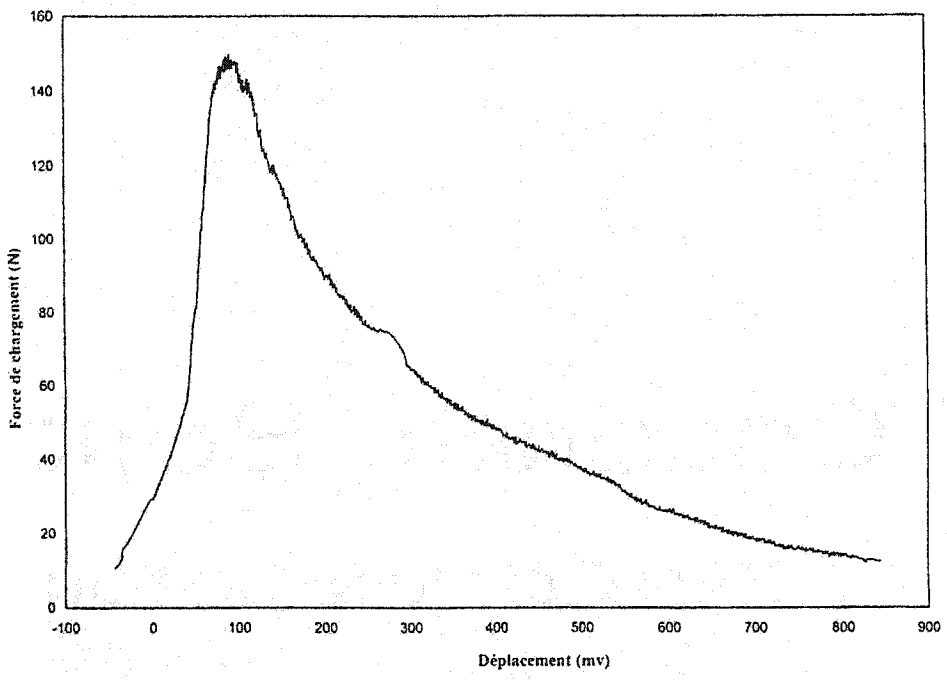


Figure 2.12 : Courbe expérimentale typique "Force-déplacement" lors d'une propagation stable dans un matériau réfractaire.

Il important de noter que l'énergie consommée au moment de la rupture n'est pas totalement transmise aux deux surfaces de rupture créées. En effet, une partie de cette énergie est dissipée lors de l'interaction de la fissure avec la microstructure. L'énergie de

rupture, γ_{wof}, est par conséquent plus élevée que l'énergie de surface puisque celle-ci représente seulement l'énergie nécessaire pour rompre les liaisons atomiques. La relation suivante montre les différents termes que comprend l'énergie de rupture.

$$\gamma_{wof} = \gamma_s + \gamma_p + \gamma_r \qquad (12)$$

où:

γ_s = énergie de surface thermodynamique ou énergie nécessaire à la création d'une surface unitaire

γ_p = énergie correspondant aux processus inélastiques accompagnant la rupture

γ_r = énergie de réaction entre la fissure qui se propage et la microstructure.

Dans le cas d'un matériau ductile, on ajoute à l'expression de l'énergie de rupture un terme " γ_p" exprimant l'énergie dépensée lors d'une déformation plastique qui accompagne la rupture. On peut présumer qu'une situation similaire peut se produire dans le cas des matériaux réfractaires lorsque les tests sont effectués à haute température.

Les deux premiers termes de l'expression (12) équivalent à l'énergie de surface effective appelée aussi "γ_{nbt}". Celle-ci représente l'énergie consommée lors de l'initiation de la fissure. On la mesure en soumettant à un essai de flexion 3-points un échantillon comportant une entaille droite (l'indice "nbt" veut dire "notched -beam test"). On a donc:

$$\gamma_{eff} = \gamma_s + \gamma_r = \gamma_{nbt} \qquad (13)$$

Le terme "γ_{nbt}" représente donc l'énergie nécessaire à l'initiation de la propagation d'une fissure alors que le terme "γ_{wof} " exprime l'énergie de rupture totale requise pour la propagation complète d'une fissure à travers l'échantillon.

2.1.4.4 Caractérisation des propriétés physiques

Les propriétés physiques souvent mesurées dans le cas d'un matériau réfractaire sont la porosité et la densité ainsi que le coefficient d'expansion thermique. La densité et la porosité apparente sont déterminées selon la norme ASTM C 830-93 (réapprouvée en 1998) [15]. Le coefficient d'expansion thermique est mesuré à l'aide d'un dilatomètre. Lorsqu'on a les outils nécessaires, on peut aussi mesurer la perméabilité ainsi que la mouillabilité du matériau. En général, pour un même matériau, une granulométrie fine et une augmentation de la température de cuisson devraient conduire à une baisse de la porosité et une amélioration de la densité.

i) Mesure de la porosité et de la densité

Les pores sont des défauts microstructuraux qui influencent considérablement le comportement d'un réfractaire vis-à-vis des sollicitations thermomécaniques et de la corrosion. La détermination du pourcentage de pores dans un réfractaire est donc une procédure très courante pour estimer ses performances. La procédure couramment utilisée repose sur la méthode d'Archimède. Le principe consiste à sécher un

échantillon, à le mettre ensuite sous-vide pendant un certain temps, puis à l'immerger dans un liquide sous-vide et à enregistrer son poids lorsqu'il est suspendu dans ce liquide, et à l 'état mouillé dès sa sortie du liquide. La porosité apparente, "P_{app}", ainsi que les densités apparente "ρ_{app}" et en vrac (bulk) "ρ_{bulk}" peuvent alors être déterminées à partir des relations suivantes:

$$P_{app} = \left(\frac{m_{humide} - m_{sec}}{m_{humide} - m_{suspendu}}\right) \times 100 \quad (14)$$

$$\rho_{app} = \left(\frac{m_{sec}}{m_{sec} - m_{suspendu}}\right) \times \rho_l \quad (15)$$

$$\rho_{bulk} = \frac{m_{humide} - m_{sec}}{m_{humide} - m_{suspendu}} \times \rho_l \quad (16)$$

Où:

- m_{sec} = masse de l'échantillon à l'état sec
- m_{humide} = masse de l'échantillon à l'état humide
- $m_{suspendu}$ = masse de l'échantillon lorsqu'il est suspendu dans le liquide
- ρ_l = densité du liquide utilisé

ii) Mesure de la perméabilité

La perméabilité reflète la facilité avec laquelle un fluide pénètre dans un matériau poreux sous une certaine pression. Dans le cas des réfractaires, la perméabilité est fonction de la porosité ouverte (pores ouverts perméables) et des fissures ainsi que de la taille et de la forme des pores. La mesure de la perméabilité permet d'avoir des indications sur le niveau de pénétration du réfractaire lorsqu'il est en présence d'agents corrosifs tels que les laitiers. Une brique compacte est attaquée en surface alors qu'une microstructure poreuse est pénétrée et attaquée en profondeur.

L'influence de la taille des pores sur la perméabilité aux gaz des réfractaires n'est pas bien claire parce qu'on mentionne [5] qu'elle peut diminuer ou augmenter lorsque la taille des pores augmente. Nous pensons que la perméabilité dépend de la proportion de gros pores, par rapport à l'ensemble des pores, ainsi que de petits pores. Puisque la porosité augmente avec la température de cuisson jusqu'à un maximum et qu'elle peut diminuer par la suite alors que la taille des pores continue à augmenter avec la température, il est possible que la diminution de la porosité soit compensée par une croissance des plus grands pores et que la perméabilité reste presque inchangée. Dans le cas contraire, c'est la taille ou la quantité des pores qui devrait prédominer. Cette argumentation est néanmoins gênée par les modèles théoriques qui admettent que la perméabilité est beaucoup plus influencée par la taille des pores que par leur nombre. Ceci résulte de l'hypothèse supposant un échantillon de porosité uniquement ouverte et constituée de canaux cylindriques perpendiculaires à la section

de l'échantillon [7]. Ainsi, en considérant un nombre "n" de pores cylindriques de rayon "r" par unité de surface et un écoulement complétement visqueux, la surface des pores devient égale à "$\pi r^2 n$", la perméabilité " $\pi r^4 n/8\eta$" (où η= viscosité du fluide). Il apparaît donc que l'influence de la taille des pores est plus prépondérante que celle de leur nombre puisque le ratio "perméabilité/porosité "($r^2/8\eta$) dépend du rayon du pore.

Les réfractaires aluminosiliceux qui renferment des proportions considérables de phase vitreuse voient leur perméabilité dépendre de cette dernière. En effet, par rapport aux phases cristallines, la phase vitreuse serait généralement plus attaquée par un agent corrosif, surtout lorsqu'elle est peu compacte [5].

iii) Mesure de la mouillabilité

La mouillabilité d'un réfractaire par un bain d'alliage métallique est une propriété importante en ce qui concerne sa résistance à la corrosion. Dans la mesure du possible, il est souhaitable de déterminer ce paramètre. La mouillabilité est mesurée par l'angle de contact formé sur un substrat solide par une goutte de métal liquide qu'on y dépose, tel qu'indiqué sur la figure 2.13. À l'état d'équilibre des trois phases (liquide, solide et gaz) en présence, les forces agissant sur les différentes interfaces entre ces phases sont reliées entre elles à travers l'équation d'Young -Dupré [3] qui suit:

$$\gamma_{sl} - \gamma_{sg} = \gamma_{lg} \cos(\theta) \qquad (17)$$

On peut donc écrire:

$$Cos\,(\theta) = \frac{\gamma_{sg} - \gamma_{sl}}{\gamma_{lg}} \qquad (18)$$

où :

γ_{lg} = énergie de surface à l'interface liquide-gaz

γ_{sl} = énergie de surface à l'interface solide-liquide

γ_{sg} = énergie de surface à l'interface solide-gaz

Il y a mouillage lorsque l'angle θ est inférieur à 90°. Le mouillage d'un réfractaire par un liquide est suivi de la pénétration du liquide à travers les pores et les fissures du réfractaire par un phénomène de capillarité.

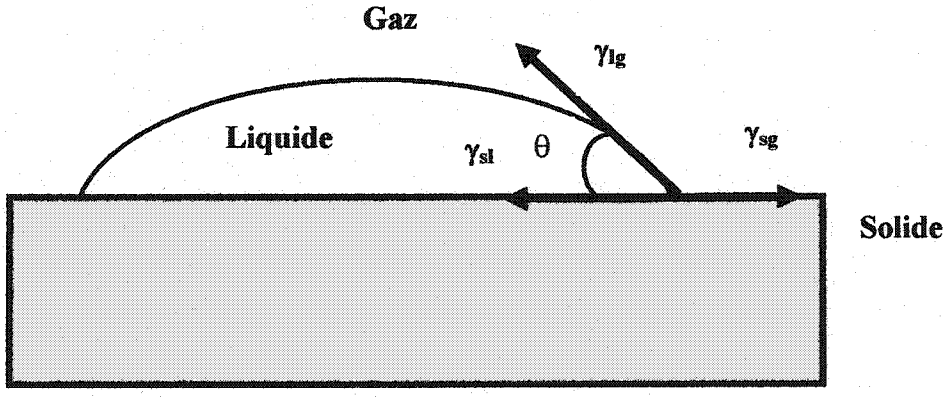


Figure 2.13 : Illustration du phénomène de mouillage d'un substrat solide par une goutte de liquide.

2.2 PRINCIPES DE LA MÉCANIQUE DE LA RUPTURE

2.2.2 Rupture des matériaux ductiles

Avant de parler de la rupture des matériaux fragiles dont font partie les matériaux réfractaires faisant l'objet de la présente étude, nous avons jugé utile de parler brièvement de la rupture des matériaux ductiles.

Il est important de noter que les matériaux ductiles sont caractérisés par une déformation permanente dite déformation plastique avant la rupture. Ce sont généralement des matériaux tenaces. Ce groupe concerne surtout les métaux et leurs alliages ainsi que les matières plastiques thermoplastiques, mais aussi les matériaux composites. L'analyse d'une surface de rupture d'un matériau ductile permet de distinguer généralement trois zones, une zone d'initiation ou d'amorçage de ces fissures, puis une zone de propagation des fissures initiées et enfin une zone de rupture finale qui se manifeste souvent par un déchirement ductile. Sur base des analyses fractographiques des faciès de rupture, les spécialistes de la mécanique de la rupture peuvent déterminer le genre de sollicitation mécanique qui a conduit à la rupture d'un matériau.

2.2.3 Rupture des matériaux fragiles

Contrairement aux matériaux ductiles, les matériaux fragiles dont font partie les céramiques au sens large et les réfractaires se rompent brutalement, c'est-à-dire sans apparition d'une déformation plastique préalable. Ils absorbent ainsi une plus faible

énergie de rupture, d'où leur faible ténacité. Cependant, aux températures élevées, il est possible que les réfractaires manifestent une certaine plasticité qui se traduit par un émoussement en fond de fissure avant la rupture.

2.2.3.1 Contrainte théorique à la rupture

La base de la mécanique de la rupture des matériaux fragiles repose sur le comportement d'un cristal idéal ne comportant pas de défauts et soumis à un effort de traction. Selon ce modèle, la contrainte de décohésion des plans atomiques (Figure 2.14), "σ_c", est régie par le module d'Young, "E" ; l'énergie de surface "γ_s" et la distance interatomique "a_0" du cristal ; tel qu'indiqué dans la relation suivante :

$$\sigma_c = \sqrt{(\frac{E\gamma_s}{a_0})} \qquad (19)$$

Cette contrainte qui a pris le nom de contrainte théorique à la rupture "σ_{th}" est atteinte lorsqu'il y a brisure des premiers liens atomiques suite à un déplacement des plans atomiques sur une distance plus importante que celle intra-atomique (Figure 2.14). Cette contrainte équivaut à environ "E/10".

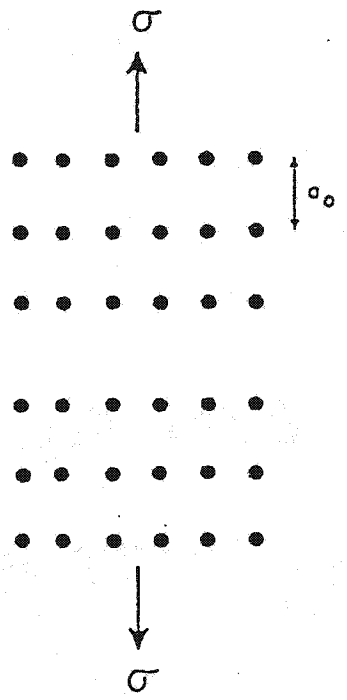


Figure 2.14 : Illutration de la décohésion de plans atomiques lors d'un essai de traction sur un matériau fragile [19].

2.2.3.2 Contrainte réelle à la rupture

Dans le cas réel, les matériaux se brisent à des contraintes appliquées de loin plus faibles que la contrainte théorique "σ_{th}". Ceci vient du fait que ces matériaux comportent des pores et/ou des fissures qui font que la contrainte locale soit voisine de la contrainte théorique à la rupture ou l'atteigne dans certains endroits. Cette situation a

amené Griffith (1921) à développer de nouvelles équations tenant compte de la taille des défauts préexistants dans le matériau.

Sa nouvelle approche est basée sur le critère énergétique. En effet, Griffith considère que la propagation instable d'une fissure pointue contenue dans un matériau fragile s'accompagne d'une diminution de l'énergie élastique, "We", du système. Comme il y a rupture, l'énergie dépensée pour la propagation de la fissure sert pour la création de deux nouvelles surfaces des morceaux rompus. Pour n'importe quel corps, l'énergie de surface, "γ_s", est l'énergie requise pour maintenir les atomes de surface en équilibre avec leurs voisins de l'intérieur.

Ainsi, pour qu'il ait propagation, il faut que les conditions énergétiques et mécaniques définies ci-dessous soient remplies.

Pour comprendre la condition énergétique, on doit se rappeler que tout système possède une certaine énergie potentielle. Or, la théorie d'élasticité stipule que l'énergie élastique d'un matériau ayant un défaut de taille "a" qui tend à se propager sous l'application d'une contrainte "σ" est égale à :

$$W_E = \pi a^2 \frac{\sigma^2}{E} \qquad (20)$$

Pour que la fissure se propage jusqu'à une longueur "2a", l'énergie de surface consommée pour créer deux nouvelles surfaces (égale chacune à 2a $\times$1) est égale à :

$$W_s = 2 \times 2a \times 1 \times \gamma_s \qquad (21)$$

où : γ_S = énergie nécessaire pour la création d'une surface unitaire

La condition énergétique indique donc que la fissure n'atteindra la longueur "2a" que si l'énergie de surface "W_S" est au moins égale à l'énergie élastique libérée au cours de la propagation. Ceci fait que la variation de l'énergie totale du système devient :

$$\Delta W = W_S - W_E \tag{22}$$

$$\frac{d\Delta W}{da} \leq 0 \tag{23}$$

Ce qui se traduit par la relation suivante :

$$\frac{d}{da}(4a\gamma_S - \frac{\pi a^2 \sigma^2}{E}) \leq 0 \tag{24}$$

D'où la contrainte critique minimale nécessaire représentant la condition énergétique de propagation de la fissure devient égale à :

$$\sigma \geq \sqrt{\frac{2E\gamma_S}{\pi a}} \tag{25}$$

Ainsi, pour tout matériau soumis à une contrainte, σ, la longueur critique, "lc", d'un défaut de longueur initiale "a" et conduisant à la rupture du matériau est égale à :

$$l_c = \frac{2E\gamma_S}{\pi\sigma^2} \tag{26}$$

Dans le cas d'un matériau ductile, Orowan a introduit un terme "γ_p" associé à l'énergie consommée lors de la déformation plastique accompagnant la rupture du

matériau. Ainsi, la nouvelle équation décrivant le critère énergétique porte le nom d'équation de Griffith-Orowan et s'écrit :

$$\sigma = \sqrt{\frac{2E(\gamma_s + \gamma_p)}{\pi a}} \qquad (27)$$

2.2.4 Modes de propagation d'une fissure dans un matériau

En science des matériaux, on admet que la propagation d'une fissure dans un matériau donné a lieu selon l'un des modes I, II ou III indiqués à la figure 2.15, ou selon leur combinaison. Le mode I correspond à l'ouverture d'une fissure par des sollicitations en tension. Il est le plus étudié et utilisé parce que les ruptures en service des matériaux surviennent en tension. Les modes II et III correspondent à la propagation d'une fissure suite à une cission agissant perpendiculairement et parallèlement au front de la fissure, respectivement.

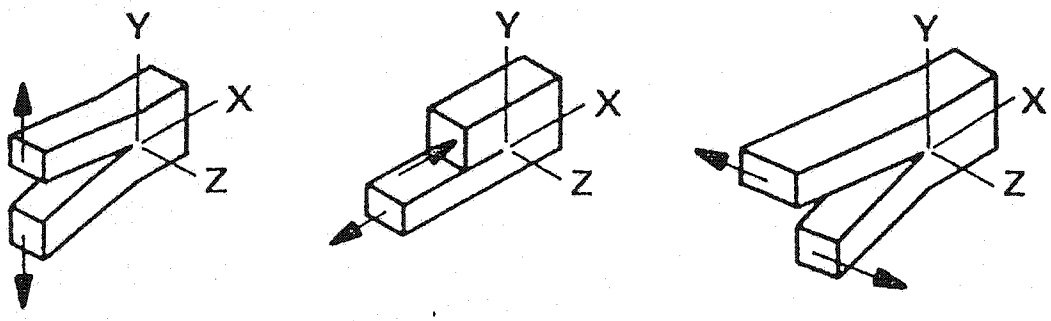
La rupture d'un matériau se manifeste lorsqu'on atteint sa ténacité ou facteur critique d'intensité de contrainte, "K_{IC}", qui est une propriété intrinsèque du matériau. Des essais standards permettent de déterminer cette propriété à partir d'éprouvettes entaillées. En mode I, le facteur critique d'intensités de contrainte, "K_{IC}", est relié à la contrainte à la rupture et à la taille du défaut produisant la rupture selon l'équation suivante :

$$K_{IC} = y\sigma\sqrt{\pi a} \qquad (28)$$

Ainsi, en combinant les équations (25) et (28), on peut écrire :

$$K_{IC} = y\sqrt{\frac{2E\gamma_S}{\pi a}}\sqrt{\pi a} = y\sqrt{2E\gamma_s} \qquad (29)$$

Où: y = facteur de forme



Mode I	Mode II	Mode III
K_I	K_{II}	K_{III}

Figure 2.15 : Les trois modes de rupture d'un matériau [19].

2.4 DÉGRADATION DES RÉFRACTAIRES PAR ABRASION

2.4.1 Considérations préliminaires

Avant de parler du cas spécifique des matériaux réfractaires, nous avons jugé opportun d'introduire d'abord la notion d'abrasion de façon générale mais en mettant un accent plus particulier sur les matériaux céramiques parce ce que proches des réfractaires.

Traditionnellement, l'abrasion est définie comme un phénomène d'usure mécanique conduisant à l'enlèvement de matière à la surface d'un corps solide par suite d'un frottement, d'un rayage ou d'un meulage, à l'aide d'un autre corps solide généralement plus dur et se trouvant en mouvement relatif par rapport au corps à user. L'usure par abrasion peut se réaliser en utilisant des particules abrasives ou des protubérances forcées contre la surface du matériau solide sur laquelle elles glissent. Contrairement aux matériaux métalliques où le phénomène d'abrasion est bien étudié, les recherches sur l'abrasion des céramiques sont plus récentes et peu nombreuses. Dans le cas des matériaux ductiles comme les métaux, la matière enlevée est généralement sous forme de copeaux allongés. Par contre, dans le cas des matériaux fragiles tels que les céramiques et les réfractaires, l'absence presque générale de déformation plastique fait qu'il y ait brisure du matériau dans la zone abrasée et parfois dans la région adjacente. La matière enlevée est, par conséquent, sous-forme de particules de tailles plus ou moins grande selon l'importance de l'effort appliqué.

Lorsqu'on se base sur le nombre de corps impliqués dans l'usure, on parle généralement de mécanisme d'abrasion à deux corps ou à trois corps. Le premier cas est le plus fréquent. Il peut être illustré par l'usure d'un corps solide causée par des particules abrasives fixées sur un papier abrasif comme des dents en ligne et qui attaquent la surface du matériau comme des outils de coupe [20]. On parle d'abrasion à trois corps lorsque les particules abrasives sont détachées et restent attrapées entre deux surfaces de deux corps solides qui se déplacent relativement l'un par rapport à l'autre [20]. Ce sont ces particules qu'on considère comme un troisième corps.

Dans le domaine des céramiques, selon que le quotient de la dureté du corps qui use (Ha = dureté des particules abrasives) par celle du corps qu'on use (Hm = dureté du matériau), est inférieur ou supérieur à 1,2 ($\frac{H_a}{H_m} < 1{,}2$ ou $> 1{,}2$) [20], on parle d'abrasion molle ou d'abrasion dure. En plus de la dureté des particules, il faut comprendre que leur forme est déterminante pour qu'il y ait arrachement significatif de matière. Dans le cas des céramiques, les résultats d'abrasion disponibles dans la littérature ont été obtenus le plus souvent sur des carbures cémentés et des cermets (carbures de tungstène et de titane), lesquels sont des matériaux utilisés dans le perçage des roches. La figure 2.16 illustre un exemple de montage d'essai d'abrasion conçu par Mikael Olsson et al. [21]. L'essai consiste à faire tourner trois échantillons céramiques (10×10×3mm) enrobés dans l'epoxy et suspendus sur un support, et à les abraser par frottement pendant 100 secondes à l'aide de particules abrasives (150-200 μm) distribuées uniformément sur un

disque en fonte tournant dans le même sens que les échantillons. Après le test, ceux-ci sont nettoyés avec de l'alcool, puis séchés et pesés. La résistance à l'abrasion (R_A) qu'on calcule par la suite à partir de l'équation (30) [22] est d'autant plus élevée que la valeur obtenue est faible.

$$R_A = \frac{P_i - P_a}{P_i} \times 100 \qquad (30)$$

Où: P_i = poids de l'échantillon avant abrasion,

P_a = poids de l'échantillon après abrasion.

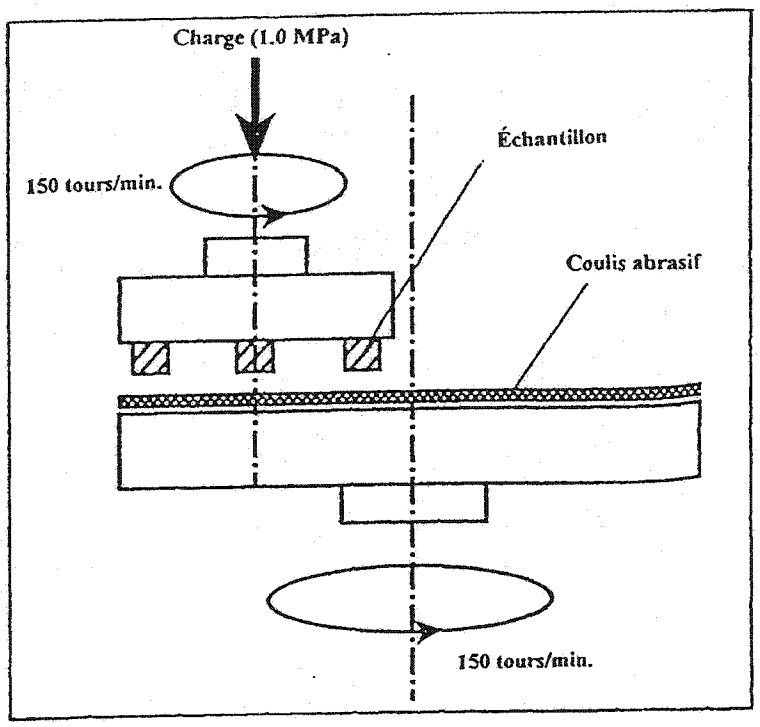
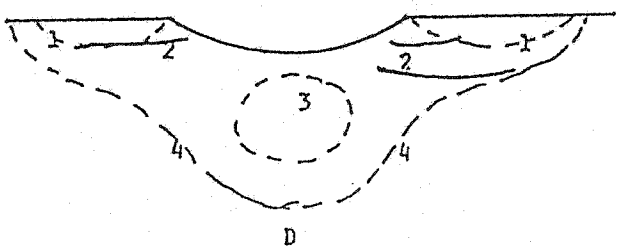


Figure 2.16 : Montage d'essai d'abrasion des céramiques développé par Olsson [21].

Les recherches entreprises pour étudier les mécanismes d'enlèvement de la matière par abrasion dans le cas des céramiques ont été basées sur des tests d'indentation et de rayage. C'est notamment le cas des travaux de Tokura et Toshikawa (1988) ainsi que ceux de Mukhodhyay et Mai (1993) rapportés par Dogan et al. [23]. La figure 2.17 [20] illustre le mécanisme de fissuration qui intervient lors de l'interaction entre la surface d'un matériau fragile et des particules abrasives assimilées à un

pénétrateur à la manière de l'essai de mesure de dureté. On remarque qu'il se développe des fissures radiales, latérales et médianes ainsi que des fissures frontales. On en conclut que l'enlèvement de la matière se fait par des mécanismes de fissuration des joints de grains. C'est donc la rupture fragile qui s'avère être le mécanisme prédominant qui conduit à la perte de matière par abrasion des céramiques.

Il existe dans la littérature quelques modèles théoriques de rapprochement entre l'usure par abrasion des céramiques et leurs propriétés mécaniques [24, 25]. D'après ces modèles, la dureté et la ténacité sont les propriétés mécaniques les plus considérées pour maximiser la résistance à l'abrasion des matériaux céramiques. Toutefois, même si les différents chercheurs reconnaissent le point bénéfique de ces deux propriétés, ils sont loin de déterminer l'effet exact de chacune d'elle, surtout celui de la ténacité; puisque les résultats expérimentaux ne correspondent pas avec les prédictions théoriques. Ceci montre l'importance de considérer l'influence des aspects microstructuraux qui ne sont évidemment pas faciles à modéliser.



(1) fissures radiales, (2) fissures latérales, (3) fissures médianes et (4) fissures frontales après déchargement.

Figure 2.17: Illustration de la fissuration suite à l'indentation d'un matériau fragile [20].

2.4.2 Abrasion proprement dite des matériaux réfractaires

Les recherches effectuées dans le cas des matériaux réfractaires sont peu nombreuses par rapport aux céramiques. Pourtant, plusieurs chercheurs dont Mackenzie [26], Reid et al. [27] et d'autres reconnaissent que l'abrasion se trouve très haut dans la liste des mécanismes responsables de la destruction des matériaux réfractaires. Ce manque d'informations est dû à la difficulté de réaliser un montage expérimental permettant de simuler, en laboratoire, les conditions d'abrasion en service de ces matériaux. Au cours des présents travaux, nous avons essayé de rassembler et synthétiser les quelques informations éparpillées à travers la littérature. Ainsi, nous présentons, dans les sections qui suivent, l'essentiel de ce qui a été fait jusque

maintenant dans le cadre de l'étude de la résistance à l'abrasion des matériaux réfractaires, en même temps que nous y apportons, quelques fois, notre interprétation pour rendre l'information plus claire. Il s'agit des types d'abrasion inventoriés, des montages d'essais utilisés et des méthodes d'évaluation de l'usure qui en résulte ainsi que des paramètres d'influence et des propriétés du matériau qui sont mises en corrélation avec la résistance à l'abrasion par différents chercheurs.

Il convient de mentionner que les travaux déjà réalisés se limitent à des cas particuliers et qu'il n'existe pas encore d'appareil standard pour tester la résistance à l'abrasion des matériaux réfractaires, ni de paramètres de performance puisqu'on recommande de faire des tests pour classifier les matériaux.

2.4.2.1 Types d'abrasion

Dans le cas des matériaux réfractaires, on distingue globalement deux types d'abrasion : l'abrasion par frottement et l'abrasion par impact. Mackenzie [26] spécifie qu'il est parfois difficile de savoir lequel des deux est en action. L'abrasion par impact est souvent subdivisée en deux catégories, à savoir l'abrasion par impact de petites particules "abrasion by impingement" et l'abrasion par impact de gros morceaux et que l'on appelle simplement "abrasion par impact". Il importe de souligner que la presque totalité des tests reportés dans la littérature ont été exécutés par impact à l'aide de petites particules abrasives. En service, la littérature admet que l'usure par abrasion des réfractaires est causée par un déplacement rapide de particules solides présentes dans

l'environnement [28]. Dans le cas précis du revêtement réfractaire des fours de maintien et de refonte de l'aluminium, elle se produit notamment au cours du chargement des lingots et pendant l'injection des poudres d'éléments d'alliage. Elle a lieu aussi lors du nettoyage à l'aide des grattoirs pour enlever la couche d'oxydes formée lors des réactions chimiques entre le revêtement et le bain métallique et entre celui-ci et l'atmosphère environnant.

2.4.2.2 Montages d'essais d'abrasion

Les premiers tests de mesure de la résistance à l'abrasion des réfractaires furent effectués par Bradshaw et Emery [29] en 1920. Ils ont été également entrepris par d'autres chercheurs tels que Baab et Kraner [30]. Les tests développés par Bradshaw et Emery, Baab et Kraner ainsi que par Milligan [31] et "British Standard Specification No.784 (1938)" sont semblables et consistent en un jet de sable sur le réfractaire. Comme dans le cas des expériences de Mackenzie [26] en 1950-51, les travaux de ces pionniers furent réalisés sur des briques. Le montage de Mackenzie est l'un des plus anciens. Il est complexe et robuste et ne présente pas d'intérêt pratique. Le test de Bauschinger rapporté par Hancok et al. [32] consistait à user un réfractaire à l'aide d'un disque abrasif.

Le schéma de l'appareil utilisé par Baab et Kraner [30] est donné à la figure 2.18. Le test consiste à l'injection du sable de silice d'une taille de 4-24 mesh à une vitesse de 9200 pieds/minute sous un angle de 45° sur une face d'une brique de 9 × 2,5

pouces se déplaçant lentement et verticalement sur une distance de 4,5 pouces. La cadence de tests est très faible car un seul échantillon est testé en 24 h.

Le test d'abrasion de Hancock et King [32] consistait à user le réfractaire par friction en utilisant des matériaux de même nature ou de natures différentes. Ceci leur permettait de comparer la résistance à l'abrasion de plusieurs matériaux. Ils ont observé que l'abrasion était plus élevée pendant la première heure d'essai. Hancock et King sont parmi les rares chercheurs qui se sont intéressés à l'effet de plus d'un paramètre sur la résistance à l'abrasion. En effet, ils ont fait quelques analyses pour étudier l'influence de trois paramètres: la température d'essai, la texture de la surface du matériau ainsi que la charge. Les conclusions sont présentées dans les sections ultérieures.

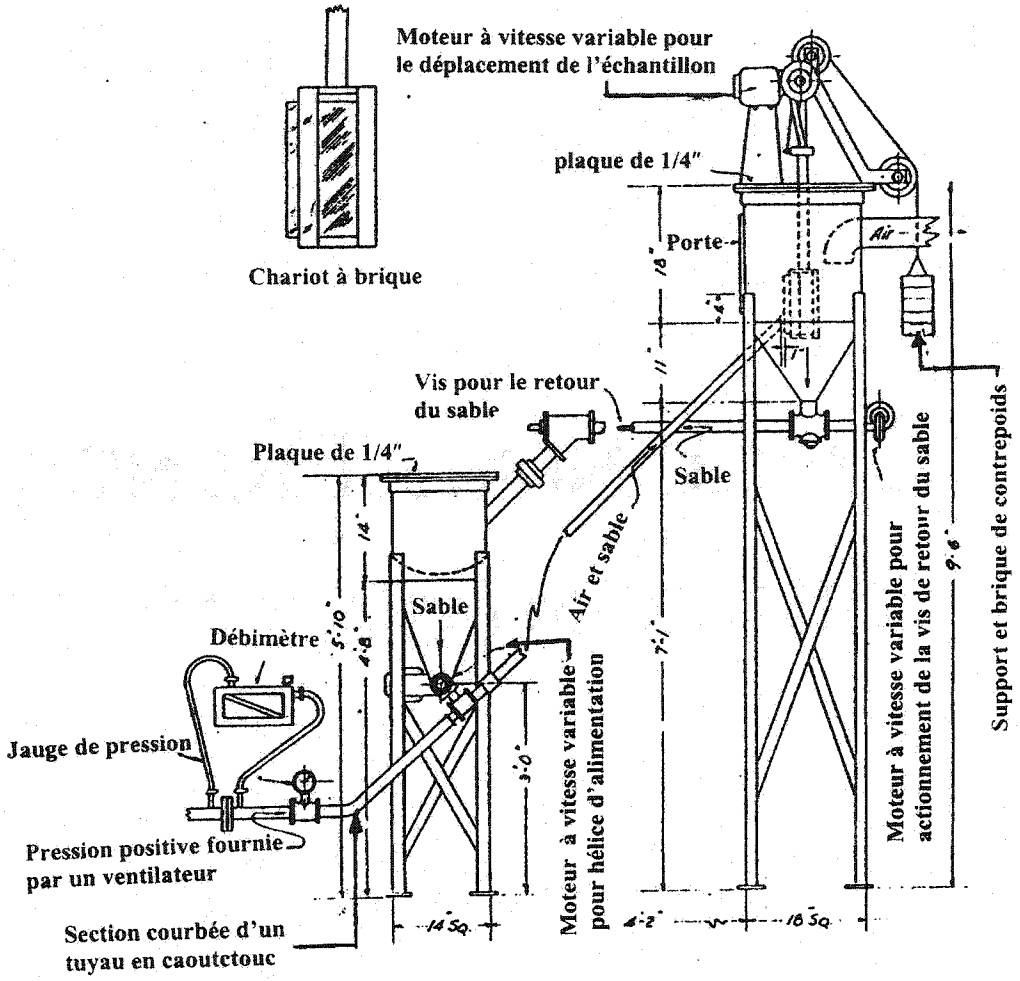


Figure 2.18: Diagramme schématique du montage d'abrasion réalisé par Baab et Kraner [30].

D'autres chercheurs se sont intéressés à l'abrasion des réfractaires. C'est notamment le cas de F.H Aldred et al. [33], American Ceramic Society for Testing and Materials " ASTM C - 704" [34], Mirtchi [35], H.A. Oye [36], Carniglia et Barna [12, pages 266-268], Barna et Riley [37], Wygant et Bulkey [38], Lesar et Mcgee [39], X. LIAO and H.A. OYE [40], J.T. Shapland [41], Norton [42] ainsi que Storey et Mackenzie [43].

Le montage expérimental utilisé par Aldred et al. [33] fonctionne selon le même principe que ceux de Bradshaw et Emery, Baab et Kraner, Milligan et British Standard Specification No 784 (1938) décrits précédemment. Il s'agit d'un montage (Figure 2.19) intéressant puisqu'il est relativement petit, peu coûteux et facile à manipuler. Les particules abrasives chargées par le haut sont ensuite entraînées vers la chambre d'expansion à l'aide de l'air produit par un souffleur électrique, puis sont projetées à une vitesse donnée sur une brique (3 × 2 × 1 pouce) suspendue à 45 degrés. La matière enlevée est rejetée vers l'extérieur par le bas tel qu'indiqué sur le schéma. Les montages d'abrasion développés par Reid et Ruh, BS "British Standard" (BS method for Morgan-Marshall abradability index) sont identiques à celui de Aldred et al. [33].

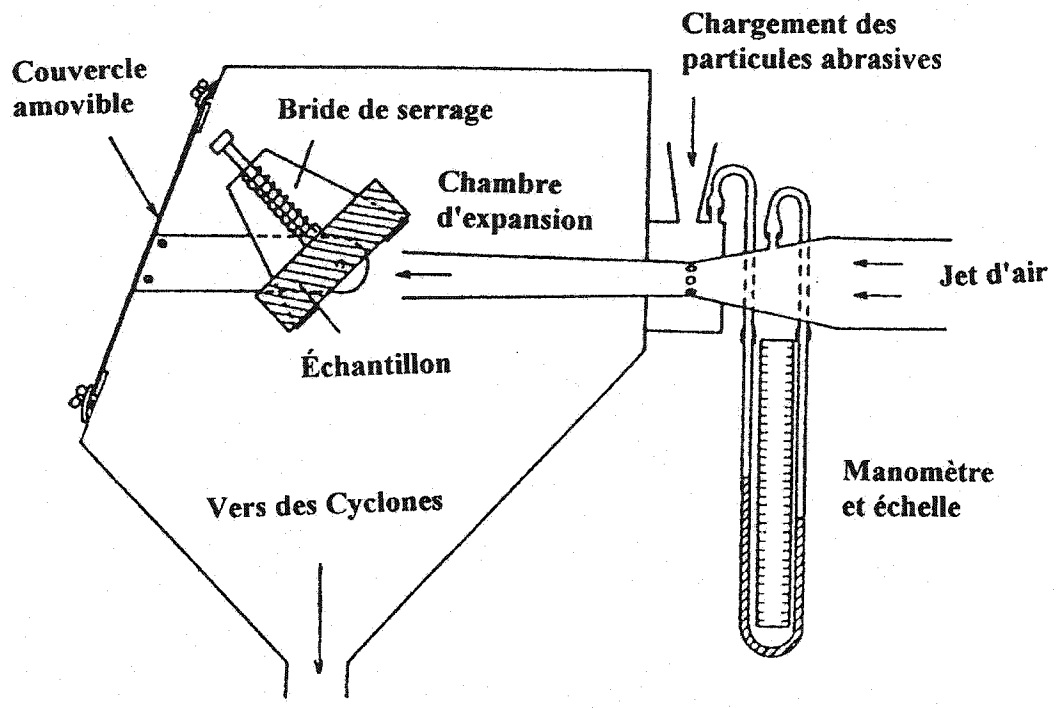
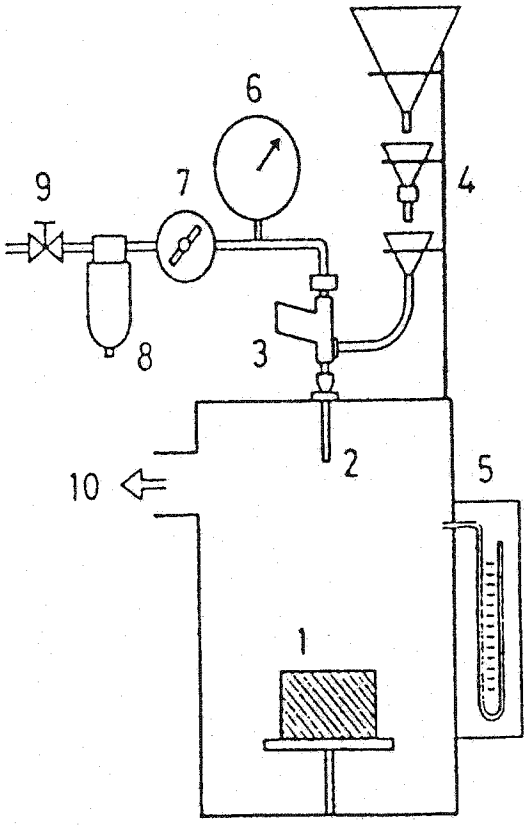


Figure 2.19: Montage d'abrasion développé par Aldred, Elliott et Cowling [33].

Le montage d'essai d'abrasion développé par la société "American Society for Testing Materials" (ASTM, norme C-704) [34] est donné à la figure 2.20. Il fonctionne selon le même principe que celui de Aldred et al.[33] mais, pour le cas présent, l'échantillon (100×100×25 mm à 114×114×65 mm) est disposé perpendiculairement à la lance de verre, laquelle lui projette des particules abrasives de SiC, sous une pression de 448 KPa. La quantité de particules chargée est de 1000 ± 5 gr et elle ne peut être utilisée plus de 5 fois. Les échantillons sont ensuite séchés à 110°C avant d'être pesés et testés.

Après chaque test, les particules sont tamisées et celles dont la taille est supérieure à 850 μm (taille des particules abrasives les plus grosses) sont éliminées.



LÉGENDE

1. Échantillon
2. Buse en verre de silex
3. Pistolet à sable
4. Système de contrôle d'alimentation
5. Manomètre à eau
6. Jauge de pression à air
7. Régulateur de pression à air
8. Séparateur à brume (mist separator)
9. Valve ON/OFF
10. Collecteur de poussière

Figure 2.20 : Montage d'abrasion développé par ASTM [34].

L'essai développé par Mirtchi [35] consiste à faire tourner (200 tours/minute) un échantillon cylindrique de bloc cathodique dans un mélange de grains d'alumine tabulaire (-24 + 28 mesh) placés dans un contenant en acier inoxydable (Figure 2.21). De l'air est injecté de façon intermittente du haut du montage vers le voisinage de l'échantillon pour éviter que des poussières de carbone se déposent sur sa surface. La résistance à l'abrasion est évaluée en terme de poids de matière perdue par unité de surface.

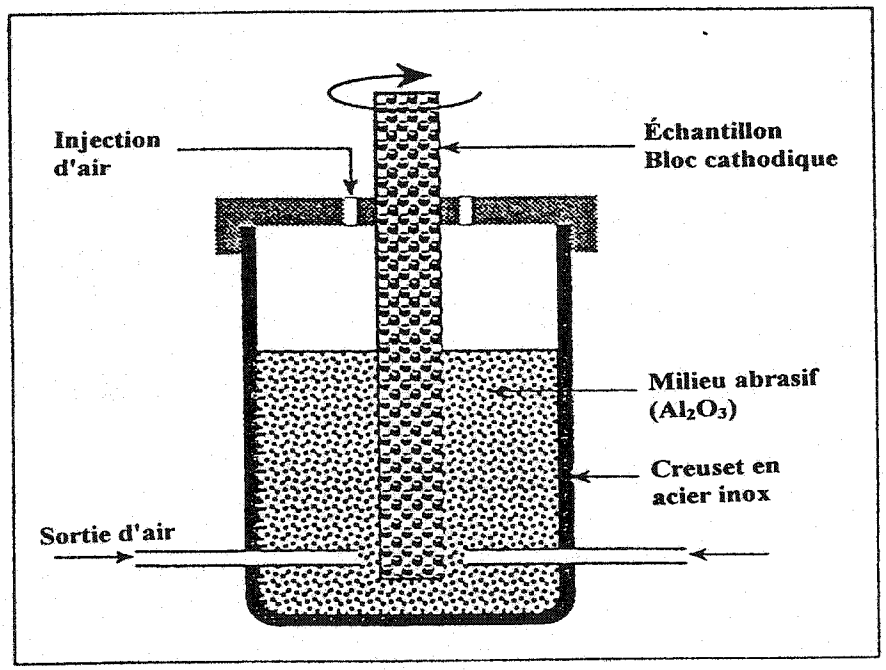


Figure 2.21: Montage d'essai d'abrasion développé par Mirtchi [35].

Le montage réalisé par OYE [36] est montré à la figure 2.22. L'essai consiste à abraser les échantillons de réfractaires en mouvement rotatif à l'aide d'un coulis constitué de particules d'alumine suspendues dans une solution aqueuse de "polytungstate" de sodium.

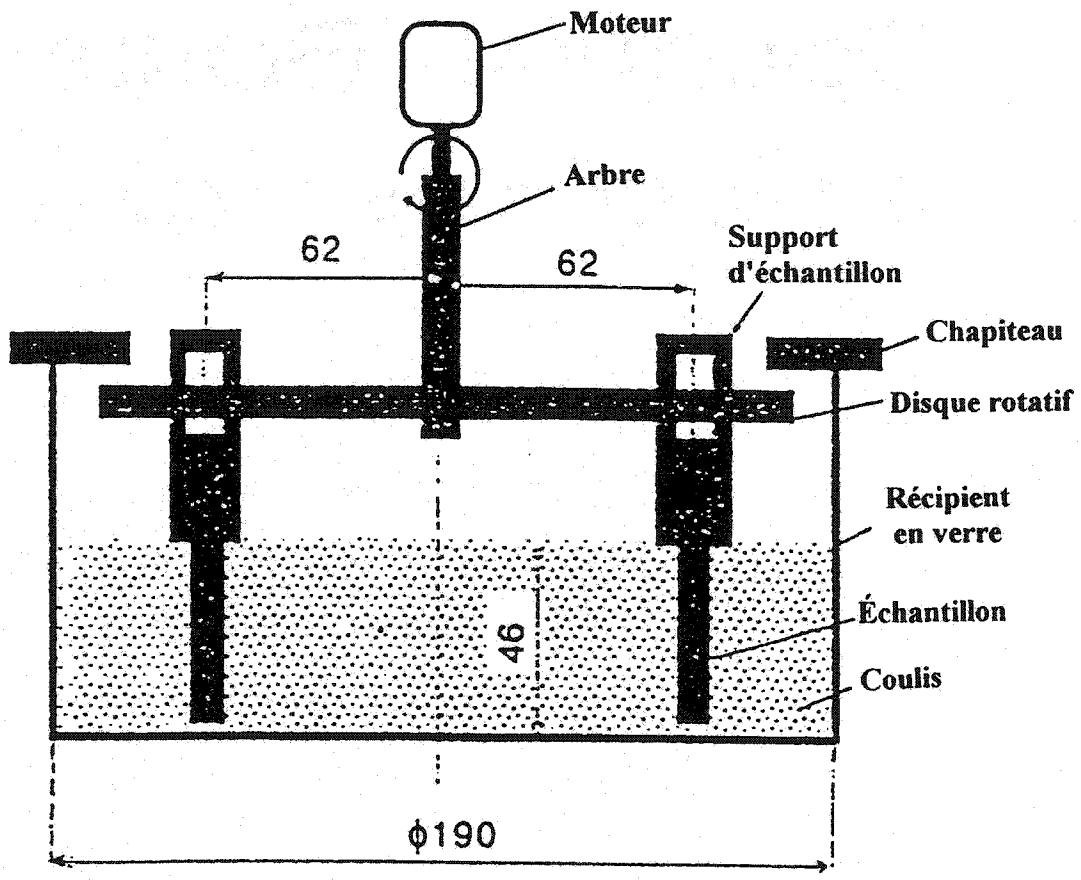


Figure 2.22: Schéma du montage d'abrasion développé par Oye [36].

Le schéma du montage utilisé par Shapland [41] est donné à la figure 2.23. Dans ce montage, les particules abrasives chargées du haut sont entraînées par l'air puis sont conduites dans une lance située à 2,5 pouces de l'échantillon et inclinée de 70° par rapport au plancher, puis elles sont projetées sur l'échantillon sous un angle de 25°. Les abrasifs utilisés étaient des particules dures de fer de – 50 mesh. Les tests ont été effectués sur des bétons utilisés dans les aciéries. Shapland souligne que l'utilisation croissante des bétons réfractaires dans les endroits susceptibles à l'érosion par des gaz transportant des particules se déplaçant à grande vitesse et/ou en écoulement turbulent, fait que la résistance à l'abrasion devient une propriété importante à tester à côté de la réfractarité et la résistance mécanique. Les auxiliaires de haut fourneau ainsi que les collecteurs de poussière et les machines d'agglomération et bouletage (sinter - machine) sont autant d'autres applications qui nécessitent une bonne résistance à l'abrasion.

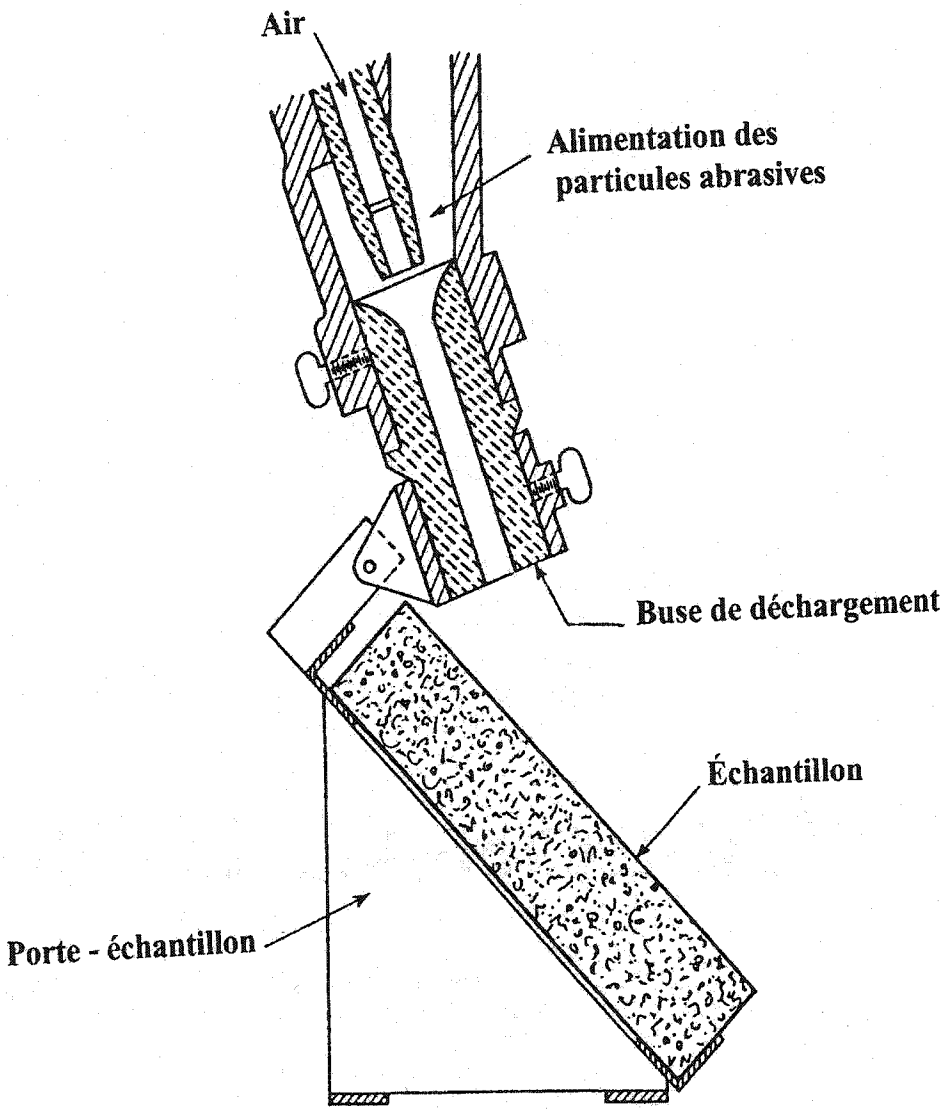


Figure 2.23 : Schéma du montage d'essai d'abrasion développé par Shapland [41].

Comme on le verra dans les sections suivantes, Shapland s'est intéressé à l'étude de l'effet de plusieurs paramètres sur la résistance à l'abrasion, d'une part, et aux propriétés à considérer pour des applications requérant une bonne résistance à l'abrasion, d'autre part. Les bétons étudiés étaient du type de ceux préparés par mixage du ciment et des agrégats ("grogs", "expanded shale" et "traprock") sur le site d'installation. La taille des échantillons testés était de 2×3×9 pouces. La critique que nous portons sur la procédure d'essai de Shapland est qu'il n'a pas uniformisé la durée du test pour tous les matériaux. En effet, celle-ci variait de 30 secondes à 3 minutes selon la résistance à l'abrasion du matériau.

G.N. Zirczy [28] a exécuté des tests d'abrasion sur des échantillons de bétons réfractaires de 10 cm × 10 cm à l'aide d'un montage identique à celui de l'ASTM C-704 et des particules de SiC d'une taille de 36 grit. Les bétons réfractaires testés sont utilisés dans les cyclones. Dans ces installations, les réfractaires y sont usés par érosion et par abrasion par des particules circulant à grandes vitesses mais, l'auteur pense que l'usure par abrasion est prédominante parce que les particules circulant dans ce milieu sont relativement de grande taille. L'auteur voulait étudier l'effet du type de liant sur la résistance à l'abrasion. Divers liants ont été utilisés et les conclusions relatives à l'étude sont présentées dans la section 2.4.2.4.

Tout comme la presque totalité des tests d'abrasion des réfractaires, le test développé par G.L. BARNA et R.R. RILEY [37] consiste au bombardement de l'échantillon par de fines particules à l'aide de l'air comprimé. Il est semblable à celui

de Baab et Kraner [30]. Ces auteurs pensent que la dégradation par abrasion serait le résultat d'un frottement, d'un impact ou d'un "impingement" (bombardement par de petites particules) ou encore d'une combinaison de ces trois mécanismes. Les échantillons analysés étaient prélevés dans des briques réfractaires pressées à sec (mêmes briques en vue d'éviter des erreurs provenant de l'échantillon).

2.4.2.3 Méthodes d'évaluation de l'usure

De la même manière que pour les céramiques, l'abrasion est généralement exprimée en terme de pourcentage de perte de poids par unité de temps (grammes/heure) selon l'équation (30). Elle peut être également exprimée en terme de perte volumique [34,38] selon l'équation (31). Les mécanismes de déformation et d'enlèvement de la matière sur la surface usée peuvent être observés au microscope.

$$A = [(M_1-M_2)/B] = M/B \qquad (cm^3) \qquad (31)$$

Où: M_1 = masse de l'échantillon avant l'essai (gr)

M_2 = masse de l'échantillon après le test (gr)

M = perte de masse (gr)

B = densité "bulk" ou densité en vrac (gr/cm^3)

2.4.2.4 Influence de différents paramètres sur la résistance à l'abrasion

a) Effet de la texture du matériau

Il n'y a pas encore eu assez de travaux montrant l'effet de ce paramètre. Néanmoins, les travaux de Hancock et King [32] ont montré que l'abrasion augmente en général lorsqu'on a une texture grossière. Une microstructure fine est donc souhaitée pour mieux faire face à ce type d'usure [32, 41].

b) Effet de la charge

Les données recueillies de la littérature montrent que l'usure par abrasion est généralement d'autant plus considérable que la charge est importante. Ceci peut être visualisé sur les figures 2.24 et 2.25 qui illustrent les résultats des travaux de Hancock et King [32], et surtout dans les figures 2.26a et 2.26b illustrant des tests effectués par Barna et Riley sur des échantillons de kaolin calciné et une variété de briques réfractaires et qui montrent que la perte volumique croît linéairement avec la quantité des particules abrasives.

Cependant, les travaux effectués par Aldred et al. [33], et dont les résultats sont donnés au tableau 2.1, semblent montrer qu'il y a une limite jusqu'à laquelle l'abrasion croît avec l'augmentation de la quantité de particules abrasives, mais qu'au-delà, l'usure devient relativement plus faible même si la charge continue à augmenter. Par contre, nous remarquons que l'usure des particules abrasives tend à diminuer lorsqu'on

augmente leur débit. Même si l'intervalle d'erreur n'a pas été fourni pour ces différents résultats, notre interprétation est que cela soit probablement dû à l'interférence des particules. En effet, il y a lieu de supposer qu'elles se heurtent les unes aux autres plus considérablement jusqu'à une certaine quantité tout en usant très significativement l'échantillon mais qu'elles se gênent davantage par la suite, plutôt que de s'user entre elles ou d'user davantage l'échantillon.

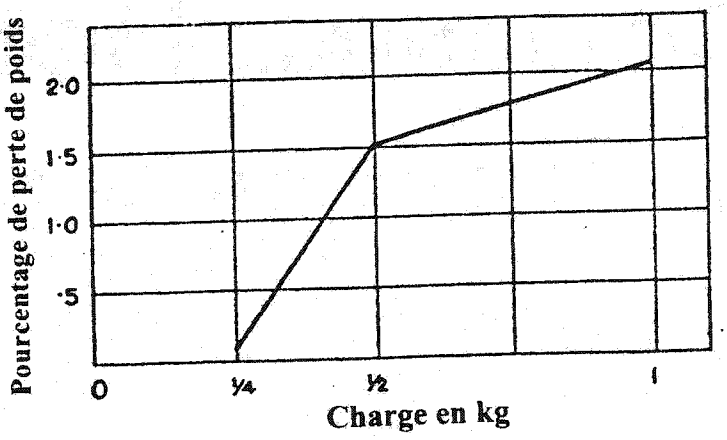


Figure 2.24 : Pourcentage de perte de masse par abrasion en fonction de la quantité de particules abrasives chargées [32].

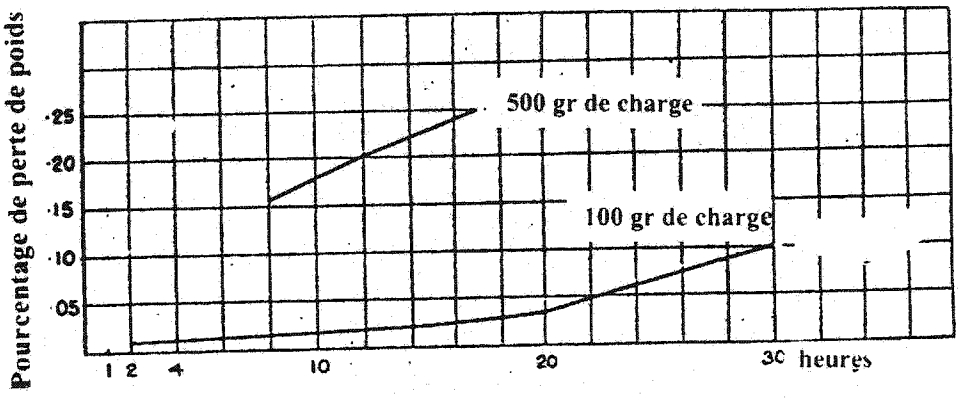


Figure 2.25 : Pourcentage de perte de masse par abrasion pour deux quantités différentes de particules abrasives et différents temps d'essai [32].

Tableau 2.1: Variation de la perte de poids en fonction de quantité de particules abrasives chargées [33].

Taux d'alimentation des abrasifs (g/sec)	**Perte de poids des particules abrasives (mg/g)**	**Abrasion (mg/sec.)**
5,5	1,48	8,2
16,4	1,36	22,3
23,8	0,83	19,8

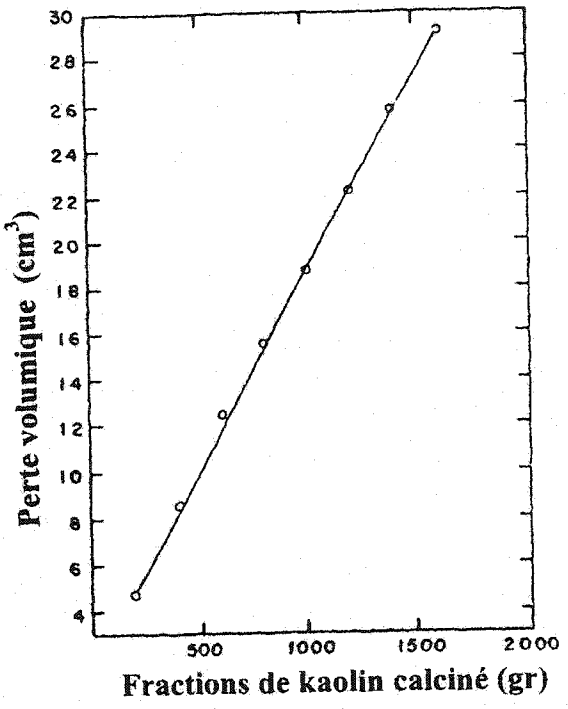


Figure 2.26a: Perte volumique par abrasion en fonction de la quantité de particules abrasives dans le cas de tests effectués par Barna et Riley [37] sur du kaolin calciné.

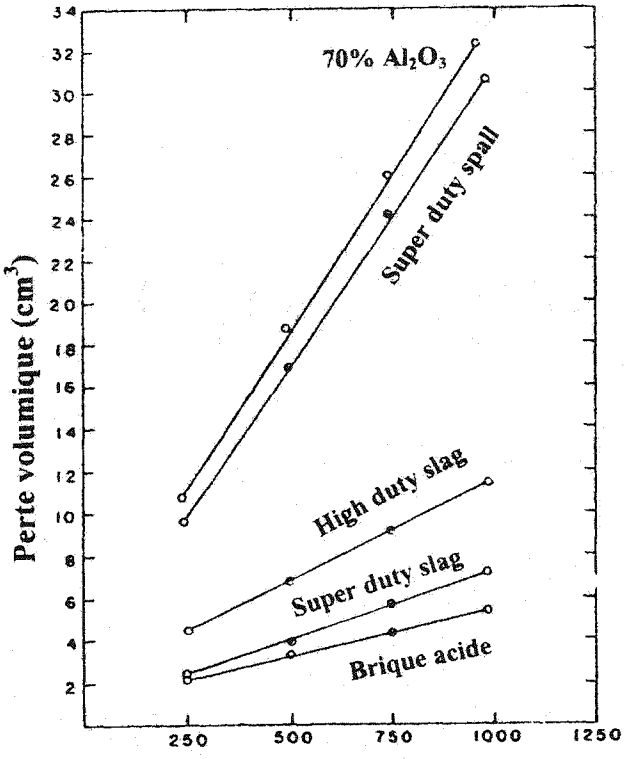


Figure 2.26b: Perte volumique par abrasion en fonction de la quantité de particules abrasives (kaolin calciné) dans le cas de tests effectués par Barna et Riley [37] pour différentes briques réfractaires.

c) Effet de la nature des particules abrasives

Différents types de particules ont été utilisés par Barna et Riley [37]: du sable de silice, de l'alumine tabulaire, du quartzite, du kaolin calciné ainsi que des particules du SiC. À conditions expérimentales égales, les particules de SiC sont les plus efficaces (Figure 2.27). Nous attribuons cela au fait qu'elles sont généralement plus dures.

Cependant, si on regarde le rapport efficacité/prix, le particles abrasives du quartzite et du kaolin calciné sont les plus indiquées.

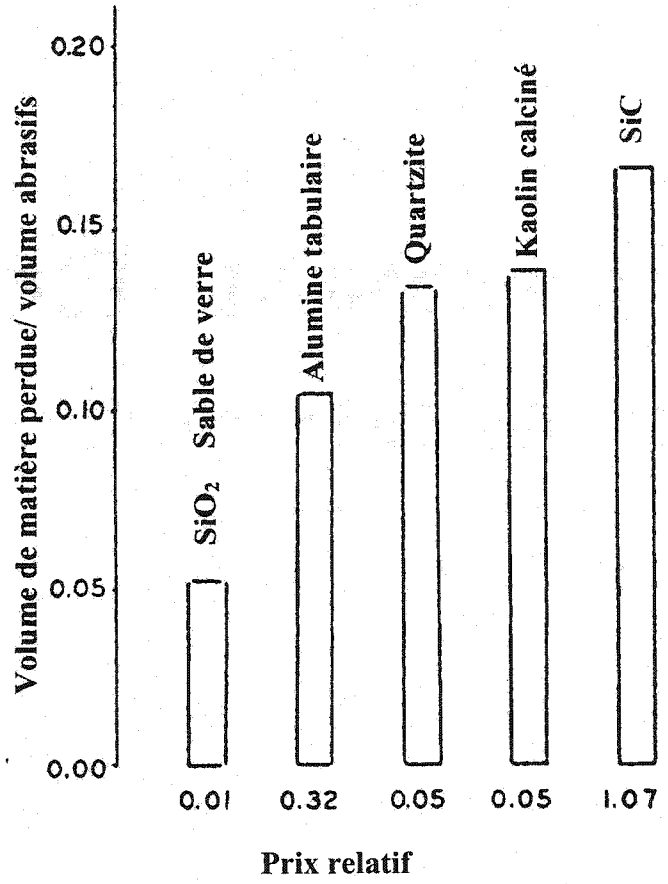


Figure 2.27: Comparaison de l'efficacité relative de différentes particules abrasives en fonction du prix relatif [37].

d) Effet de la taille des particules

Pour une même quantité de particules abrasives et des conditions d'opération identiques, les tests d'abrasion effectués par Aldred et al. [33] à l'aide des grains d'alumine blanche électrofondue d'une taille de - 100 + 180 mesh et des grains d'alumine brune électrofondue -20 + 30 mesh ont révélé que la perte par abrasion s'avère plus importante lorsqu'on utilise des grains plus gros. En effet, les tests qu'ils ont effectués sur des blocs de carbone à l'aide de ces deux tailles des grains ont conduit à une perte de poids de 5,7 grammes dans le premier cas, contre 9,4 grammes dans le second. Il importe de souligner que l'idéal aurait été d'utiliser des particules de même nature pour bien cerner l'effet de ce paramètre.

e) Effet de la vitesse de projection des particules

Carniglia et Barna [12] admettent que l'usure par abrasion est toujours rencontrée dans toutes les régions des matériaux où des particules solides sont entraînées par un fluide circulant à grande vitesse ou en turbulence. C'est le cas par exemple des surfaces rugueuses, dans des coudes d'étranglement ou réductions de section.

Les essais effectués par Aldred et al. [33] sur des échantillons (3×2×1 pouces) de blocs de carbone à l'aide de 6,4 kg de particules d'alumine électrofondue (-20 + 30 mesh) montrent (Tableau 2.2) l'influence des conditions expérimentales dont le voltage

appliqué, la vitesse de rotation du moteur et celle d'entraînement des particules abrasives sur l'abrasion. Comme on peut le remarquer dans ce tableau, la quantité de matière enlevée augmente avec l'augmentation de la vitesse de projection des particules jusqu'à un seuil maximal.

Tableau 2.2: Perte de masse par abrasion dans le cas de blocs de carbone pour diverses conditions expérimentales utilisant des particules d'alumine électrofondue (-20+30 mesh) [33].

Voltage appliqué	Vitesse de rotation (tr/min)	Vitesse de projection (cm/sec.)	Lecture sur le manomètre (cm)	Débit d'abrasifs (gr/sec.)	Perte de masse (gr.)
50	2460	2000	0,25	16,4	0,01
70	4850	3000	0,75	18,2	0,16
90	6120	3600	1,5	20,0	0,30
110	7240	4150	2,3	21,3	0,57
130	8140	4950	3,3	22,7	0,89
150	9000	5350	4,3	22,7	1,19
170	9850	5850	5,1	22,7	1,22
190	10800	6350	6,1	22,7	1,47
210	11570	6850	7,4	22,7	1,69
230	12270	7350	8,4	22,7	1,69

f) Effet de l'angle d'impact

L'influence de ce paramètre n'a pas été suffisamment étudiée. Barna et Riley [37] qui s'y sont un peu intéressés ne l'ont évaluée que pour des angles 35° et 90° seulement. Les résultats ne sont pas très différents puisque la perte volumique enregistrée est de 15,7 cm^3 et 16,5 cm^3, respectivement.

g) Effet de la porosité et de la distance séparant l'échantillon et la lance projetant les particules

Les résultats des travaux exécutés par Barna et Riley [37] sur des briques de porosités différentes (14% et 22%) montrent (Figure 2.28) que l'usure par l'abrasion croît, jusqu'à un maximum, avec la distance séparant l'échantillon à tester et la lance qui projette les particules abrasives puis diminue par la suite. En effet, on peut comprendre que l'augmentation de la distance d'impact conduit à une augmentation de la surface abrasée et probablement à une diminution de l'interférence des particules lors de l'impact, ce qui maintient leur efficacité. Ces résultats montrent combien la porosité nuit à la résistance à l'abrasion, surtout à plus grande distance d'impact.

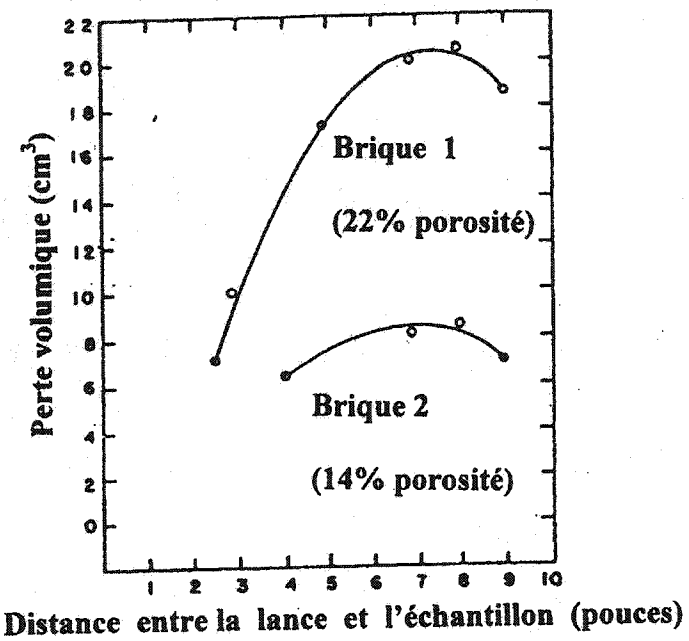


Figure 2.28: Abrasion par impact en fonction de la distance séparant l'échantillon et la lance projetant les particules [37].

h) Influence des paramètres d'élaboration des bétons sur l'abrasion

Shapland [41] est le seul chercheur à s'être intéressé aux effets des différents paramètres d'élaboration de bétons. Il s'agit de l'influence du pourcentage d'eau de gâchage, des conditions de séchage dans le moule ainsi que celle de la température de cuisson.

- Effet de la quantité d'eau de gâchage

De manière générale, on sait que la porosité nuit aux propriétés mécaniques d'un réfractaire. Dans le cas des bétons, la porosité est généralement plus importante et inévitable puisqu'elle est due, en majeure partie, à l'évaporation de l'eau de gâchage lors du séchage et surtout pendant la cuisson. Le tableau 2.3 contient des résultats expérimentaux obtenus par Shapland [41] et montrant l'effet du pourcentage de l'eau de gâchage sur la porosité et la résistance à l'abrasion, dans le cas de bétons contenant 25% de ciment (alumineux et Portland) et une variété d'agrégats, et précuits à 1000°F (540°C) et 1750°F (954°C). Ces résultats ont été obtenus lors des tests sur la face du fond (face contre le moule) des échantillons. On remarque qu'une variation de plus ou moins 1% d'eau de gâchage peut affecter considérablement la résistance à l'abrasion du béton. Dans l'ensemble, les résultats contenus dans le tableau 2.3 montrent que le rôle négatif joué par la porosité sur la résistance à l'abrasion est d'autant plus important que la température de cuisson est élevée. Nous pensons que le seul cas où cette affirmation n'est pas valide (23,5% eau) est dû probablement au fait que la taille des pores est plus déterminante que leur volume.

Tableau 2.3: Effet du pourcentage d'eau de gâchage et de la température de cuisson sur la résistance à l'abrasion dans le cas de bétons contenant 25% de ciment (alumineux et Portland) et différents types d'agrégats (grog, traprock et expanded shale) [41].

Quantité d'eau [%]	**Porosité apparente (%)**		**Perte par abrasion (cm^3/min)**	
	Température de cuisson (°C)		**Température de cuisson (°C)**	
	540	**954**	**540**	**954**
	Mélange de ciment d'aluminate de Ca et des "grogs"(briques précuites et broyées ou argile calcinée)			
12,0	28,0	28,4	35	38
14,5	29,7	30,5	52	68
17,0	32,9	33,9	92	100
	Mélange de ciment d'aluminate de Ca et des "traprock" (grains fins broyés et provenant des roches)			
8,0	25,0	27,7	14	74
10,5	25,5	28,8	22	72
13,0	28,0	31,1	41	140
	Mélange de ciment d'aluminate de Ca et des"expanded shale" (schiste ou matériau argileux)			
18,5	33,8	36,3	36	48
21,0	34,0	37,1	53	60
23,5	38,6	31,2	67	82
	Mélange de ciment portland et des "expanded shale"			
22,5	32,6	39,6	26	100
25,0	36,1	40,2	43	220
27,5	37,9	41,6	78	190

- Effet des conditions de séchage dans le moule

Shapland [41] a testé la résistance à l'abrasion des échantillons de bétons durcis dans des conditions différentes et préalablement cuits à 540°C et 954°C. Le but recherché était de comparer la résistance à l'abrasion du béton sur sa face du haut avec celle de la face du bas en contact avec le moule (métallique) pour les trois conditions de durcissement suivantes : couvert par du papier ciré, non couvert et humide (couvert avec un chiffon humide). La durée du séchage dans le moule a été de 20 heures pour la presque totalité des cas. Les résultats obtenus sont présentés dans le tableau 2.4. À l'exception du béton portland, ces résultats montrent peu de différence d'usure dans le cas des surfaces couvertes par un papier ciré et par un chiffon humide. Cependant, dans le cas non couvert, on peut noter que la surface du haut du moule a une résistance à l'abrasion beaucoup plus faible que celle du fond. On conclut qu'une mauvaise protection ou un séchage inadéquat après coulage affecte négativement la résistance à l'abrasion d'un béton. Shapland a bien montré que de telles conditions affectent plus particulièrement les propriétés à vert, en l'occurrence la résistance mécanique. L'effet de la variation de ces conditions est beaucoup plus ressenti dans le cas des bétons à haute teneur en ciment.

Il s'est avéré que l'augmentation du temps de séchage dans le moule (20 à 68 heures pour le cas présent) améliore considérablement le module de rupture et la résistance à l'abrasion après séchage dans l'étuve et après cuisson dans le cas des bétons à forte teneur en ciment. Dans le cas des bétons alumineux, les résultats

obtenus par Shapland montrent que ces propriétés sont peu affectées. Un béton alumineux peut être mis en service 24 heures après son coulage mais, il est conseillé de le garder encore humide pendant 18 à 24 heures suivant son durcissement qui dure 4 à 8 heures. Shapland précise que le temps de durcissement varie selon la température ambiante, la pureté du ciment, la quantité d'agents plastifiants additionnés (l'argile par exemple). La quantité d'eau restante après durcissement (séchage dans le moule) est évaporée lors de la mise en service du béton. Cependant, si le revêtement installé par coulage est assez épais ou si on prévoit qu'il sera en contact avec du bain métallique liquide, il est conseillé de le sécher préalablement.

Tableau 2.4: Effet des conditions de durcissement et de la température de cuisson sur la résistance à l'abrasion - cas d'échantillons de bétons contenant 25% de ciment et 3 types d'agrégats [41].

Conditions de durcissement : (20 h dans le moule)	**Perte par abrasion (cm^3/min)**			
	Surface du haut		**Surface du fond du moule**	
	Température de cuisson (°C)		**Température de cuisson (°C)**	
	540	954	540	954
	Mélange de ciment d'aluminate de Ca et des "grogs			
Couvert	70	81	52	68
Non couvert	97	102	58	70
Humide (*)	68	78	54	70
	Mélange de ciment d'aluminate de Ca et des "traprock"			
Couvert	29	86	22	72
Non couvert	35	137	22	81
Humide (*)	25	94	17	75
	Mélange de ciment d'aluminate de Ca et des "expanded shale"			
Couvert	58	65	53	60
Non couvert	80	104	55	63
Humide (*)	61	68	55	59
	Mélange de ciment portland et des "expanded shale"			
Couvert	60	270	43	220
Couvert (44h)	31	140	23	100
Non couvert	50	180	38	152
Humide (*)	51	130	42	120

Humide (*) = couvert avec un chiffon humide.

i) Effet du type de liants

Les bétons conventionnels qui sont des matériaux caractérisés par une teneur en ciment relativement élevée (> 2,5% CaO) nécessitent beaucoup d'eau pour une bonne coulabilité lors de leur installation mais aussi pour réagir avec ce ciment en vue d'un développement complet de phases hydratables [37]. Toutefois, cette grande quantité d'eau fait augmenter la porosité après cuisson, ce qui réduit généralement la résistance mécanique et celle à l'abrasion. L'utilisation des liants (additifs de nature organique ou inorganique) contenant peu ou presque pas de ciment, tels que les liants de type hydraulique (exemple: le ciment alumineux) ou chimique (ex : silicate de sodium = $Na_2O.3SiO_2.nH_2O$) ou thermochimique (ex : aluminophosphate = $Al_2O_3+6H_3PO_4$), permet de diminuer considérablement la quantité d'eau de gâchage et d'améliorer ainsi les propriétés du béton.

Zirczy [28] qui a étudié l'influence de trois liants, à savoir : le ciment alumineux et les phosphates ainsi que le silicate de sodium, montre que les bétons à haute teneur en alumine à liaison phosphate offrent une meilleure résistance à l'abrasion (Tableau 2.5). Il est à noter que l'usure par abrasion d'un réfractaire s'amorce principalement dans le liant. Cependant, Shapland [41] qui a testé aussi des bétons contenant ces trois types de liants en est arrivé à la conclusion que les bétons à liaisons silicates manifestent une résistance à l'abrasion par impact plus élevée que celle des bétons à ciment hydraulique. Toutefois, étant donné que ce liant de silicate de sodium est assez collant, il ne présente pas d'intérêt pratique puisque le béton ne peut pas être injecté par pistolet. On ne peut

que le damer, le lisser avec une truelle ou le couler. Comme Zirczy, Shapland admet que la plupart de bétons à liaison phosphate ont une bonne résistance à l'abrasion, même si leur résistance mécanique n'est pas plus élevée que celle des meilleurs bétons à liaison hydraulique.

Tableau 2.5 : Effet de la nature du liant sur la résistance à l'abrasion des bétons [28].

Type	ρ_{bulk} (gr/cm3)	Composition chimique		$\sigma_{compression}$ (800°C) (kgf/cm^2)	$\sigma_{flexion}$ (800°C) (kgf/cm^2)	Perte par abrasion (cm^3)
		Al_2O_3	CaO			
Ciment alumineux + alumine tabulaire	2,65	93	6,0	330	60	10,0
Béton d'alumine à forte liaison phosphate	2,65	94	4,5	430	100	1,6
50% béton d'alumine à liaison de silicate de Na	2,15	50	7,0	230	40	8,8
Plastique d'alumine à haute liaison phosphate	2,75	92	-	570	230	1,2
Ciment alumineux + agrégats électrofondus de A-Z-S*	2,65	62	6,0	635	180	5,6

* A =Al_2O_3, Z = ZrO_2, S = SiO_2.

j) Effet de la température de cuisson

Comme pour les propriétés mécaniques et physiques, la température de cuisson est un paramètre important à considérer pour maximiser la résistance à l'abrasion. En général, une température de frittage élevée augmente la résistance à l'abrasion du réfractaire. Cependant, les résultats des tests effectués par Shapland [41] sur des bétons précuits à 540 °C et 954 °C montrent plutôt que l'usure par abrasion est plus importante dans le cas des échantillons précuits à 954 °C (Tableau 2.4). La résistance mécanique correspondante est également plus basse qu'après cuisson à 540°C. Ceci est surprenant car une haute température de cuisson conduit à un frittage plus avancé et par conséquent à l'amélioration des propriétés mécaniques dont la résistance à l'abrasion. Selon nous, l'exception à la règle des résultats issus des travaux de Shapland vient du fait qu'il n'y a pas encore eu formation de liens céramiques à 540 °C et que ce sont des liens intermédiaires qui régissent les propriétés du béton.

k) Influence de la température d'essai

Les tests rapportés dans la littérature ont été effectués essentiellement à température ambiante. Baab et Kraner [30] soutiennent que les matériaux réfractaires ayant une très bonne résistance à l'abrasion à température ambiante la maintiennent élevée même à haute température. Or, il est très probable que les propriétés qu'ont ces matériaux à température ambiante ne sont pas toujours maintenues lors de leur

utilisation à haute température. Il ne nous semble donc pas suffisant de se fier aux résultats obtenus à température ambiante pour prédire le comportement à l'usure par abrasion d'un réfractaire pendant son utilisation à haute température. Sur ce, les résultats des travaux de Hancock et King [32] contenus dans les tableaux 2.6 et 2.7 montrent que l'abrasion est plus considérable à haute température d'essai. Ces résultats ont été enregistrés après un test d'abrasion sur des échantillons d'argile de même composition chimique (Tableau 2.6) et d'une pièce composée de 60% argile et 40% de chamotte "grog" (Tableau 2.7). À notre avis, le fait que l'abrasion soit plus faible à 1050°C qu'à 950°C (Tableau 2.6) est probablement lié à un début de transformation de phases.

Tableau 2.6 : Effet de la température d'essai sur l'abrasion - échantillons d'argile de même composition chimique [32].

Numéro	**Température d'essai (° C)**	**Masse de matière perdue (%)**
1	20	0,13
2	950	0,87
3	1050	0,75

Tableau 2.7 : Effet de la température d'essai sur la perte de masse par abrasion - Cas d'une pièce composée de 60% argile et 40% chamotte [32].

Numéro	Température (^{o}C)	Perte de masse (%)
1	20	0,115
2	1050	0,255

Carniglia et Barna [12] font remarquer que la plupart des matériaux (corindon, zircon, mullite, zircone, quartz, magnésie, rutile, etc.) gardent leur dureté jusqu'à la température de Tamman ($\cong 0{,}75\ T_f$ où T_f = température de fusion exprimée en degré Kelvin). Ceci voudrait dire que maximiser la présence de ces phases dans un réfractaire constituerait une des voies possibles d'améliorer sa résistance à l'abrasion à haute température. Ces auteurs spécifient également que les matériaux qui ont une excellente résistance à la corrosion résistent tout aussi excellemment aux poussières abrasives. Ces matériaux sont caractérisés par une haute pureté, une haute densité, un point de fusion élevé et une haute température de frittage. L'alumine est l'oxyde le plus résistant en milieu abrasif. On peut donc s'en servir comme abrasif pour user d'autres matériaux moins résistants.

2.4.2.5 Vue grossière du taux d'abrasion de certaines catégories de matériaux

Le tableau 2.8 contient quelques valeurs indicatives du taux d'abrasion de quelques catégories de matériaux tel que présenté par Shapland [41]. Il apparaît que les bétons sont parmi les matériaux les moins résistants.

Tableau 2.8 : Comparaison du taux d'abrasion des bétons réfractaires avec celui de quelques briques [41].

Type de matériaux	**Taux d'abrasion (cm^3/min)**
Bétons	1 à 900
Briques d'argile réfractaire à cuisson régulière	10 à 100
Briques de SiC	4
Briques d'argile réfractaire fortement cuites	2 à 3
Briques d'alumine dense	0,02
Briques d'alumine électrofondue	0,01

2.4.2.6 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et les propriétés du matériau

Cette section est très importante. En effet, en plus du problème de réalisation de montage expérimental permettant de simuler les conditions réelles d'abrasion, les fabricants et les utilisateurs des matériaux réfractaires sont continuellement à la recherche de paramètres de performance en passant par la ou les propriété(s) du matériau facilement mesurable(s) et corrélée(s) avec la résistance à l'abrasion.

Dans la plupart des tests, les chercheurs font une corrélation entre la perte de poids par abrasion et le module de rupture, la densité en vrac ou "bulk specific gravity" et la porosité apparente, le module de résistance à l'écrasement à froid, la perméabilité ainsi que le module d'élasticité et la dureté. Les résultats obtenus par différents chercheurs ne conduisent pas toujours aux mêmes conclusions.

Ainsi, d'après les travaux de Baab et Kraner [30], la résistance à l'abrasion est d'autant plus élevée (faible perte de matière) que le module de rupture et la densité en vrac sont élevés et que la porosité apparente est faible et vice - versa. Les figures 2.29 à 2.31 tracées à partir des résultats de Baab et Kraner [30] illustrent ces propos pour le cas des briques d'argile. La figure 2.32 qui illustre une partie des résultats des travaux de Reid et Ruh [27] montre une tendance croissante de l'abrasion en fonction de la perméabilité.

Aussi, les tests effectués par Shapland [41] sur 49 bétons ont montré que la résistance à l'abrasion est d'autant plus grande que le module de rupture est élevé. Toutefois, l'auteur spécifie que ces deux propriétés ne sauraient être corrélées dans le

cas des échantillons de matériaux différents ou dans celui d'échantillons provenant d'un même matériau mais ayant subi des traitements thermiques différents. L'auteur semble sous entendre qu'il n'est pas évident de prédire la résistance à l'abrasion des bétons commerciaux parce que ceux-ci sont préparés à partir de :

- plusieurs sortes de liants (liaison phosphate, silicate d'alcalins, ciment portland, divers ciments d'aluminate de calcium),
- différents agrégats (alumine électrofondue, alumine tabulaire, argile calcinée carbure de silicium et l'argile schiste).
- des tailles de particules de + 28 mesh dont les proportions peuvent varier de plus de 60% à moins de 20%.

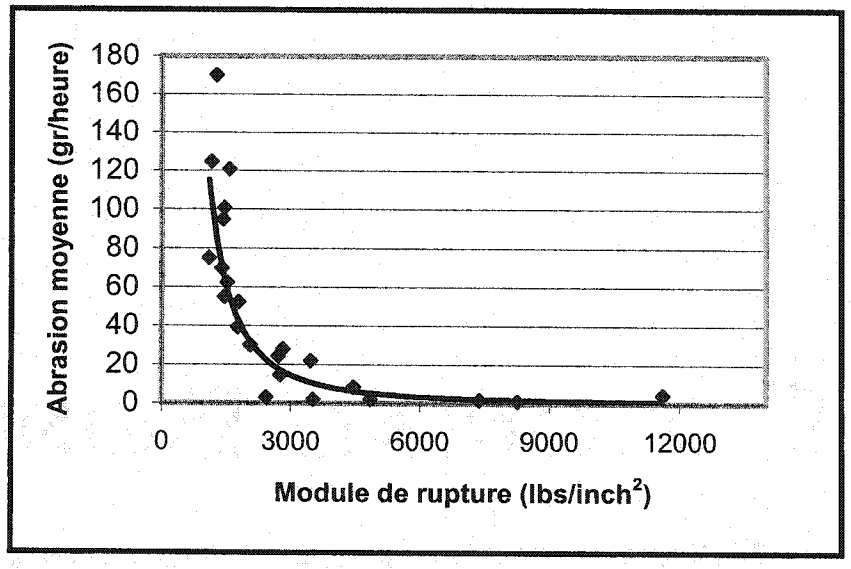


Figure 2.29 : Variation de la perte de masse par abrasion en fonction du module de rupture [30].

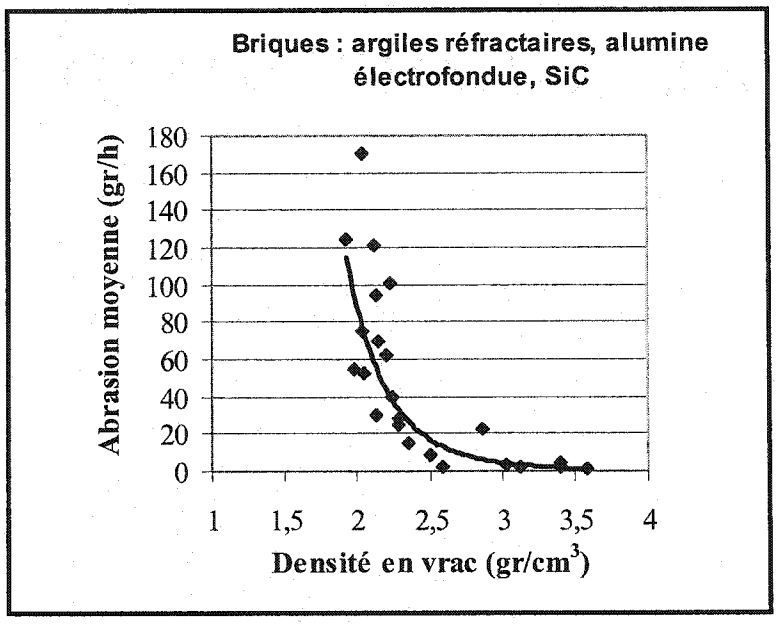


Figure 2.30 : Variation de la perte de masse par abrasion en fonction de la densité en vrac [30].

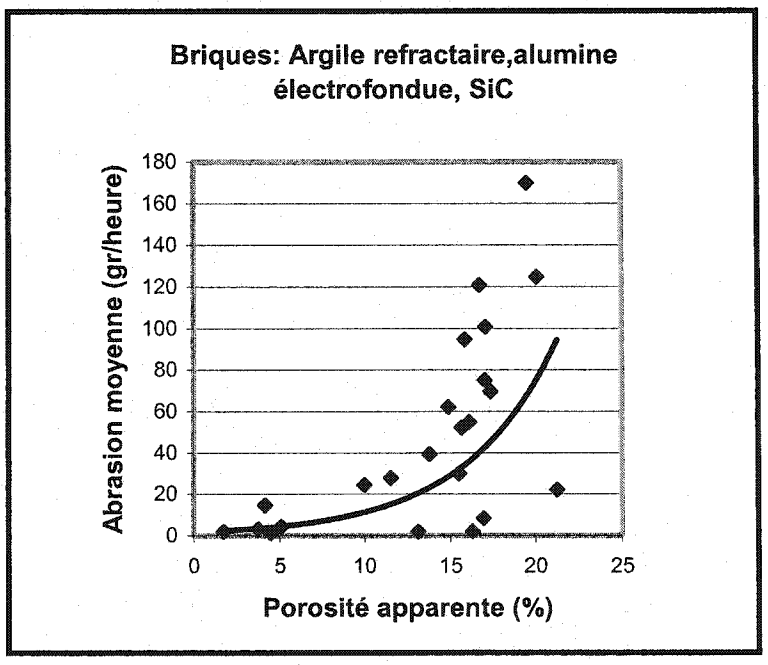


Figure 2.31 : Variation de la perte de masse par abrasion en fonction de la porosité apparente [30].

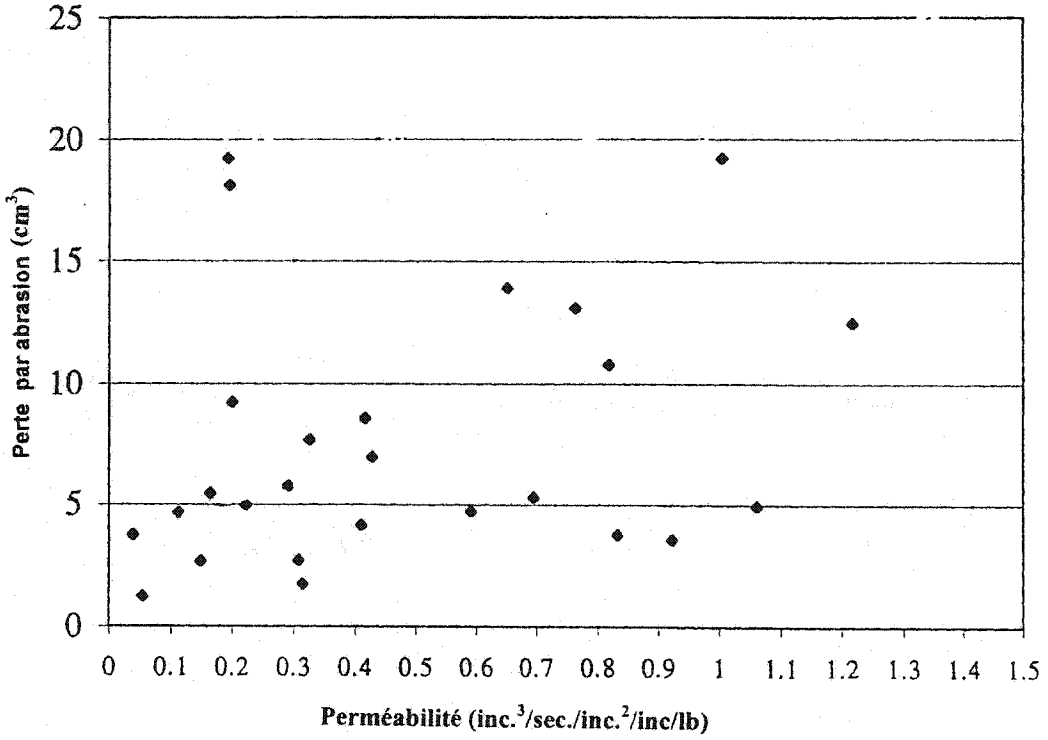


Figure 2.32 : Variation de la perte volumique par abrasion en fonction de la perméabilité [27].

En plus du module de rupture et de la porosité, Mackenzie [26] s'est aussi intéressé à la corrélation de la résistance à l'abrasion avec la dureté et la résistance à l'écrasement à froid. Ses travaux ont porté sur des briques utilisables dans les hauts - fourneaux. Il en a conclu que la résistance à l'abrasion est d'autant plus améliorée que le module de rupture et la dureté sont élevés. Norton [42] spécifie aussi qu'un matériau ayant une bonne résistance au chargement résiste bien à l'usure par abrasion.

Carniglia et Barna [12] soulignent que la dureté est la propriété qui donne une meilleure corrélation avec la résistance à l'abrasion par rapport au reste des propriétés mécaniques et physiques.

De leur côté, Storey et Mackenzie [43] ont établi une relation entre le module d'élasticité et la résistance à l'abrasion pour une série de briques réfractaires alumino-siliceuses. La résistance à l'abrasion qu'ils expriment en terme d'indice d'abrasion "abradability indice" ou aptitude à l'abrasion est donnée par la relation suivante :

$$y = (a/x)-k \qquad (32)$$

Où: y = indice d'abrasion

x = module d'élasticité $\times 10^{-6}$

$k = 7$; $a = 100$

Cette équation a donné un coefficient de corrélation entre la résistance à l'abrasion et le module d'élasticité de 0,82 [43]. La figure 2.33 montre bien qu'il existe une bonne corrélation entre les deux propriétés. La résistance à l'abrasion est d'autant plus élevée que le module d'élasticité est élevé (indice d'abrasion faible). La figure 2.34 qui concerne un échantillonnage moins large (8 échantillons) montre une meilleure corrélation dans le cas d'échantillons à grains fins (briques de carbone amorphe et de graphite) que dans celui des briques à grains grossiers (briques à base d'anthracite).

Reid et Ruh [27] qui ont essayé de corréler la résistance à l'abrasion avec la densité en vrac, le module de rupture, la résistance à l'écrasement, la porosité apparente,

la densité spécifique et la perméabilité, trouvent plutôt que c'est le module d'écrasement qui est le plus corrélé. Cette corrélation est montrée dans la figure 2.35.

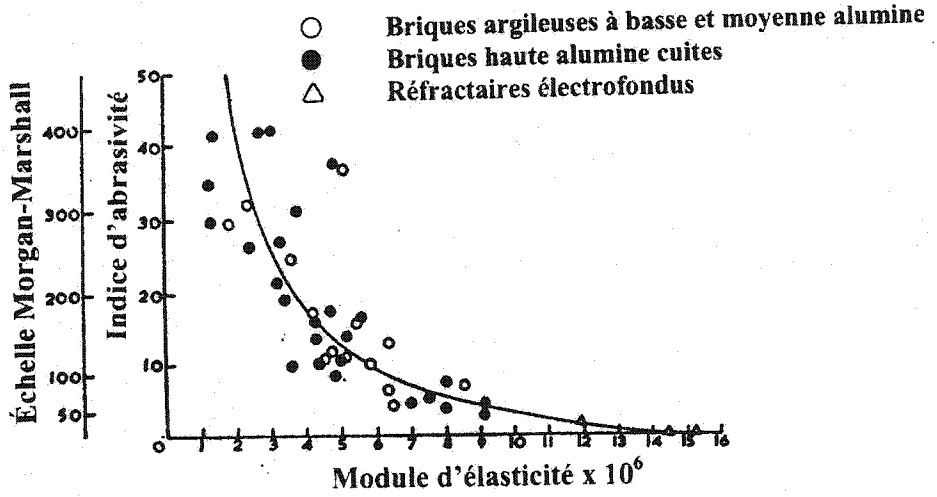


Figure 2.33 : Variation de l'indice d'abrasion en fonction du module d'élasticité dans le cas des réfractaires aluminosiliceux [43].

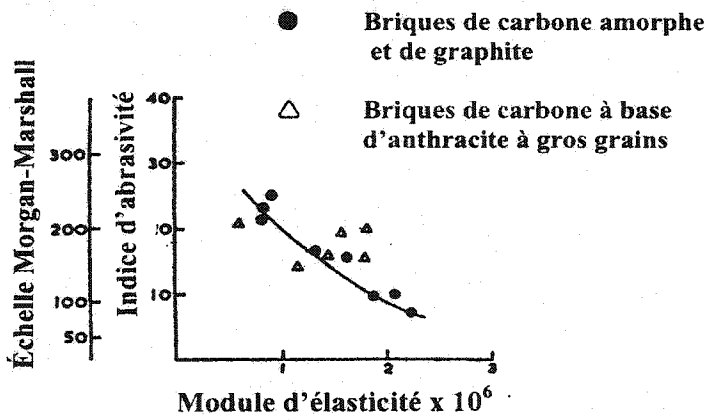


Figure 2.34 : Variation de l'indice d'abrasion en fonction du module d'élasticité dans le cas des briques de carbone [43].

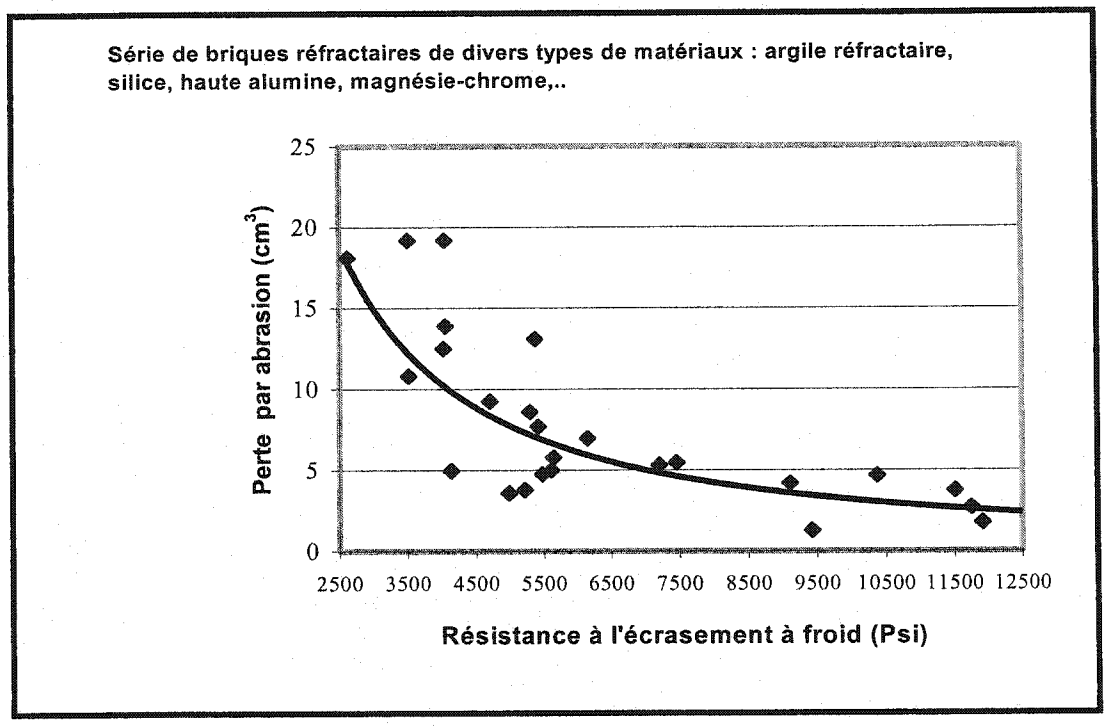


Figure 2.35 : Variation de l'abrasion en fonction du module de résistance à l'écrasement à froid [27].

2.5 DÉGRADATION DES MATÉRIAUX CÉRAMIQUES PAR CHOCS THERMIQUES

2.5.1 Introduction

De manière générale, les matériaux céramiques sont très sensibles aux chocs thermiques. En métallurgie, les matériaux réfractaires utilisés pour le revêtement des fours d'élaboration et de traitement des alliages, de même que ceux qui servent pour le garnissage des installations accessoires comme les poches de coulée ainsi que les dalots de transfert et de coulée, sont souvent soumis à des contraintes répétitives d'origine thermique. Celles-ci conduisent à la fissuration et voire même à l'écaillage du revêtement, au bout d'un certain temps, lorsque le gradient de température est très important.

2.5.2 Notion de contraintes thermiques

Un matériau peut être soumis à une contrainte d'origine thermique due à un changement brusque de température dans l'un des trois cas suivants : a) lorsque sa dilatation est empêchée, b) s'il existe un gradient de température en son sein ou, c) lorsqu'il est hétérogène et multiphasé et que sa dilatation est non nulle. Dans ce dernier cas, on parle de contraintes thermiques dues au matériau. Les matériaux réfractaires peuvent subir les trois types de contraintes thermiques mais ils sont particulièrement affaiblis par celles associées au matériau. Il s'agit des contraintes dues aux défauts d'homogénéité du

matériau ou à son anisotropie. En effet, puisque que les réfractaires sont très hétérogènes et multiphasés, les différentes phases qui les constituent se dilatent ou se contractent différemment lorsqu'ils sont soumis à une variation de température. Cette différence de dilatation et de contraction fait que le réfractaire soit soumis dans son ensemble à des contraintes thermiques plus ou moins importantes, selon l'ampleur de la différence de dilatation ou de contraction des différentes phases.

Une des propriétés importantes mesurées pour avoir une idée sur le degré de résistance d'un réfractaire aux contraintes thermiques est le coefficient d'expansion thermique linéaire, "α". Celui-ci exprime la déformation relative (allongement relatif) du matériau lorsqu'on le fait passer d'une température initiale (T_i) à une température finale (T_f). Il est calculé selon la relation suivante :

$$\alpha = \frac{\Delta l}{l}\frac{1}{\Delta T} = \frac{\varepsilon}{\Delta T}\left[\frac{m}{m}.\frac{1}{0} = K^{-1}, C^{-1}\right] \qquad (33)$$

D'où :

$$\varepsilon = \frac{\Delta l}{l} = \alpha \Delta T \qquad (34)$$

Où:

- Δl = allongement absolu (m)
- l = longueur initiale (m)

- ε = allongement relatif
- $\Delta T = T_f - T_i$ = différence de température (°K ou °C)

Ainsi, un matériau sera d'autant moins sensible aux contraintes thermiques que son coefficient de dilatation thermique est faible.

L'exemple d'un barreau de réfractaire de longueur "l" encastrée sur ses deux extrémités (Figure 2.36) et soumis à une variation de température uniforme "ΔT" illustre bien la notion de contrainte thermique. L'équation précédente (34) et la loi de Hooke pour un état de traction uniaxiale permettent de déterminer la contrainte (σ) thermique induite par la variation de température ΔT. On peut donc écrire :

$$\sigma = E\varepsilon = E\alpha\Delta T \qquad (35)$$

où : E = module d'Young

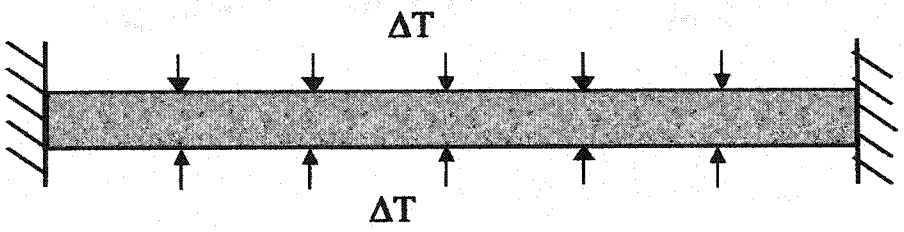


Figure 2.36. Réchauffement uniforme d'une barre maintenue à ses deux extrémités [44].

2.5.3 Analyse thermo-élastique de la résistance aux chocs thermiques

L'approche thermoélastique du choc thermique a été énoncée pour la première fois par Kingery [45] en 1955. L'étude stipule qu'un matériau homogène et isotrope auquel on applique une variation de température "ΔT" mais sans qu'il puisse se dilater librement est soumis à une contrainte thermique égale à :

$$\sigma = E\,\alpha\,\Delta T\,f(\nu) \qquad (36)$$

où f(ν) = fonction qui dépend du cas particulier considéré.

Dans le cas d'un état de sollicitation biaxiale, la contrainte maximale pouvant se développer sur la surface de ce matériau devrait être donnée par la relation suivante :

$$\sigma = \frac{E\alpha\Delta T}{(1-\nu)} \qquad (37)$$

Cependant, vu que la chaleur ne se transmet pas instantanément dans le cas réel, on multiplie l'expression de cette contrainte thermique par un facteur "ψ" ($0 \leq \psi \leq 1$). En effet, celui-ci prend en compte la sévérité du choc thermique, laquelle est exprimée par le nombre de Biot "β". Tel qu'indiqué dans l'équation (38), ce nombre dépend des dimensions de l'échantillon et des conditions expérimentales. Le choc thermique est jugé sévère ou dur si $\beta > 3$ et doux lorsque $\beta < 3$.

$$\beta = \frac{a.h}{k} \qquad (38)$$

a = dimension moyenne de l'échantillon choqué (épaisseur d'une plaque ou rayon d'un cylindre)

h = coefficient d'échange de chaleur à la surface du matériau

k = conductivité thermique

Il existe, dans la littérature, des expressions de calcul du facteur de réduction de contrainte ou facteur $\psi = f(\beta, t^*)$ (t^*= temps en unités arbitraires), selon la forme de l'échantillon.

L'approche thermoélastique de Kingery [45] convient pour étudier la résistance à la fissuration due au choc thermique. Elle a conduit à la définition de deux paramètres de performance, R et R' . Ceux-ci sont définis comme suit :

$$R = \Delta T_C = \frac{\sigma_t\ (1-\nu)}{E\alpha} \qquad [^\circ K, ^\circ C] \qquad (39)$$

Le paramètre "R" représente l'écart critique de température qu'un matériau peut supporter sans fissurer. En fait, la fissuration interviendra lorsque la valeur maximale de la contrainte thermique est supérieure ou égale à la contrainte à la rupture en traction du matériau, σ_t, en l'absence du choc thermique.

Le fait de tenir compte de la conductivité thermique, k, du matériau, permet de définir le deuxième paramètre de résistance à l'initiation des fissures par choc thermique, R'.

$$R' = kR \qquad [W/m] \qquad (40)$$

La littérature [45, 46, 47] en conclut qu'un matériau sera d'autant plus résistant à la fissuration par choc thermique que les valeurs de sa contrainte à la rupture et de sa conductivité thermique sont élevées, et que celles de son module d'Young et de son expansion thermique ainsi que du coefficient d'échange de chaleur sont faibles.

Il importe de préciser que le modèle thermo-élastique ne convient pas aux matériaux réfractaires parce qu'ils sont très hétérogènes et préfissurés. En outre, la différence de température ΔT_c calculable à partir de l'équation (36) n'a pas d'intérêt majeur dans le cas des réfractaires puisqu'il n'est que de l'ordre de quelques dizaines à une centaine de degrés celsius. Un matériau réfractaire soumis à un tel écart de température ne verra pas ses propriétés modifiées. Ainsi, nous pouvons conclure cette section en disant que l'approche thermoélastique est plus appropriée aux céramiques fines.

2.5.4 Analyse énergétique de la résistance aux chocs thermiques

Nous venons de voir que l'analyse thermo-élastique traite de la résistance à l'initiation des fissures dues à un écart critique de température imposé au matériau. L'analyse énergétique développée pour la première fois par Hasselman [46, 47, 48, 49] suppose, quant à elle, que le matériau renferme des défauts tels que les microfissures de Griffith, et s'intéresse à l'endommagement du matériau suite à la propagation de ces défauts en fonction de l'écart de température "ΔT" appliqué. Un matériau préfissuré et choqué thermiquement contient une certaine quantité d'énergie, laquelle fait propager les fissures préexistantes. L'approche énergétique s'intéresse donc à la stabilité de ces fissures préexistantes dans le matériau, en fonction de l'écart critique de température "ΔT" imposé, et non à la création de nouvelles fissures.

Le modèle énergétique proposé par Hasselman [48] est basé sur un certain nombre d'hypothèses simplificatrices qui sont loin du cas réel, au moins dans le cas des matériaux réfractaires. En effet, Hasselman considère qu'il n'y a pas de possibilité de relaxation de contraintes, que tous les défauts préexistants dans le matériau subissant le choc thermique sont identiques et qu'ils sont tous de forme circulaire. De plus, il considère que ces défauts sont uniformément distribués dans le matériau ; c'est-à-dire qu'il existe en tout point de l'échantillon un même nombre N de défauts, par unité de volume. En outre, l'auteur suppose que tous ces défauts se propagent simultanément et de façon radiale, et qu'il n'y a pas d'interaction entre deux défauts voisins pendant leur propagation.

La définition du critère de stabilité des fissures est basée sur le principe que l'énergie totale du système par unité de volume, U_t, équivaut à la somme de l'énergie élastique et de l'énergie de surface des fissures.

$$U_t = \frac{3(\alpha\Delta T)^2 E_0}{2(1-2\nu_0)}\left\{1+\frac{16(1-\nu^2{}_0)\mathrm{N}l^3}{9(1-2\nu_0)}\right\}^{-1} + 2\pi\mathrm{N}l^2\gamma \qquad (41)$$

Où :

- E_0 = module d'Young du matériau sans défauts (pores ou fissures)
- N = nombre de défauts
- l = longueur de fissure (ici le rayon)
- ν_0 = coefficient de Poisson
- γ = énergie de surface

Conformément à la théorie de Griffith, les fissures deviennent instables lorsque l'augmentation de la longueur des fissures s'accompagne d'une réduction de l'énergie totale du matériau fissuré ; c'est-à-dire que $\frac{\partial U_t}{\partial l} \angle 0$. À l'opposé, elles seront stables si $\frac{\partial U_t}{\partial l} \geq 0$.

Ainsi, la variation de l'énergie totale du système permet de déterminer la différence de température critique, ΔTc, requise pour qu'une fissure devienne instable (propagation catastrophique). On peut donc écrire :

$$\Delta T_c = \left\{ \frac{\pi\gamma(1-2\nu_0)^2}{2E_0\alpha^2(1-\nu^2{}_0)} \right\}^{1/2} \left\{ 1 + \frac{16(1-\nu^2{}_0)Nl^3}{9(1-2\nu_0)} \right\} l^{-1/2} \qquad (42)$$

La figure 2.37 qui illustre la variation de l'écart critique de température ΔT_C en fonction de l'accroissement de la longueur des fissures pour une densité N de fissures, montre les domaines de stabilité et d'instabilité de celles-ci. On peut remarquer que la courbe représentant la température critique passe par un minimum.

Dans le cas des fissures initiales de petite taille (partie gauche du minimum de la courbe en U), l'expression de ci-dessous est négligeable par rapport à l'unité, c'est-à-dire :

$$\left\{ \frac{16(1-\nu^2{}_0)Nl^3}{9(1-2\nu_0)} \right\} <<< 1$$

D'où l'écart critique de température, ΔT_c, nécessaire pour initier la propagation des fissures devient égale à :

$$\Delta T_c = \left\{ \frac{\pi\gamma(1-2\nu_0)^2}{2E_0\alpha^2(1-\nu^2{}_0)l} \right\}^{1/2} \qquad (43)$$

Par contre, dans le cas des fissures initiales de grande taille (partie droite du minimum de la courbe en U), le terme $\frac{16(1-\nu^2{}_0)Nl^3}{9(1-2\nu_0)} >>> 1$, d'où :

$$\Delta T_c = \left\{ \frac{128\pi\gamma(1-\nu^2{}_0)N^2l^5}{81\alpha^2E_0} \right\}^{1/2} \qquad (44)$$

On remarque que ce ΔTc critique est d'autant plus élevé que l'énergie de surface est élevée et que l'expansion thermique ainsi que le module d'élasticité du matériau sont faibles. Pour ce dernier cas, Hasselman reconnaît que l'hypothèse de non-interaction de fissures voisines n'est pas valide.

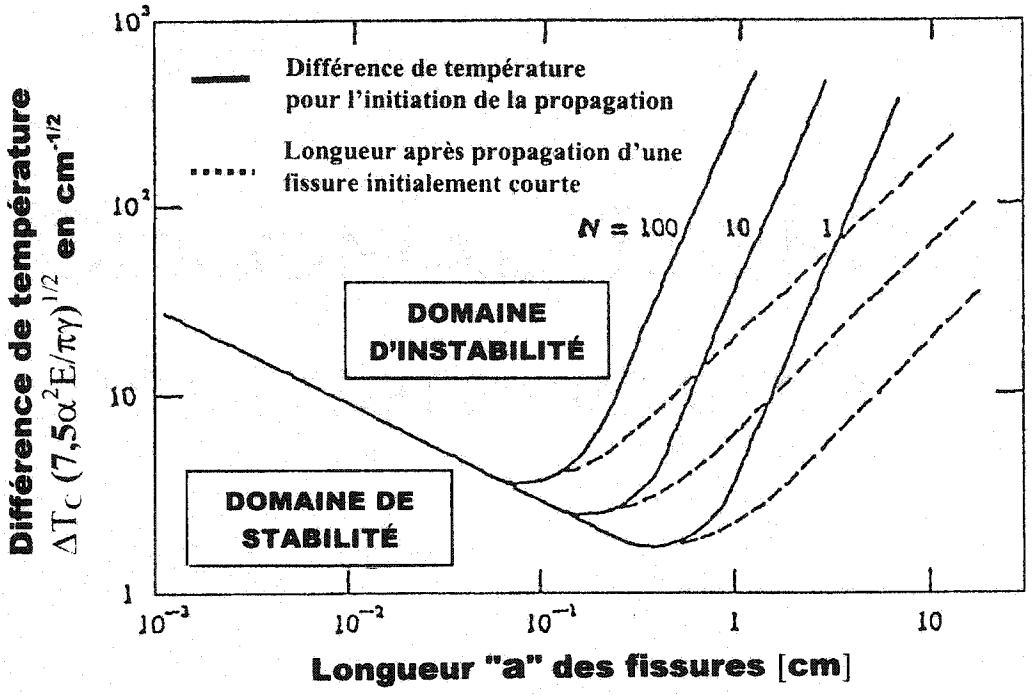


Figure 2.37 : Écart critique de température requise pour initier la propagation des fissures en fonction de leur longueur et de leur densité initiales d'après Hasselman [48].

Il est important de noter qu'aucune des trois équations précédentes (42, 43 et 44) ne décrit complètement la propagation des fissures.

En effet, lorsqu'une fissure courte de longueur initiale "l_i" se propage, l'énergie élastique libérée est supérieure à l'énergie de surface générée. Ceci fait que l'excédent d'énergie élastique se transforme en énergie cinétique de propagation de la fissure. Ainsi, même si la taille de celle-ci atteint la longueur exprimée dans les équations (43) et (44) qui correspondent à $\frac{\partial U_t}{dl} = 0$ (condition de non-propagation), la fissure continue à se propager jusqu'à ce que toute cette énergie cinétique accumulée soit transformée en énergie de surface. La fissure ne s'arrêtera que lorsqu'elle aura atteint sa longueur finale "l_f" (courbe en pointillés). Celle-ci peut être déduite à partir de l'équation suivante :

$$\frac{3(\alpha\Delta T)^2 E_0}{2(1-2\nu_0)}\left[\left\{1+\frac{16(1-\nu_0{}^2)Nl_i{}^3}{9(1-2\nu_0)}\right\}^{-1}-\left\{1+\frac{16(1-\nu_0{}^2)Nl_f{}^3}{9(1-2\nu_0)}\right\}^{-1}\right]=2\pi N\gamma(l_f{}^2-l_i{}^2) \quad (45)$$

Le remplacement de ΔT_c par sa valeur dans cette dernière équation permet de déterminer la longueur finale des fissures, "l_f", dans le cas de fissures initialement courtes ($l_{f>>}\, l_i$) :

$$l_f = \left\{ \frac{3(1-2\nu_0)}{8(1-2\nu_0{}^2) l_i N} \right\}^{1/2} \qquad (46)$$

Cette expression montre donc que la longueur finale d'une fissure dépend essentiellement de sa taille initiale et de la densité des fissures.

Cependant, les notions de la mécanique de la rupture permettent d'exprimer la longueur finale des fissures en fonction des propriétés mécaniques.

i) Cas des fissures courtes

Dans le cas des fissures circulaires courtes prises en compte dans les hypothèses de Hasselman , la contrainte à la rupture peut être déterminée à partir de la relation qui suit :

$$\sigma_f = \left\{ \frac{\pi \gamma E_0}{2 l_i (1-\nu_0{}^2)} \right\}^{1/2} \qquad (47)$$

Le remplacement dans l'équation (47) de "l_i" par son expression tirée de l'équation (46) permet d'écrire que la longueur finale de la fissure "l_f" est égale :

$$l_f = \left\{ \frac{3(1-2\nu_0)\sigma_f{}^2}{4\pi N \gamma E_0} \right\}^{1/2} \qquad (48)$$

Ainsi, il est aisé de constater que la longueur finale de la fissure sera d'autant plus grande que la contrainte à la rupture du matériau est élevée (ce qui correspond à une faible longueur de fissure initiale) et que son énergie de rupture est faible.

À partir de l'équation (48), on déduit que l'aire traversée ($A = \pi l_f^2$) par chaque fissure est égale :

$$\pi l_f^{\,2} = \frac{4\gamma E_0}{3(1-2\nu)\sigma_f^{\,2}} \qquad (49)$$

Cette expression a permis de définir le paramètre de performance pour éviter une propagation catastrophique, c'est-à-dire le paramètre R"" dont l'équation est donnée ci-dessous.

$$R'''' = \frac{\gamma E}{\sigma_f^{\,2}(1-\nu)}[m] \qquad (50)$$

Le paramètre R"" représente la distance minimale de propagation d'une fissure préexistante par suite d'un choc thermique critique. Ce terme est donc défini comme paramètre de résistance à la propagation dynamique de fissures courtes.

ii) Cas des fissures initialement longues

Lorsqu'on considère des fissures initiales longues, c'est-à-dire celles dont la taille est plus grande que celle correspondant au minimum de la courbe en U (Figure 2.37), elles vont se propager de manière quasi-statique. Le paramètre de résistance à la

propagation quasi-statique de longues fissures, R_{st}, a été défini par Hasselman selon l'équation suivante :

$$R_{st} = \left(\frac{\gamma}{\alpha^2 E}\right)^{1/2} \qquad [^{\circ}C\sqrt{m}\,] \qquad (51)$$

Ce paramètre exprime la différence de température maximale pour propager des fissures longues dans le cas des chocs thermiques sévères.

Lorsqu'une fissure vient de se stabiliser après une propagation catastrophique, Hasselman prévoit qu'elle ne pourra se propager que si on fait subir au matériau qui la contient une variation de température, ΔTc_2, plus élevée que celle qu'il vient de subir ($\Delta Tc_2 > \Delta Tc_1$).

La variation de la taille de fissure en fonction du ΔT appliqué est illustrée dans la figure 2.38. Elle est inversement proportionnelle à la variation de la contrainte résiduelle à la rupture en fonction de ce ΔT appliqué (Figure 2.39).

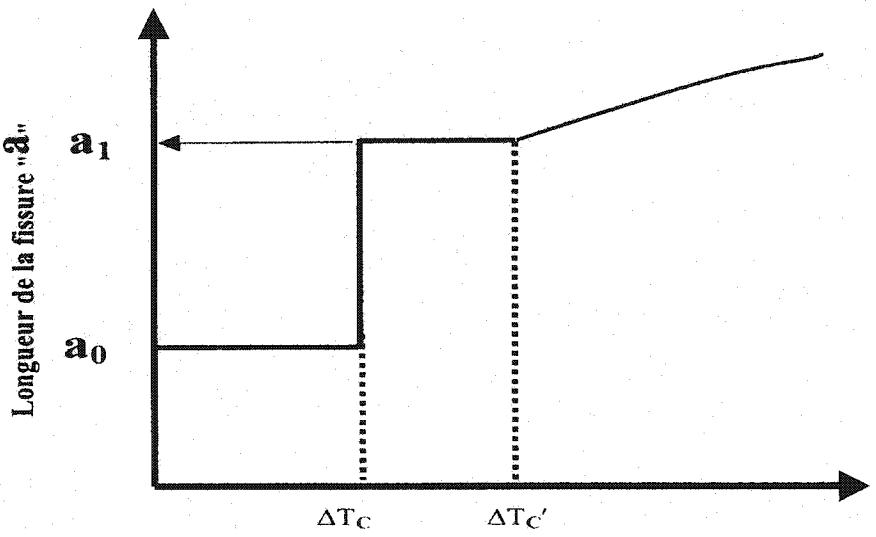


Figure 2.38 : Influence de la variation de la température imposée sur la longueur de la fissure [48].

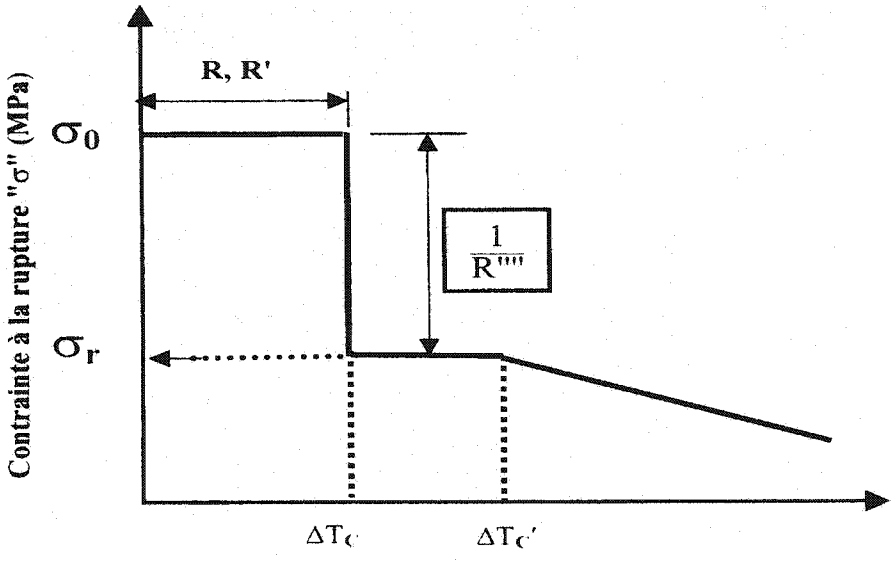


Figure 2.39 : Influence de la variation de la température imposée sur la résistance à la rupture [48].

Il faut noter que d'autres chercheurs, notamment Bahr [51] et Pompe [52], ont fait des études considérables basées sur des principes assez rigoureux réfutant certaines hypothèses de Hasselman, telles que l'existence des fissures de même taille et la simultanéité de leur propagation ainsi que l'absence de leur interaction lors d'un choc thermique. Leurs hypothèses sont bien fondées. Cependant, contrairement à Hasselman, leurs démarches n'ont pas abouti à la définition des paramètres de performance permettant de sélectionner le matériau adéquat à partir de certaines de ses propriétés.

2.5.5 Influence de la microstructure sur la résistance aux chocs thermiques

Que ce soit dans le cas des sollicitations thermomécaniques ou chimiques, l'effet des aspects microstructuraux est très important, surtout dans le cas des matériaux réfractaires. De manière générale, une granulométrie grossière et une porosité élevée améliorent la résistance à l'endommagement par choc thermique. Ces deux paramètres suggèrent la possibilité d'interaction des fissures pendant leur propagation suite à leur bifurcation (ou autres processus) due à la présence d'un pore ou d'un joint de grain.

Les résultats obtenus par Norton [53] lors des tests de chocs thermiques cycliques à différentes températures sur des briques de différentes tailles de grains confirment que ce sont les matériaux à gros grains qui supportent le plus grand nombre de chocs thermiques avant la rupture (Tableau 2.9). Toutefois, dans un mélange de grains fins et

de grains grossiers, il doit y avoir un pourcentage optimal de grains grossiers, au-delà duquel le matériau devient très sensible aux chocs thermiques.

Tableau 2.9 : Effet de la taille de grains sur la résistance aux chocs thermiques d'après Norton [53].

Taille des grains	Température d'essai		
	1649°C	1677°C	1704°C
2 mesh	20 cycles	12 cycles	5 cycles
31/2 mesh	11 cycles	6 cycles	3 cycles
4 mesh	6 cycles	1 cycle	1 cycle
20 mesh	1 cycle	1 cycle	1 cycle

2.6 CORROSION DES RÉFRACTAIRES ALUMINOSILICEUX DANS LES FOURS DE MAINTIEN ET DE REFONTE DE L'ALUMINIUM

La corrosion est un des grands mécanismes qui dégradent fortement les réfractaires des fours de maintien et de refonte des alliages d'aluminium, de même que ceux des installations connexes tels que les dalots de coulée et de transfert. De façon générale, la corrosion des réfractaires par du métal liquide fait intervenir trois mécanismes : la pénétration du bain métallique dans le réfractaire à travers ses pores et ses autres ouvertures telles que les microfissures, la réaction du liquide et/ou de la vapeur de métal avec le réfractaire suivie de la dissolution partielle ou totale du réfractaire dans le bain métallique. Il faut distinguer la pénétration physique non réactive de la pénétration réactive (pénétration accompagnée de corrosion) même si toutes les deux sont favorisées par une faible viscosité du bain et les conditions de mouillage définies précédemment à la section 2.1.4.4. Le taux de la pénétration physique, laqelle est illustrée par celle d'un liquide dans des tubes capillaires, est régi par la relation suivante :

$$\frac{dl}{dt} = \frac{r\gamma_{lg}\cos\theta}{4\eta l} \qquad (52)$$

Où :

r = rayon du tube capillaire

γ_{lg} = tension de surface entre le gaz et le liquide qui pénètre le réfractaire

θ = angle de contact entre le liquide et la phase gazeuse

η = viscosité du liquide

l = longueur du volume de liquide qui a pénétré le réfractaire

Le taux de dissolution, dn/dt, qui accompagne la pénétration réactive, est régi par la loi de Noyes-Nernst qui suit :

$$\frac{dn}{dt} = \frac{DA(C_s - C_l)}{e} \qquad (53)$$

Où :

D = coefficient de diffusion

A = surface de contact

C_s = concentration à saturation de "n" dans le solide

C_l = concentration à saturation de "n" dans le liquide

e = épaisseur de la couche interfaciale.

Dans le cas des réfractaires aluminosiliceux utilisés dans l'industrie de l'aluminium, la corrosion se manifeste à travers des réactions chimiques entre l'alliage métallique liquide et certains oxydes du réfractaire d'une part, et/ou entre le réfractaire et l'oxygène de l'air environnant, d'autre part. Cette dégradation se manifeste par des

processus impliquant des réactions d'oxydo-réduction et/ou d'oxydation directe tel que décrit ci-après.

2.6.1 Corrosion par oxydo-réduction

De façon générale, l'aluminium liquide tend à s'emparer de l'oxygène contenu dans différents oxydes composant le réfractaire pour former du corindon (Al_2O_3). La silice libre, sous forme cristalline (quartz, cristobalite, trydimite) ou amorphe, est l'oxyde qui est réduit préférentiellement par l'aluminium liquide. Sa réduction a lieu selon la réaction suivante :

$$\mathbf{3SiO_2}\ (\text{libre}) + \mathbf{4\ Al}\ (\text{liquide}) = \mathbf{2Al_2O_3}(\text{solide}) + \mathbf{3Si}\ (\text{liquide}) \qquad (54)$$

La corrosion du réfractaire peut également se manifester par la réduction de la silice contenue dans les différents silicates qui le composent, en l'occurrence la mullite, tel qu'indiqué dans la réaction suivante :

$$\mathbf{3(3Al_2O_3.2SiO_2)}\ (\text{solide}) + \mathbf{8Al}\ (\text{liquide}) = \mathbf{13\ Al_2O_3}(\text{solide}) + \mathbf{6Si}\ (\text{liquide}) \qquad (55)$$

Cette deuxième réaction est heureusement plus lente que la précédente. En effet, la présence de la mullite dans les réfractaires est tellement souhaitée que sa destruction rapide serait très dommageable pour le revêtement réfractaire.

Ces deux réactions conduisent à une augmentation de volume de la zone pénétrée, ce qui crée des contraintes locales pouvant entraîner la fissuration et l'écaillage du revêtement réfractaire. La conséquence directe de ceci est que l'alliage produit s'enrichit considérablement en Si surtout lorsque les contenus en silice libre et en alcalins du réfractaire sont importants. La qualité du métal devient compromise puisque le Si libéré peut constituer une impureté fortement indésirable dans l'alliage. En général, on souhaite que les réfractaires aluminosiliceux qui seront en contact avec les alliages d'Al liquide aient, entre autre, un ratio alumine/silice élevé et une quasi-absence d'impuretés, en l'occurrence les alcalins. En effet, comme on l'a vu précédemment, un réfractaire qui contient plus d'alumine est plus susceptible de former une quantité plus élevée de mullite.

2.6.1.1 Mécanisme mis en jeu lors de la corrosion par oxydo-réduction

Lorsque l'aluminium liquide réduit la silice du réfractaire, il se forme une couche de Al_2O_3 à l'interface bain métallique-réfractaire. Si cette couche est continue et compacte, elle devrait normalement servir de barrière protectrice contre une pénétration subséquente du bain métallique dans le réfractaire. Cependant, la présence de certains éléments d'alliage dans le bain, tels que le Mg et le Zn, fait que la couche d'alumine formée ne soit pas continue. De ce fait, elle cesse d'être protectrice par suite des canaux interconnectés qui se forment à travers elle et par lesquels le métal liquide pénètre continuellement pour aller corroder le réfractaire. La corrosion peut alors se poursuivre

jusqu'à la destruction complète du revêtement. Ainsi, même si l'effet du Mg n'apparaît pas dans les deux réactions d'oxydo-réduction susmentionnées, sa présence dans le bain d'Al diminue considérablement l'énergie d'interface liquide-oxyde de manière à rendre instables les joints de grains d'alumine de haute énergie, ce qui permet la pénétration continuelle du métal liquide dans le réfractaire.

Du fait que le volume occupé par le corindon formé (Al_2O_3) est plus petit que celui qu'occupait la silice, le métal liquide qui pénètre le réfractaire y forme une quantité importante de corindon, ce qui détruit progressivement le revêtement.

2.6.1.2 Voies de solution pour minimiser la corrosion par oxydo-réduction

La meilleure façon de contrecarrer la corrosion par oxydo-réduction est de sélectionner des matériaux contenant des phases qui réagissent le moins possible avec le bain métallique des alliages d'aluminium (exemple : la mullite et autres silicates anhydres).

L'autre voie serait de diminuer la mouillabilité et/ou la réactivité du réfractaire en lui ajoutant des additifs appelés "anti-mouillants" lors de son élaboration. Ces derniers ont le rôle d'empêcher ou de retarder le mouillage du réfractaire par le bain métallique à la température d'utilisation. Le sulfate de baryum ($BaSO_4$) et le carbure de silicium (SiC) ainsi que l'oxyde de chrome et le graphite remplissent bien ce rôle (V. Gabis, Eseme, [54]). Les fluorures d'aluminium et de calcium (AlF_3 , CaF_2) font aussi

partie de la liste des additifs qui limitent la réactivité des réfractaires aluminosiliceux avec des alliages d'aluminium.

2.6.2 Corrosion par oxydation directe de l'aluminium liquide

Les réfractaires étant des matériaux poreux, il se produit une réaction entre le métal liquide et l'oxygène de l'air emprisonné dans les pores ou dans d'éventuelles fissures, de même que celui provenant de l'atmosphère du dessus du bain ou de la paroi externe du revêtement, selon la réaction suivante :

$$\mathbf{4Al}\ (\text{liquide}) + \mathbf{3O_2}\ (\text{gaz}) = \mathbf{2Al_2O_3}\ (\text{solide}) \qquad (56)$$

Étant donné que le volume occupé par ce nouveau corindon est plus grand que celui qu'occupait le métal liquide qui lui a donné naissance, il y a un gonflement du réfractaire suivi d'une apparition de fissures. Celles-ci permettent l'entrée d'une autre quantité de métal liquide ; ce qui conduit à la formation d'une nouvelle couche de corindon. Le phénomène peut se poursuivre jusqu'à la destruction totale du réfractaire.

2.6.3 Types de tests de corrosion

Quatre types d'essais sont généralement effectués pour évaluer la résistance à la corrosion des réfractaires des fours de traitement des alliages d'aluminium : le test d'immersion totale, celui d'immersion partielle, le test de type creuset et le test du doigt plongeant ou tournant.

2.6.3.1 Essai de corrosion par immersion totale

Ce type de test consiste à immerger complètement un échantillon réfractaire dans un alliage d'Al (Figure 2.40) porté à haute température (815-950°C). Il convient pour évaluer la résistance à la corrosion des réfractaires servant en dessous de la ligne de métal (plancher et parois latérales) mais ne renseigne pas sur le rôle joué par l'atmosphère environnant. Le maintien de la composition chimique de l'alliage est assuré par l'addition périodique des éléments d'alliage qui se consomment au cours du temps, tel que le Mg. Il arrive qu'on couvre le dessus du bain par un flux de sels ($KCl\text{-}MgCl_2$) pour éviter une perte excessive en Mg.

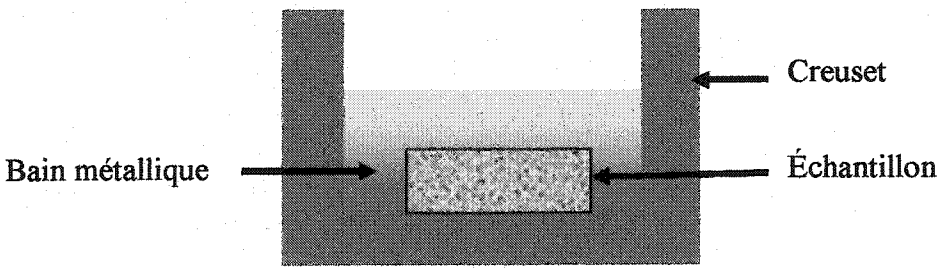


Figure 2.40 : Test de corrosion par immersion totale.

Au Canada, le test de corrosion par immersion totale le plus utilisé est celui de "l'essai Standard CIREP" développé par Allaire [55]. L'essai consiste à immerger deux échantillons de réfractaire de 2"×1"×1" dans 2 kg d'alliage d'Al +5% Mg pendant 4 jours. Une addition de 2% Mg est effectuée toutes les 24 h pour compenser la perte de ce métal. À la fin du test, les échantillons sont retirés du bain puis refroidis à l'extérieur du four avant d'être sectionnés en vue d'observer le degré de corrosion et/ou de pénétration. Selon le standard CIREP, le critère de classement de la résistance à la corrosion est basé sur les paramètres suivants : le niveau d'adhérence, d'infiltration, de friabilité et de fissuration. Ainsi, sur base de ces paramètres et tel qu'indiqué dans le tableau 2.10, le standard CIREP définit six niveaux de résistance à la corrosion. La signification des termes indiqués dans la colonne " observations " de ce tableau est donnée ci-dessus :

- **Faible adhérence** : la couche de métal recouvrant l'échantillon peut être décollée à la main.
- **Forte adhérence** : Pas de décollement manuel possible de la couche de métal recouvrant l'échantillon.
- **Pas d'infiltration** : Pas de signe d'infiltration visible à l'œil nu lorsqu'on sectionne l'échantillon.

- **Infiltration peu profonde :** des signes d'infiltration sont visibles à l'œil nu sur l'échantillon sectionné sur une épaisseur moyenne inférieure à 1 mm.

- **Infiltration profonde** : Des signes d'infiltration sont visibles à l'œil nu sur l'échantillon sectionné sur une épaisseur moyenne supérieure à 1 mm.

- **Absence de friabilité** : l'échantillon sectionné montre une surface lisse qu'on ne peut pas écailler à la main ;

- **Faible friabilité** : l'échantillon sectionné montre une surface rugueuse mais qu'on ne peut pas écailler à la main par frottement.

- **Friabilité élevée** : l'échantillon sectionné montre une surface rugueuse qu'on peut écailler à la main par frottement.

- **Absence de fissuration** : Pas de fissures observables à l'œil nu sur la surface extérieure de l'échantillon ou sur ses surfaces sectionnées.

- **Faible fissuration** : des signes de fissuration sont visibles à l'œil nu sur la surface extérieure de l'échantillon et sur la périphérie des surfaces sectionnées.

- **Fissuration élevée** : des signes de fissuration sont visibles à l'œil nu sur la surface extérieure de l'échantillon et tout au long des axes de symétrie des surfaces sectionnées.

Tableau 2.10 : Critères de classification des réfractaires selon leur résistance à la corrosion d'après l'essai standard CIREP d'immersion totale (Al+5%Mg) [55].

Cote	Catégorie	Observations
1	Bonne résistance	- Faible adhérence - Pas d'infiltration - Absence de friabilité et de fissuration
2	Bonne résistance à modérée	- Forte adhérence - Pas d'infiltration - Absence de friabilité et de fissuration
3	Résistance modérée	- Forte adhérence - Infiltration peu profonde - Absence de friabilité et de fissuration
4	Résistance modérée à faible	- Forte adhérence - Infiltration peu profonde - Absence de friabilité et de fissuration
5	Faible résistance	- Forte adhérence - Infiltration profonde - Faible friabilité et/ou fissuration
6	Résistance nulle	- Forte adhérence - Infiltration profonde - Friabilité et/ou fissuration élevée(s)

2.6.3.2 Essai de corrosion par immersion partielle

Ce type de test est utilisé pour évaluer le rôle de l'atmosphère sur la corrosion du réfractaire. Il consiste à immerger une partie de l'échantillon réfractaire dans un bain d'alliage d'Al pendant que l'autre partie se trouve en contact direct avec l'atmosphère du four (Figure 2.41).

Un test d'immersion partielle effectué par Lindsay et al. [56] en plongeant une brique de mullite dense dans de l'aluminium pur pendant 95 h (four électrique) a révélé une attaque sévère du réfractaire, laquelle était accompagnée d'une fissuration tout au long de l'interface métal liquide/atmosphère du four. La zone attaquée contenait principalement du corindon ainsi que de petites quantités d'Al et de Si dispersées à travers l'interface altérée.

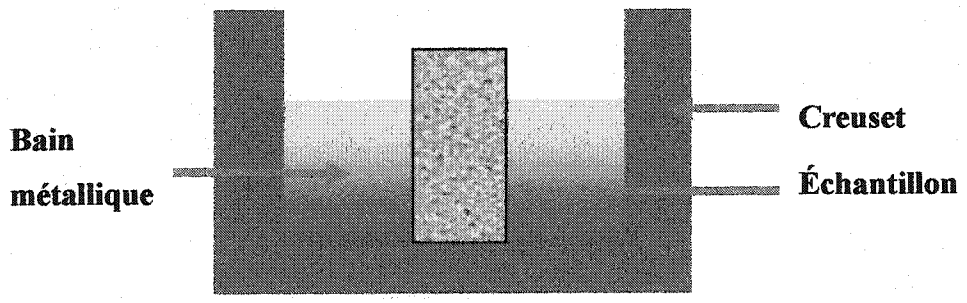


Figure 2.41 : Essai de corrosion par immersion partielle.

2.6.3.3 Essai de corrosion de type creuset

Dans ce type de test, le creuset sert en même temps d'échantillon à tester (Figure 2.42). L'avantage de ce test est que l'échantillon se trouve à la fois en contact avec le métal liquide et l'atmosphère du four. Le test est effectué à 800 - 815°C ou à des températures plus élevées. Il dure généralement 72 h (Lynn A. Gladfelder, A.M. Wynn [57]). Les alliages 7075 (Al-Zn-Mg- Cu) ou Al-5%Mg, ou encore les alliages riches en Si sont utilisés.

Le point faible de ce type de test est qu'il utilise une petite quantité de métal (environ 50 gr d'alliage). Ceci fait qu'il devient difficile de maintenir la composition chimique du bain lorsque celui-ci renferme des éléments volatiles dont le Mg. L'élévation de la température d'essai peut accélérer la dégradation mais elle risque de provoquer une perte plus élevée en Mg.

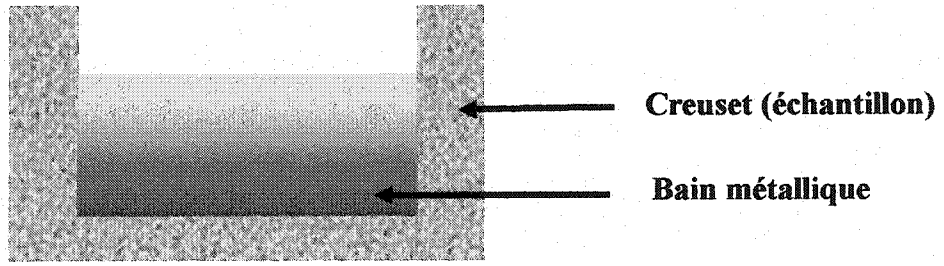


Figure 2.42 : Essai de corrosion du type creuset.

2.6.3.4 Essai du doigt plongeant ou tournant

C'est un test dynamique (Figure 2.43) qu'on considère comme étant plus sélectif que le test du type creuset (Mark S. JUDD [58]). Il est considéré comme test intermédiaire entre le test du type creuset et l'essai industriel réel qui prend beaucoup de temps. Il est plus complexe et requiert un équipement spécial.

Dans un tel essai, le mouvement du métal produit différents effets :

i) Favorise le renouvellement des espèces agressives, en l'occurrence le Mg, de même que l'élimination des produits de réaction.

ii) Effet d'érosion qui provoque le déplacement des morceaux de réfractaire arrachés.

Nous jugeons ce test très utile pour simuler l'interaction de l'abrasion et de l'érosion ainsi que de la corrosion.

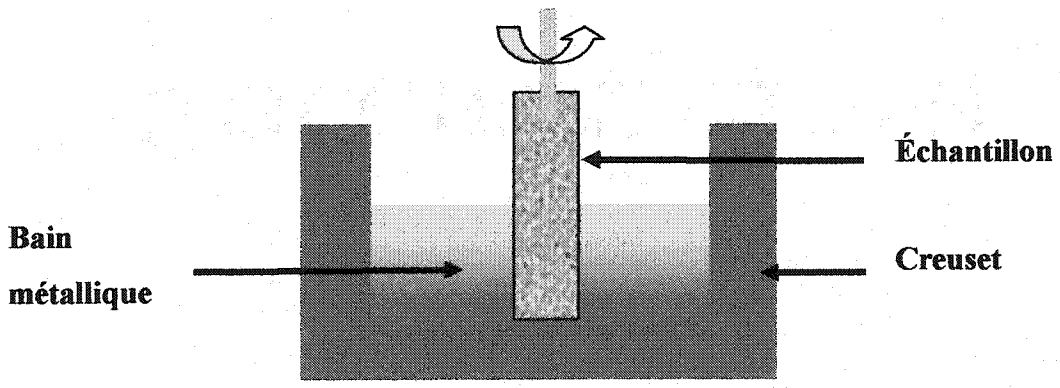


Figure 2.43 : Essai de corrosion dynamique.

2.6.4 Considérations communes

Dans le mécanisme de corrosion des réfractaires, il importe de souligner que la porosité et la composition chimique du réfractaire ainsi que la température d'essai et l'atmosphère du four jouent des rôles importants. Pendant la corrosion, les matériaux réfractaires peuvent être affectés selon un des trois aspects suivants ou leur action combinée : l'infiltration, la décoloration et/ou la corrosion.

La décoloration peut servir comme indice de résistance à la corrosion. Cependant, il faut distinguer la décoloration permanente de celle due à la basse pression partielle d'oxygène. Cette dernière décoloration peut disparaître lors d'un réchauffage subséquent de l'échantillon testé, alors que la première qui est due à la corrosion reste. En général, dans le cas d'échantillons contenant des silicates dont la mullite en particulier, la zone de réaction est noircie (foncée). Ce noircissement révèle qu'il y a eu, dans cette région, réduction de la silice et libération du Si métallique (J.G. Lindsay et al. , 1964 [56]). Toutefois, une absence de décoloration ne signifie pas nécessairement l'absence d'altération du réfractaire.

En résumé, les paramètres d'essai dont il faut tenir compte lors des différents essais de corrosion des réfractaires revêtant les fours de refonte et de maintien de l'aluminium sont : la composition de l'alliage (Al+Mg, Al+Zn, Al+Zn+Mg), la température d'essai et la durée (1 à 4 semaines) du test ainsi que l'existence ou non de l'agitation.

Nous pouvons conclure cette section en admettant qu'il n'y a pas encore de paramètres de performance et de critères de sélection bien précis pour ce qui concerne la résistance à la corrosion des réfractaires. Jusque maintenant, son appréciation se fait sur des échantillons corrodés puis sectionnés.

3. MONTAGE EXPÉRIMENTAL RÉALISÉ POUR SIMULER LA DÉGRADATION DES RÉFRACTAIRES PAR ABRASION – ÉROSION - CORROSION

3.1 INTRODUCTION

Il convient d'abord de rappeler qu'un des objectifs finaux visés par cette thèse concerne, entre autres, la corrélation entre la dégradation des réfractaires aluminosiliceux par l'abrasion, le choc thermique et la corrosion. Il est clair qu'un tel sujet nécessite de disposer d'outils adéquats pour simuler la détérioration occasionnée par chacun de ces trois mécanismes. De ce fait, comme il n'existait pas, au CIREP, d'appareillage expérimental approprié pour simuler la dégradation par abrasion des matériaux réfractaires, l'objectif intermédiaire et indispensable que nous devions nous fixer et satisfaire était de concevoir et réaliser un tel montage. La réalisation de celui-ci s'inscrit dans les objectifs du sous-groupe CRNF (Céramiques Réfractaires pour les Non-Ferreux) dans le cadre duquel les présents travaux ont été réalisés. Ceux-là visent, entre autres, le développement de montages expérimentaux permettant la simulation des différents mécanismes de dégradation du revêtement réfractaire des fours d'élaboration et de traitement de l'aluminium, ainsi que celui des installations connexes. Un tel montage devait donc être conçu de manière à permettre de simuler, en plus de l'abrasion, la dégradation d'un réfractaire par érosion et par corrosion dynamique lors des travaux ultérieurs.

3.2 PROBLÉMATIQUE DU MONTAGE

La réalisation d'un montage expérimental permettant de tester la résistance à l'abrasion et à l'érosion ainsi qu'à la corrosion des matériaux réfractaires se heurte à une série de difficultés pratiques. Les principales embûches que nous devions identifier et surmonter pour franchir l'autre bout du tunnel sont résumées dans les interrogations ci-après, auxquelles nous devions apporter des réponses pertinentes.

3.2.1 Quel type d'essai d'abrasion faut-il choisir ?

Le premier problème qui se pose dans une telle démarche est de trouver d'abord une méthode plus adéquate pour user des échantillons réfractaires par l'abrasion seule. Il fallait donc choisir entre un essai traditionnel d'abrasion par frottement, qui s'applique à tous les matériaux, et un essai d'abrasion par impact de particules, qui est beaucoup plus utilisé dans le cas des matériaux réfractaires. Comme les matériaux réfractaires sont très hétérogènes et que les propriétés mécaniques des agrégats sont supérieures à celles de la matrice, nous n'avons pas jugé utile d'orienter notre démarche expérimentale vers l'essai de frottement basé sur le rayage à l'aide d'un matériau tranchant et plus dur. De plus, vu qu'on devra faire intervenir ultérieurement l'effet de l'érosion et de la corrosion, l'idée de projeter des particules abrasives à distance à la manière de la plupart des tests décrits dans la littérature n'était pas envisageable. Il fallait donc penser à un système d'agitation de particules abrasives et qui puisse

fonctionner aussi bien à basse température qu'à haute température, en l'absence et en présence du métal liquide.

3.2.2 Quel type de matériau convient-il pour l'agitateur ?

La haute température d'essai et surtout la présence d'un bain d'alliages d'aluminium conduisent à un deuxième problème relié à la nature de l'agitateur. Pour ce faire, il s'imposait de choisir un matériau qui ne se ramollit pas à la température d'essai. De ce point de vue, on peut admettre qu'un agitateur en acier peut remplir ce rôle, en autant qu'il ne devienne pas trop plastique à haute température. Cependant, ce choix ne pouvait pas être envisagé parce que l'acier se dissout dans l'aluminium liquide. Par conséquent, le choix idéal devait porter sur un matériau de bonne résistance mécanique et qui soit inerte vis-à-vis du métal liquide durant toute la période d'essai. À ce niveau, on peut admettre qu'un agitateur en matériau réfractaire constitue la meilleure solution.

3.2.3 Quelle doit être la composition chimique de l'agitateur ?

Il importe de souligner qu'un des problèmes de l'industrie de l'aluminium est la présence d'inclusions réfractaires dans le métal produit, ce qui nuit fortement à ses propriétés. Ainsi, comme les tests ultérieurs aux présents travaux feront intervenir la présence du métal liquide pour étudier justement ce problème d'inclusions (en analysant notamment des échantillons de métal prélevés après un essai d'abrasion-érosion-

corrosion), et compte tenu également de l'usure inévitable de l'agitateur dont les débris forment des inclusions, ce dernier doit faire intervenir une composition chimique différente de celles des matériaux à tester. Il s'agit donc d'un matériau de bonne résistance mécanique, inerte aux alliages d'aluminium, et ne contenant pas notamment de l'alumine et de la silice. Sinon, la caractérisation qualitative et quantitative des inclusions solides provenant des échantillons réfractaires testés deviendrait erronée.

3.2.4 Comment fixer l'agitateur et quelles doivent être ses dimensions ?

Comme les matériaux réfractaires sont fragiles et friables, le fait de confectionner l'agitateur dans de tels matériaux pose un important problème relié à sa fixation sur son support, parce qu'on ne peut pas le visser. Il fallait donc trouver une façon adéquate de le fixer sans l'endommager à l'aide d'un support métallique. En vue de limiter l'exposition de ce dernier à de hautes températures et surtout à l'attaque par le bain d'alliages d'aluminium, l'agitateur doit être assez long pour être fixé au-dessus du four.

3.2.5 Comment user le réfractaire et mesurer ses propriétés mécaniques résiduelles ?

Il importe de souligner que la nouvelle tendance pour sélectionner des matériaux réfractaires devant faire face aux différents mécanismes de dégradation est de plus en plus basée sur des critères de sélection définis à partir des propriétés de ces matériaux. De ce fait, nous nous sommes imposés une contrainte supplémentaire consistant à user le réfractaire tout en pensant aux voies et moyens de pouvoir mesurer certaines de ses propriétés mécaniques résiduelles, aussi bien en l'absence qu'en présence du métal. Il fallait donc satisfaire à cette exigence en trouvant une méthode d'essai permettant de mesurer la dégradation de certaines propriétés du matériau.

3.2.6 Comment fixer les échantillons ?

La précédente problématique de vouloir mesurer les propriétés résiduelles du matériau usé fait que l'agitateur ne soit pas l'échantillon à tester. Ceci pose un problème supplémentaire de fixation des échantillons à tester. L'avantage à cela est qu'une fois ce problème résolu, une telle démarche permet de sauvegarder les mêmes conditions d'essais pour les différents matériaux à tester et de comparer ainsi leur dégradation relative. Pour éviter toute contamination lors des essais, le support des échantillons doit être confectionné en matériau inerte aux alliages d'aluminium et ne renfermant pas les mêmes composants que les matériaux à tester, et ce, pour les raisons déjà mentionnées.

3.2.7 Quelle doit être la taille des échantillons à tester ?

Comme nous sommes intéressés à comparer les propriétés résiduelles obtenues après abrasion avec celles des échantillons originaux d'une part, et à établir une corrélation entre elles et celles mesurées après dégradation par d'autres mécanismes de détérioration, d'autre part ; nous avons jugé utile d'utiliser des échantillons de mêmes dimensions que celles intervenant dans ces derniers cas.

3.2.8 Quels facteurs faut-il considérer pour le choix du moteur ?

Le choix du moteur devait se baser sur des critères d'efficacité et de sécurité. En effet, comme le moteur doit entraîner une charge importante de particules abrasives, il importe qu'il offre une vitesse de rotation élevée et un couple important. Il doit être muni d'un contrôleur de fréquence pour varier la vitesse de rotation selon le type d'essai. Il fallait également tenir compte du fait qu'il doit servir dans un environnement relativement poussiéreux, en plus d'être exposé à une certaine chaleur dans le cas des essais à haute température. Du point de vue de la protection contre la chaleur provenant du four, un moteur fermé est plus indiqué par rapport à un moteur ouvert. Comme il est prévu des essais de longue durée, il faut que le moteur puisse fonctionner en continu sans être endommagé. Son emplacement par rapport au four doit être sécuritaire du point de vue de la manipulation et de la protection contre la chaleur que ce dernier dégage.

3.2.9 Comment éviter le problème de corindonage ?

Lors des essais d'abrasion en présence du métal liquide ou de corrosion dynamique seule, il y a risque de corindonage. Ce phénomène se manifeste par la formation de dépôts de corindon par suite de l'oxydation de l'aluminium liquide par l'oxygène du milieu environnant. Ceci conduit à la consommation rapide du bain métallique d'une part, et à l'arrêt prématuré de l'essai et/ou la brisure de l'agitateur, d'autre part. Il importait donc de trouver un moyen d'injecter du gaz neutre pour minimiser l'entrée d'air pour ce type d'essai.

3.2.10 Quel type de creuset d'essai faut-il choisir ?

Comme il est prévu de faire intervenir l'abrasion, l'érosion et la corrosion, il fallait choisir un creuset d'essai qui soit mécaniquement résistant et chimiquement inerte aux alliages d'aluminium. De plus, sa forme et ses dimensions (qui sont dictées par celles du four à utiliser) doivent permettre une disposition aisée des échantillons et une bonne exécution de l'essai.

3.2.11 Quel type de particules abrasives faut-il utiliser ?

Il faut des particules plus dures que le matériau à tester et qui soient peu friables. Dans le cas d'un essai d'abrasion seule, les particules de SiC et d'alumine (tabulaire ou

électrofondue) sont les plus indiquées. Pour les essais en présence du métal liquide, il faut également considérer la propriété de non-mouillabilité des particules par des alliages d'Al, de même que leur densité par rapport à celle du métal liquide. Les deux types de particules précédentes répondent au critère de non-mouillabilité. Cependant, les particules de SiC sont beaucoup moins denses et offrent un angle de mouillage supérieur, ce qui les privilégie.

3.3 DESCRIPTION DU MONTAGE RÉALISÉ

Le montage que nous avons réalisé dans le cadre de cette thèse est schématisé à la figure 3.1. Il est destiné à tester, séparément ou simultanément, la résistance à l'abrasion et à l'érosion ainsi qu'à la corrosion des matériaux réfractaires.

La partie inférieure du montage est composée, entre autre, d'un four électrique rectangulaire à fond carré, dans lequel est disposé un creuset cylindrique en SiC. Celui-ci est soutenu, sur sa hauteur, par quatre morceaux triangulaires de béton réfractaire en vue d'assurer sa stabilité lors du test à haute vitesse d'agitation, surtout dans le cas d'essais d'abrasion à sec. Un bloc de béton réfractaire épousant le fond du creuset et comportant quatre trous carrés (Figure 3.2) de 1 pouce de côté sur 2 pouces de hauteur est disposé dans ce dernier pour loger des échantillons parallélépipédiques dont les dimensions sont 6×1×1 pouces. Ces trous sont situés à égale distance par rapport au

centre du creuset pour assurer un meilleur alignement de l'agitateur et une uniformité d'usure lorsqu'on teste des échantillons provenant d'un même matériau.

La partie supérieure du montage est constituée, entre autre, d'un puissant moteur électrique (3 HP) fermé, lequel est couplé à un contrôleur de vitesse de même puissance. Il faut noter que le moteur est suspendu sur une table métallique soutenue par quatre tubes métalliques à section carrée. Ceux-ci sont assez hauts pour permettre une manipulation aisée. Le moteur transmet un mouvement rotatif à un agitateur radial, en SiC, par l'intermédiaire d'un système d'entraînement fabriqué en acier, lequel est solidaire à l'arbre du moteur. Ce système d'entraînement est composé de trois parties essentielles, à savoir : un arbre supérieur, un arbre intermédiaire et un arbre inférieur. Il est conçu de telle sorte que l'arbre inférieur qui supporte l'agitateur soit amovible pour permettre une installation plus aisée de celui-ci et qu'il soit directement assemblé à l'arbre intermédiaire. Celui-ci comporte un alésage de même diamètre que celui de l'arbre supérieur, lequel est directement couplé à l'arbre du moteur. Cet alésage de l'arbre intermédiaire permet de coulisser celui-ci sur l'arbre supérieur. Ceci permet de régler, entre autre, la hauteur de dégagement de l'agitateur par rapport au support des échantillons.

Pendant l'essai, l'agitateur entraîne les particules abrasives et/ou le métal liquide contre la face exposée de chacun des 4 échantillons à tester (Figure 3.2). Comme on peut le remarquer sur la figure 3.1, l'agitateur (montré ici selon l'épaisseur dans le sens transversal) est fixé au-dessus du couvercle du four pour éviter que son support

métallique soit exposé à de hautes températures (ce qui peut endommager le moteur), mais surtout pour éviter qu'il soit attaqué par le métal liquide, le cas échéant. Un cône en acier est soudé sur un court arbre coulissant sur l'arbre porte-agitateur afin de minimiser le dépôt de poussière au voisinage du four lors des essais d'abrasion seule, de même que l'entrée d'air lors des tests en présence du métal liquide. Ce cône tourne dans un mélange de fines particules d'alumine contenues dans un anneau fait en béton réfractaire et qui est solidaire au couvercle du four. Cet anneau est fait plus haut que le couvercle pour renforcer la protection. Dans le cas d'essais en présence du métal liquide, un gaz neutre est injecté dans le creuset à travers des trous pratiqués dans le couvercle afin d'éviter la formation de corindon. En effet, comme on l'a vu, sa présence nuit à l'exécution des essais et conduit au blocage de l'agitateur et ultimement à sa brisure. De plus, en présence du corindon, l'extraction des échantillons devient très difficile et voire même impossible.

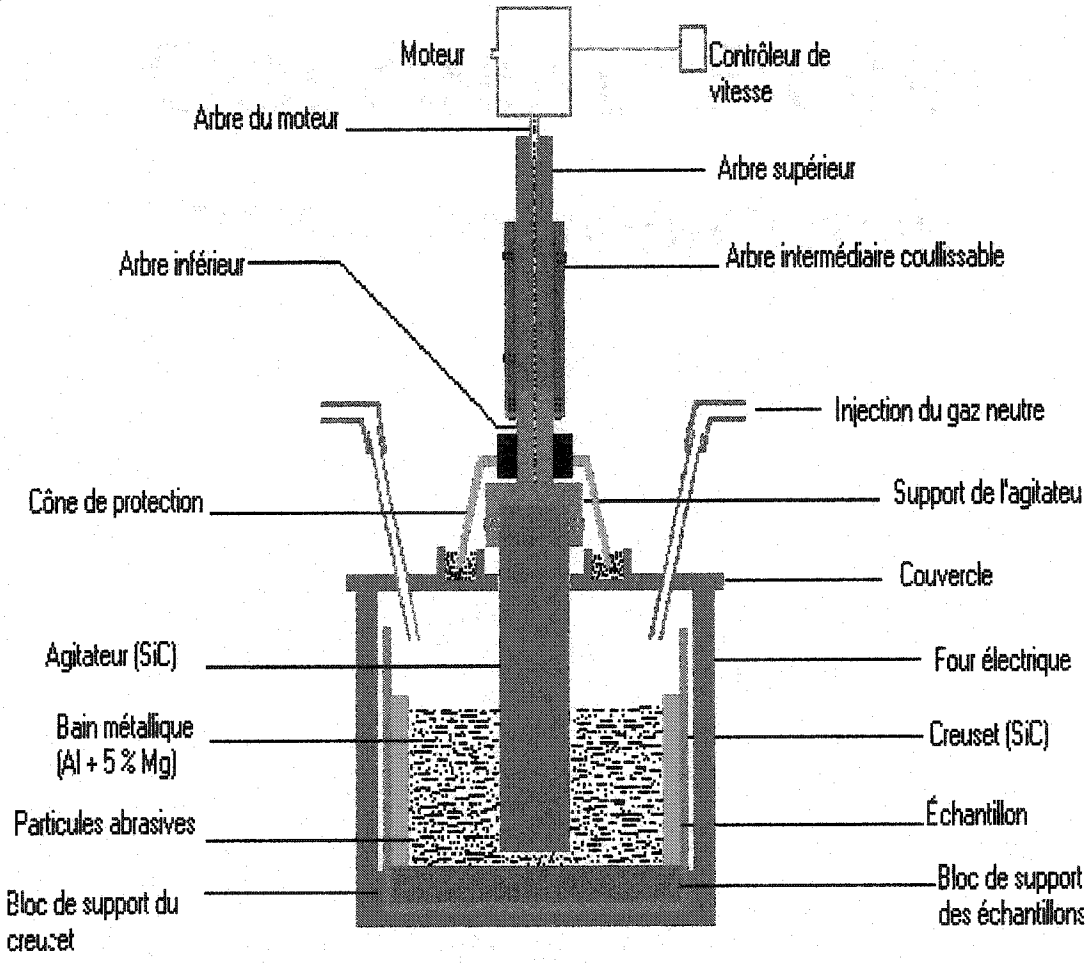


Figure 3.1 : Montage expérimental réalisé pour tester la résistance des matériaux réfractaires à l'action séparée ou combinée des mécanismes de dégradation par abrasion, érosion et corrosion.

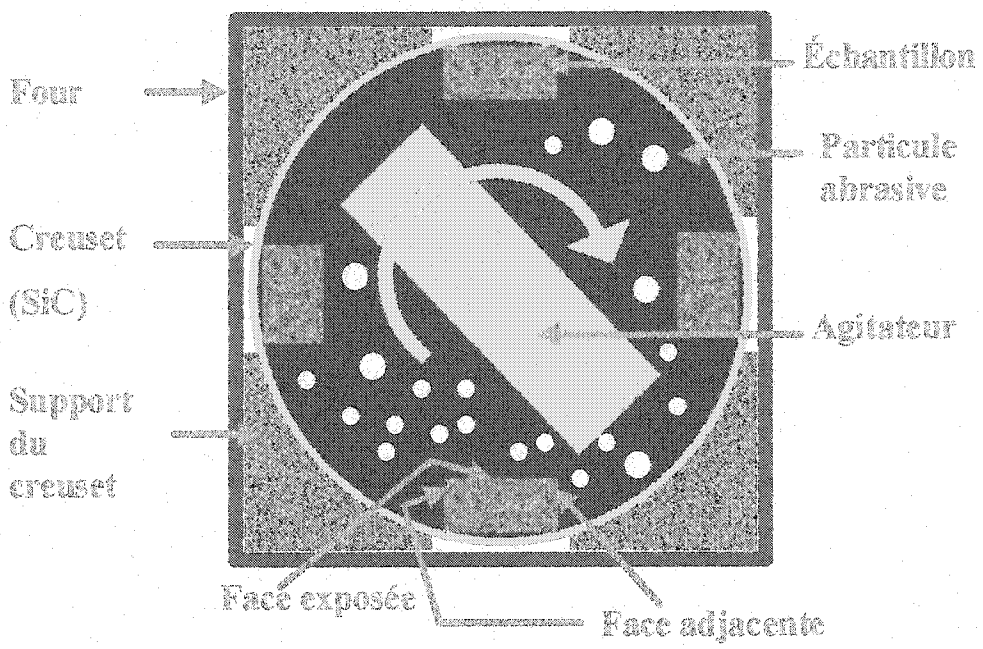


Figure 3.2 : Faces exposées et adjacentes ainsi que les bords de chargement et déchargement lors de l'usure par abrasion.

3.3.1 Facteurs d'influence de l'usure

Le degré d'usure est fonction de plusieurs paramètres d'influence. Il s'agit notamment de la géométrie des composantes, la nature de l'agitateur ainsi que sa dureté, la vitesse de rotation de celui-ci, la nature des particules abrasives de même que leur quantité et leur taille, sans oublier leur dureté et leur forme. Dans le cas d'essais

d'abrasion en présence du bain métallique, le ratio massique "particules/métal liquide" doit jouer un rôle important puisqu'il détermine la viscosité du mélange "particules - métal liquide".

Les paramètres géométriques tiennent compte de l'alignement de l'agitateur, de la largeur de celui-ci versus le diamètre du creuset, de la distance séparant les échantillons et l'agitateur, ainsi que du dégagement entre l'agitateur et le support des échantillons. Compte tenu du fait que le milieu est hautement abrasif, et que l'agitateur doit être en contact avec le métal liquide, il importe que ce dernier soit mécaniquement résistant et chimiquement inerte aux alliages d'aluminium.

Le temps d'essai et le renouvellement ou non des particules sont d'autres paramètres importants qu'il importe de considérer. Au bout d'un certain temps d'essai et selon la vitesse de rotation choisie, les particules abrasives s'émoussent et perdent leur pouvoir abrasif. Leur action se limite alors à un effet d'impact mécanique non accompagné d'enlèvement de matière.

Dépendamment de la composition chimique et minéralogique du réfractaire, la température d'essai peut influencer fortement le degré d'usure. En effet, au-delà d'une certaine température, on peut supposer que certains réfractaires développent une plasticité considérable par suite du ramollissement des phases vitreuses, ce qui peut affecter significativement leur comportement à l'usure.

3.3.2 Avantages du montage réalisé par rapport à ceux décrits dans la littérature

Par rapport aux montages répertoriés dans la littérature, celui que nous avons réalisé présente de multiples avantages :

1. Le plus grand avantage est qu'il permet de réaliser divers types d'essais :
   - essais d'abrasion à froid et à haute température ;
   - essais de corrosion dynamique,
   - essais-d'érosion avec de l'aluminium,
   - essais d'érosion-corrosion par différents alliages ;
   - essais d'abrasion-érosion-corrosion en faisant intervenir simultanément ou successivement l'action des particules abrasives et celle du métal liquide.

2. Le deuxième avantage réside dans le fait qu'une seule face peut être soumise à une forte dégradation alors que celles qui lui sont adjacentes sont peu ou presque pas dégradées.

3. Le troisième avantage de ce montage est qu'il permet de solliciter un échantillon dans la zone centrale de la face exposée pendant que ses extrémités restent intactes pour servir de zones de référence, notamment du point de vue morphologique. Ceci permet de mesurer les propriétés mécaniques résiduelles du matériau, telle que la force de rupture. Il s'agit d'une technique nouvelle d'évaluer la résistance à l'abrasion

et/ou à l'érosion d'un matériau réfractaire, laquelle s'ajoute à la technique classique de mesure de perte de poids. De plus, le fait d'user un échantillon dans sa région centrale permet de mesurer son épaisseur résiduelle et de calculer son module de rupture résiduel.

4. Le quatrième avantage de ce montage est qu'il permet d'ajuster la sévérité des conditions d'essai, ce qui permet d'évaluer la résistance à l'usure des matériaux réfractaires dont la résistance mécanique va de faible à forte.

5. Le fait de pouvoir varier la vitesse d'agitation et d'avoir des échantillons parallélepipèdiques disposés tel qu'indiqué précédemment (Figure 3.2), permet de mesurer l'effet de l'agitation sur la résistance à la corrosion du réfractaire. Ceci permet de choisir plus adéquatement les matériaux qu'il faut selon le niveau de turbulence du métal dans le four.

6. La méthode adoptée pour disposer les échantillons est très avantageuse puisqu'elle permet d'exposer une face de l'échantillon à la triple action de l'abrasion, de l'érosion et de la corrosion, pendant que les trois autres faces subissent l'effet combiné de l'érosion et de la corrosion. Ceci permet de connaître la contribution de l'abrasion sur la cinétique de corrosion, d'une part, et l'effet de la présence du métal sur la résistance à l'abrasion, d'autre part.

7. Le fait de tester simultanément 4 échantillons selon la disposition déjà mentionnée permet de réduire le vortex lors des essais réalisés en présence du métal liquide.

8. Enfin, en suspendant un dispositif d'impact mécanique à la place de l'agitateur et en confectionnant un creuset cylindrique dont le haut permet de loger l'échantillon en position de flexion 3-points, il y a lieu que le montage serve à des essais combinés d'abrasion, d'impact mécanique, d'érosion et de corrosion.

4. MATÉRIAUX TESTÉS ET PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

4.1 MATÉRIAUX ÉTUDIÉS

Différents matériaux réfractaires aluminosiliceux incluant des briques et des bétons denses ainsi que des bétons de moyenne densité ont été étudiés dans les présents travaux. La composition chimique de chacun de ces matériaux, telle que fournie par les fabricants, est donnée au tableau 4.1. Les briques sont désignées par le préfixe "BRI", suivi d'un chiffre indiquant leur numéro, alors que la désignation des bétons est précédée du préfixe "BET", suivi aussi d'un chiffre. Les matériaux denses (densité en vrac supérieure ou égale à 2,70 g/cm^3) comprennent les 4 briques (BRI-1 à BRI-4) et les six premiers bétons (BET-1 à BET-6) du tableau 4.1. Ils sont destinés au revêtement des fours de maintien et de refonte de l'aluminium. Les quatre autres bétons restants (BET-7 à BET-10) sont de moyenne densité (densité d'environ 2,0 g/cm^3) et sont destinés, quant à eux, au revêtement des dalots de coulée et de transfert du bain métallique vers les fours de maintien.

Le pourcentage d'alumine contenu dans les matériaux denses varie de 57,5% (BET-4) à 84% (BRI-2), alors que celui de la silice est compris entre 6% (BRI-3) et 24,8% (BET-4). Le béton BET- 4 renferme également une proportion importante (8,5%) de zircone (ZrO_2). Par contre, dans le cas des bétons de moyenne densité, le pourcentage d'alumine est compris entre 10% et 16%, alors que celui de la silice est compris entre 39% et 80% (Tableau 4.1). Comme on peut le remarquer dans le tableau

4.1, le béton BET-7 renferme également 35% de SiC. Le plus haut pourcentage d'alcalins (0,4%) est contenu dans la brique BRI-3 et le béton BET-3.

Tableau 4.1 : Composition chimique des matériaux testés.

Produit	Al_2O_3 (%)	SiO_2 (%)	Fe_2O_3 (%)	TiO_2 (%)	CaO (%)	MgO (%)	ZrO_2 (%)	SiC (%)	Alcalins (%)	Autres (%)
BET-1	82,8	10,8	1,2	2,4	1,9	0,2	-	-	0,2	-
BET-2	75/77	10,0	0,9	2,2	1,4	0,1			Tr.	
BET-3	82,0	11,0	1,0	1,6	2,4	-	-	-	0,4	-
BET-4	57,5	24,8	0,8	1,5	2,4	0,1	8,5	-	0,2	6,0
BET-5	83,6	9,8	1,5	2,6	1,3	-	-	-	0,2	-
BET-6	80,0	12,0	1,2	2,5	1,0	0,2	-	-	0,2	-
BET-7	10,0	39,0	-	-	3,0	-	-	35,0	-	13,0
BET-8	16,0	80,0	-	-	4,0	-	-	-	-	-
BET-9	variante du béton BET-8									
BET-10	18,8	70,8	0,13	<0,1	5,77	<0,1	-	-	0,19	2,12
BRI-1	83,5	11,8	1,3	2,8	<0,01	<0,01	-	-	<0,01	-
BRI-2	84,0	9,0	1,0	2,5	-	-	-	-	-	-
BRI-3	79,0	6,0	1,3	2,8	0,2	0,3	-	-	0,4	-
BRI-4	83,0	10,0	<1,4	-	-	-	-	-	-	-

4.2 PROCÉDURES EXPÉRIMENTALES

Cette section résume d'abord les méthodes de préparation des échantillons testés, puis présente par la suite la méthodologie expérimentale suivie pour chaque type de test d'intérêt.

4.2.1 Préparation des échantillons

Les bétons denses ont été mis en forme par nous-mêmes, à partir d'un mélange de composants fournis par les fabricants sous-forme de matières pulvérulentes. Leur mise en forme s'est effectuée par coulage, après mixage des composants pendant environ cinq minutes dans un malaxeur (Hobart) et au cours duquel de l'eau de gâchage a été ajoutée dans les limites des proportions prescrites par le fabricant. Le coulage s'est effectué dans un moule métallique avec vibration dans le cas des bétons BET-1, BET-2, BET-3 et BET-4, et sans vibration dans le cas des bétons BET-5 et BET-6 puisqu'ils sont auto-coulables (self-flow castables). Les bétons étaient ensuite séchés dans le moule pendant 48 heures à température ambiante, puis démoulés et séchés dans l'étuve à 110°C pendant d'autres 48 heures. Par la suite, ils étaient cuits à un taux de 1°C/minute à différentes températures comme suit: 800°C, 1000°C et 1350°C dans le cas du béton BET-4, 1200°C dans le cas des six bétons denses et 1450°C dans le cas des bétons BET-1 et BET-2. Le but de cuire certains matériaux à plusieurs températures était d'étudier l'évolution de la minéralogie et des propriétés physico-mécaniques et thermiques du matériau en fonction de la température de cuisson, mais également d'étudier l'effet de celle-ci sur son comportement sous différents mécanismes de dégradation.

Les bétons à moyenne densité ont été reçus à vert, puis ils ont été cuits à 1200°C à raison de 1°C/minute comme pour les bétons denses. Que ce soit dans le cas des bétons denses ou moins denses, le temps de frittage a été de 5 heures et le taux de refroidissement était identique à celui de cuisson. Les briques, quant à elles, ont été reçues à l'état précuit et sans spécifications relatives aux conditions de cuisson.

Des échantillons paralléllepipèdiques de 6×1×1 pouces de dimensions ont été par la suite découpés dans les différents bétons et briques, puis rectifiés. Une partie des échantillons a servi pour la mesure des propriétés physico-mécaniques à l'état précuit, pendant qu'une autre devait être utilisée pour tester soit la résistance à l'abrasion, aux chocs thermiques et à la corrosion, ou bien pour étudier l'effet de la corrosion sur les propriétés mécaniques, de même que l'effet du choc thermique sur la corrosion.

4.2.2 Mesure de propriétés mécaniques et physiques

Avant d'entamer les essais de dégradation des matériaux par les différents mécanismes, il fallait d'abord caractériser ces matériaux après cuisson en mesurant leurs propriétés mécaniques et physiques. Les différentes méthodes utilisées pour mesurer les propriétés d'intérêt sont résumées dans les sous-sections qui suivent.

4.2.2.1 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques mesurées sont la contrainte à la rupture (couramment appelé module de rupture dans la technologie des céramiques et réfractaires), σ; le module d'élasticité, E ; la ténacité, K_{IC} ; ainsi que l'énergie de rupture, γ_{wof}.

La contrainte à la rupture a été mesurée en soumettant les échantillons à un essai de flexion 3-points. Le module d'élasticité a été mesuré par une méthode non destructive de résonance acoustique en utilisant l'appareil Grindo-sonic. L'énergie de rupture a été mesurée en soumettant un échantillon avec une entaille en chevron (Figure 2.11) à un essai de flexion 3-points, tel que défini antérieurement dans la section 2.1.4.3. La ténacité, K_{IC}, a été mesurée en soumettant des échantillons à entaille droite à un essai de flexion 3-points. En fait, la procédure consiste à mesurer, selon la norme ASTM E-399 [59], la force maximale atteinte lors d'un essai de flexion 3-points sur des échantillons comportant une entaille droite de 0,4 mm de largeur et 3 mm de hauteur. À l'aide de la force "F" ainsi mesurée, la ténacité a été déterminée à partir de l'équation de Sakai [60] donnée ci-dessous. Celle-ci est fonction de la géométrie de l'échantillon.

$$K_I = \frac{FY}{b\sqrt{t}} \qquad (57)$$

où le facteur "Y" est calculé à partir de la relation suivante :

$$Y(\alpha) = (\frac{l}{t})\left[\frac{3\alpha^{1/2}}{2(1-\alpha)^{3/2}}\right]\left[1{,}99 - 1{,}33\alpha - (3{,}49 - 0{,}68\alpha + 1{,}35\alpha^2)\frac{\alpha(1-\alpha)}{(1+\alpha)^2}\right] \qquad (58)$$

Sachant que $\alpha = \frac{a}{t}$

Où:

a = profondeur de l'entaille,

b = largeur de l'échantillon,

t = épaisseur de l'échantillon,

l = longueur de l'échantillon.

4.2.2.2 Propriétés physiques

Les propriétés physiques mesurées concernent la porosité apparente, les densités apparente et en vrac ainsi que le coefficient d'expansion thermique. La porosité apparente (P_{app}) ainsi que les deux densités (densité en vrac "ρ_{bulk}" et densité apparente "ρ_{app}") ont été mesurées selon la norme ASTM- C-830-88 [15]. Tel qu'énoncé dans la section 2.1.4.4, le poids des échantillons à sec a d'abord été enregistré. Par la suite, les échantillons étaient maintenus dans une cloche sous-vide pendant trente minutes en vue d'évacuer les pores. Nous avons fait entrer par la suite de l'eau sous-vide pendant 5 minutes jusqu'à ce que les échantillons deviennent complètement immergés. Par la suite, les échantillons immergés ont été laissés à la pression atmosphérique pendant une heure pour que l'eau s'infiltre dans le maximum de pores. Ensuite, le poids de chaque

échantillon a été mesuré pendant que celui-ci était suspendu dans l'eau. Après cela, le poids de l'échantillon mouillé était mesuré après essuyage de l'eau superficielle à l'aide d'un chiffon humide. Les trois mesures de poids ont alors servi pour calculer la porosité apparente et les deux densités, en utilisant les équations données dans la section 2.1.4.4.

Coefficient d'expansion thermique

Le coefficient d'expansion thermique, α, a été mesuré à l'aide d'un dilatomètre. La procédure a consisté au chauffage contrôlé d'un échantillon cylindrique de 55 mm de longueur et 15 mm de diamètre jusqu'à 950°C, puis à son refroidissement de façon tout aussi contrôlée jusqu'à la température ambiante. Le déplacement dû à la variation de la température est mesuré à l'aide d'un tensiomètre actionné par un poussoir en alumine. La valeur lue représente le déplacement de l'échantillon et du poussoir. Une correction tenant compte de ce poussoir devait se faire pour obtenir le déplacement réel de l'échantillon. Le coefficient d'expansion thermique, α, était déterminé par la suite en mesurant la pente de la courbe "allongement relatif versus température", c'est-à-dire,

$\varepsilon = \alpha \Delta T$.

4.2.3 Calcul des paramètres caractéristiques importants

À partir des propriétés mesurées, certains paramètres caractéristiques du matériau ont été calculés. Il s'agit notamment du paramètre de résistance à la fissuration due aux chocs thermiques, R, et surtout des paramètres de résistance à l'endommagement par choc thermique définis par Hasselman; c'est-à-dire les paramètres R"" et R_{st} présentés antérieurement dans la section 2.5.4. L'énergie de rupture effective, γ_{nbt}, laquelle représente aussi un paramètre de résistance à la fissuration, a aussi été calculée à partir des valeurs de la ténacité (K_{IC}) et du module d'élasticité (E), tel qu'exprimé dans l'équation donnée ci-dessous. Ces différents paramètres de performance servent de base pour l'interprétation des différents résultats qui seront présentés dans le chapitre 5.

$$\gamma_{nbt} = \frac{K^2_{IC}}{2E} \qquad (59)$$

4.2.4 Analyse minéralogique

Des analyses minéralogiques ont été effectuées dans le cas des bétons BET-1, BET-2, BET-3 et BET-4 après cuisson aux différentes températures indiquées ci-dessus (section 4.2.1). La procédure expérimentale a consisté à briser un échantillon réfractaire en plusieurs morceaux à l'aide d'un marteau, puis à broyer ceux-ci à l'aide de 3 niveaux

de broyeurs jusqu'à l'obtention d'une poudre fine. Celle-ci était soumise par la suite à l'analyse de diffraction aux rayons X, en utilisant un diffractomètre à poudre "Siemens D5000" muni d'une source de radiations rayons-X Cukα. Les analyses qualitative et semi-quantitative de phases présentes ont été effectuées en se servant d'un logiciel DIFFRAC-AT. La composition minéralogique semi-quantitative a été déterminée en considérant l'aire des pics majeurs des phases détectées.

4.2.5 Procédure expérimentale adoptée avant chaque test de simulation

Du fait que les réfractaires sont des matériaux fragiles et qu'ils peuvent subir des chocs mécaniques accidentels qui pourraient fausser leurs comportements, tous les échantillons devant être soumis aux différents mécanismes de dégradation ont d'abord subi un test de mesure du module d'élasticité dynamique par la méthode grindo-sonic. Il s'agit d'un test non destructif et très sensible à la présence des fissures, ce qui permet de détecter d'éventuels défauts de fabrication et de manutention qui sont présents dans les échantillons, et de rejeter les échantillons endommagés.

4.2.6 Tests de chocs thermiques

Le revêtement réfractaire des fours de maintien et de refonte de l'aluminium fait face à la dégradation par choc thermique chaque fois que la température du four est variée brusquement. C'est notamment lors de l'ouverture des portes en vue du chargement des lingots ou pour enlever des oxydes à la surface du bain.

Pour étudier la dégradation des réfractaires aluminosiliceux par choc thermique, nous avons exécuté des tests de chocs thermiques simples puis des tests de chocs thermiques répétitifs et cycliques. Les tests de chocs thermiques critiques simples ont été exécutés sur la totalité des matériaux présentés antérieurement au tableau 4.1. Par contre, comme on le verra dans le chapitre des résultats, les chocs thermiques répétitifs et cycliques ont été exécutés sur une partie des matériaux.

Dans le cas des chocs thermiques simples, la procédure expérimentale a consisté à chauffer les échantillons à 900°C au taux de 3°C/minute, à les y maintenir pendant une heure pour qu'il y ait homogénéisation de la température dans les échantillons, puis à les tremper dans l'eau à 20 °C. Cette température de trempe était maintenue par l'alimentation en continu d'eau froide durant la trempe. Par la suite, les échantillons trempés étaient séchés dans l'étuve à 110°C pendant plus de 10 heures, puis les valeurs résiduelles du module de rupture et du module d'élasticité étaient mesurées. Les valeurs relatives des deux propriétés étaient aussi calculées. Par la suite, ces valeurs résiduelles absolues et relatives étaient mises en corrélation avec les différentes propriétés du

matériau d'une part, ainsi qu'avec les différents paramètres de résistance aux chocs thermiques, d'autre part.

Concernant les chocs thermiques répétitifs, les échantillons étaient chauffés à 900°C, température à laquelle ils étaient maintenus pendant 24 heures avant d'être trempés dans l'eau comme précédemment. Ils étaient ensuite séchés puis chauffés et maintenus à 900°C pendant encore 24 heures, puis trempés de nouveau dans l'eau. L'opération reprenait après chaque période de 24 heures et ce durant 4 jours. Les valeurs résiduelles du module de rupture étaient mesurées uniquement au bout du premier et du dernier choc thermique et les valeurs relatives étaient calculées.

Pour ce qui est des chocs thermiques cycliques, les échantillons étaient chauffés à 900°C, puis maintenus à cette température pendant 1h, comme dans le cas du choc thermique simple, avant d'être cycliquement trempés dans l'eau à 20°C et réintroduis dans le four, puis trempés de nouveau jusqu'à la cinquième trempe. Cependant, à la fin de chaque cycle, trois échantillons de chaque matériau étaient séchés puis soumis au test de résonance acoustique puis à celui de flexion 3-points afin de mesurer les valeurs résiduelles du module d'élasticité et du module de rupture, respectivement. Les valeurs relatives de ceux-ci étaient aussi déterminées pour être interprétées en fonction des propriétés origianles du matériau, et des différents paramètres d'endommagement.

4.2.7 Tests de corrosion

Nous avons effectué deux types de tests de corrosion, à savoir les tests de corrosion par immersion totale et ceux par immersion partielle. Les deux tests ont été effectués à 900°C. Les essais ont duré 4 jours dans les deux cas.

4.2.7.1 Tests de corrosion par immersion totale

Pour ce qui concerne les tests de corrosion par immersion totale, nous avons d'abord testé des échantillons provenant des 6 bétons denses (BET-1 à BET-6) précuits à 1200°C et des 4 briques (Tableau 4.1), en utilisant des échantillons de 2×1×1 pouces de dimensions, tel que requis par le test standard CIREP (sauf qu'ici la température était de 900°C au lieu de 850°C). Le test consiste à chauffer les deux échantillons réfractaires avec 2 kg d'Al, auxquels on ajoute 5% de Mg dès la fusion de la charge. Après chaque intervalle de 24 h, on écume les oxydes qui se forment à la surface du bain, puis on ajoute 2% Mg pour compenser les pertes par évaporation. À la fin du test, les échantillons étaient retirés du four puis refroidis et sectionnés afin de caractériser leur niveau de corrosion.

Cependant, vu que nous projetions de faire interagir ultérieurement la corrosion et les chocs thermiques, et qu'en plus nous envisagions d'étudier l'effet de la corrosion sur les propriétés mécaniques, certains matériaux ont été soumis à un nouveau test de corrosion par immersion totale en utilisant des échantillons plus grands. Il s'agit d'échantillons ayant les mêmes dimensions (6×1×1 pouces) que ceux utilisés pour la

mesure des propriétés mécaniques originales et pour les tests de chocs thermiques et d'abrasion. L'effet du choc thermique sur la corrosion, de même que celui de la corrosion sur les propriétés mécaniques et physiques est davantage mis en évidence à partir d'échantillons de plus grande taille.

Par ailleurs, comme un des objectifs de la thèse consiste à établir la corrélation entre la résistance à la corrosion et aux chocs thermiques ainsi qu'à l'abrasion des réfractaires, il était logique de tester la résistance à la corrosion sur des échantillons de mêmes dimensions que ceux des deux autres mécanismes de dégradation. Ceci permet de minimiser l'effet de l'inhomogénéité due au volume de matière des échantillons testés. Ces nouveaux tests de corrosion ont été effectués dans un creuset plus grand que celui généralement utilisé dans le cas du test standard CIREP, et en présence d'une quantité plus élevée de métal (4,4 kg d'aluminium). Ce genre de test était indispensable puisque les résultats devaient servir de référence pour une meilleure mise en évidence de l'effet du choc thermique sur la résistance à la corrosion.

4.2.7.2 Tests de corrosion par immersion partielle

Les essais de corrosion par immersion partielle ont été exécutés en immergeant partiellement 3 échantillons de réfractaire dans 4,4 kg de l'alliage Al-5% Mg. Comme dans le cas des tests d'immersion totale, une addition de 2% Mg a été effectuée pour les mêmes raisons que ci-haut, après chaque période de 24 h, et après écumage des oxydes formés à la surface du bain. Comme précédemment, les échantillons étaient refroidis à

l'extérieur du four, puis sectionnés longitudinalement pour observer le niveau de dégradation.

4.2.7.3 Tests pour l'étude de l'effet de la corrosion sur les propriétés physiques et mécaniques

La procédure expérimentale utilisée pour mesurer l'effet de la corrosion sur les propriétés mécaniques est presque similaire à celle du deuxième type d'essais de corrosion par immersion totale (échantillons de 6x1x1 pouces). Cependant, deux points essentiels distinguent cette nouvelle procédure de la précédente.

En effet, contrairement aux précédents essais de corrosion par immersion totale, au bout desquels les échantillons étaient sortis immédiatement du four et refroidis à l'air libre ; dans le cas présent, ils étaient refroidis à l'intérieur du four, dans un deuxième creuset prévu à cette fin, dès leur sortie du bain. Cette procédure avait pour but de minimiser l'effet du choc thermique sur les propriétés résiduelles à mesurer. Les échantillons n'étaient donc retirés du four qu'après refroidissement complet de celui-ci.

Le deuxième point important de cette nouvelle procédure expérimentale est que les échantillons étaient ensuite rectifiés, après découpage d'éventuelles bosses de métal solidifié. Après rectification, ils étaient séchés à 110°C pendant 24 h, puis soumis à des mesures de porosité et de densité, de module d'élasticité et de module de rupture.

4.2.8 Effet du choc thermique sur la résistance à la corrosion et effet combiné des deux mécanismes

Pour étudier l'effet du choc thermique sur la résistance à la corrosion, nous avons utilisé la même quantité de métal que dans le deuxième type d'essai d'immersion totale décrit ci-haut. Les essais ont été exécutés à 900°C pendant 4 jours comme dans le cas susmentionné. La procédure expérimentale adoptée a consisté au chauffage des échantillons en présence de 4,4 kg d'aluminium jusqu'à la température d'essai. Après une heure de maintien en température, les échantillons étaient choqués sur une seule face au moyen d'une plaque métallique de cuivre refroidie à l'eau. Ils étaient ensuite réintroduits dans le métal liquide en veillant à ce que ce soit la même face qui soit choquée lors des chocs thermiques subséquents. La température du four était ensuite baissée en dessous de 800°C pour ajouter le 5% de Mg, puis remontée par la suite à 900°C. Après 24 h de corrosion, les oxydes étaient écumés et les échantillons étaient choqués de nouveau sur la plaque (sur la même face), puis réintroduits dans le bain. L'addition de 2% Mg était effectuée avant de poursuivre le processus de corrosion pendant une autre période de 24 heures. L'opération était répétée périodiquement et, au bout du quatrième jour de corrosion, les échantillons étaient refroidis à l'extérieur du four puis sectionnés longitudinalement pour observer leur niveau de détérioration.

4.2.9 Tests d'abrasion

Comme dans le cas des échantillons soumis aux essais de chocs thermiques et de corrosion, les échantillons à soumettre aux essais d'abrasion ont été préalablement soumis au test non destructif de mesure du module d'élasticité. Ensuite, la procédure expérimentale a consisté à installer verticalement les échantillons dans le bloc de support, tout en les soutenant solidement sur un tiers de leur longueur. Leur partie centrale était ensuite usée à l'aide de particules abrasives entraînées à haute vitesse, par un agitateur en carbure de silicium (SiC) à liaison nitrure (Si_3N_4) et ayant 320 mm de longueur, 73 mm de largeur et 25 mm d'épaisseur. Quatre échantillons étaient testés simultanément pour chaque matériau.

Les autres paramètres expérimentaux qui ont été considérés sont les suivants :

- Vitesse de rotation : 270 tours/minute
- Temps d'essai : 2h30
- Nature des particules abrasives : alumine tabulaire
- Quantité de particules abrasives : 2 kg
- Taille des particules abrasives : 1/4 à 8 mesh
- Distance de dégagement entre l'agitateur et le support des échantillons : 8 mm
- Distance entre l'agitateur et les échantillons : 10 mm
- Renouvellement de particules : non

La profondeur des trous du bloc de support où logent les échantillons a été pratiquée de manière à ce que la longueur de la partie soutenue de l'échantillon soit égale à celle de sa partie non abrasée du haut. Cet aspect est également fonction de la vitesse de rotation choisie et de la quantité de particules utilisée.

L'usure par abrasion a été évaluée en mesurant la perte de poids et la profondeur d'usure ainsi qu'en observant la morphologie de la surface usée, d'une part ; et en mesurant la force de rupture résiduelle, d'autre part. Ceci permettait de déterminer le module de rupture résiduel.

4.2.10 Calculs statistiques

Des calculs statistiques ont été effectués, notamment pour déterminer le coefficient de corrélation entre certains résultats expérimentaux selon la relation suivante :

$$Corr(x,y) = \frac{\mathrm{cov}(x,y)}{\sqrt{V(x) \times V(y)}} \qquad (60)$$

où : cov (x,y) = covariance entre les variables x et y

V(x), V(y) = variance des variables x et y, respectivement.

5. PRÉSENTATION ET DISCUSSION DES RÉSULTATS

5.1 INTRODUCTION

Le présent chapitre est consacré à la présentation et à la discussion des différents résultats obtenus au cours des divers tests expérimentaux que nous avons effectués. Il s'agira d'abord de présenter et de commenter les valeurs concernant les propriétés caractéristiques des matériaux testés. Par la suite, nous présenterons et discuterons séparément des résultats obtenus lors des tests simulant les trois mécanismes de dégradation faisant l'objet de cette étude, c'est-à-dire les chocs thermiques, la corrosion et l'abrasion. Après cela, nous ferons une analyse comparée de ces trois types de résultats en vue de déterminer s'il y a lieu d'établir, ou pas, une quelconque corrélation entre ces trois mécanismes étudiés et d'essayer d'en expliquer le pourquoi. Ensuite, nous présenterons et discuterons des résultats concernant l'interaction entre le choc thermique et la corrosion. Il importe de préciser que les résultats concernant la corrosion comprennent aussi ceux des tests supplémentaires exécutés dans le but d'étudier l'effet de la corrosion sur les propriétés physiques et mécaniques d'un réfractaire.

5.2 PROPRIÉTÉS ORIGINALES DES MATÉRIAUX ÉTUDIÉS

Cette section présente les résultats obtenus lors des mesures des propriétés mécaniques et physiques des dix bétons (BET-1, BET-2, BET-3, BET-4, BET-5, BET-6, BET-7, BET-8, BET-9 et BET-10) et quatre briques (BRI-1, BRI-2, BRI-3 et BRI-4) étudiés, tels que précuits. Du fait que les bétons BET-1, BET-2 et BET-4 ont été précuits à trois, deux et quatre températures différentes, respectivement; le nombre total de matériaux testés s'élève à vingt. Dans le cas des bétons, la température de cuisson est mentionnée entre parenthèses à droite du symbole désignant le matériau. Les propriétés mécaniques mesurées concernent la résistance à la rupture, σ; le module d'élasticité, E; l'énergie de rupture, γ_{wof} ; et la ténacité, K_{IC}. Les propriétés physiques qui ont été mesurées sont la densité apparente, ρ_{app} ; la densité en vrac ou "bulk", ρ_{bulk} ; la porosité apparente, P_{app} et le coefficient d'expansion thermique, α. Les valeurs moyennes mesurées pour ces différentes propriétés sont condensées dans le tableau 5.1.

Sur base des valeurs présentées au tableau 5.1, il apparaît que les bétons de moyenne densité (BET-8, BET-9 et BET-10) présentent une très faible résistance mécanique ($\sigma_0 < 10{,}0$ MPa). À l'opposé, les bétons denses BET-2 et BET-4 ont la plus grande résistance mécanique ($\sigma_0 \geq 24{,}0$ MPa) lorsque précuits à 1450°C et 1200°C, respectivement. Les bétons BET-2 et BET-7 précuits à 1200°C, et BET-4 préalablement précuit à 800°C ainsi que la brique BRI-1 offrent une faible résistance mécanique ($\sigma_0 < 14{,}5$ MPa), alors que le restant d'autres matériaux testés sont de moyenne résistance mécanique (15,0 MPa $\leq \sigma_0 \geq$ 20,0 MPa).

L'analyse globale des résultats relatifs aux propriétés mesurées mène aussi à la conclusion que la contrainte à la rupture (σ_0) et le module d'élasticité (E_0) varient dans le même sens (Figure 5.1). En effet, leur degré de corrélation globale s'élève à 89,4%. Ceci approuve notre démarche expérimentale de toujours soumettre, au test du module d'élasticité dynamique par Grindo-sonic, les échantillons réfractaires destinés aux différents tests de simulation de la dégradation. Il est à noter que l'indice "0" appliqué au symbole de chacune de ces deux propriétés signifie qu'il s'agit des valeurs originales du matériau tel que précuit.

Tableau 5.1 : Propriétés mesurées.

Matériau	σ_0 (MPa)	E_0 (GPa)	γ_{wof} (J/m^2)	$10^6 x\alpha$ ($^oC^{-1}$)	K_{IC} ($MPa.m^{1/2}$)
BET-1 (1200°C)	19,4±3,9	54,5±3,6	53,0±0,6	7,6	2,22
BET-1 (1350 °C)	16,7±3,6	41,2±5,0	61,2±7,5	6,6±0,1	-
BET-1 (1450 °C)	19,0±1,4	45,9±1,0	55,9±9,7	7,5	-
BET-2 (1200 °C)	12,0±1,6	25,4±2,2	56,2±12,8	7,7	1,49
BET-2 (1450 °C)	25,9±3,2	61,6±7,5	67,4±19,1	8,2	-
BET-3 (1200 °C)	16,5±0,8	54,0±1,2	59,0	9,1	1,74
BET-4 (800 °C)	14,3±1,5	36,9±1,1	60,7±6,8	5,7±0,15	1,3±0,12
BET-4 (1000 °C)	17,8±0,6	44,9±2,2	48,2±2,1	5,9±0,05	-
BET-4 (1200 °C)	24,6±0,6	57,9±3,3	46,2±13,5	5,8±0,10	2,82
BET-4 (1350 °C)	20,3±3,2	51,1±1,7	45,3±2,2	6,8	-
BET-5 (1200 °C)	15,5±1,9	60,3±1,7	70,0	8,5	2,32
BET-6 (1200 °C)	15,7±4,1	47,6±0,5	114,4	8,9	1,52
BET-7 (1200 °C)	9,5±1,01	26,5±2,2	106,8±26,1	9,2	0,77±0,05
BET-8 (1200 °C)	4,7±0,7	10,8±1,5	41,6±3,8	-	0,53±0,04
BET-9 (1200 °C)	7,5±0,5	17,7±1,2	43,8±7,0	13,3	0,63±0,08
BET-10 (1200°C)	4,4±0,3	8,8±0,8	-	-	-
BRI-1	12,1±2,5	32,3±5,6	80,0	8,7	1,02
BRI-2	18,3±1,3	56,7±2,4	66,8	9,3	1,50
BRI-3	17,7±0,6	68,6±2,6	58,1	9,3	1,57
BRI-4	15,8±0,8	53,6±7,1	87,3	9,4	1,42

Tableau 5.1 : Propriétés mesurées (suite).

Matériau	P_{app} (%)	ρ_{app} (g/cm^3)	ρ_{bulk} (g/cm^3)
BET-1 (1200°C)	20,2±0,2	3,47±0,04	2,82±0,03
BET-1 (1350 °C)	17,9±1,2	3,43±0,01	2,82±0,04
BET-1 (1450 °C)	18,3±0,1	3,42±0,01	2,81±0,01
BET-2 (1200 °C)	20,7±0,5	3,42±0,07	2,8±0,04
BET-2 (1450 °C)	10,0±2,0	3,35±0,04	3,0±0,04
BET-3 (1200 °C)	21,6±0,7	3,52±0,02	2,75±0,02
BET-4 (800 °C)	16,1±0,4	3,17±0,05	2,74±0,01
BET-4 (1000 °C)	17,2±0,3	3,18±0,01	2,75±0,00
BET-4 (1200 °C)	17,0±0,3	3,21±0,07	2,71±0,02
BET-4 (1350 °C)	17,5±0,2	3,08±0,01	2,67±0,03
BET-5 (1200 °C)	16,9±0,1	3,33±0,02	2,72±0,01
BET-6 (1200 °C)	23,7±0,4	3,56±0,03	2,72±0,01
BET-7 (1200 °C)	26,3±1,5	2,8±0,01	2,1±0,04
BET-8 (1200 °C)	16,60±0,9	2,4±0,02	1,97±0,02
BET-9 (1200 °C)	18,34±0,4	-	1,95±0,1
BET-10 (1200°C)	14,9±0,4	2,43±0,01	2,1±0,02
BRI-1	18,0±0,1	3,56±0,01	2,92±0,01
BRI-2	14,5±0,2	3,47±0,01	3,0±0,01
BRI-3	14,7±1,4	3,51±0,02	3,04±0,01
BRI-4	17,9±0,8	3,54±0,01	2,86±0,06

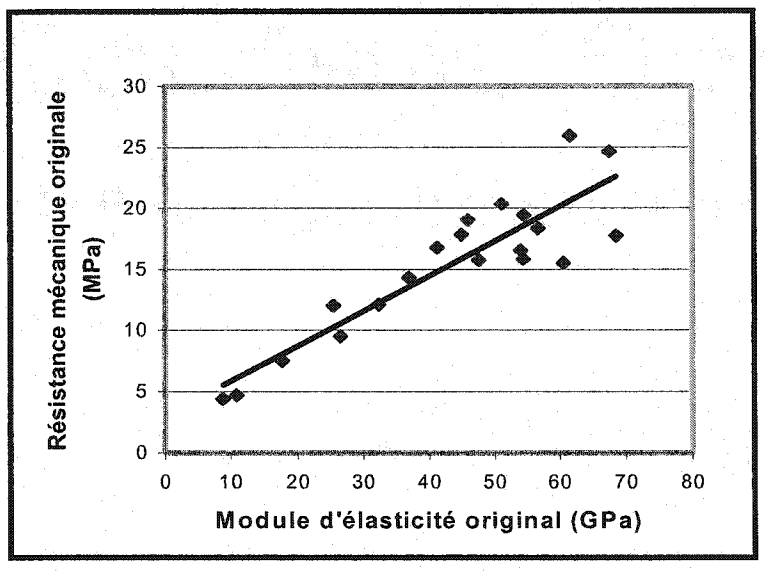


Figure 5.1 : Variation du module de rupture en fonction du module d'élasticité après cuisson pour les différents matériaux étudiés.

En analysant les valeurs des propriétés mécaniques et physiques des bétons BET-2 et BET-4 après leur cuisson à différentes températures (Tableau 5.1), on remarque un changement considérable de propriétés dû au frittage. En effet, dans le cas du béton BET-2, les valeurs de la résistance mécanique et du module d'élasticité ont presque doublé après cuisson à 1450°C (σ_0 = 25,9 ± 3,2 MPa et E_0 = 61,6 ± 7,5 GPa), comparativement à 1200°C (σ_0 = 12,0 ± 1,6 MPa et E_0 = 25,4 ± 0,6 GPa). En contre partie, sa porosité apparente qui était de 20,7% après cuisson à 1200°C a été réduite à

10,0% lorsque précuit à 1450°C. Ceci s'est traduit par une augmentation de la densité en vrac de près de 7% et une baisse de celle apparente d'environ 2,1%. Dans le cas du béton BET-4, les valeurs de la résistance mécanique et du module d'élasticité augmentent avec l'avancement du frittage jusqu'à 1200°C, puis diminuent par la suite, pendant que la température de frittage continue d'augmenter. Dans le cas réel, ceci montre l'importance de déterminer adéquatement, pour chaque matériau, la température de cuisson requise pour maximiser les propriétés favorisant la résistance au type de sollicitation prédominante dans la zone d'emplacement du matériau en service.

5.3 RÉSULTATS DES TESTS DE CHOCS THERMIQUES

Dans cette section, nous présentons les résultats obtenus après les tests de chocs thermiques simples, répétitifs et cycliques.

5.3.1 Chocs thermiques simples

Presque la quasi-totalité des matériaux présentés au tableau 5.1 (excepté le béton BET-10) ont subi un test de choc thermique simple selon la procédure décrite à la section 4.2.6. Tel que mentionné dans celle-ci, la résistance au choc thermique simple a été évaluée en mesurant les valeurs résiduelles de la contrainte à la rupture (σ_r) et du module d'élasticité (E_r), d'une part ; puis en calculant les valeurs relatives correspondantes, d'autre part. C'est-à-dire les valeurs des rapports σ_r/σ_0 et Er/E_0, respectivement. Les valeurs moyennes résiduelles et relatives obtenues pour ces deux propriétés sont données au tableau 5.2.

Les résultats obtenus dans le cas des bétons BET-2 et BET-4 après cuisson à différentes températures, montrent clairement que la température de frittage joue un rôle important sur le comportement au choc thermique des réfractaires. En effet, contrairement à son rôle généralement bénéfique pour la résistance mécanique originale, son augmentation, au-delà d'un certain seuil, conduit à une diminution très considérable de la résistance mécanique résiduelle (σ_r) et du module d'élasticité (E_r) après choc thermique, et par conséquent à un dommage important ; c'est-à-dire à des valeurs faibles

de σ_r/σ_0 et E_r/E_0 (Tableau 5.2). Cet effet est d'autant plus prononcé que la résistance mécanique originale du matériau est élevée. À titre d'exemple, la résistance mécanique du béton BET-2, lorsque précuit à 1450°C était de 25,9 MPa. Après un choc thermique sévère (ΔT = 880°C), elle chute à 5,1 MPa. Par contre, lorsque ce même matériau est précuit à 1200°C, sa résistance mécanique qui était de 12,0 MPa chute à 4,7 MPa pour ce même choc thermique. On voit que ces deux résistances mécaniques résiduelles sont presque égales alors que la résistance originale après cuisson à 1200°C est inférieure à la moitié de celle obtenue après cuisson à 1450°C. Ainsi, la perte de la résistance mécanique par choc thermique s'élève à environ 80% après cuisson à 1450°C, contre seulement 60% dans le cas de la pré-cuisson à 1200°C. En fait, pour un matériau donné, lorsque la température de cuisson augmente mais qu'elle demeure inférieure à la température de ramollissement, le frittage progresse suite au développement des liaisons céramiques qui conduisent à la densification du matériau, et par conséquent à l'amélioration des propriétés mécaniques dont la contrainte à la rupture. En contre partie, lorsqu'un tel matériau est soumis une variation brusque de température, les contraintes thermiques qui en découlent font que les fissures initiées se propagent plus rapidement que dans un matériau moins fritté possédant ainsi plus de pores, lesquels sont susceptibles de dévier les fissures au cours de leur propagation et/ou de les arrêter, le cas échéant.

Étant donné qu'il existe une corrélation positive (77%) entre les résistances mécaniques résiduelles et celles originales dans le cas de tous les bétons précuits à

1200°C (Figure 5.2), on peut en déduire que l'avancement du frittage est aussi bénéfique à la résistance mécanique résiduelle après choc thermique jusqu'à un certain seuil, au-delà duquel il devient néfaste. Ceci est confirmé par le degré de corrélation entre les deux résistances dans le cas des bétons BET-1, BET-2 et BET-4 précuits à 1200°C d'une part, et à 1350°C/1450°C, d'autre part. En effet, pour ces deux températures de cuisson, ce degré de corrélation s'élève à 94,2% et -78,1%, respectivement.

Tableau 5.2 : Valeurs résiduelles absolues (σ_r et E_r) et relatives (σ_r/σ_0 et E_r/E_0) de la résistance mécanique et du module d'élasticité après un choc thermique sévère ($\Delta T = 880^{\circ}C$).

Matériau	σ_r (MPa)	σ_r/σ_0 (%)	E_r (GPa)	E_r/E_0(%)
BET-1 (1200 °C)	6,7±0,7	35,3±6,8	24,2±1,4	44,4±1,2
BET- 1 (1350 °C)	7,6±2,0	47,3±19,44	20,6±2,0	50,0 ±1,4
BET-1 (1450 °C)	7,5±0,7	39,5±6,1	22,71,2	49,6±3,5
BET-2 (1200 °C)	4,7±0,2	40±6,9	12,2±2,0	47,7±4,3
BET-2 (1450 °C)	5,1±1,4	19,8±4,3	17,4±2,3	28,4±3,2
BET-3 (1200 °C)	5,7±1,04	34,2	23,1	42,9
BET-4 (800 °C)	8,9±0,3	62,8±4,8	25,6±0,6	69,3±0,6
BET-4 (1000°C)	9,4±0,9	52,9±3,9	30,3±0,9	67,7±2,8
BET-4 (1200 °C)	6,9±1,5	28,4±7,4	26,6±2,1	45,9±3,1
BET-4 (1350 °C)	5,1±0,3	25,2±1,2	17,2±0,1	33,7±1,3
BET-5 (1200 °C)	4,7±0,7	30,3	25,4±1,2	42,0
BET-6 (1200 °C)	7,3±0,11	46,6	23,7	49,8
BET-7 (1200 °C)	4,6±0,5	48,4	12,8±0,8	48,3
BET-8 (1200 °C)	3,4±0,2	72,3	10,0±0,5	92,6
BET-9 (1200 °C)	5,5±1,1	73,3	12,6±0,5	85,0±2,7
BRI-1	5,6	46,3	16,3	50,4
BRI-2	5,1	27,7	20,0	35,3
BRI-3	5,7±0,8	32,4	23,4±1,2	34,1
BRI-4	6,2±0,7	39,8	23,1±2,0	42,5

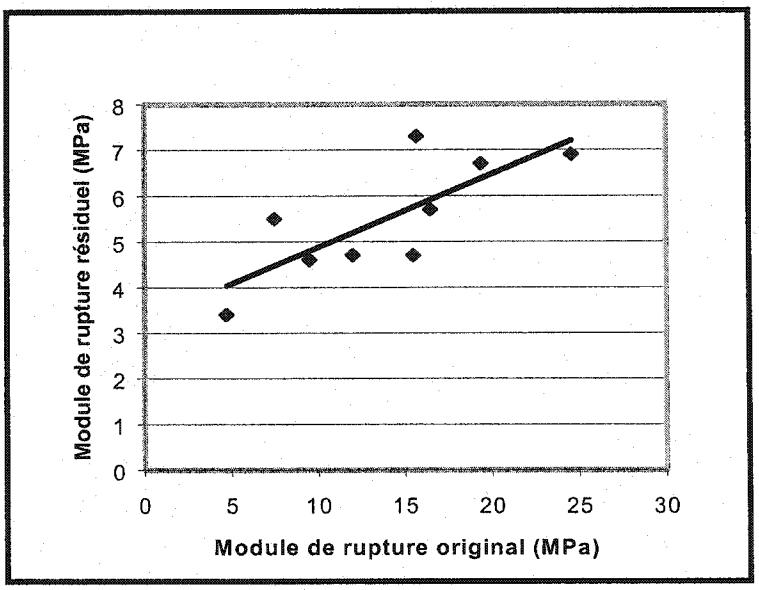


Figure 5.2 : Module de rupture résiduel versus module de rupture original dans le cas de bétons à haute et moyenne densité préalablement cuits à 1200°C.

Les résultats illustrés à la figure 5.3 montrent que la résistance à l'endommagement par choc thermique est généralement d'autant plus élevée que la résistance mécanique du matériau est faible ou moyenne.

Comme dans le cas des valeurs originales de la résistance mécanique et du module d'élasticité, l'analyse globale des valeurs résiduelles de ces deux propriétés montre qu'il existe une corrélation positive de 75,6% entre elles (Figure 5.4). De plus, une très bonne et positive corrélation (94,5%) est également observée entre leurs valeurs relatives, σ_r/σ_0 et E_r/E_0 (Figure 5.5). Ces trois niveaux de corrélation prouvent que ces deux

propriétés varient toujours dans le même sens. On peut en conclure que la connaissance de l'une d'elles donne une bonne indication sur l'autre.

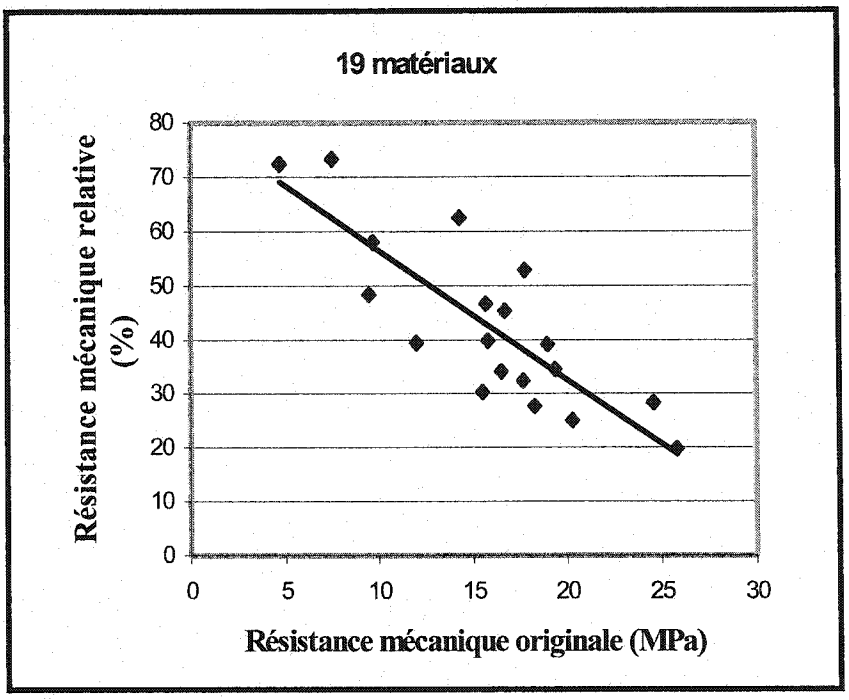


Figure 5.3 : Résistance mécanique relative après un choc thermique sévère en fonction de la résistance mécanique originale du matériau tel que précuit.

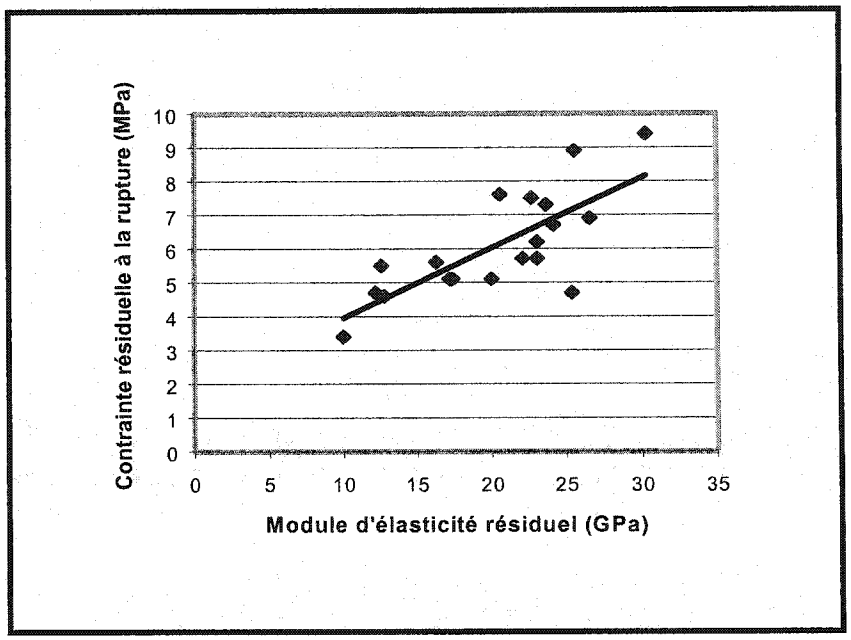


Figure 5.4 : Module de rupture résiduel versus module d'élasticité résiduel après un choc thermique sévère ($\Delta T = 880^{o}C$).

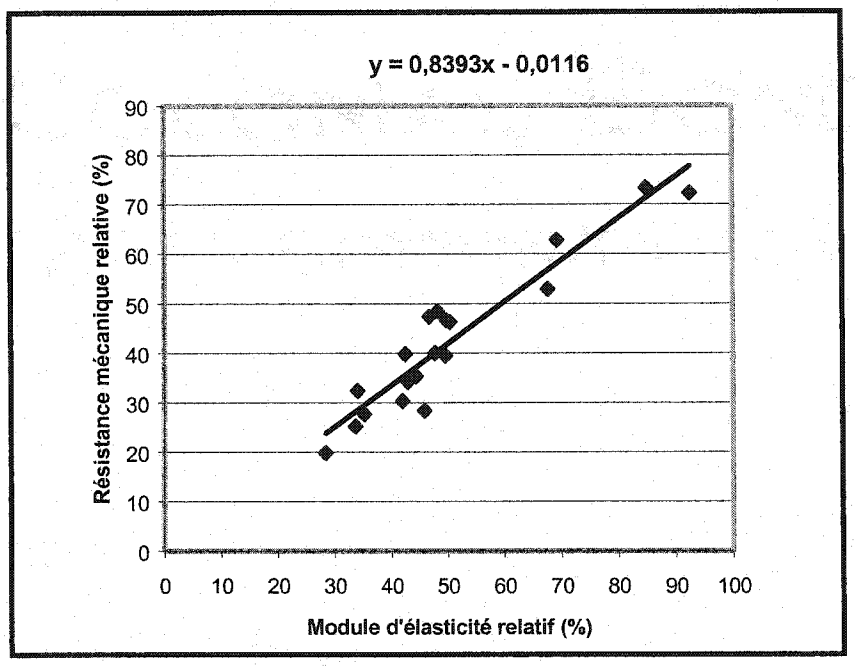


Figure 5.5 : Variation de la résistance mécanique relative versus module d'élasticité relatif après choc thermique simple à $\Delta T = 880^{\circ}C$.

En plus de l'attention portée sur la dégradation des propriétés mécaniques (σ et E), nous avons voulu mettre en évidence l'effet de la porosité sur la résistance à l'endommagement par choc thermique. La figure 5.6 illustre la variation de la résistance mécanique relative en fonction de la porosité apparente pour les 19 matériaux testés. Sur base de ces résultats, mis à part les 4 points expérimentaux qui s'écartent de l'allure plus générale, on remarque que l'augmentation de la porosité tend à favoriser la résistance à

l'endommagement d'un réfractaire par choc thermique. En effet, les pores peuvent dévier et/ou ralentir la propagation des fissures ou l'arrêter, le cas échéant.

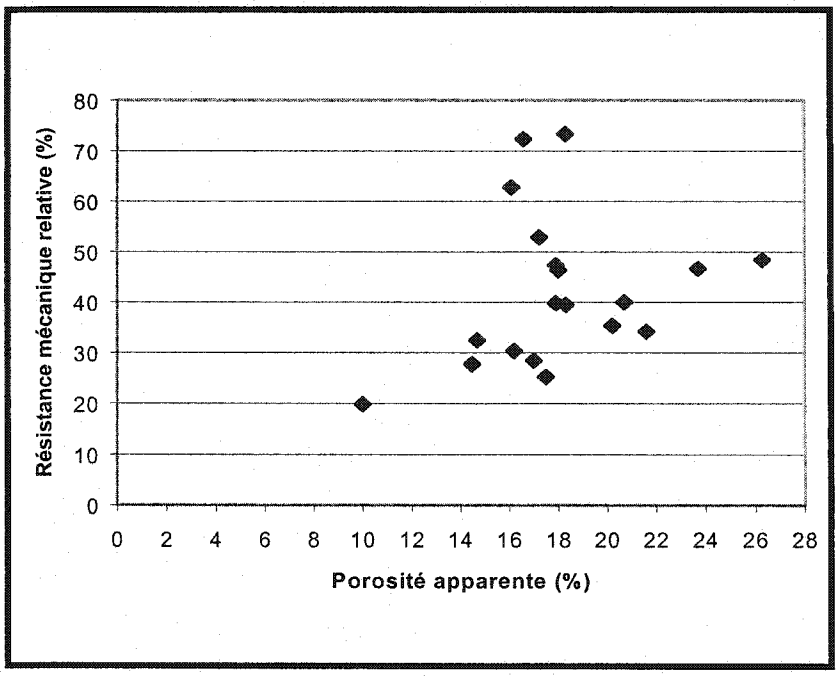


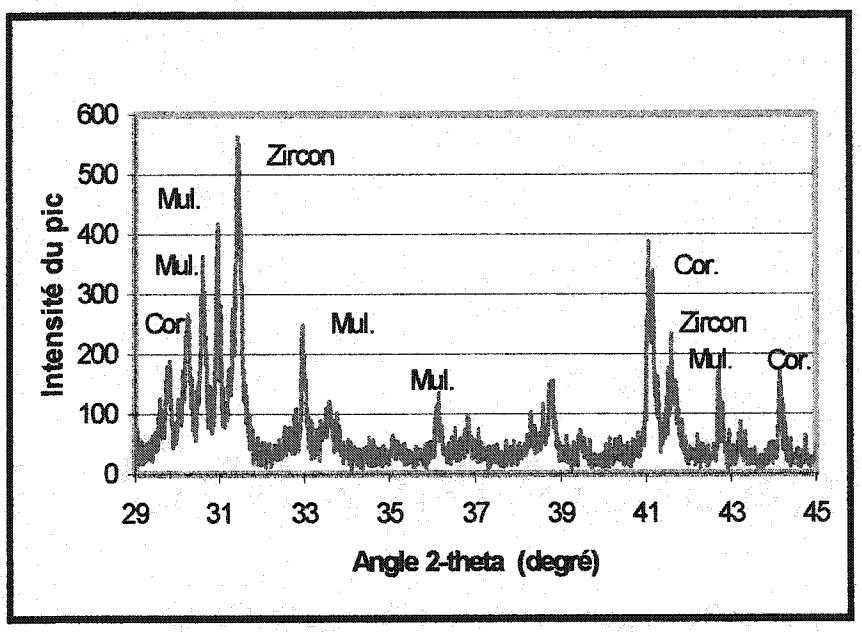
Figure 5.6 : Variation de la résistance à l'endommagement par choc thermique versus le pourcentage de porosité apparente pour 19 matériaux.

Concernant les 4 points qui sortent du commun (Figure 5.6), nous pensons que cela peut être dû, notamment, à la nature des phases en présence, à la taille des pores et/ou à la nature des agrégats. En effet, deux de ces quatre points, c'est-à-dire (16,1 ; 62,8) et (17,2 ; 52,9), appartiennent au béton BET-4 précuit à 800°C et à 1000°C,

respectivement. Pour ce cas, les résultats des analyses de diffraction rayons-x indiqués au tableau 5.3 montrent que ce béton renferme une proportion de zircon plus élevée que celle de chacune d'autres phases cristallines détectées pour cet intervalle de températures. Le spectre de diffraction rayons-x du béton BET-4 précuit à 800°C est illustré à la figure 5.7. Il montre que la présence du zircon est plus importante que celle des autres phases. Or, le zircon a un faible coefficient de dilatation thermique jusqu'à 1000°C (Carniglia et Barna, 1992), par rapport aux autres phases majeures présentes : le corindon et la mullite. Ceci explique la bonne corrélation observée entre le pourcentage d'intensité nette relative du zircon et la résistance mécanique résiduelle (95,1%) et relative (82,8%) après choc thermique. Par ailleurs, le coefficient d'expansion thermique du béton BET-4 précuit dans le domaine de températures allant de 800°C à 1200°C s'avère être le plus bas (α =(5,7 à 5,9) $x10^{-6}$) de ceux des autres matériaux denses testés (Tableau 5.1). Les deux autres points expérimentaux, à savoir : (16,6 ; 72,3) et (18,3 ; 73,3), appartiennent aux matériaux BET-8 et BET-9, lesquels sont en fait deux variantes d'un matériau renfermant presque les mêmes composants dont la silice est très majoritaire (Tableau 4.1). Vu que leur résistance mécanique est très faible, ils subissent moins de dommage par choc thermique parce qu'il ne se produit pas de propagation catastrophique des fissures préexistantes ou de celles initiées par les contraintes thermiques générées.

Tableau 5.3 : Pourcentage d'intensité nette relative de phases cristallines présentes dans les bétons BET-1, BET-2 et BET-4 après cuisson à différentes températures.

Matériau	**BET-1**			**BET-2**		**BET-4**			
Temp. de cuisson (°C)	**1200**	**1350**	**1450**	**1200**	**1450**	**800**	**1000**	**1200**	**1350**
Phases	**Intensité nette relative**								
Mullite	12,0	23,2	32	6,0	2,7	15,3	17,9	18,4	21,2
Corindon	66,8	59,4	55,8	50,0	60,2	13,6	18,7	24,5	30,7
Zircon	Tr.	Tr.	Tr.	-	-	28,4	27,4	23,4	12,7
Quartz	2,6	4,6	2,3	13,0	10,9	3,3	4,1	3,2	2,2
Cristobalite	12,8	5,0	2,9	6,0	3,7	0,3.	2,7	2,0	4,6
Hématite	0,2	0,1	0,2	1,9	2,1	2,4	4,7	4,8	4,5
Celsian	0,1	0,2	0,1	12,2	10,1	9,3	7,1	5,6	1,7
Anorthite	4,5	6,3	5,4	2,6	3,0	2,8	11,1	12,6	14,1
Rutile	0,4	0,4	0,4	7,9	7,4	0,3	2,5	2,1	4,2
Zircone	-	-	-	-	-	0,1	0,1	0,2	0,4
$CaZrO_3$	-	-	-	-	-	2,2	0,6	1,4	1,9
Periclase	0,8	0,9	1,1	1,6	0,8	1,0	0,8	0,3	0,4



Mul. = mullite ; Cor. = corindon.

Figure 5.7 : Spectre de diffraction rayons- x du béton BET-4 précuit à 800°C.

5.3.1.1 Corrélation de la résistance aux chocs thermiques avec les paramètres de performance de la littérature

À partir des valeurs originales des propriétés du matériau indiquées au tableau 5.1, nous avons calculé certains paramètres importants pour les corréler avec les valeurs de la résistance mécanique résiduelle (σ_r) et relative (σ_r/σ_0) obtenues après un choc thermique simple, en vue de savoir lequel contrôle mieux la résistance des réfractaires aux chocs thermiques. Il s'agit notamment du paramètre "R" qui a été défini à la section 2.5.3 (équation 39), et qui exprime la résistance à l'initiation des fissures. Il est surtout question des paramètres R""(équation 50) et "R_{st}" (équation 51) définis à la section 2.5.4 et qui représentent la résistance à la propagation des fissures courtes et longues, respectivement. Le paramètre "γ_{nbt}" défini à la section 4.2.3 (équation 60) a été également calculé, de même que le ratio "$\gamma_{nbt}/\gamma_{wof}$" ($\gamma_{wof}$ = énergie de rupture). Les résultats obtenus sont donnés au tableau 5.4.

Tel qu'indiqué dans le tableau 5.5, la corrélation de ces trois paramètres de performance (R, R"" et R_{st}) avec la résistance mécanique résiduelle (σ_r), d'une part, et avec celle relative (σ_r/σ_o), d'autre part, a été calculée pour l'ensemble des matériaux testés (exceptés les bétons BET-8 et BET-9), puis par groupes de matériaux. Ces groupes concernent les bétons BET-1, BET-2 et BET-4 précuits à 1200°C puis à 1350/1450°C, les briques, les bétons denses précuits à 1200°C et à toute température, les

briques considérées ensemble avec les bétons denses précuits à 1200°C, les bétons denses et le béton moins dense BET-7, le béton BET-4 précuit à quatre températures.

Sur base des résultats du tableau 5.5, on constate que le paramètre de résistance à l'initiation de fissures, R, a très peu d'influence sur la résistance mécanique résiduelle et relative des réfractaires après choc thermique. La seule fois qu'on note une bonne corrélation positive, surtout avec la résistance mécanique relative (83,9%), est lorsque les bétons BET-1, BET-2 et BET-4 sont précuits à plus haute température (1350°C/1450°C). À cette même température, nous observons également une bonne corrélation entre les paramètres de résistance à la propagation de fissures courtes (R""), et longues (R_{st}) avec ces résistances mécaniques résiduelle et relative (Tableau 5.5). Ceci est expliqué par le fait que la résistance mécanique résiduelle est bien positivement corrélée avec celle relative (95,9%). Ainsi, après cuisson à 1350°C/1450°C, ces trois bétons manifestent une bonne résistance à l'initiation des fissures et à leur propagation puisque le paramètre de résistance à l'initiation de fissures "R" est positivement corrélé aux paramètres de résistance à la propagation des fissures courtes, R"" (86,1%) et longues, R_{st} (97,9%). Cette rare corrélation est due au fait que le paramètre de résistance à l'initiation de fissures, R, est négativement corrélé aux valeurs originales de la contrainte à la rupture (-84,1%) et du module d'élasticité (-84,4%). Par contre, lorsque ces mêmes bétons sont précuits à 1200°C, il apparaît que la résistance mécanique résiduelle est négativement corrélée aux paramètres de résistance à la propagation des fissures courtes et longues, R"" (-78,6%) et R_{st} (-88,2%), respectivement. De plus, la

résistance au dommage (σ_r/σ_0) est plutôt contrôlée par le paramètre R"" puisque la corrélation de celle-ci avec cette dernière est de 99,3%, alors que celle avec le paramètre R_{st} n'est que de 50,5%. Cependant, en analysant le degré de corrélation générale entre la résistance mécanique relative, σ_r/σ_0, et les paramètres de performance R"" et R_{st}, pour les différents groupes de matériaux, tel qu'indiqué au tableau 5.5 ; nous en concluons que le paramètre R_{st} est celui qui contrôle le plus la résistance à l'endommagement (σ_r/σ_0) des matériaux réfractaires par choc thermique. La figure 5.8 illustre cette corrélation dans le cas des matériaux denses.

Tableau 5.4 : Paramètres calculés.

Matériau	R(°C)	R""	R_{st} (°C.m^{-1})	γ_{nbt}	$\gamma_{nbt}/\gamma_{wof}$
BET-1 (1200 °C)	43,2±9,7	9,11±3,9	4,1±0,15	45,1	0,85
BET-1 (1350 °C)	58,6±19,5	10,6±4,6	5,9±0,6	-	-
BET-1 (1450 °C)	50,8±5,3	7,9±2,1	4,7±0,4	-	-
BET-2 (1200 °C)	56,4±8,8	10,8±0,7	6,1±0,9	43,6	0,78
BET-2 (1450 °C)	48±6,1	6,8±2,33	4,0±0,8	-	-
BET-3 (1200 °C)	33,7	11,7	3,6	28,0	0,47
BET-4 (800 °C)	63,2±6,3	12,1±2,8	7,2±0,5	23,1±4,5	-
BET-4 (1000 °C)	58,11±4,7	8,0±0,9	5,6±0,1	-	-
BET-4 (1200 °C)	62,1±6,3	5,2±1,2	4,9±0,9	68,8	1,49
BET-4 (1350 °C)	51,4±9,4	6,0±2,4	4,4±0,04	-	-
BET-5 (1200 °C)	30,0	17,7	4,0	44,3	0,63
BET-6 (1200 °C)	37,0	22,2	5,5	24,2	0,21
BET-7 (1200°C)	0,04	36,9	6,83	13,4±2,0	0,13
BET-8 (1200°C)	-	22,9	-	12,2±0,9	0,29
BET-9 (1200°C)	0,03	15,31	3,74	11,5±2,5	0,26
BRI-1	34,6	27,2	5,7	16,0	0,20
BRI-2	34,7	11,3	3,7	19,9	0,30
BRI-3	27,7	12,8	3,1	18,1	0,31
BRI-4	30,9	19,0	4,3	18,4	0,21

Tableau 5.5 : Corrélation de la résistance mécanique résiduelle (σ_r) et relative (σ_r/σ_0) avec les paramètres de résistance aux chocs thermiques (R, R"" et R_{st}).

Matériau	σ_r et R (%)	$\sigma r/\sigma_0$ et R (%)	σr et R"" (%)	$\sigma r/\sigma_0$ et R"" (%)	σ_r et R_{st} (%)	σ_r/σ_0 et R_{st} (%)
Tous les matériaux (**)	58,2	08,7	-30,4	39,4	36,9	80,4
BET-1, BET-2 et BET-4 (1200 °C)	04,0	-39,7	-78,6	99,3	-88,2	50,5
BET-1, BET-2 et BET-4 (1350/1450 °C	65,9	83,9	83.5	89,0	79,3	92,3
Bétons denses à 1200 °C	16,2	-14,8	-01,8	61,5	4,0	58,7
Bétons et briques denses	54,2	33,0	-14,2	34,0	56,7	80,2
Bétons denses	49,7	37,6	- 02,5	32,7	58,7	82,6
Tous les bétons	56,0	4,9	- 30,3	36,3	34,0	82,1
Bétons denses à 1200°C et briques	54,5	- 41,9	-02,1	74,8	-14,0	67,8
Briques	- 53,7	19,1	35,9	97,9	13,3	87,5
BET-4 (800°C, 1000°C, 1200°C, 1350°C)	49,7	55,4	67,3	92,2	77,1	93,5

(**) = sans les bétons BET-8 et BET-9.

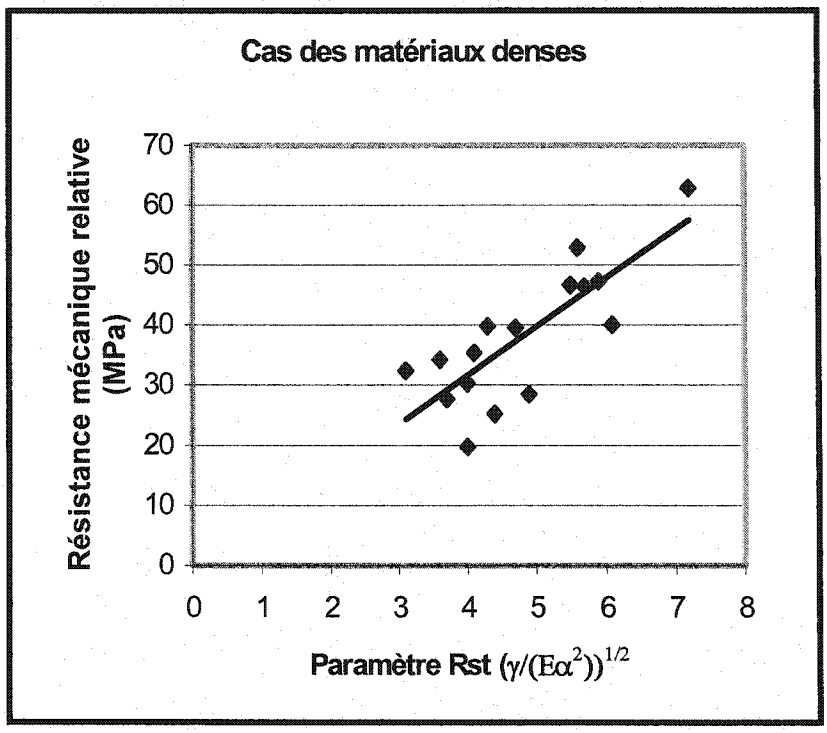


Figure 5.8 : Résistance à l'endommagement par choc thermique versus paramètre de résistance à la propagation des fissures longues (R_{st}) dans le cas des matériaux denses.

5.3.1.2 Contribution à l'interprétation du paramètre de performance R

Nous avons vu que le paramètre "R" ($R=\sigma(1-\nu)/E\alpha$) représente l'écart de température requis pour qu'il y ait initiation de fissures dans un matériau soumis à des contraintes thermiques. Plusieurs auteurs (Kingery et al., 1955; Hasselman 1963 et 1969; ABE et al., etc) soutiennent qu'un matériau résistant à l'initiation des fissures doit avoir des valeurs élevées de la contrainte à la rupture (σ) et de la conductibilité thermique (puisque $R' = kR$), et des valeurs faibles du module d'élasticité (E) et du coefficient d'expansion thermique (α) ainsi que du coefficient de Poisson (ν).

Or, comme nous l'avons vu à travers les résultats présentés à la section 5.3.1, il existe toujours une corrélation positive entre la contrainte à la rupture et le module d'élasticité. Cela a été montré en considérant leurs valeurs originales ainsi que celles résiduelles et relatives après choc thermique. Ceci nous amène donc à conclure qu'un matériau devrait être d'autant plus résistant à l'initiation des fissures (R élevé) que les valeurs de la contrainte à la rupture "σ_0" et du module d'élasticité "E_0" sont élevées, plutôt que de dire "lorsque sa contrainte à la rupture est élevée et que son module d'élasticité est faible". Par conséquent, la résistance à l'initiation de fissures devrait être favorisée par des valeurs élevées de "$\sigma_0 \times E_0$". Par ailleurs, si on se réfère à la loi d'élasticité dans le cas du comportement en traction des matériaux fragiles, vu que la déformation élastique est très faible, la contrainte à la rupture "σ_0" est d'autant plus grande que la pente représentant le module d'Young "E_0" est abrupte.

Cependant, compte tenu du fait que les réfractaires ne sont pas parfaitement élastiques, aucune corrélation positive n'a été enregistrée entre le paramètre "R" et la contrainte à la rupture ainsi que le module d'élasticité, ni entre ce paramètre R et le produit "$\sigma_0 \times E_0$" (Tableau 5.6). La seule corrélation nette et négative est obtenue entre le paramètre "R" et le coefficient d'expansion thermique "α" (Figure 5.9). En fait, les réfractaires étant des matériaux préfissurés, le paramètre "R" n'a pas d'intérêt. Ce sont les paramètres qui régissent la propagation des fissures qui intéressent le domaine des réfractaires. Dans tous les cas, la résistance à l'initiation des fissures doit être favorisée par des valeurs faibles du coefficient d'expansion thermique "α", et du coefficient de Poisson "ν".

Tableau 5.6 : Comparaison du degré de corrélation entre le paramètre de résistance à l'initiation des fissures R et la contrainte à la rupture (σ_0), le module d'élasticité (E_0) et le produit "$\sigma_0 \times E_0$" dans le cas des matériaux denses étudiés.

Matériau	Corr (R ; σ_0) (%)	Corr (R ; E_0) (%)	Corr (R; $\sigma_0 \times E_0$) (%)
BET-1 (1200 °C)	-	-	-
BET-1 (1350 °C)	-100	- 100	-100
BET-1 (1450 °C)	-93,0	- 98,4	-99,99
BET-2 (1200 °C)	-67,6	- 76,6	-78,50
BET-2 (1450 °C)	-62,5	- 75,6	-68,4
BET-3 (1200 °C)	-22,6	- 65,4	-40,9
BET-4 (800 °C)	-36,4	- 69,0	-50,9
BET-4 (1000 °C)	-34,7	- 66,9	-50,1
BET-4 (1200 °C)	-09,0	-45,0	-23,7
BET-4 (1350 °C)	-09,6	-45,2	-24,0
BET-5 (1200 °C)	06,8	-55,2	-19,7
BET-6 (1200 °C)	12,9	-50,8	-13,3
BRI-1	25,2	-28,9	-2,4
BRI-2	22,7	-33,9	-1,7
BRI-3	20,7	-46,3	-11,6
BRI-4	23,4	- 46,8	-9,8

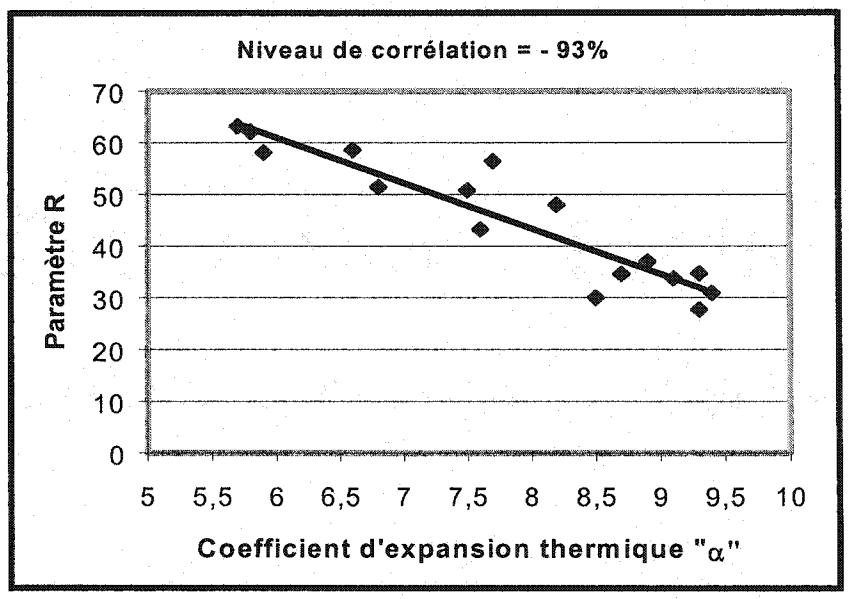


Figure 5.9 : Variation du paramètre de résistance à l'initiation de fissures "R" en fonction du coefficient d'expansion thermique dans le cas des matériaux denses.

5.3.1.3 Contribution à l'interprétation du paramètre de performance R""

Nous rappelons que le paramètre de résistance à l'endommagement par propagation instantanée de fissures courtes, R"", est donné dans l'équation (50) définie à la section 2.5.4 et que nous explicitons ci-dessous.

$$R'''' = \frac{E_0 \gamma_{wof}}{\sigma_0^{\,2}(1-\nu)} = \frac{E_0}{\sigma_0} \times \frac{\gamma_{wof}}{\sigma_0(1-\nu)} \qquad (61)$$

Or, compte tenu de l'expression du paramètre de résistance à l'initiation des fissures, R, donné ci-dessus, l'équation (61) peut se réécrire comme suit :

$$R'''' = \frac{\gamma_{wof}}{\sigma_0} \times \frac{1}{R\alpha} = \frac{\gamma_{wof}}{\sigma_0^{\,2}\alpha} \times \frac{E_0}{(1-\nu)} \qquad (62)$$

Ainsi, le fait que le paramètre R"" soit inversement proportionnel à la résistance mécanique originale du matériau σ_0, d'une part, et au paramètre de résistance à l'initiation des fissures R, ainsi qu'au coefficient d'expansion thermique α, d'autre part, explique pourquoi ce paramètre est positivement corrélé à la résistance au dommage par choc thermique, σ_r/σ_0. Hasselman (1970) dit, entre autre, que le niveau de dommage dû aux contraintes thermiques sera d'autant plus faible que la résistance mécanique du matériau est relativement faible et que les valeurs du module d'élasticité et de l'énergie de rupture sont grandes. Puisque nous avons vu que la contrainte à la rupture et le

module d'élasticité varient dans le même sens, compte tenu également des équations (61) et (62), nous pensons qu'il importe de maximiser le ratio " γ_{wof}/σ" ou mieux encore "$\gamma_{wof}/\sigma\alpha$" pour augmenter la résistance à la propagation des fissures courtes.

L'égalisation des équations (28) et (29) indiquées dans la section 2.2.4 et exprimant le facteur d'intensité de contraintes, K_{IC}, permet d'écrire :

$$K_{IC} = y\sigma\sqrt{\pi a} = y\sqrt{2E\gamma_s} \qquad (63)$$

D'où, la longueur du défaut initial "a" présent dans le matériau est égale à :

$$a = \frac{2E\gamma_s}{\sigma^2\pi} \qquad (64)$$

D'où :

$$\frac{E\gamma_s}{\sigma^2} = \frac{a.\pi}{2} \cong 1{,}6 \times a \qquad (65)$$

Ce qui permet d'écrire l'équation du paramètre R"" sous une forme simplifiée :

$$R'''' \cong \frac{1{,}6 \times a}{(1-\nu)} \qquad (66)$$

Or, comme le coefficient de Poisson "ν" des matériaux réfractaires varie généralement de 0,1 à 0,3 ; le terme (1-ν) est compris entre 0,7 et 0,9 ; d'où on peut dire que $1{,}8a \leq R'''' \geq 2{,}3a$. On voit donc que le paramètre de résistance à la propagation des fissures

courtes R"" dépend essentiellement de la longueur initiale des fissures "a". Il est inversement proportionnel à la résistance mécanique originale du matériau et sa valeur sera d'autant plus importante que la taille initiale des fissures est grande. Ceci explique pourquoi ce paramètre est bien positivement corrélé à la résistance mécanique relative après choc thermique, σ_r/σ_0.

Cependant, pour une série de matériaux, nous pensons qu'il faut que ceux-ci soient semblables du point de vue de la microstructure, de la composition chimique, de la ténacité et de la résistance mécanique afin d'interpréter avec plus d'exactitude le rôle joué par la taille des défauts préexistants pour l'ensemble de ces matériaux. Dans le cas précis des réfractaires, nous pensons que l'hétérogénéité de leur microstructure ainsi que la nature des phases en présence ont un impact considérable sur la propagation des fissures due aux chocs thermiques. Ainsi, pour deux matériaux ayant des défauts originaux de différentes tailles mais qui sont soumis à une même différence de température critique ΔT_C, notre point de vue est qu'on ne peut pas prédire d'avance que le matériau ayant la plus petite taille de défauts initiaux sera nécessairement celui qui aura la plus grande taille de fissures finales après choc thermique, surtout lorsque ces matériaux ne sont pas de la même famille.

5.3.2 Nouveau paramètre proposé pour la résistance à l'endommagement des réfractaires par choc thermique

Nous avons vu que la contrainte à la rupture "σ" varie dans le même sens que le module d'élasticité. Par ailleurs, on sait que σ = f (E). De plus, comme nous l'avons vu dans la section traitant de la mécanique de la rupture, la contrainte à la rupture d'un matériau est régie par la ténacité du matériau et la taille critique "a_c" des défauts que contient de ce dernier. Cette dépendance est exprimée dans l'équation suivante :

$$\sigma_0 = \frac{K_{IC}}{y\sqrt{\pi a}} \qquad (67)$$

Cette équation montre clairement que la contrainte à la rupture d'un matériau d'une ténacité donnée, sera toujours fonction de la taille critique des défauts. Les défauts sous-critiques ($a<a_c$) ne l'affectent donc pas.

Par contre, le module d'élasticité "E" d'un matériau préfissuré qu'on appelle en fait module d'Young effectif "E_{eff}" dépend, comme montré dans l'équation 10 (section 2.1.4.3), et tel que précisé aussi par Hasselman dans l'expression ci-après ; de la densité et de la taille des défauts que contient le matériau :

$$E_{eff} = \frac{E_0}{1 + 2\pi N a^2} \qquad (68)$$

où : - E_0 = module d'Young d'un matériau exempt de défauts

- N = densité de fissures par unité de volume

- a = taille d'une fissure

Cette équation montre donc que le module d'élasticité est toujours affecté par la taille et la densité des défauts. Cependant, ce qui est encore inexpliqué est de savoir si l'effet de la densité et de la taille des défauts sous critiques est comparable à celui de la densité et de la taille des défauts critiques. À notre avis, dans le cas des réfractaires soumis à choc thermique, nous pensons que l'effet de la taille des défauts devient plus prépondérant que celui de leur nombre, à partir d'une certaine sévérité du choc thermique imposé. Par conséquent, le paramètre R_{st} défini par Hasselman à partir du module d'élasticité initial du matériau ne serait pas approprié pour caractériser adéquatement la résistance à l'endommagement par choc thermique sévère. C'est pourquoi nous proposons de remplacer, dans l'expression du paramètre R_{st}, le module d'élasticité "E" par la contrainte originale du matériau "σ", laquelle tient compte en tout temps de la taille des fissures. Ainsi, le nouveau paramètre de résistance au dommage par choc thermique sévère est défini comme suit:

$$R_{dom} = \left(\frac{\gamma_{wof}}{\sigma \alpha^2}\right)^{1/2} \qquad (69)$$

Nous avons cherché à valider ce paramètre à partir des valeurs expérimentales des propriétés thermomécaniques et physiques mesurées (Tableau 5.1) en comparant le niveau de corrélation entre ce nouveau paramètre et les valeurs de la résistance à l'endommagement par choc thermique, c'est-à-dire σ_r/σ_0 et E_r/E_0; avec la corrélation entre cette résistance et le paramètre R_{st} (Tableau 5.7). Comme on peut le remarquer dans le tableau 5.7, cette comparaison a été faite pour plusieurs catégories de matériaux, c'est-à-dire les briques et bétons denses ensemble avec les bétons moins denses, les bétons denses et moins denses, les bétons denses, les briques, de même que les bétons et briques denses ensemble. Ces résultats montrent que par rapport à E_r/E_0, le paramètre R_{st} offre le même niveau de corrélation que le nouveau paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$. Cependant, ces résultats montrent que celui-ci offre la meilleure corrélation que R_{st}, par rapport à la résistance mécanique relative, σ_r/σ_0. La comparaison de la variation de σ_r/σ_0 en fonction de R_{st} (Figure 5.8) et en fonction de $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ (Figure 5.10) le confirme. Par ailleurs, nous avons corrélé, matériau par matériau, les valeurs du paramètre R_{st} et du paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ avec σ_r/σ_0 et E_r/E_0 (Tableau 5.8) et les résultats montrent que le nouveau paramètre donne la meilleure corrélation.

On peut donc conclure que le nouveau paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ est mieux indiqué que R_{st} pour contrôler la résistance à l'endommagement par choc thermique dur, aussi bien en terme de σ_r/σ_0 que E_r/E_0, alors que le paramètre R_{st} convient uniquement pour E_r/E_0. Ceci confirme que la résistance à l'endommagement par choc thermique sévère est beaucoup plus contrôlée par la taille des fissures que leur densité. Un tel choc

thermique conduit beaucoup plus à l'augmentation de la taille des fissures préexistantes qu'à la génération de nouvelles fissures. Cette étape répond donc aux considérations évoquées ci-dessus.

Ainsi, comme le présent travail vise, entre autre, la corrélation de la résistance des matériaux réfractaires vis-à-vis des mécanismes d'endommagement par abrasion, choc thermique et corrosion, la définition de ce nouveau paramètre qui permet de relier la résistance à l'endommagement par les trois mécanismes s'avère doublement utile.

De plus, tel qu'il a été constaté dans la plupart des matériaux ayant subi un choc thermique dur répétitif, la mesure du module d'élasticité par la méthode grindo-sonic s'est avérée très peu fiable au bout du deuxième choc thermique à cause du degré de fissuration avancée. Il devient donc difficile de déterminer E_r et par conséquent E_r/E_0. Dans un tel cas, il est plus convenable de mesurer σ_r/σ_0 qui est mieux prédit par le nouveau paramètre "$(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$".

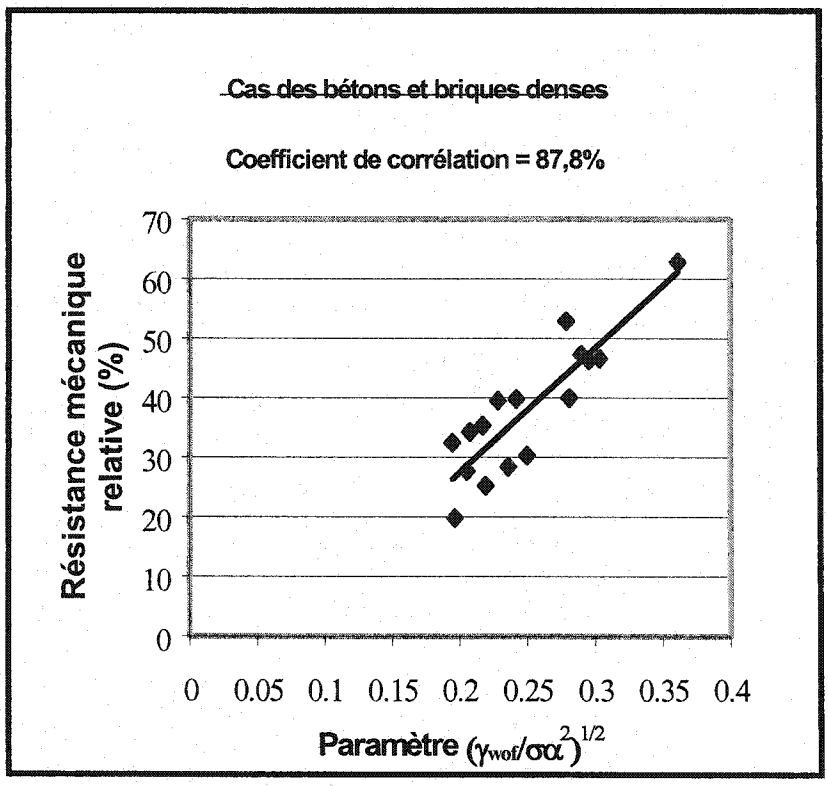


Figure 5.10 : Résistance à l'endommagement par choc thermique versus le nouveau paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ proposé.

Tableau 5.7 : Comparaison des degrés de corrélation entre les valeurs relatives de la contrainte à la rupture et du module d'élasticité avec celles du nouveau paramètre R_{dom} proposé et du paramètre R_{st} pour divers groupes de matériaux.

Corrélation	$(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$	$(\gamma_{wof}/E\alpha^2)^{1/2}$
Tous les matériaux (*)		
Corr (σ_r/σ_0; Y)	84,8	79,4
Corr (Er/E_0;Y)	72,3	73,7
Bétons denses et moins denses		
Corr (σ_r/σ_0; Y)	84,4	81,3
Corr (Er/E_0;Y)	66,5	67,2
Bétons denses		
Corr (σ_r/σ_0 ; Y)	88,3	82,2
Corr (Er/E_0 ;Y)	79,5	75,2
Briques		
Corr (σ_r/σ_0 ; Y)	93,3	87,5
Corr (E_r/E_0 ;Y)	99,8	97,4
Briques et bétons denses		
Corr (σ_r/σ_0 ; Y)	87,8	79,4
Corr (E_r/E_0 ;Y)	82,4	80,5

* = sans les bétons BET-8 et BET-9.

Tableau 5.8 : Comparaison progressive du degré de corrélation entre la résistance à l'endommagement par choc thermique et le nouveau paramètre proposé R_{dom} $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ d'une part, et le paramètre R_{st}, d'autre part, dans le cas des matériaux denses.

Matériau	σ_r/σ_0 et R_{st} (%)	Er/E_0 et R_{st} (%)	$\sigma r/\sigma_0$ et $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ (%)	Er/E_0 et $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ (%)
BET-1 (1200 °C)	-	-	-	-
BET-1 (1350 °C)	100	100	100	100
BET-1 (1450 °C)	100,0	79,6	98,0	67,5
BET-2 (1200 °C)	73,4	58,4	82,0	56,0
BET-2 (1450 °C)	75,2	64,6	83,9	71,6
BET-3 (1200 °C)	68,6	57,7	81,3	68,7
BET-4 (800 °C)	85,1	80,6	92,7	88,5
BET-4 (1000 °C)	83,9	75,1	91,1	82,1
BET-4 (1200 °C)	81,2	75,2	89,7	82,3
BET-4 (1350 °C)	81,5	75,7	89,6	82,5
BET-5 (1200 °C)	82,2	76,0	88,0	81,8
BET-6 (1200 °C)	82,6	75,9	88,3	79,5
BRI-1	83,2	75,7	88,6	78,7
BRI-2	84,3	78,0	89,4	80,6
BRI-3	81,3	79,9	89,4	82,3
BRI-4	80,2	80,1	87,8	82,4

5.3.4 Chocs thermiques répétitifs et cycliques

Étant donné que les matériaux réfractaires sont exposés à des chocs thermiques répétitifs en service, nous avons jugé important d'étudier le comportement de certains réfractaires lorsqu'ils sont soumis à des chocs thermiques cycliques et répétitifs sévères. Nous avons testé des matériaux présentant différents niveaux de résistance mécanique. Les chocs thermiques répétitifs ont été exécutés dans le cas des matériaux suivants : les bétons BET-3, BET-4 et BET-6 précuits à 1200°C et la brique BRI-3. Ceux cycliques ont été exécutés uniquement dans le cas d'un béton dense (BET-4) et de deux bétons de moyenne densité (BET-7 et BET-9), tous les trois précuits à 1200°C ; ainsi que dans le cas de la brique BRI-4.

Les résultats issus des tests de chocs thermiques répétitifs sont donnés dans le tableau 5.9. Celui-ci contient les valeurs originales de la contrainte à la rupture à l'état précuit ainsi que ses valeurs résiduelles et relatives après 1 choc thermique et après 4 chocs thermiques sous la même différence de température ΔT (880°C). À travers ces résultats, on remarque que les matériaux BET-4 et BET-6 semblent mieux résister à l'endommagement par choc thermique que les matériaux BET-3 et BRI-3, aussi bien après un seul choc thermique qu'au bout de 4 chocs thermiques. En effet, les valeurs moyennes de leurs résistances mécaniques résiduelles et relatives sont plus élevées que dans le cas des deux autres matériaux testés. D'autre part, leurs résistances mécaniques relatives entre le premier et le quatrième choc thermique (σ_{r4}/σ_{r1}) s'élèvent à plus de

60%, alors que celles des produits BET-3 et BRI-3 représentent moins de 50%. Après le premier choc thermique sévère qui est toujours plus dommageable pour le matériau le plus résistant à l'initiation des fissures (BET-4), les autres résultats montrent que les matériaux BET-4 et BET-6 sont les plus endurants pour les chocs thermiques subséquents aussi longtemps qu'ils sont de même intensité que le premier. Cependant, dans tous les cas, si on compare la perte de la résistance mécanique enregistrée après le premier choc et après 4 chocs, on remarque que c'est le premier choc qui est le plus critique.

Tableau 5.9 : Valeurs résiduelles et relatives de la contrainte à la rupture après chocs thermiques répétitifs à $\Delta T = 880^{\circ}C$.

Matériau	**Résistance mécanique originale, σ_0 (MPa)**	**Résistance mécanique résiduelle, σ_r (MPa)**		**Résistance mécanique relative, σ_r/σ_o (%)**		**σ_{r4}/σ_{r1} (%)**
		1 choc thermique (σ_{r1})	4 chocs thermiques (σ_{r4})	1 choc thermique	4 chocs thermiques	
BRI-3	17,7±0,6	5,7±0,8	2,7±0,7	32,2	15,3	47,4
BET-3	16,5±0,8	5,7±1,04	2,7±1,0	34,5	16,4	47,4
BET-4	24,6±1,5	6,9±1,5	4,7±1,4	27,2	19,1	70,2
BET-6	15,7±4,1	7,3±0,11	4,6±1,7	46,5	29,3	63,0

Les résultats concernant les chocs thermiques cycliques exécutés sur deux matériaux denses (BET-4 et BRI-4) et deux moins denses (BET-7 et BET-8) sont illustrés graphiquement à la figure 5.11. Celle-ci montre la variation de la contrainte à la rupture mesurée à l'état précuit ($\sigma_{BET-4} > \sigma_{BRI-4} > \sigma_{BET-7} > \sigma_{BET-8}$) et au bout du premier choc thermique simple, ainsi qu'après chacun des 4 chocs thermiques cycliques subséquents. Au cours de ceux-ci, les échantillons étaient répétitivement réintroduits dans le four et maintenus à 900°C pendant 1 heure, puis trempés de nouveau dans l'eau à 20°C. Ces nouveaux résultats sont aussi très intéressants. En effet, que ce soit dans le cas des matériaux denses que dans celui des deux moins denses, la chute de la résistance mécanique est essentiellement observée au cours du premier choc thermique sévère pendant lequel les fissures se propagent de façon catastrophique. C'est donc le premier choc qui est le plus critique. Bien entendu, cette chute est plus considérable dans le cas des matériaux denses plus résistants mécaniquement, que dans celui de ceux moins denses. On remarque aussi que la résistance mécanique baisse légèrement entre le premier et le deuxième choc thermique mais qu'elle est reste presque inchangée pour les chocs thermiques subséquents, sauf dans le cas du béton BET-7, pour lequel elle tend à diminuer progressivement (Figure 5.11). Tous ces comportements sont expliqués par l'évolution de la taille des fissures qui est illustrée à la figure 5.12. En effet, sauf dans le cas du béton BET-7 (béton moins dense renfermant principalement du SiC et de la silice) où il y a une tendance presque toujours croissante de la taille des fissures à chaque choc thermique, pour les deux matériaux denses (BET-4 et BRI-4), on remarque

que la taille des fissures n'augmente plus au-delà du deuxième choc thermique. La diminution de la taille de fissure observée entre le deuxième et le troisième choc thermique est surprenante car il est difficile de croire qu'il y ait eu un mécanisme de fermeture des fissures. Nous attribuons plutôt cela à des artefacts de calcul. La variation de la taille de fissure devrait rester à peu près constante, tant et aussi longtemps que le matériau n'est pas soumis à une différence de température plus importante que la première ($\Delta T_2 >> \Delta T_1$) ; ou que le nombre de chocs thermiques subis à ce même ΔT_1 n'est pas beaucoup plus élevé. Pour le béton BET-8 (σ_0 plus faible) renfermant essentiellement de la silice, la taille de fissures reste sensiblement la même qu'avant le choc thermique.

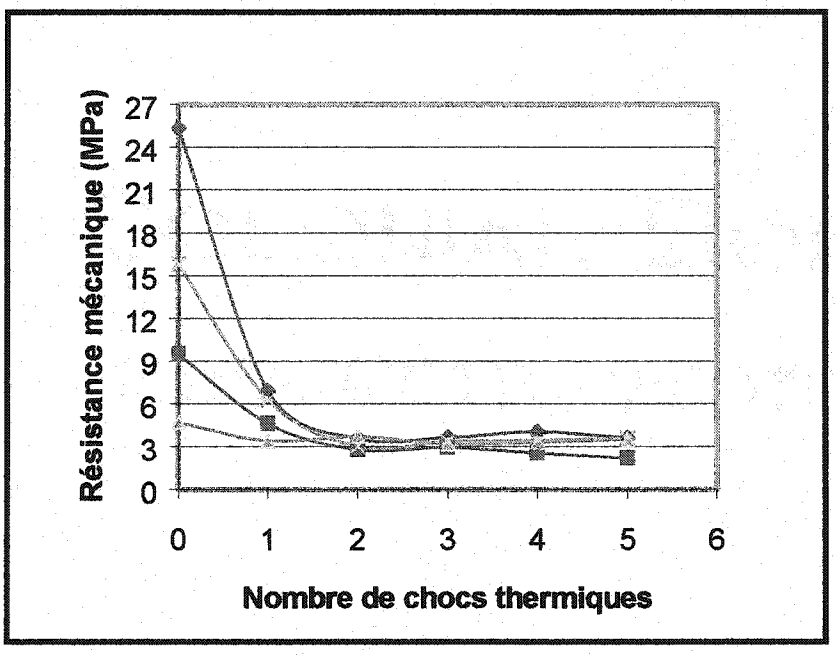


Figure 5.11 : Variation de la résistance mécanique en fonction du nombre de chocs thermiques cycliques subis ($\Delta T = 880°C$) par le matériau.

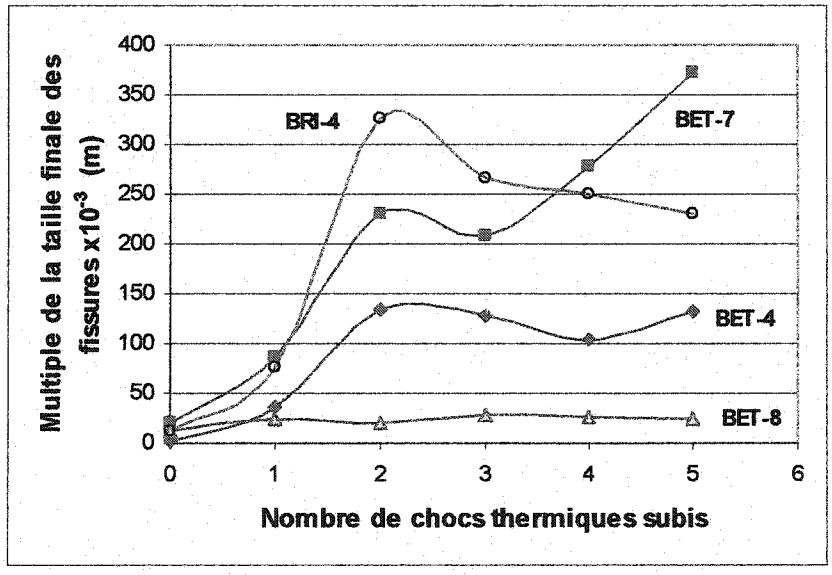


Figure 5.12 : Évolution de la taille des fissures en fonction du nombre de chocs thermiques cycliques subis ($\Delta T = 880°C$) par le matériau.

5.4 RÉSULTATS DES ESSAIS DE CORROSION

Tel que précisé dans la section 4.2.7, les essais de corrosion ont été exécutés principalement dans le but de tester la résistance à la corrosion des réfractaires aluminosiliceux lorsqu'ils sont complètement et partiellement immergés dans un bain de l'alliage Al-5 % Mg. Cependant, vu que la nouvelle tendance d'évaluer la résistance des réfractaires vis-à-vis des différents mécanismes de dégradation consiste à mesurer certaines propriétés du matériau après sollicitations, nous avons exécuté des tests additionnels de corrosion par immersion totale, dans ce même alliage, pour étudier l'influence de la corrosion sur les propriétés mécaniques et physiques. Les résultats issus de ces différents tests sont présentés dans les sections subséquentes.

5.4.1 Essais de corrosion par immersion totale

Les tests de corrosion par immersion totale ont été d'abord effectués selon le standard CIREP tel que décrit dans la section 4.2.7.1. Les matériaux ayant subi ce type de test sont les six bétons denses (BET-1, BET-2, BET-3, BET-4, BET-5 et BET-6) après cuisson à 1200°C, et les quatre briques (BRI-1, BRI-2, BRI-3 et BRI-4). Les résultats obtenus au bout de 4 jours de corrosion sont montrés à travers les photos données aux figures 5.13 à 5.18, dans le cas des bétons ; et aux figures 5.19 à 5.22 pour les briques. Ces images illustrent le niveau de corrosion (pénétration, décoloration, fissuration et écaillage dans certains cas) d'échantillons testés et refroidis à température ambiante, puis sectionnés longitudinalement.

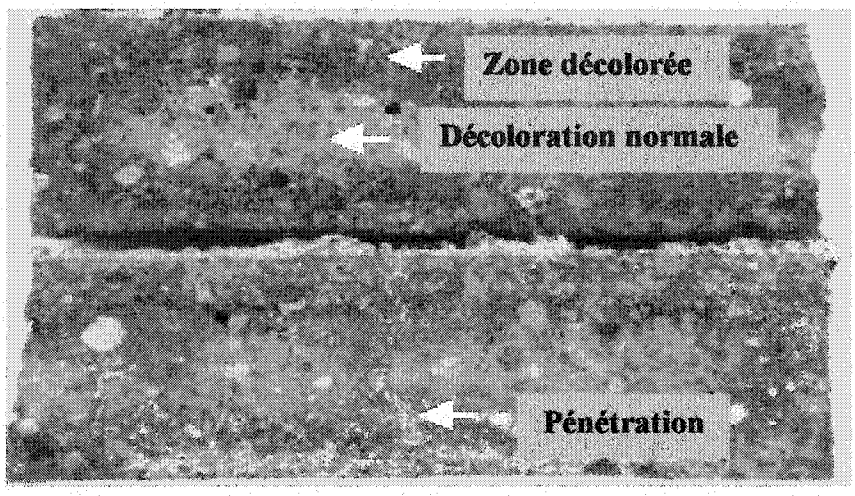


Figure 5.13 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-1 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

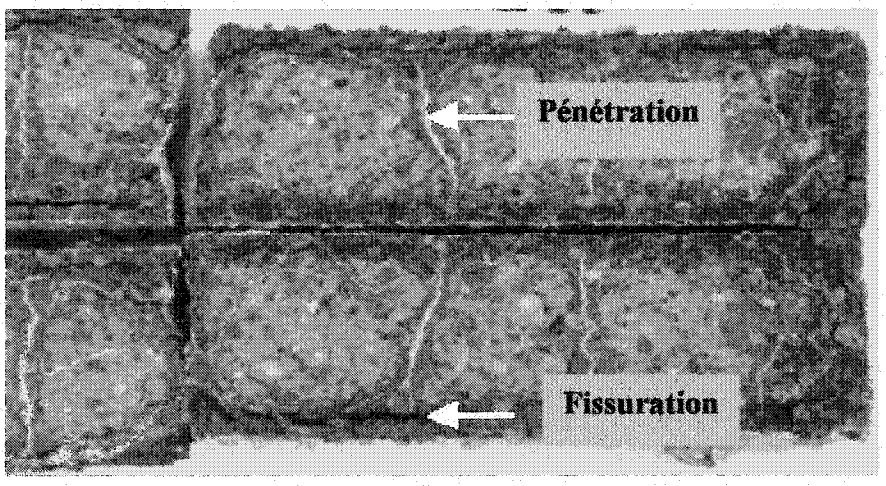


Figure 5.14 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-2 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

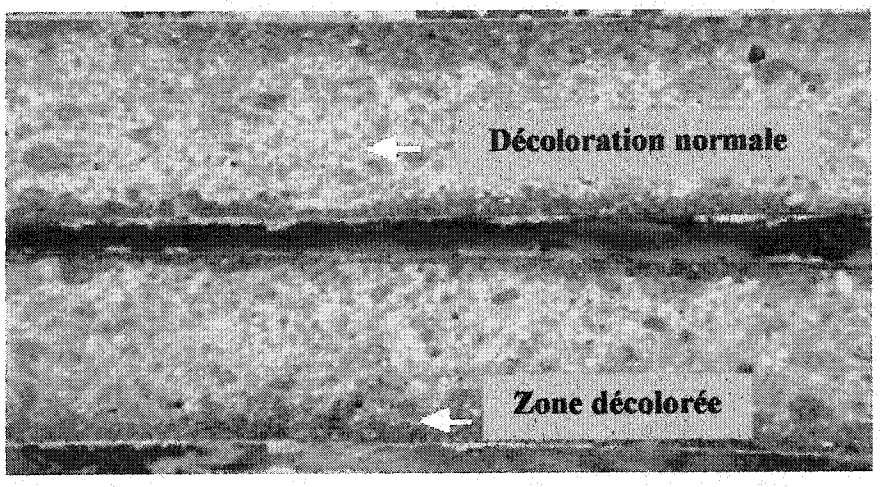


Figure 5.15 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-3 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

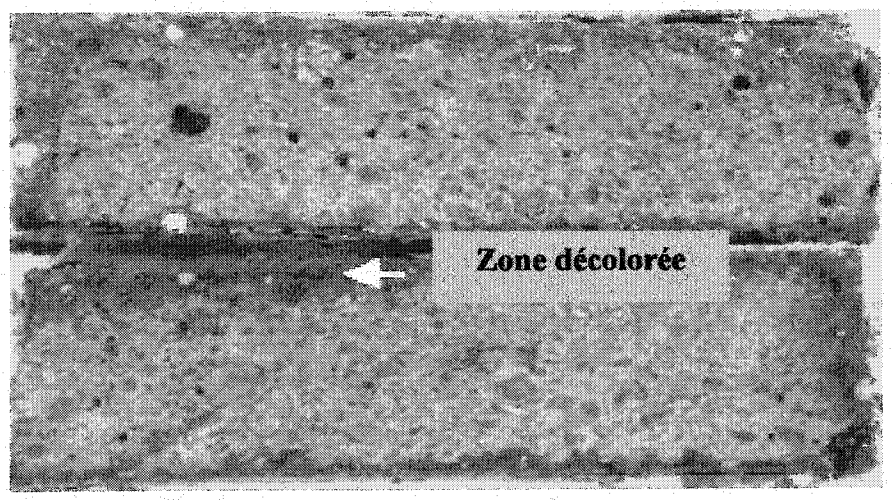


Figure 5.16 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-4 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

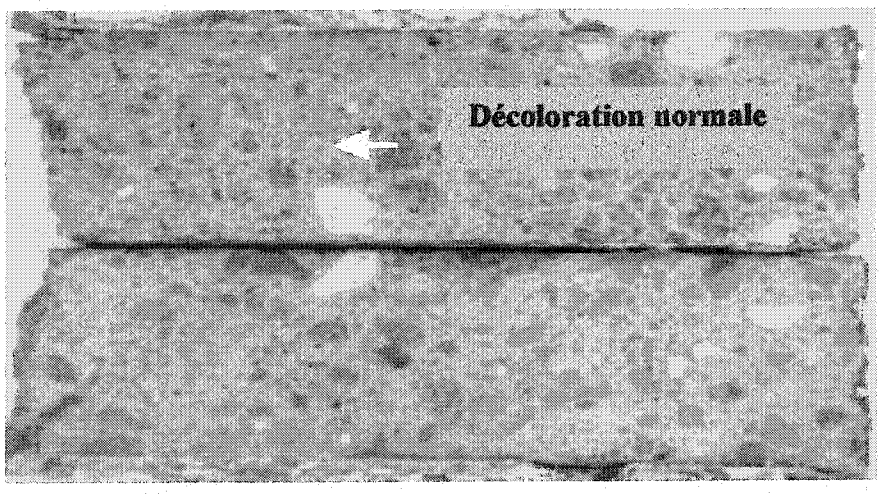


Figure 5.17 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-5 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

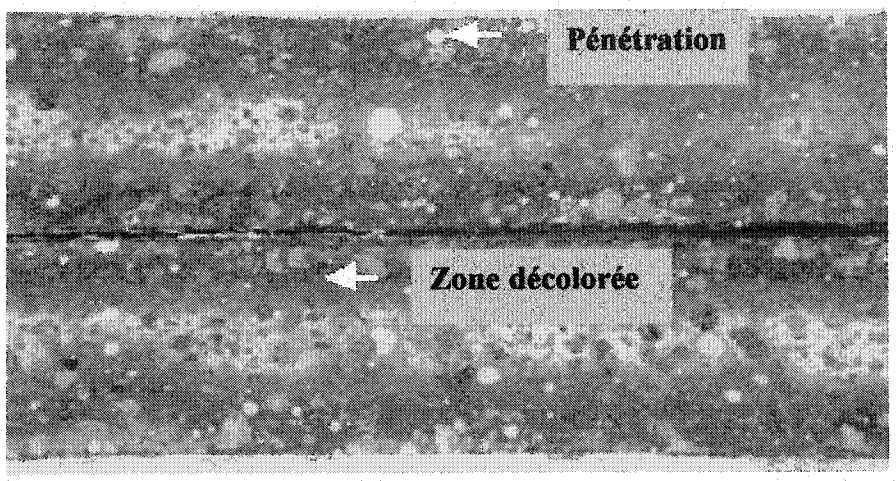


Figure 5.18 : Illustration du niveau de corrosion du béton BET-6 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5% Mg à 900 °C.

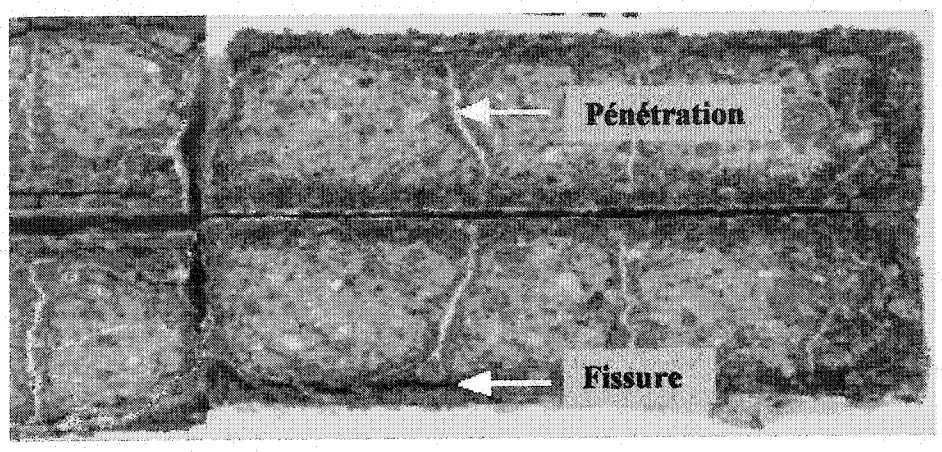


Figure 5.19 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-1 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5% Mg à 900 °C.

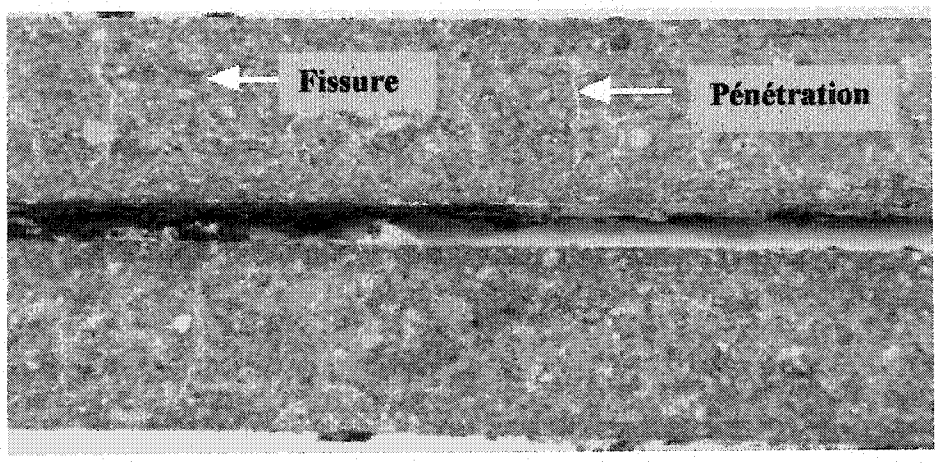


Figure 5.20 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-2 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5% Mg à 900 °C.

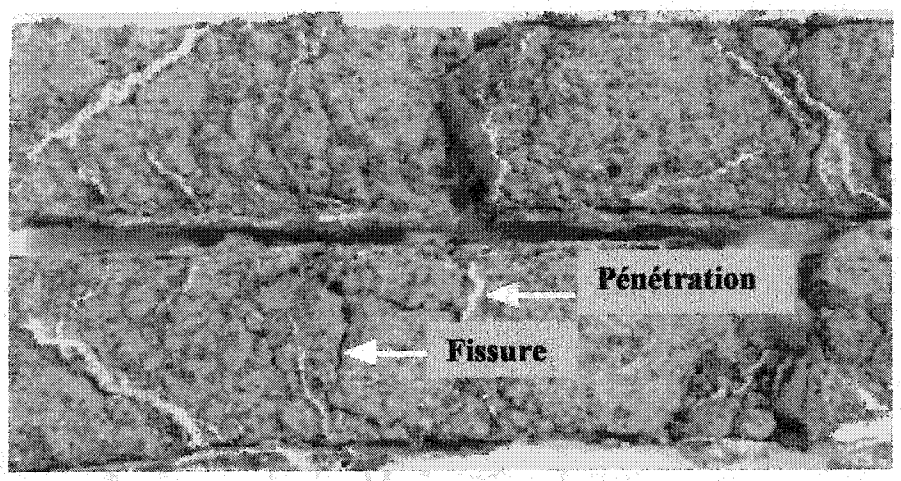


Figure 5.21 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-3 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

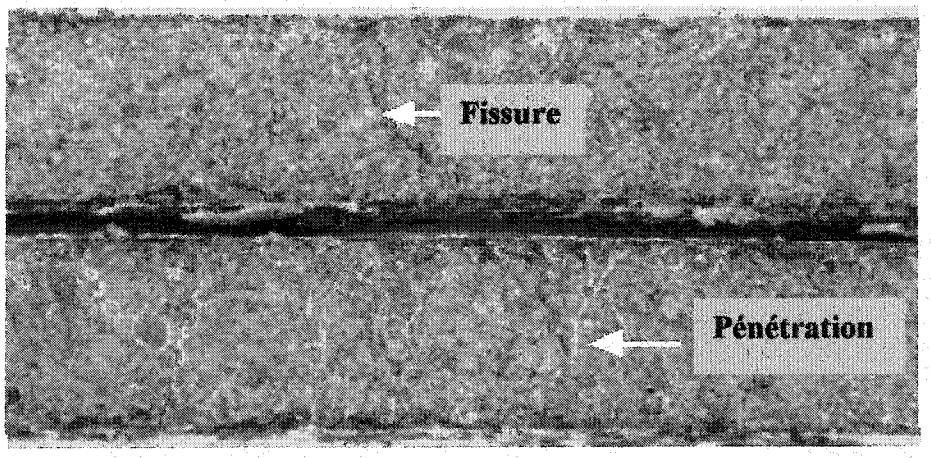


Figure 5.22 : Illustration du niveau de corrosion de la brique BRI-4 après 4 jours d'immersion totale dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

Une analyse globale des photos d'échantillons corrodés présentées ci-dessus montre que le béton BET-5 (Figure 5.17) possède la meilleure résistance à la corrosion. En effet, il n'est ni pénétré ni décoloré. À l'opposé, la brique BRI-3 (Figure 5.21) est complètement détériorée. Les bétons BET-3 (Figure 5.15) et BET-4 (Figure 5.16) offrent, quant à eux, une bonne résistance à la corrosion. Les matériaux restants sont moins performants qu'eux. Le tableau 5.10 indique le niveau de classement de la résistance à la corrosion des matériaux testés, selon le critère du standard CIREP décrit à la section 2.6.3.1 d'une part, et selon un nouvel ordre proposé, d'autre part. Celui-ci est basé sur une numérotation croissante dans le même sens que le degré de résistance à la corrosion. Ce nouveau classement permet de mieux départager les niveaux de résistance à la corrosion des matériaux testés, et d'établir, s'il y a lieu, la corrélation de la résistance à la corrosion avec l'une ou l'autre propriété du matériau. Tel qu'on peut l'observer sur les photos, toutes les briques testées ont une mauvaise résistance à la corrosion (Figures 5.19 à 5.22), bien qu'ayant une haute teneur en alumine (plus de 79% Al_2O_3), et une porosité apparente relativement plus faible que celle de l'ensemble des bétons. Ceci indique qu'un haut pourcentage d'alumine et une porosité faible ne garantissent pas une bonne résistance à la corrosion des réfractaires aluminosiliceux, vis-à-vis des alliages d'aluminium.

Tableau 5.10 : Classement du niveau de la résistance à la corrosion des dix matériaux denses selon le critère CIREP et selon l'ordre proposé.

Résistance	**Matériau**	**Standard CIREP**	**Classification proposée**
Très forte	BET-5 (1200 °C)	1	6
Élevée	BET-3 (1200 °C)	4	5
	BET-4 (1200 °C)	4	5
Moyenne	BET-1 (1200 °C)	6	4
	BET-2 (1200 °C)	6	4
	BET-6 (1200 °C)	6	4
Faible	BRI-1	6	3
	BRI-4	6	3
	BRI-2	6	2
Très faible	BRI-3	6	1

Si on s'attarde à l'influence de la porosité sur la résistance à la corrosion, on en conclut qu'elle joue plutôt un rôle secondaire dans certains cas. En effet, les bétons BET-1, BET-2, BET-3 et BET-6 sont plus poreux que les briques (Tableau 5.1) mais, ce sont celles-ci qui sont plus corrodées (Tableau 5.10). L'analyse globale des résultats ne permet pas d'établir une corrélation directe entre la porosité et le niveau de résistance à

la corrosion. On peut donc dire que la résistance à la corrosion d'un réfractaire par immersion totale dépend principalement de son degré de mouillabilité par le bain métallique en présence. D'après nous, la porosité apparente joue un rôle certes négatif mais, elle mérite beaucoup plus d'attention dans le cas des matériaux obtenus par le même procédé d'élaboration et ayant une composition chimique et minéralogique semblable. À titre d'exemple, la corrélation entre la porosité apparente et le niveau de résistance à la corrosion (selon l'ordre de classement établi) est de –74,3% dans le cas des six bétons denses, alors qu'elle est de 88,5% dans le cas des quatre briques. Pour ces briques, cette corrélation n'a pas de signification physique puisque celles-ci sont les plus détériorées. Cependant, elle laisse entendre que ce n'est pas la porosité qui contrôle le comportement à la corrosion dans le cas précis.

Concernant l'effet des propriétés physiques, il a été remarqué que la densité en vrac est négativement corrélée (-93,5%) à la résistance à la corrosion (Figure 5.23). De façon globale, aucune relation prononcée n'a pu être établie entre les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion. Seules la ténacité (K_{IC}) et l'énergie de résistance à l'initiation des fissures (γ_{nbt}), semblent favoriser la résistance à la corrosion puisqu'elles lui sont faiblement mais positivement corrélées à 61% et 66%, respectivement.

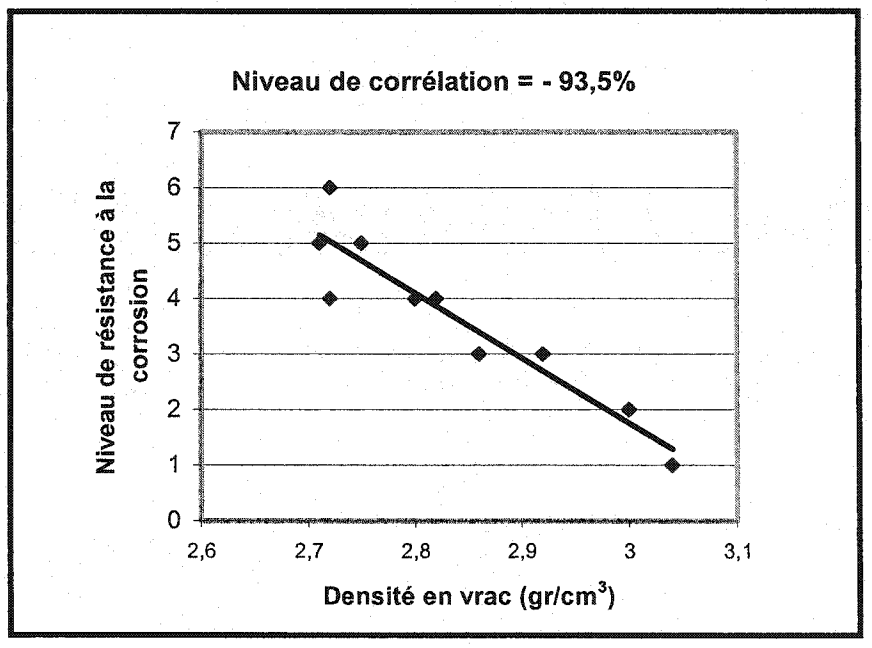


Figure 5.23 : Niveau de résistance à la corrosion versus la densité en vrac dans le cas des dix matériaux testés.

À ce stade-ci, on peut conclure que la résistance à la corrosion des réfractaires par immersion totale relève principalement de leur nature chimique mais, on retient que la porosité peut accélérer la dégradation par corrosion et que certaines autres propriétés (exemple : K_{IC}, γ_{nbt}) du matériau peuvent êtres bénéfiques à des degrés divers.

5.4.2 Essais de corrosion par immersion partielle

Les essais de corrosion par immersion partielle ont été réalisés dans le but de répondre à deux objectifs. Le premier objectif était d'étudier le comportement des réfractaires lorsqu'ils sont soumis à la fois à l'action du bain métallique et de l'atmosphère. Le second objectif était de voir s'il y a lieu d'établir une quelconque corrélation entre la résistance à la corrosion par immersion totale et celle à la corrosion par immersion partielle. De tels essais ont été réalisés dans le cas des matériaux suivants : les bétons BET-3, BET-4 et BET-6, ainsi que les briques BRI-2, BRI-3 et BRI-4.

Les photos des échantillons corrodés et sectionnés sont données aux figures 5.24 à 5.29. Tel qu'on peut l'observer sur ces photos, on peut distinguer, dans certains cas, trois zones sur la partie du réfractaire ayant été en contact avec le bain métallique. Il s'agit des zones 1, 2 et 3 mentionnées sur chaque figure.

La zone inférieure numéro 1 est généralement très décolorée et noircie. Dans l'ensemble, les résultats obtenus ne révèlent pas de corrosion prononcée dans cette zone, surtout pas sur la face de dessous ayant été en contact avec le fond du creuset. Les rares signes de corrosion sont observés sur les faces latérales (Figure 5.25 pour le béton BET-4, et Figure 5.29 pour la brique BRI-4). Cette dernière figure comprend deux échantillons ayant subi l'immersion partielle et un autre qui a subi l'immersion totale au cours du même test.

La zone intermédiaire numéro 2 est plus courte que les deux autres. Elle est caractérisée par une légère décoloration du réfractaire et un début de corrosion. Dans certains cas, cette zone intermédiaire n'existe pas (Figures 5.24, 5.25 et 5.28).

La zone numéro 3 est celle qui est la plus dégradée. Elle comprend la région du réfractaire entourant la ligne du niveau de métal, c'est-à-dire d'en bas de celle-ci jusqu'au - dessus d'elle. Cette partie du réfractaire subit à la fois l'action du bain métallique et celle de l'atmosphère du four. D'après nos résultats, la dégradation dans cette zone ne se manifeste pas de la même façon pour les bétons et les briques. En effet, dans le cas des bétons, nous avons remarqué qu'elle est plus importante sur une face originale que sur une face découpée et/ou rectifiée (Figures 5.24, 5.25 et 5.26). Par contre, lorsque la face exposée est découpée ou rectifiée, la corrosion est généralement uniforme sur les deux bords de l'échantillon sectionné (échantillon de gauche à la figure 5.25), comme dans le cas des briques (Figures 5.27 à 5.29). De plus, dans le cas des bétons, la dégradation se manifeste par la formation d'une couche de corrosion (zone noircie) près de la surface de l'échantillon (Figures 5.24 et 5.25) ou par la formation du corindon (Figure 5.26). Cependant, dans le cas des briques, elle intervient aussi par fragilisation et/ou friabilité du réfractaire, surtout dans la zone de la ligne de métal (Figures 5.27 à 5.29). Comme dans le cas des tests de corrosion par immersion totale, il apparaît que les briques testées ne sont pas non plus résistantes à la corrosion par immersion partielle.

Si on se base sur les résultats de la figure 5.29 illustrant la dégradation par corrosion en immersion totale (échantillon de droite) et partielle (échantillons de gauche et du milieu) dans le cas de la brique BRI-4, il y a lieu de conclure que le test de corrosion par immersion partielle est plus dégradant que celui d'immersion totale, par suite d'une forte fragilisation/friabilité du matériau, surtout dans la région de la ligne de métal. Dans le cas des briques, l'immersion totale conduit à une forte pénétration alors que l'immersion partielle mène beaucoup plus à la fragilisation et/ou friabilité.

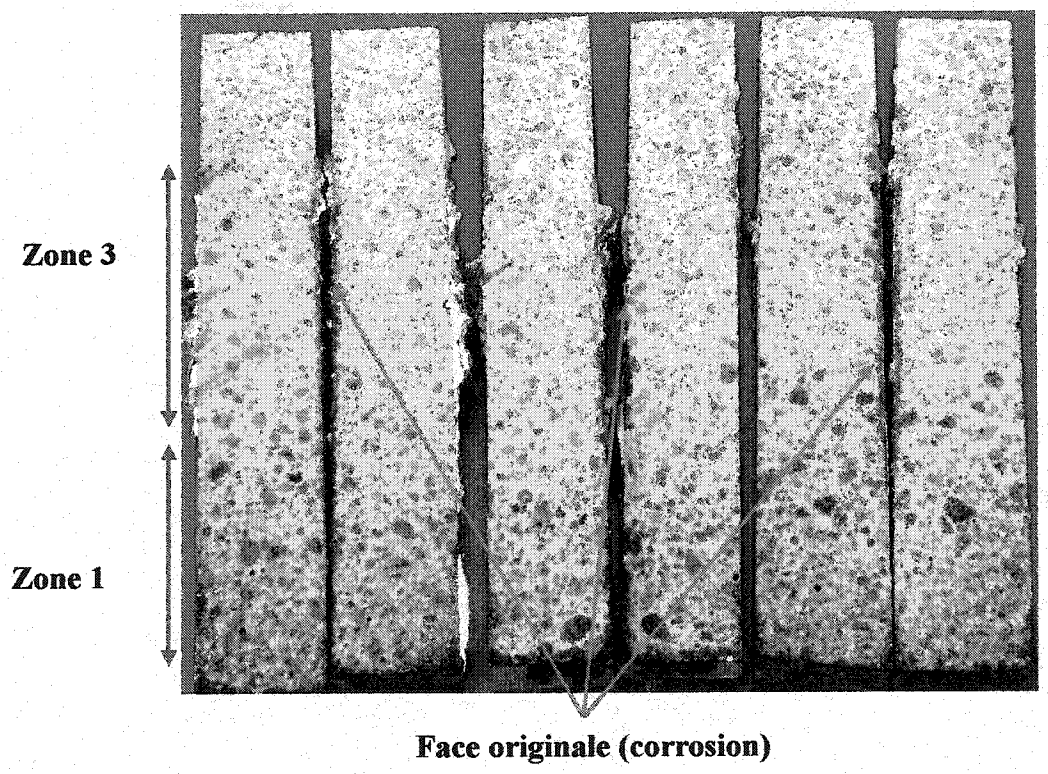


Figure 5.24 : Niveau de corrosion du béton BET-3 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

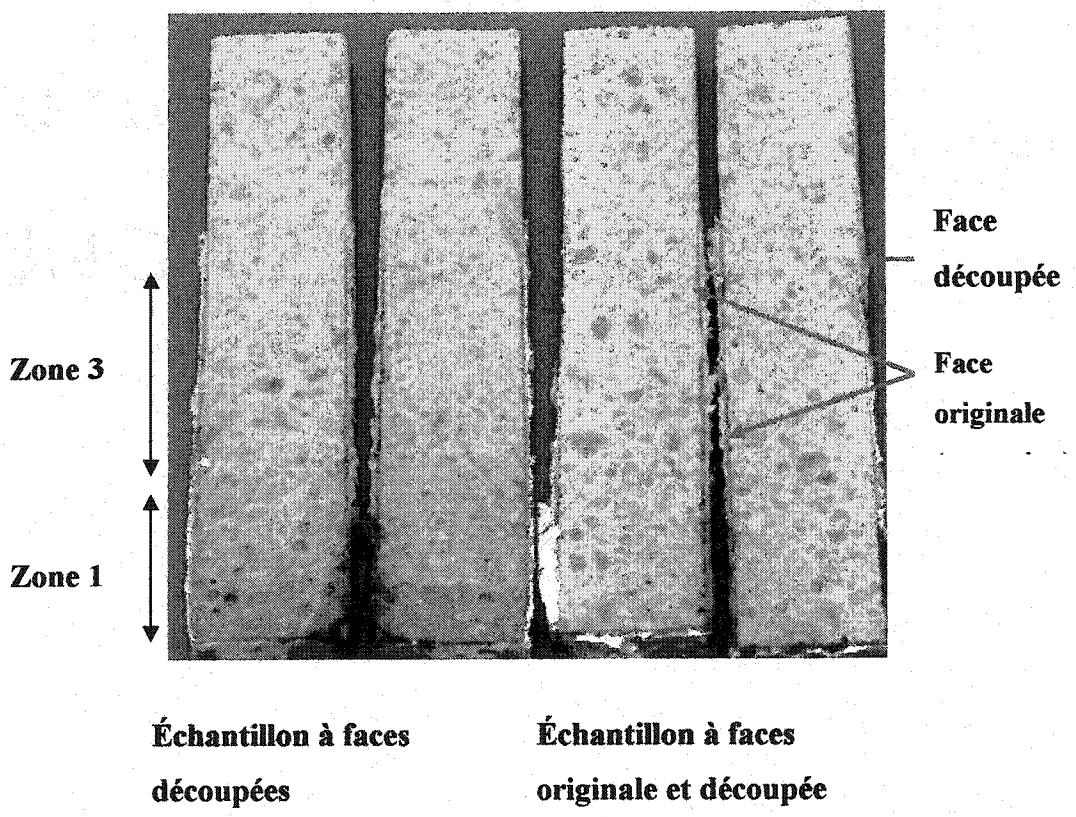


Figure 5.25 : Niveau de corrosion du béton BET-4 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

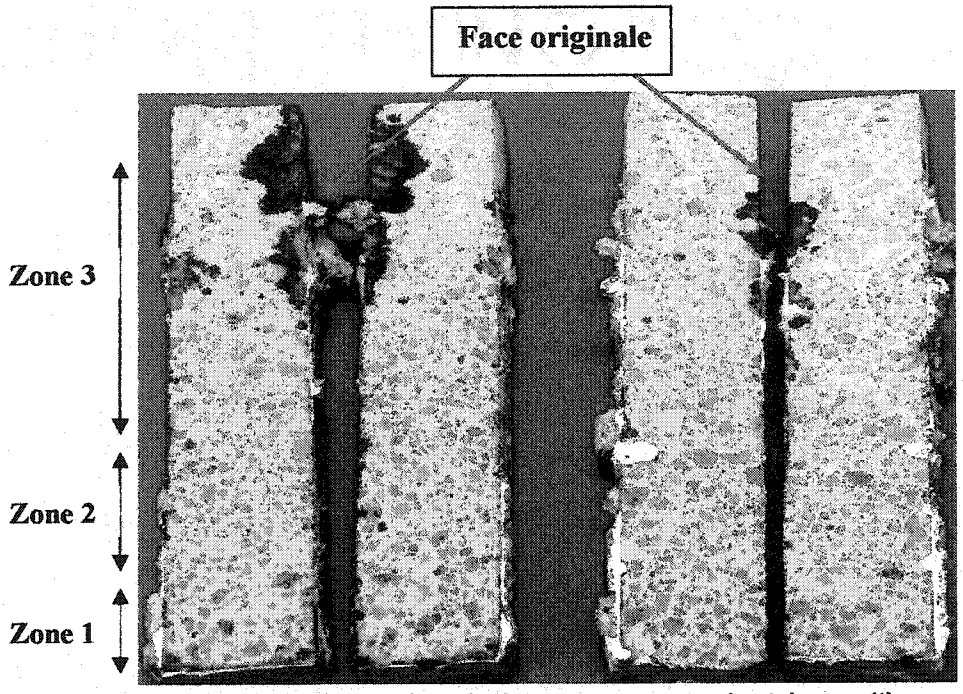


Figure 5.26 : Degré de corrosion du béton BET-6 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al + 5% Mg à 900 °C.

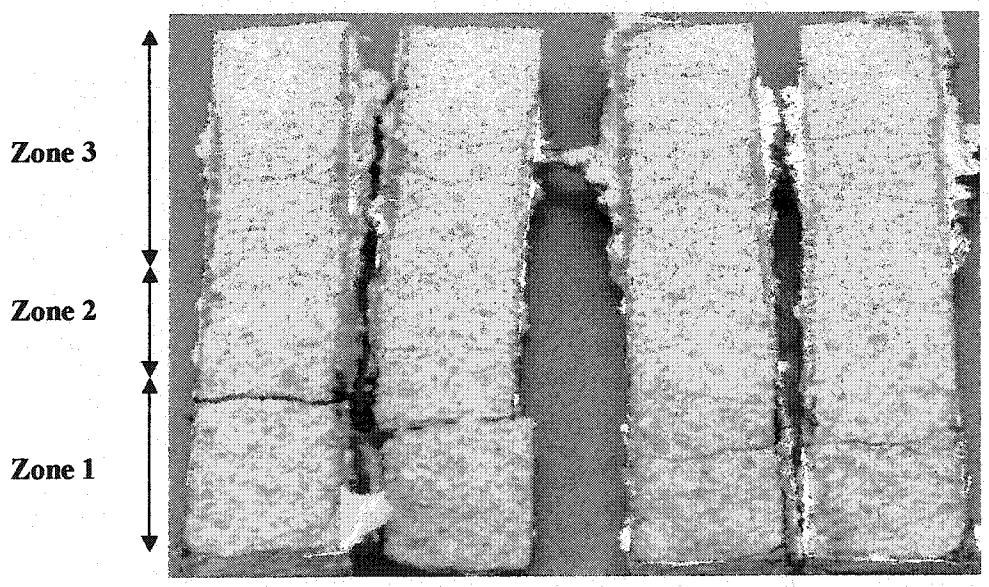


Figure 5.27 : Degré de corrosion de la brique BRI-2 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al + 5% Mg à 900 °C.

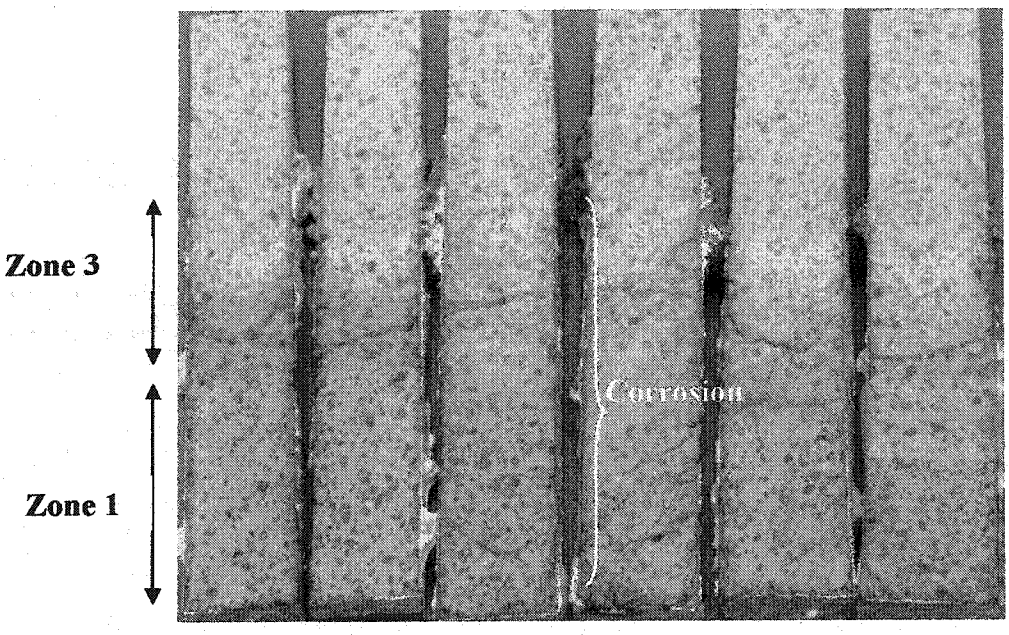


Figure 5.28 : Illustration du degré de corrosion de la brique BRI-3 après 4 jours d'immersion partielle dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

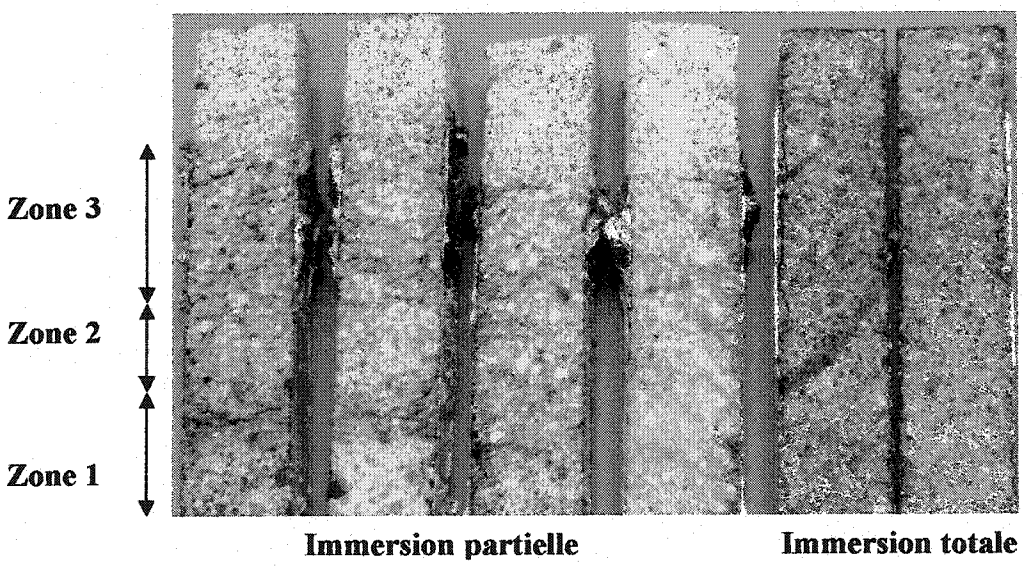


Figure 5.29 : Niveau de corrosion de la brique BRI-4 après 4 jours d'immersion partielle (les deux échantillons de gauche) et totale (l'échantillon de droite) dans l'alliage Al-5%Mg à 900 °C.

Dans le cas des bétons, le fait que la corrosion soit plus accentuée sur une face originale que sur une face découpée et/ou rectifiée peut s'expliquer par une présence plus importante de pores à la surface du béton que dans ses régions plus internes. Ces pores emmagasinent de l'oxygène, surtout dans la zone du réfractaire exposée à l'atmosphère du four. La corrosion se manifeste par la réaction de cet oxygène avec le bain et/ou sa vapeur. Les pores s'avèrent être donc des sites privilégiés d'initiation du corindonage.

Nous pensons que la corrosion généralement plus uniforme observée sur les faces des briques est liée au procédé de fabrication. En effet, on peut comprendre que le procédé de pressage par lequel les briques sont fabriquées uniformise mieux les propriétés du matériau que le coulage.

La raison qui expliquerait l'absence de corrosion sur la partie du dessous de l'échantillon en contact avec le creuset est probablement liée à la pression partielle d'oxygène. On peut donc conclure que la corrosion par immersion partielle est d'autant plus importante qu'on s'approche d'une source potentielle d'oxygène. Ceci semble être partiellement en accord avec la théorie de C. Allaire [61], laquelle préconise que la corrosion est plus prononcée dans les régions de haute et de basse pression partielle d'oxygène. Les résultats obtenus suggèrent donc que le processus de corrosion d'un réfractaire par immersion partielle s'amorce de la ligne de métal vers le bas, c'est-à-dire de la zone à grande concentration d'oxygène vers les zones plus pauvres en oxygène.

Une étude comparative des résultats issus de tests d'immersion partielle de courte à longue durée devrait permettre d'expliciter cette question.

5.4.3 Conclusions communes à la corrosion par immersion totale et partielle

Que ce soit dans le cas des tests de corrosion par immersion totale que dans ceux par immersion partielle, il a été constaté que les bétons sont beaucoup plus corrodés sur la face originale près du moule que sur une face découpée et/ou rectifiée. Par contre, dans le cas des briques, nous avons remarqué qu'il y a plus d'uniformité de corrosion sur les faces découpées et originales. Selon nous, le fait que la face originale des bétons soit plus corrodée que celle découpée et rectifiée est partiellement dû à la ségrégation de fines particules durant la coulée du béton. Celles-ci s'avèrent donc être plus concentrées dans les couches superficielles, lesquelles deviennent plus rapidement imprégnées par le métal liquide, surtout dans le cas où elles ne contiendraient pas de substances anti-mouillantes assez efficaces. De plus, la face originale des bétons est supposée contenir plus de défauts, en l'occurrence les pores. Ceux-ci facilitent la pénétration du métal et/ou fournissent de l'oxygène qui réagira avec l'aluminium pour former du corindon. Tout ceci explique la faible résistance à la corrosion de la surface du béton par rapport à celle de ses régions plus internes.

5.4.4 Effet de la corrosion sur les propriétés mécaniques et physiques des réfractaires

Dans le but d'interpréter et de quantifier la détérioration des réfractaires par corrosion en termes de modification de leurs propriétés, nous avons étudié l'effet de la corrosion sur les propriétés mécaniques et physiques. L'étude a été menée sur 5 matériaux présentant une résistance à la corrosion allant de faible à forte. Ceux-ci sont : les bétons BET-3, BET-4, BET-5 et BET-6, ainsi que la brique BRI-1. Ce type d'essais a été exécuté en immergeant totalement des échantillons de 6x1x1 pouces dans un bain de 4.4 kg de l'alliage Al-5% Mg. Pour le reste, le test s'est déroulé tel que spécifié à la section 4.2.7.3. Les propriétés résiduelles mesurées sont la contrainte à la rupture, σ; le module d'élasticité, E ; la porosité apparente, ainsi que la densité apparente, $\rho_{apparent}$, et la densité en vrac (bulk density), ρ_{vrac}.

Il est important de souligner que la contrainte à la rupture a été mesurée à froid et à 900°C, aussi bien dans le cas d'échantillons originaux que dans celui de ceux pré-corrodés. En effet, vu que les réfractaires sont utilisés à haute température et que leur comportement mécanique peut être modifié à partir d'une certaine température, surtout dans le cas des aluminosiliceux, il n'est pas évident de prédire leur comportement en service à partir des seules propriétés mesurées à température ambiante. C'est pour cela que nous avons jugé intéressant de comparer la résistance mécanique des matériaux étudiés lorsqu'ils sont testés à 20°C et à 900°C. Ceci nous permet de déterminer l'influence de la corrosion sur la résistance mécanique mesurée à froid et à chaud. Il

importe de rappeler que c'est à cette température de 900 °C que les essais de corrosion et de choc thermique ont été effectués.

Les valeurs relatives du module d'élasticité et de la porosité apparente, après corrosion pour les mêmes échantillons, sont calculées selon les relations données ci-dessous. Celles des densités apparente et en vrac ont été calculées de la même façon.

$$E_{relatif} = \left(\frac{E_{final} - E_{initial}}{E_{initial}}\right) \times 100 \qquad (70)$$

Porosité apparente relative:

$$P_{relative} = \left(\frac{P_{finale} - P_{initiale}}{P_{initiale}}\right) \times 100 \qquad (71)$$

Les résultats obtenus dans le cas de la porosité apparente sont indiqués au tableau 5.11. Ceux des mesures de densités apparente et en vrac sont montrés aux tableaux 5.12a et 5.12b, alors que ceux concernant le module d'élasticité et la contrainte à la rupture sont donnés au tableau 5.13. Pour des fins de comparaison, ces tableaux contiennent aussi les valeurs des mêmes propriétés mesurées sur des échantillons originaux, c'est-à-dire ceux non corrodés.

Sur base des résultats indiqués au tableau 5.11, on remarque que la corrosion diminue la porosité apparente du réfractaire d'au moins 20%. De manière générale, la corrosion baisse aussi légèrement la densité apparente du réfractaire (Tableau 5.12a). Par contre, elle augmente sa densité en vrac (Tableau 5.12b). Ceci est dû à l'infiltration du métal liquide dans le réfractaire à travers les pores ouverts et via d'éventuelles autres lacunes telles que les microfissures.

Tableau 5.11 : Effet de la corrosion sur la porosité apparente des réfractaires.

Matériau	Porosité apparente (%)		
	$P_{initiale}$ (%)	P_{finale} (%	$P_{relative}$ (%)
BET-3	**22,3±0,6**	**14,7±1,6**	**-34,3**
BET-4	**16,6±0,5**	**10,3±1,2**	**-37,7**
BET-6	**23,6±0,7**	**18,7±1,7**	**-20,8**
BRI-1	**17,6±0,7**	**12,2±0,7**	**-30,6**

Tableau 5.12a : Effet de la corrosion sur la densité apparente des réfractaires.

Matériau	$\rho_{apparente}$		
	ρ_i (gr/cm3)	ρ_f (gr/cm3)	$\rho_{relative}$ (%)
BET-3	3,54±0,01	3,41±0,08	-3,7
BET-4	3,24±0,01	3,29±0,03	1,5
BET-6	3,55±0,003	3,52±0,06	-0,9
BRI-1	3,56±0,003	3,51±0,07	-1,4

Tableau 5.12b : Effet de la corrosion sur la densité en vrac des réfractaires.

Matériau	ρ_{vrac}		
	ρ_i (gr/cm3)	ρ_f (gr/cm3)	$\rho_{relative}$ (%)
BET-3	2,75±0,02	2,91±0,02	5,8
BET-4	2,70±0,01	2,95±0,03	9,3
BET-5	2,78±0,02	2,94±0,05	5,8
BET-6	2,71±0,02	2,86±0,20	5,5
BRI-1	2,93±0,02	3,08±0,1	5,1

Tableau 5.13 : Effet de la corrosion sur le module d'élasticité et la contrainte à la rupture.

Matériau	Module d'élasticité (GPa)		Contrainte à la rupture (MPa)			
			$\sigma_{20\,^{\circ}C}$		$\sigma_{900\,^{\circ}C}$	
	Avant corrosion	Après corrosion	Sans corrosion	Après corrosion	Sans corrosion	Après corrosion
BET-6	46,0±2,7	76,0±50,9	15,7±4,1	-	21,1±0,6	22,1±2,8
BET-3	61,0±1,1	111,6±3,9	16,5±0,8	23,3±7,6	24,14±2,0	8,2±7,2
BET-4	68,3±2,3	72,84±22,0	25,6±2,3	22,4±4,0	24,2±2,9	8,1±1,7
BRI-1	30,5±3,3	137,7±17,9	12,1±2,7	64,4 ±23,1	18,9±1,6	13,7±4,5
BET-5	61,8±2,9	83,5±14,2	15,5±2,5	25,61±7,0	-	-

Si on compare les variations de la porosité (Tableau 5.11) et de la densité (Tableau 5.12) avec les valeurs résiduelles et originales du module d'élasticité et de la contrainte à la rupture indiquées au tableau 5.13, on constate que le module d'élasticité est la propriété dont la valeur a le plus augmenté après corrosion. En fait, lors de l'essai de corrosion, le métal liquide pénètre le réfractaire et comble les pores et les éventuelles fissures préexistantes. La continuité de matière s'en trouve accrue dans tout le volume du matériau et celui-ci devient très rigide après refroidissement. En conséquence, lors des essais non destructifs, sa fréquence de résonance devient grande, ce qui explique

l'augmentation de son module d'élasticité. À titre d'exemple, la brique BRI-1 dont la résistance à la corrosion est la plus faible parmi les matériaux nouvellement testés (Tableau 5.10), voit sa valeur du module d'élasticité augmenter de près de 4 fois, après corrosion. Dans le cas du béton BET-3, la valeur du module d'élasticité a presque doublé après corrosion. Pour le cas du béton BET-6, nous avons obtenu des résultats très dispersés. En effet, pour deux des trois échantillons testés, la valeur du module d'élasticité après corrosion est du même ordre (44,7 GPa et 48,6 GPa) que la valeur originale (46,0 GPa), alors qu'elle est près de 3 fois plus élevée (134,8 GPa) dans le cas du troisième échantillon. Nous pensons que ce grand écart dû au résultat du troisième échantillon est attribuable à la nature de surfaces exposées au cours de l'essai. Des tests supplémentaires de corrosion par immersion totale ont été exécutés sur des échantillons de 2x1x1 pouces présentant les mêmes faces dans le cas des matériaux suivants : BET-3, BET-4, BET-5, BET-6 et BRI-1. Les résultats ont confirmé qu'une face originale est plus corrodée par rapport à une face découpée ou rectifiée. Ceci nous amène à confirmer, indirectement que la valeur trop élevée du module d'élasticité du troisième échantillon (matériau BET-6) est due à une corrosion plus profonde causée par des faces originales. Le nouveau classement de la résistance à la corrosion par immersion totale de ces matériaux, sur une échelle de 1 à 6, est donné au tableau 5.14.

Tableau 5.14 : Classement de la résistance à la corrosion en tenant compte de l'effet de la nature de la surface exposée.

Niveau de résistance	Matériau	Standard CIREP	Classification proposée
Excellente	BET-5	1	6
Élevée	BET-3	3	4
Moyenne	BET-4	4	3
Faible	BET-6	5	2
Très faible	BRI-1	6	1

En représentant les valeurs maximales résiduelles du module d'élasticité en fonction du numéro de classement (Tableau 5.14) de la résistance à la corrosion (Figure 5.30), on en conclut que le module d'élasticité résiduel après corrosion est inversement corrélé à la résistance à la corrosion. Nous avons également remarqué que le module d'élasticité résiduel est inversement corrélé à sa valeur originale. En effet, cette corrélation s'élève à –67,4% si on considère des valeurs moyennes résiduelles et à –93,5% lorsqu'on tient compte plutôt des valeurs résiduelles maximales, lesquelles sont attribuables à l'effet de la surface exposée. On peut donc conclure qu'un réfractaire plus corrodé est caractérisé par un plus grand module d'élasticité résiduel après corrosion. Cependant, rien ne nous permet d'affirmer pour le moment qu'un réfractaire sera d'autant plus résistant à la corrosion que son module d'élasticité original est élevé.

D'autres études sont nécessaires pour clarifier davantage le rôle joué par chacune des propriétés d'un réfractaire sur sa résistance à la corrosion.

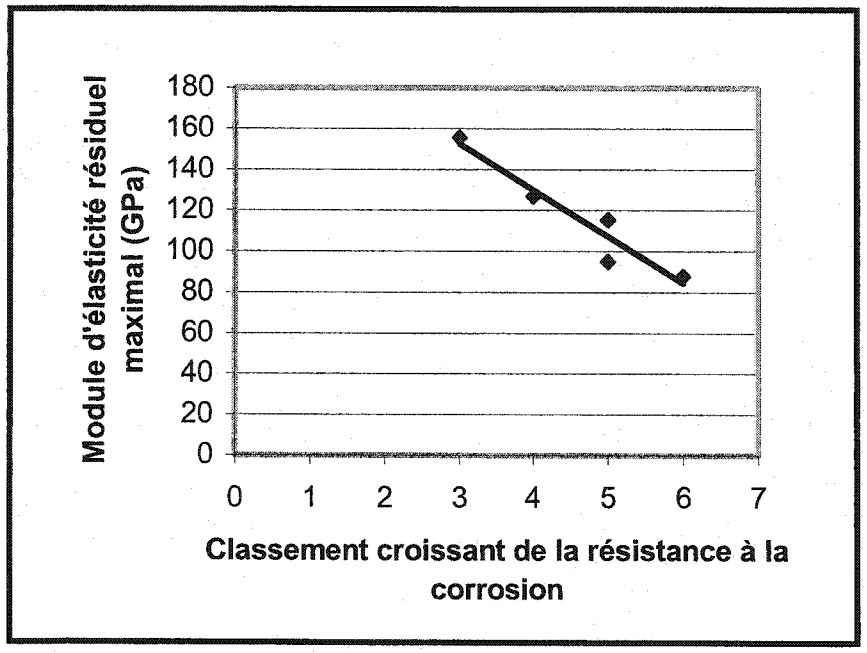


Figure 5.30 : Module d'élasticité résiduel maximal après corrosion versus classement de la résistance à la corrosion.

Les résultats concernant la résistance mécanique sont aussi très intéressants. En effet, si on compare d'abord les valeurs de la résistance mécanique mesurée à 20 °C et à 900 °C (Tableau 5.13), en l'absence de corrosion, on remarque que celles du béton BET-3 et de la brique BRI-1 sont nettement améliorées à 900°C. Dans le cas du béton BET-3, il est

possible que la présence d'un pourcentage relativement élevé d'alcalins (0,4%) ait conduit à la formation d'une quantité considérable de phases vitreuses, lesquelles confèrent une certaine plasticité au matériau lorsque testé à haute température. Bien entendu, celle-ci doit demeurer inférieure à la température de ramollissement du matériau.

Si on compare maintenant les valeurs de la contrainte à la rupture à froid avant et après corrosion, on remarque que cette propriété s'est fortement améliorée après corrosion, dans le cas de la brique BRI-1 (Tableau 5.13). Du reste, parmi les 5 matériaux testés, les résultats enregistrés antérieurement ont montré que cette brique est peu résistante mécaniquement à froid avant corrosion (Tableau 5.13), et que sa résistance à la corrosion est également la plus faible (Tableau 5.14). Comme dans le cas du module d'élasticité, la contrainte résiduelle à la rupture mesurée à froid, après corrosion, est inversement corrélée (-87,4%) à la valeur originale (Figure 5.31). La corrélation observée entre le module d'élasticité et la contrainte à la rupture, aussi bien dans le cas des valeurs originales que dans celui de celles relatives après choc thermique, est retrouvée entre leurs valeurs résiduelles mesurées à froid après corrosion (Figure 5.32). Elle s'élève à 93,3% lorsqu'on considère les valeurs maximales du module d'élasticité.

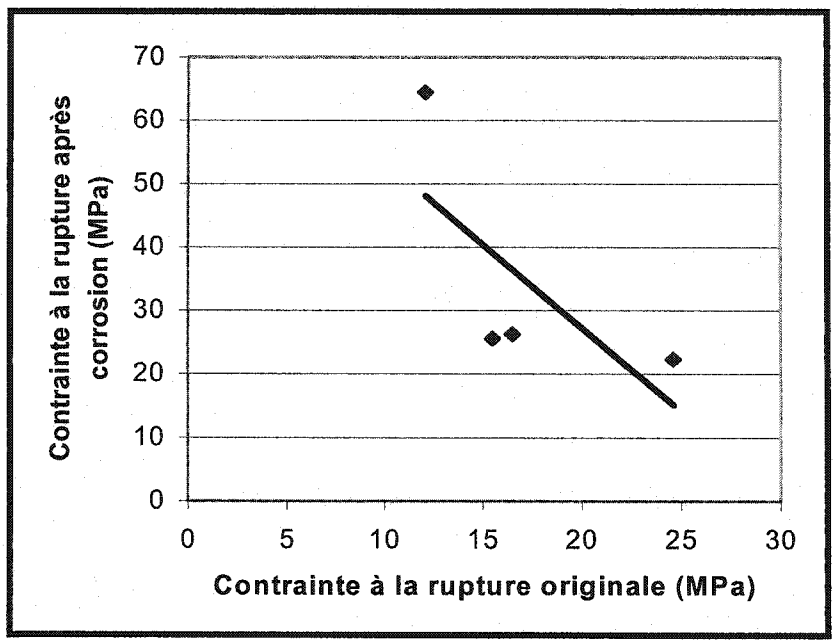


Figure 5.31 : Contrainte à la rupture résiduelle après corrosion versus contrainte à la rupture originale (toutes les deux mesurées à froid).

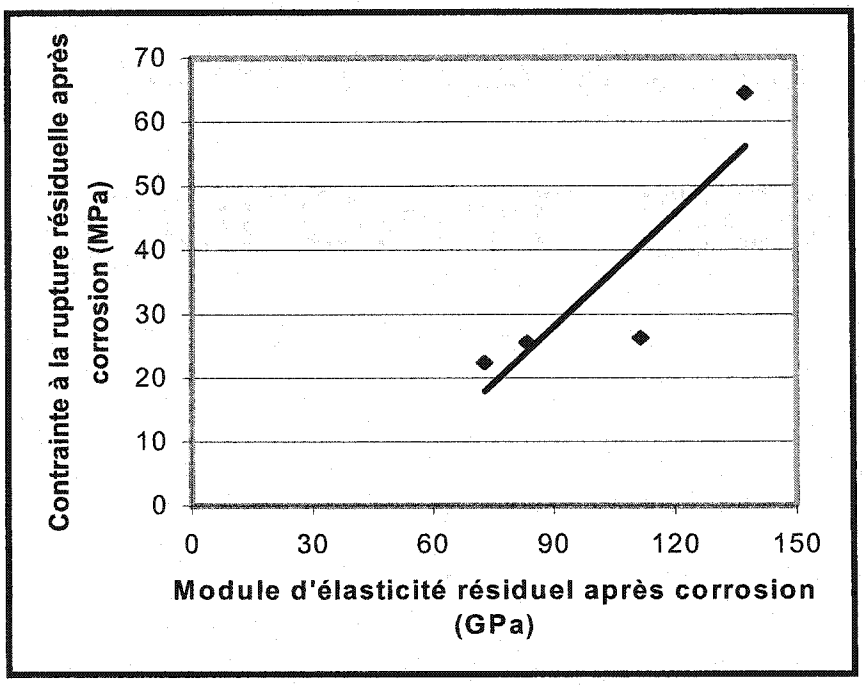


Figure 5.32 : Corrélation entre les valeurs moyennes résiduelles du module d'élasticité et de la résistance mécanique après corrosion (mesures effectuées à froid).

La figure 5.33 illustre la variation de gain du module d'élasticité après corrosion, en fonction du classement du niveau de résistance à la corrosion. On remarque que les deux varient en sens inverse. Ainsi, tant qu'un réfractaire n'aura pas été complètement

altéré et fissuré par la corrosion, on peut conclure que son module d'élasticité résiduel sera d'autant plus faible que sa résistance à la corrosion est élevée.

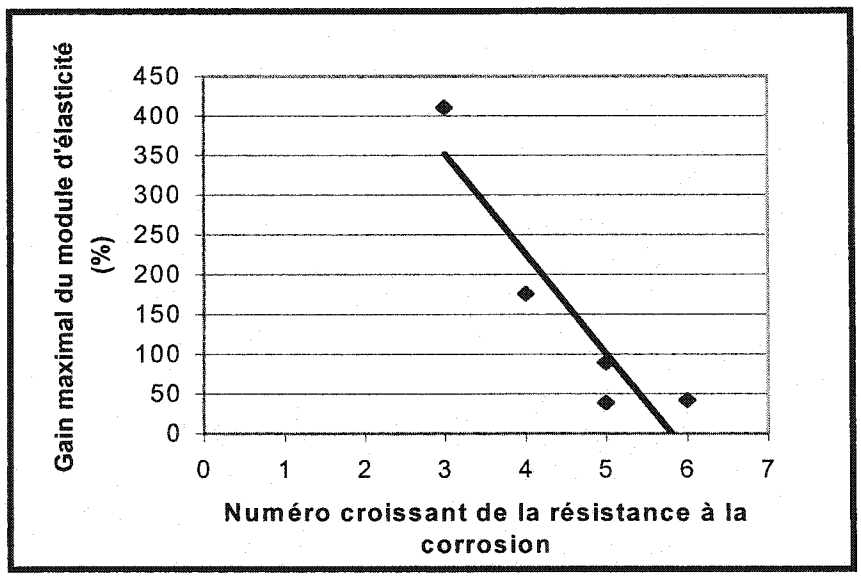


Figure 5.33 : Gain de module d'élasticité par corrosion en fonction du niveau de la résistance à la corrosion.

Nous avons enregistré une corrélation positive (77,8%) entre la contrainte à la rupture mesurée à froid et celle mesurée à 900°C. Les deux sont également positivement corrélées à la résistance à la corrosion mais, la contrainte à la rupture à chaud l'est davantage (Figure 5.34) car elle offre une corrélation plus élevée (99,6%, contre 77,7% dans le cas de la contrainte à la rupture à froid). Le module d'élasticité et la contrainte à

la rupture mesurée à 900°C dans le cas des matériaux BET-3, BET-4, BET-6 et BRI-1 offrent un niveau de corrélation du même ordre avec la résistance à la corrosion (98,3% pour le module d'élasticité) parce qu'ils sont positivement corrélés entre eux (98,6%).

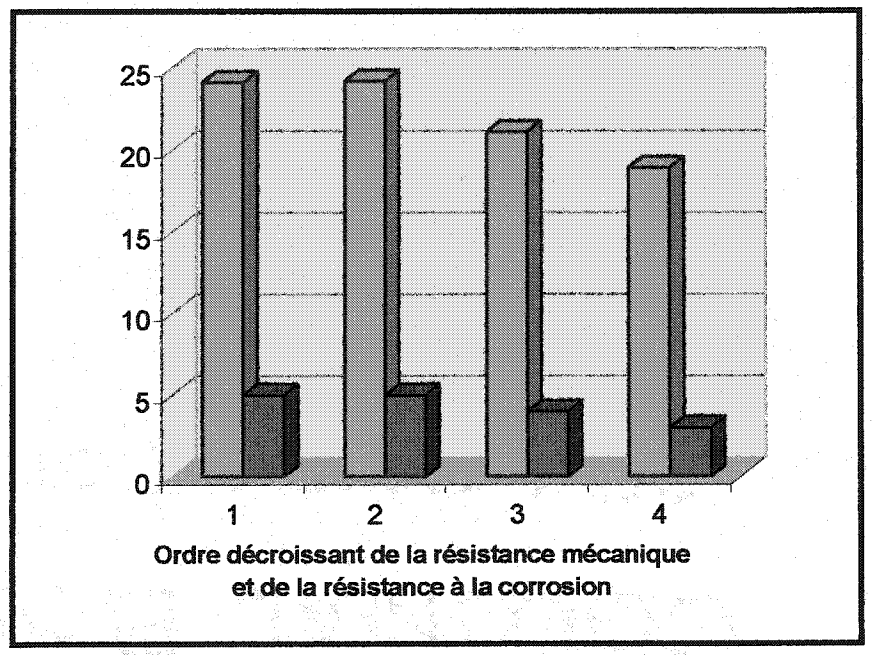


Figure 5.34 : Comparaison de la variation du module de rupture à chaud (valeurs plus élevées) avec la résistance à la corrosion (valeurs plus faibles) dans le cas de 4 matériaux (de gauche à droite : BET-4, BET-3, BET-6, BRI-1).

Dans l'ensemble, la corrélation entre les valeurs de la contrainte à la rupture à chaud avant et après corrosion est plutôt négative et faible (-64,4%). En effet, alors que ces valeurs sont sensiblement semblables dans le cas des matériaux BET-6 et BRI-1

plus corrodés, on remarque que la contrainte à la rupture à chaud après corrosion est plutôt faible dans le cas des matériaux BET-3 et BET-4. À notre avis, ce comportement ne saurait être expliqué convenablement que sur base d'analyse chimique des produits de corrosion formés. En effet, dans le cas où la réaction entre le métal et le réfractaire n'aurait pas conduit à la formation du corindon ou qu'elle ait provoqué la dissolution de phases vitreuses, il est possible que la résistance mécanique à chaud soit diminuée considérablement.

5.5.4 Recommandations pour l'étude de la résistance à la corrosion des réfractaires

À la suite de l'étude sur la corrosion des réfractaires, nous suggérons ce qui suit pour sélectionner adéquatement le meilleur réfractaire pour ce type de sollicitation:

1. Exposer à la corrosion des échantillons présentant les mêmes faces (originales et/ou faces découpées et rectifiées).

2. Refroidir les échantillons à l'intérieur du four après l'essai pour minimiser l'effet du choc thermique. Ceci permet de quantifier la dégradation strictement causée par la corrosion.

3. Après un essai de corrosion par immersion totale, il est suggéré de sectionner longitudinalement l'échantillon selon tous les types de faces exposées (faces originales, faces découpées et rectifiées), ou de faire plusieurs sections transversales à des distances égales.

4. Évaluer la dégradation par corrosion en considérant à la fois la profondeur de corrosion, les propriétés mécaniques et physiques résiduelles du matériau ainsi que la nature chimique des produits de corrosion formés.

5.6 TESTS D'ABRASION

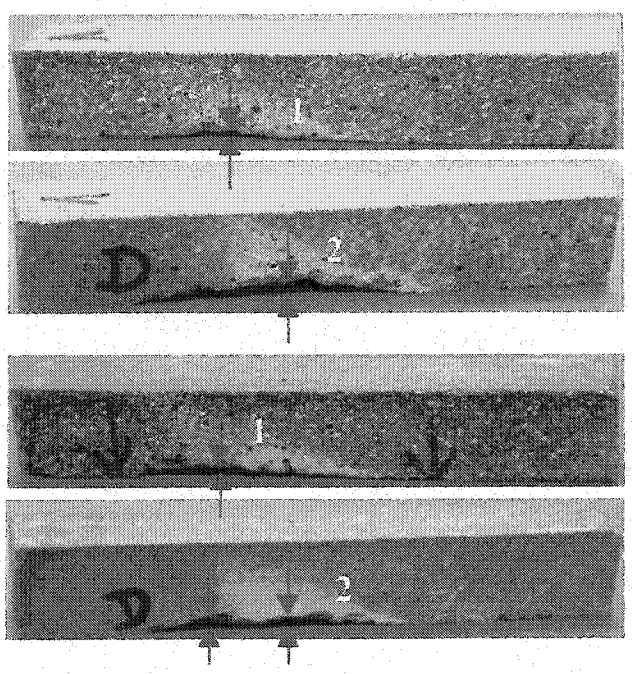
5.6.1 Considérations sur les résultats des essais préliminaires

Avant de procéder aux essais d'abrasion dans le but de corréler la résistance à l'abrasion des réfractaires avec leur résistance vis-à-vis des mécanismes de choc thermique et de corrosion, nous avons effectué des essais préliminaires d'abrasion sur des matériaux de résistance mécanique allant de très faible à forte. L'objectif de ces essais était de s'assurer d'abord du bon fonctionnement du montage expérimental réalisé, puis de fixer ensuite les paramètres expérimentaux pour les essais subséquents. Ces paramètres dont font partie la vitesse d'agitation des particules et la durée du test ont été définis à la section 4.2.9. Les essais préliminaires ont été réalisés sur des échantillons de bétons de moyenne densité (BET-7, BET-8 et BET-9) et de haute densité (BET-4) ainsi que sur ceux de la brique BRI-1.

Une des principales conclusions retenues est que la nature de la face exposée joue un rôle important dans l'usure par abrasion des bétons (N. Ntakaburimvo and C. Allaire [62]). En effet, pour ce type de réfractaires, il a été constaté que la face originale, c'est-à-dire celle contre la paroi du moule de coulage, s'use plus rapidement qu'une face découpée et/ou rectifiée. Comme nous l'avons dit dans le cas de l'étude de la corrosion, le fait que la face originale d'un béton soit plus usée que celle rectifiée est attribuable aux défauts de surface tels que les pores, d'une part, et au phénomène de ségrégation,

d'autre part. En fait, lors du séchage d'un béton et surtout pendant le chauffage en vue du frittage, l'eau de gâchage s'évapore, ce qui crée des pores additionnels dans la matrice, en plus de ceux contenus dans les agrégats. Tous ces pores servent de sites préférentiels d'attaque lors d'une action abrasive et conduisent par conséquent à une usure plus rapide de la surface. De plus, lors du coulage du béton, on retrouve une plus grande densité de fines particules à la surface que dans les zones plus internes, à cause de la ségrégation. Ceci suggère donc que les propriétés mécaniques d'un béton s'améliorent de la surface vers l'intérieur. Ainsi, au cours d'un essai d'abrasion, tel que nous l'avons pensé à la figure 3.2 (section 3.3), la résistance à l'usure dépend non seulement de la nature de la face exposée, mais également de celle des faces qui lui sont adjacentes, c'est-à-dire les faces de chargement (face du côté d'attaque) et de déchargement (Figure 3.2). Comme dans la plupart de cas d'autres matériaux, l'usure par abrasion d'un réfractaire est plus favorisée sur une surface plus rugueuse ou sur un bord présentant une discontinuité de matière. La figure 5.35 illustre l'effet des faces adjacentes dans le cas du béton BET-7. En effet, alors qu'on s'attendrait à ce que le bord d'attaque soit plus usé que le bord de déchargement, on a l'effet inverse : le bord d'attaque est moins arraché parce qu'il est adjacent à une face rectifiée. Par contre, c'est le bord de déchargement qui est plus arraché car adjacent à une face originale. Pour ce faire, afin de minimiser l'effet des surfaces adjacentes et d'uniformiser l'usure lors d'un test sur des échantillons d'un même matériau, les tests destinés à la corrélation de la

résistance à l'abrasion avec celles à la corrosion et au choc thermique ont été réalisés sur des échantillons présentant des faces identiques, tel que précisé ci-dessous.



Échantillon A

Échantillon B

1 = bord de chargement des particules (côté d'une face découpée)

2 = bord de déchargement des particules

Figure 5.35 : Illustration de l'effet de la nature de la surface exposée et de celles adjacentes sur l'usure par abrasion dans le cas du béton BET-7 précuit à 1200°C.

5.6.2 Résultats d'essais d'abrasion

Les tests d'abrasion dont les résultats devraient être corrélés avec ceux obtenus lors des essais de choc thermique et de corrosion ont été effectués dans le cas de trois bétons denses (BET-3, BET-4 et BET-6), d'un béton moins dense (BET-7), ainsi que de la brique BRI-1. Mis à part le béton BET-4 qui a été testé après cuisson à 800°C et 1200°C, les trois autres bétons étaient précuits à 1200°C. Tous les tests ont été réalisés à froid, conformément aux conditions expérimentales spécifiées à la section 4.2.9. Au cours de l'essai, c'est la face originale qui était exposée à l'action des particules abrasives. Pour uniformiser les conditions d'essais et minimiser l'effet des surfaces adjacentes évoqué ci-dessus, toutes les 3 autres faces adjacentes à celle exposée étaient rectifiées.

Comme annoncé précédemment, nous avons quantifié l'usure selon la méthode classique de mesure de la perte de poids, mais également selon notre propre approche qui a consisté à mesurer la profondeur moyenne d'usure et la force de rupture résiduelle. Ainsi, la contrainte mécanique résiduelle à la rupture a pu être déterminée puis reliée à l'usure obtenue. Nous avons essayé de corréler tous ces résultats à différentes propriétés physico-mécaniques du matériau en vue de déterminer celles qui contrôlent le plus l'usure. Les propriétés auxquelles nous avons porté plus d'intérêt sont la contrainte à la rupture, le module d'élasticité, la force originale de rupture, la ténacité et la porosité ainsi que la densité. Bien plus, nous avons également cherché à expliquer les résultats

obtenus en fonction de la taille des défauts critiques préexistants dans les matériaux étudiés.

La morphologie des surfaces usées dans le cas des matériaux testés peut être observée aux figures qui suivent, selon l'ordre croissant de leur perte de poids. Il s'agit de : la figure 5.36 pour le béton BET-4 précuit à 1200°C, la figure 5.37 pour la brique BRI-1, la figure 5.38 pour le béton BET-3, la figure 5.39 pour le béton BET-6, la figure 5.40 pour le béton BET-4 précuit à 800°C ainsi que la figure 5.41 pour le béton BET-7. À part la figure 5.36, certaines images illustrant la morphologie d'usure ont été prises après des essais de flexion 3-points pour mesurer la force résiduelle de rupture. C'est ce qui explique la présence des fissures qu'on observe dans la zone centrale des échantillons.

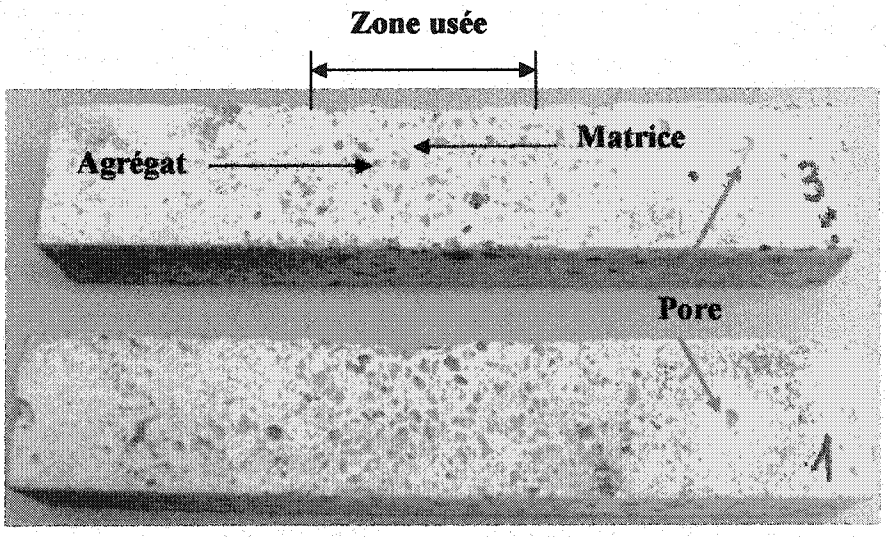


Figure 5.36 : Morphologie de la surface abrasée après 2h30 d'essai dans le cas du béton BET-4 précuit à 1200°C.

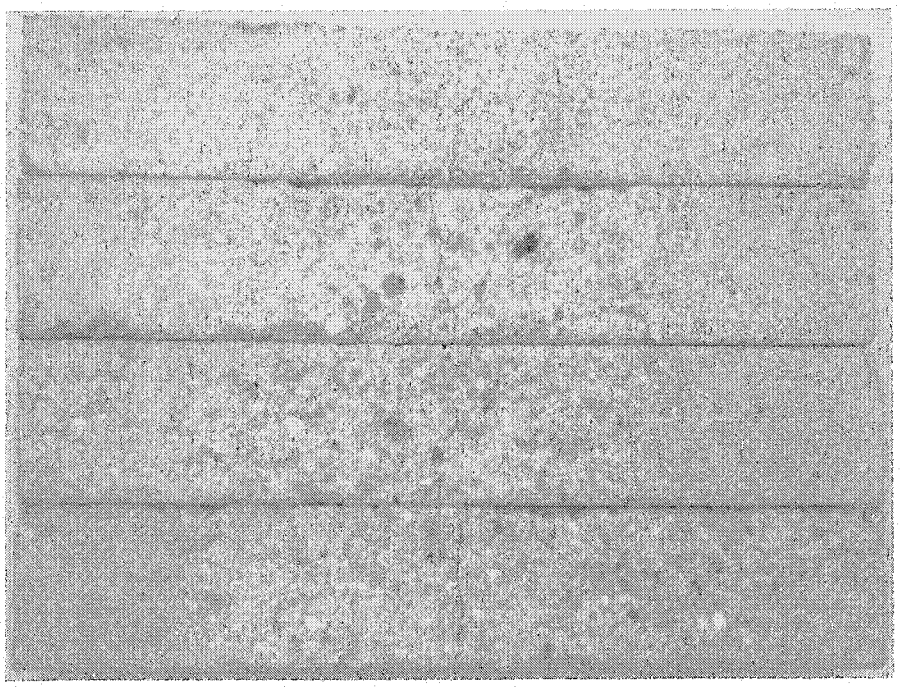


Figure 5.37 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'essai dans le cas de la brique BRI-1.

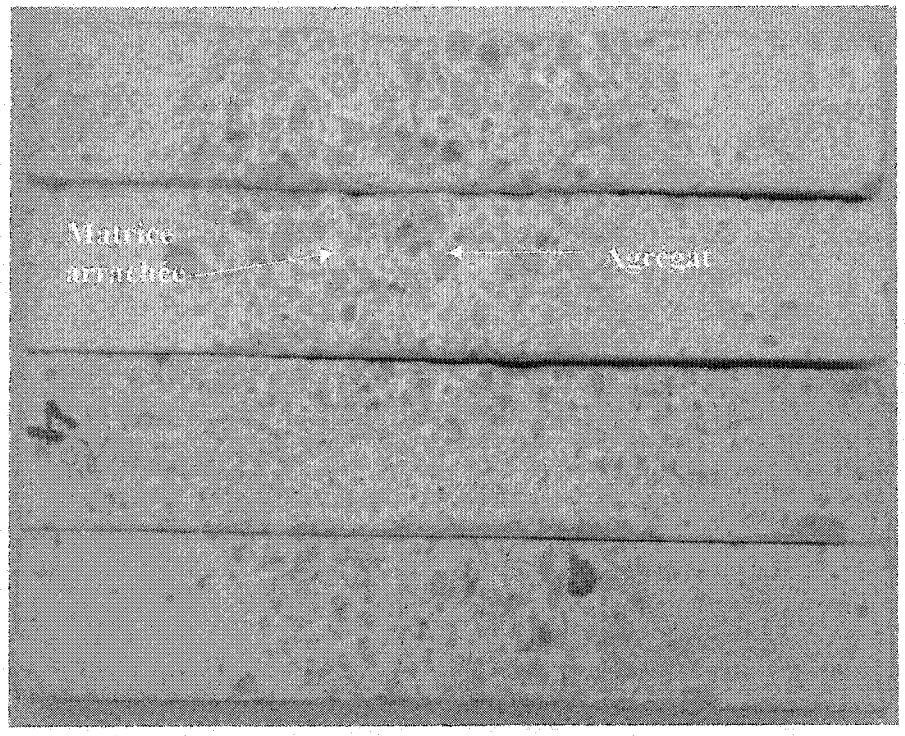


Figure 5.38 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-3 précuit à 1200°C.

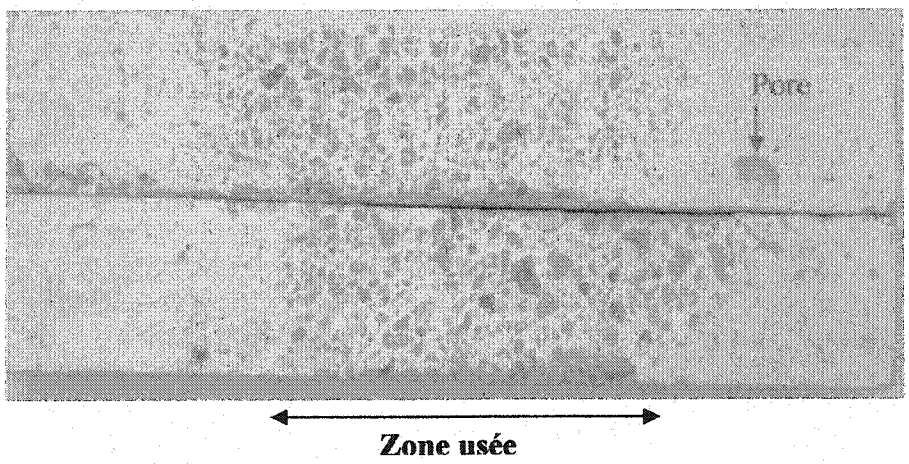


Figure 5.39 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-6 précuit à 1200°C.

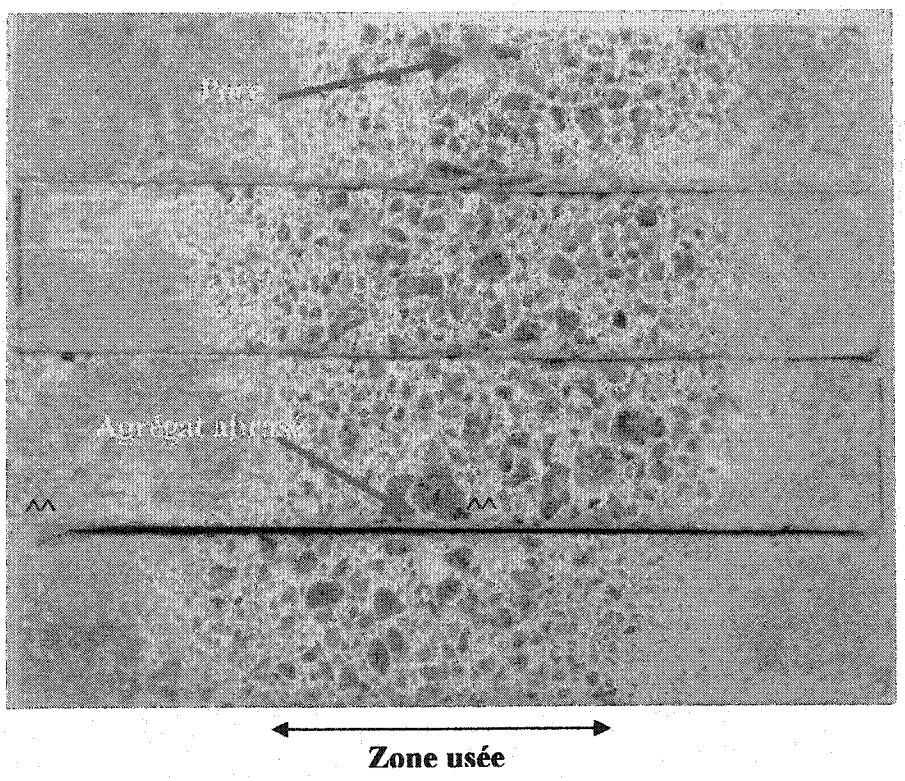


Figure 5.40 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-4 précuit à 800°C.

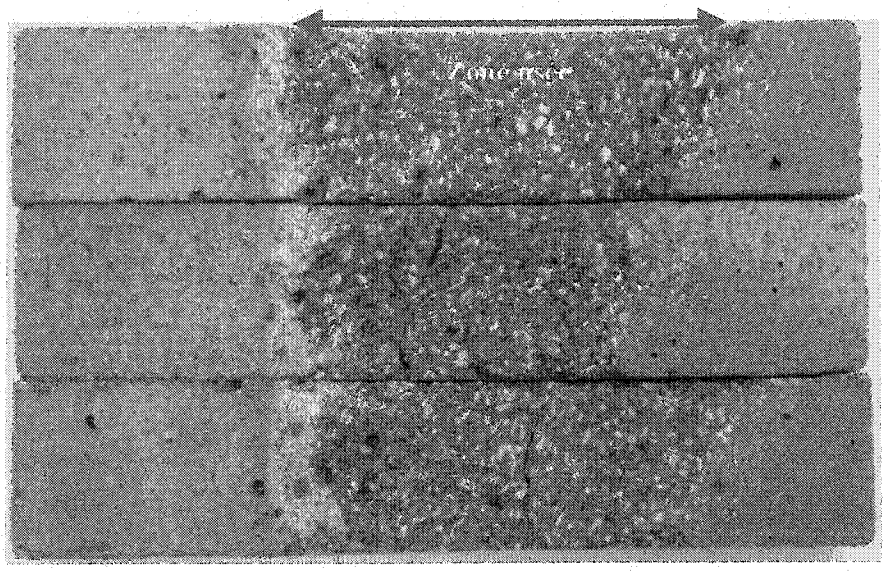


Figure 5.41 : Morphologie de la surface usée après 2h30 d'abrasion dans le cas du béton BET-7 précuit à 1200°C.

Le graphique de la figure 5.42 compare la profondeur d'usure des différents matériaux après 2h30 d'abrasion. Comme on peut le remarquer, le béton BET-7 est le matériau le plus usé alors que le BET-4 précuit à 1200°C est le plus résistant à l'usure.

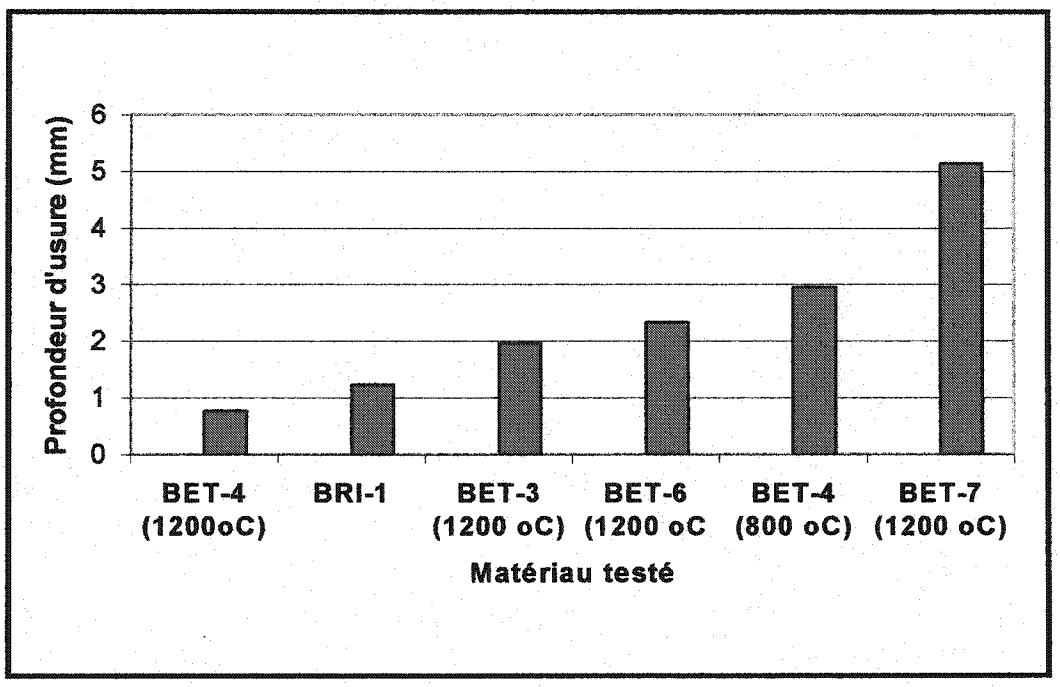


Figure 5.42 : Comparaison de la profondeur d'usure des matériaux testés après 2h30 d'abrasion.

À partir des résultats illustrés à la figure 5.43 représentant la variation de la profondeur d'usure en fonction de la perte de poids, on remarque que ces deux mesures sont parfaitement corrélées et de façon positive (99,4%) pour l'ensemble des six matériaux testés. Les deux mesures sont donc équivalentes. De plus, la corrélation entre la force de rupture résiduelle et la profondeur d'usure (Figure 5.44), d'une part, et entre la force de rupture résiduelle et la perte de poids (Figure 5.45), d'autre part, est négative et s'élève à -87,3% et -83,5%, respectivement. Cependant, lorsqu'on considère uniquement le cas des 5 bétons, ces deux niveaux de corrélation s'élèvent à -95,6% et -96,3%, respectivement. En résumé, ces trois niveaux de corrélation confirment qu'il

convient d'exprimer l'usure par l'abrasion soit en terme de profondeur d'usure, soit en terme de perte de poids ; et la résistance en terme de force de rupture résiduelle. Cependant, comme nous nous intéressons à la corrélation de l'usure avec différentes propriétés du matériau, nous préférons exprimer l'usure en terme de profondeur d'usure dans la zone centrale de l'échantillon, plutôt qu'en terme de perte de poids pour le reste de la discussion. Il a été donc possible de relier le degré d'usure à la taille des défauts préexistants dans les matériaux testés avant l'abrasion. L'épaisseur résiduelle a été mesurée pour déterminer la contrainte résiduelle à la rupture.

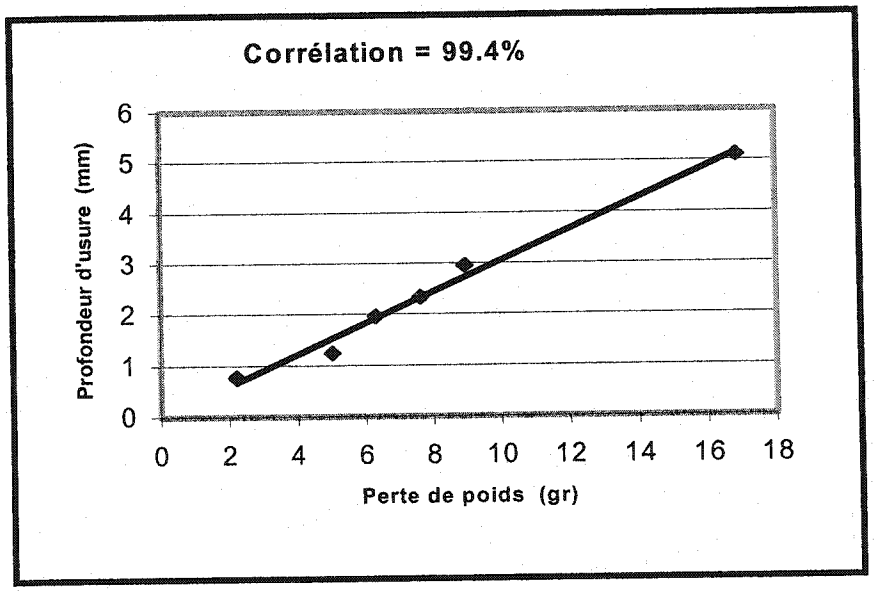


Figure 5.43 : Variation de la profondeur d'usure en fonction de la perte de poids dans le cas de 5 bétons et une brique.

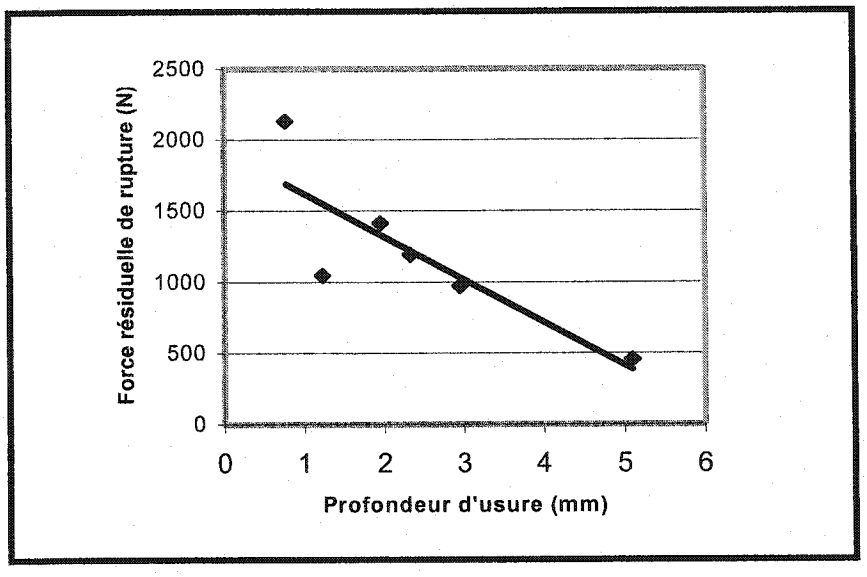


Figure 5.44 : Variation de la force de rupture résiduelle en fonction de la profondeur d'usure dans le cas de 5 bétons et 1 brique.

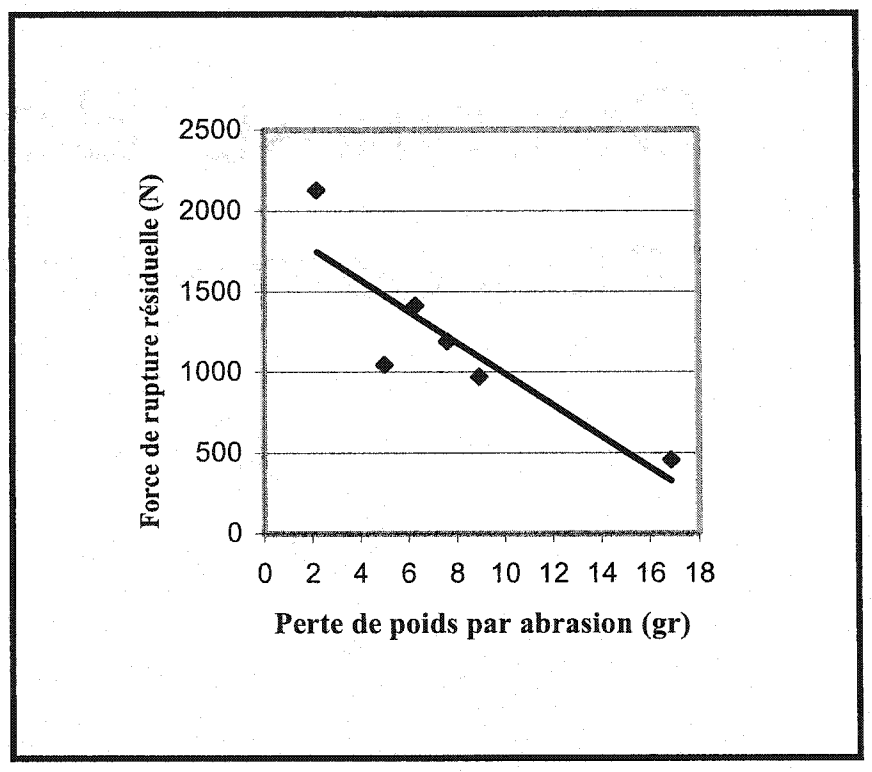


Figure 5.45 : Variation de la force de rupture résiduelle en fonction de la perte de poids après usure par abrasion de 2 h30 dans le cas de 5 bétons et 1 brique.

Une bonne corrélation a été observée entre la force résiduelle de rupture et le module d'élasticité original (Figure 5.46) ainsi que la force de rupture originale (Figure 5.47). Cette dernière s'élève à 97,6% si on considère tous les six matériaux testés, ce qui laisse entendre que la force résiduelle de rupture est parfaitement corrélée à la contrainte originale à la rupture, σ_0 (97,4%). Conséquemment, la contrainte originale à la rupture doit être inversement corrélée à la profondeur d'usure et à la masse de matière

perdue. Cependant, cette corrélation est moyenne (près de 70%) pour l'ensemble des matériaux testés mais, elle est meilleure (près de 94%) lorsqu'on considère uniquement le cas des bétons. La figure 5.48 l'illustre bien dans le cas de la profondeur d'usure. En fait, d'après nos résultats, pour des propriétés mécaniques originales semblables, les briques semblent mieux résister à l'abrasion que les bétons. Nous pensons que pareil comportement provient du fait que les briques contiennent, en général, moins de défauts que les bétons, parce que leur mode de fabrication qu'est le pressage minimise la présence de pores, à vert. Il a été également constaté que la ténacité est identiquement et négativement corrélée à la profondeur d'usure et à la perte de poids que la contrainte originale à la rupture. Par conséquent, elle devient positivement corrélée à la force résiduelle de rupture, surtout dans le cas des bétons (Figure 5.49).

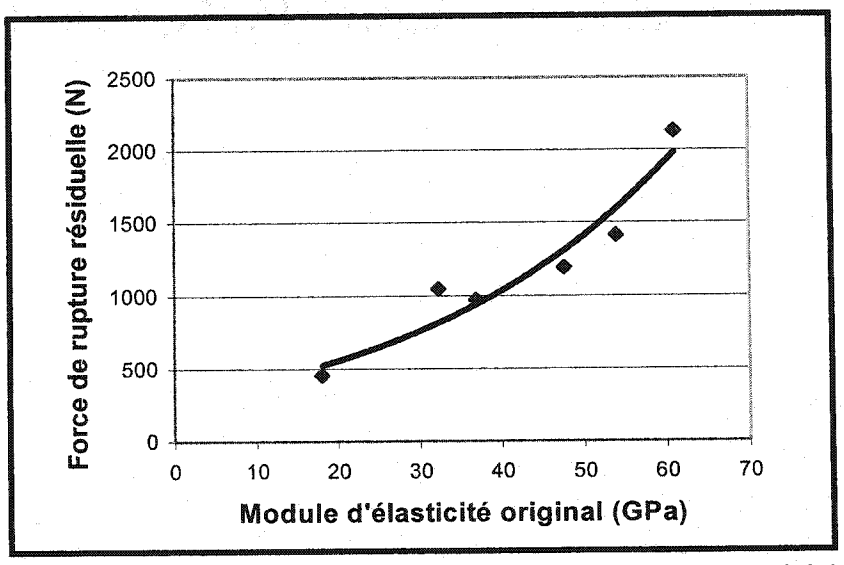


Figure 5.46 : Force de rupture résiduelle versus module d'élasticité original.

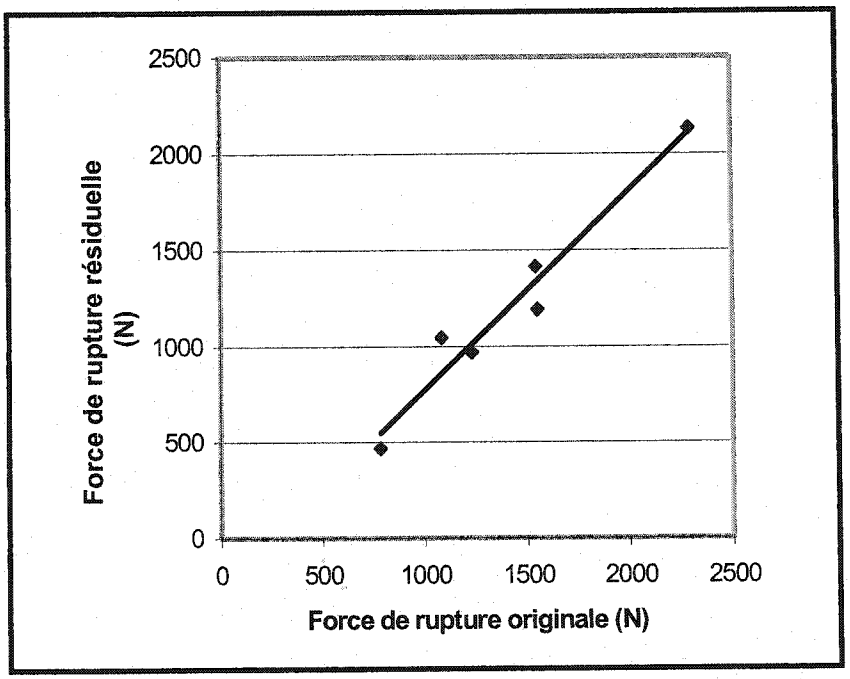


Figure 5.47 : Force de rupture résiduelle versus force de rupture originale.

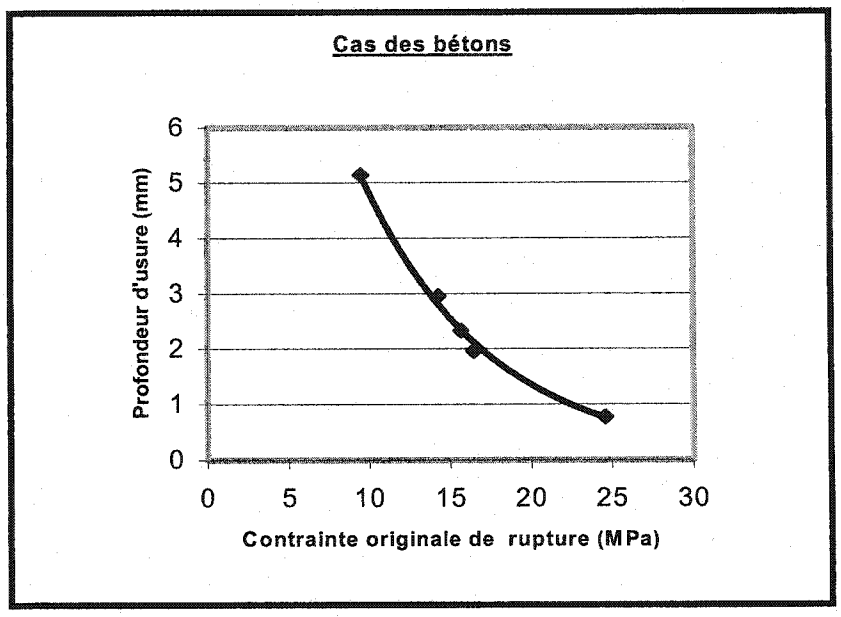


Figure 5.48 : Profondeur d'usure par abrasion versus contrainte originale à la rupture dans le cas des bétons.

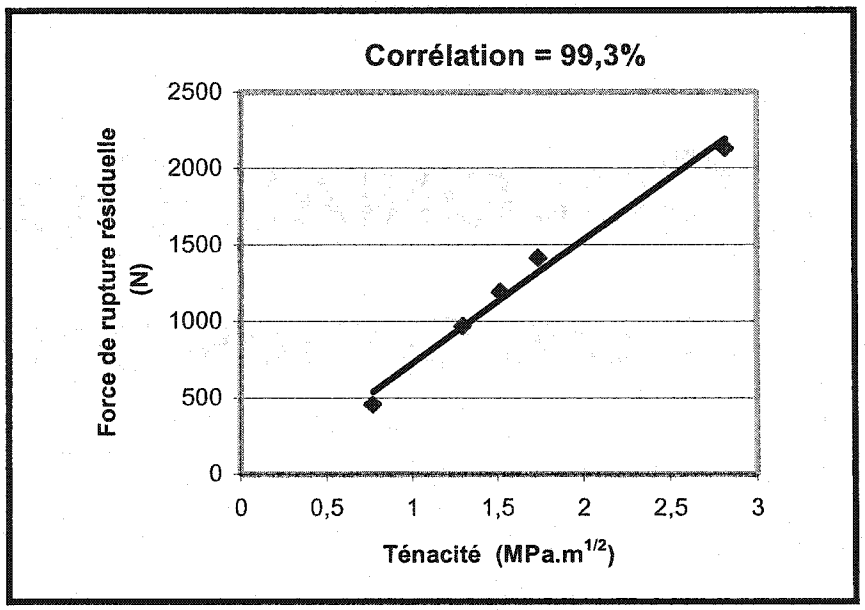


Figure 5.49 : Force de rupture résiduelle après abrasion versus ténacité dans le cas de 5 bétons.

La figure 5.50 compare la contrainte résiduelle (couleur rouge) de rupture avec celle originale (couleur bleue). À l'exception du cas du béton BET-7, on constate que celle résiduelle est plus élevée. Nous pensons, d'une part, que ceci est dû au fait que la profondeur d'usure est globalement plus faible que la taille des défauts initiaux, excepté le cas du béton BET-7 (Tableau 5.15). D'autre part, sauf dans le cas du matériau BET-7, la contrainte résiduelle est plus grande que celle initiale parce que la taille des défauts finaux est plus petite que celle de ceux initiaux (Tableau 5.15).

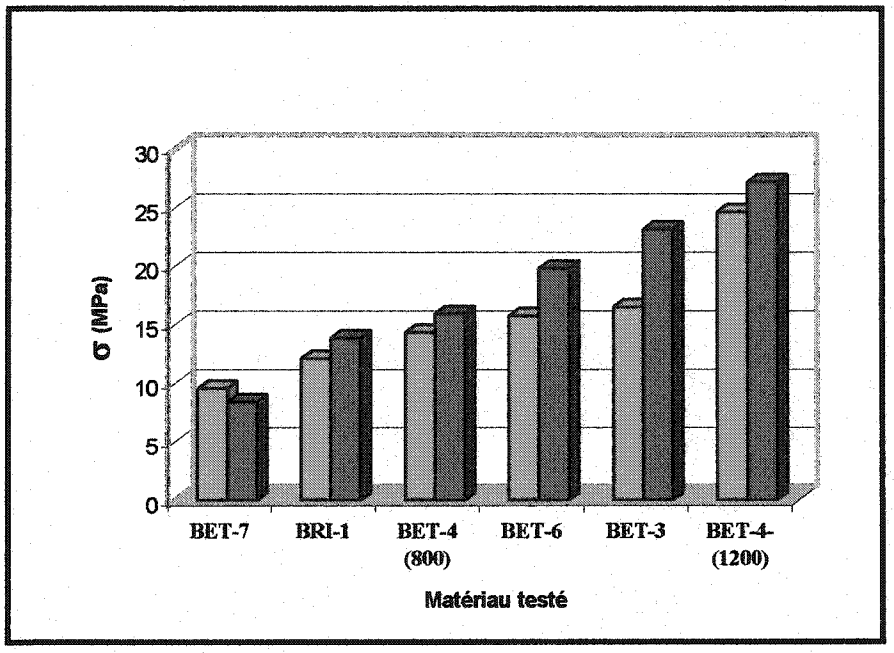


Figure 5.50 : Comparaison entre la contrainte originale à la rupture et celle résiduelle après un essai d'abrasion de 2h30 (valeurs originales en bleu et celles résiduelles en rouge).

Tableau 5.15 : Comparaison de la profondeur d'usure avec la taille des défauts initiaux et finaux après l'abrasion.

Matériau	**Profondeur d'usure (mm)**	**Taille des défauts originaux**	**Taille des défauts finaux**
BRI-1	1,23±0,45	1,8	1,38
BET-3 (1200°C)	1,96±0,66	2,82	1,44
BET-4 (800 °C)	2,95±0,25	2,1	1,7
BET-4 (1200°C)	0,77±0,05	3,14	2,74
BET-6 (1200 °C	2,33±0,14	2,38	1,5
BET-7 (1200°C)	5,14±1,1	1,66	2,15

S'agissant de l'effet des propriétés physiques sur la résistance à l'abrasion, la figure 5.51 montre qu'une faible densité conduit à une usure plus prononcée. Cependant, pour des matériaux de densités sensiblement semblables, il n'est pas facile de dégager l'effet. Pour ce qui concerne l'influence de la porosité, nous n'avons pas observé de corrélation significative entre la profondeur d'usure (ou la perte de masse) et la porosité apparente. En effet, dans le cas de l'usure par abrasion, nous pensons que l'influence de la porosité réside beaucoup plus au niveau de la taille des pores qu'à celui de leur volume. Un effet négatif remarquable de la porosité sur la force de rupture résiduelle après abrasion a été observé uniquement dans le cas des bétons précuits à 1200°C (Fig. 5.52).

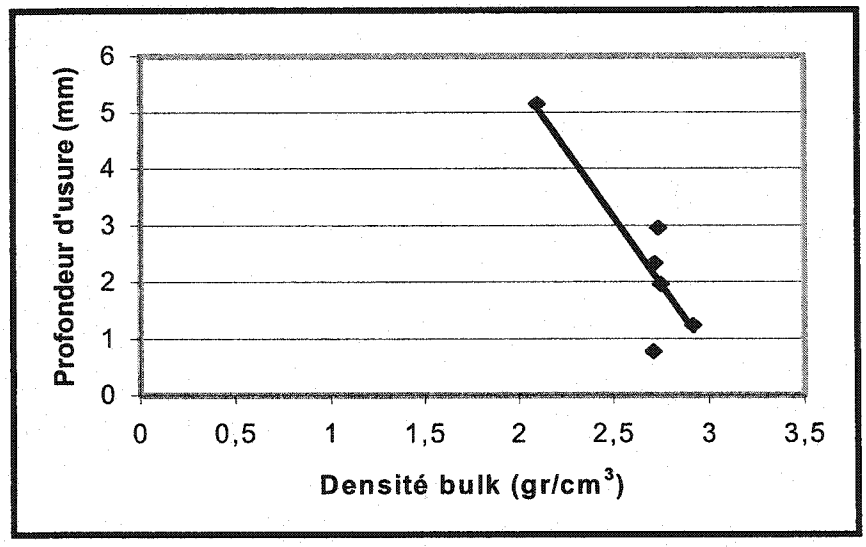


Figure 5.51 : Variation de la profondeur d'usure par abrasion en fonction de la densité en vrac.

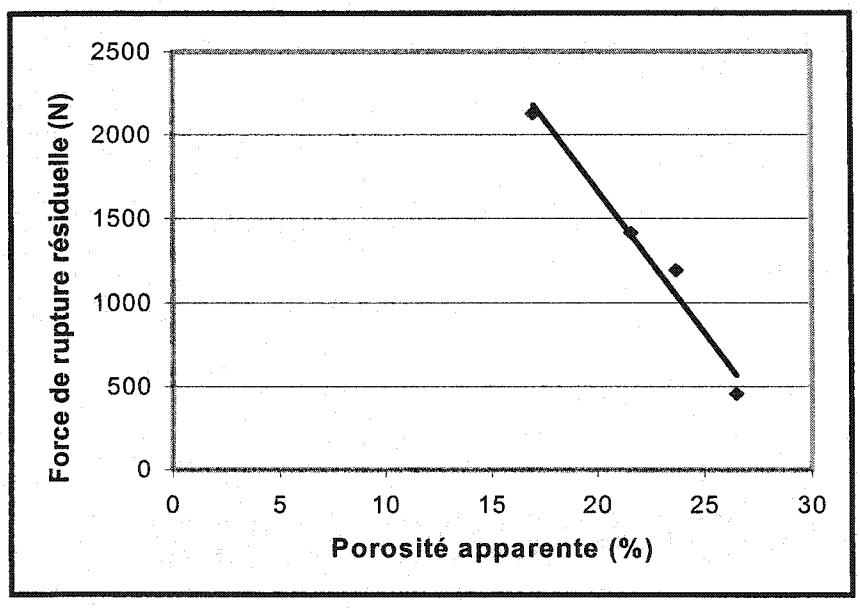


Figure 5.52 : Force de rupture résiduelle versus porosité apparente dans le cas des bétons précuits à 1200 °C.

Nous n'avons pas trouvé de corrélation entre la contrainte à la rupture à chaud (900°C) et la perte de poids (et par conséquent la profondeur d'usure) par abrasion. Ceci suggère qu'il ne serait pas prudent de prédire d'avance le comportement à l'abrasion des réfractaires à haute température sur base des résultats obtenus à froid. En effet, il est connu que les réfractaires aluminosiliceux sont susceptibles de développer une certaine plasticité à partir d'une certaine température, par suite de la formation de phases visqueuses. Des essais d'abrasion à haute température s'avèrent donc nécessaires.

5.6.3 Conclusions principales

À la suite de l'étude de la résistance à l'abrasion des matériaux réfractaires, nous pouvons retenir les conclusions suivantes :

1. L'usure des réfractaires s'initie dans la matrice, laquelle est généralement moins résistante que les agrégats. Dans le cas des bétons, elle est plus importante sur une face originale que sur une face rectifiée.

2. La perte de poids par abrasion et la profondeur d'usure qui en résulte, sont généralement d'autant plus faibles que la résistance mécanique du matériau est élevée. Cependant, pour un béton et une brique de même résistance mécanique, il semble que le béton est le plus dégradé.

3. La force de rupture résiduelle après abrasion est inversement corrélée à la perte de poids et à la profondeur d'usure.

4. Une très bonne corrélation a été établie entre la force de rupture résiduelle et celle originale. Cette force résiduelle est également positivement corrélée aux valeurs originales de la contrainte à la rupture, du module d'élasticité et de la ténacité, surtout lorsqu'on considère les bétons à part.

5. La profondeur d'usure est d'autant plus faible que la taille critique des défauts initiaux est grande.

6. La taille des agrégats et leur nature jouent un rôle important sur le phénomène d'usure par abrasion des réfractaires.

5.7 CORRÉLATION ENTRE LES MÉCANISMES D'ABRASION, DE CORROSION ET DE CHOC THERMIQUE

5.7.1 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et au choc thermique

Du fait que la résistance à l'abrasion est contrôlée par des propriétés mécaniques dont la contrainte à la rupture, σ_0, on ne peut pas s'attendre qu'elle puisse varier dans le même sens que la résistance à l'endommagement par choc thermique. Ceci est d'ailleurs confirmé par la corrélation négative (-73,7 %) enregistrée entre la force résiduelle après abrasion et la résistance à l'endommagement par choc thermique (σ_r/σ_0), laquelle est illustrée à la figure 5.53. En conséquence, la perte de poids et la profondeur d'usure par abrasion sont positivement corrélées à la résistance mécanique relative après choc thermique. Par ailleurs, la résistance à l'endommagement par choc thermique est favorisée par une porosité élevée et surtout par des pores de grande taille. Ces facteurs réduisent par contre la résistance à l'endommagement par abrasion. Il n'y a donc pas de corrélation positive possible entre la résistance à l'endommagement par abrasion et celle par chocs thermiques. La raison est que la première est régie par des propriétés permettant de résister à l'initiation des fissures, alors que la seconde est contrôlée par les paramètres de résistance à la propagation des fissures préexistantes ou celles initiées lorsque le matériau est soumis à une différence de température critique ΔT_C. Ainsi, la résistance à l'endommagement par abrasion sera d'autant plus élevée que le matériau

contient des défauts initiaux de faible taille, pendant que celle au choc thermique le sera lorsque la longueur de ces défauts est grande. En effet, lorsqu'un matériau contenant de gros pores est soumis à un choc thermique, ceux-ci vont contribuer à stopper ou à dévier la propagation des fissures dues au choc thermique. Par contre, lorsqu'un tel matériau est soumis au mécanisme d'abrasion, ces pores servent de sites préférentiels d'amorçage d'usure. Ainsi, la profondeur d'usure par abrasion devrait être positivement corrélée aux paramètres de résistance à la propagation des fissures par choc thermique, c'est-à-dire les paramètres R"" et R_{st}, ainsi que le paramètre $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$ défini au cours des présents travaux. Cependant, la meilleure corrélation est observée dans le cas des bétons, plus particulièrement avec le paramètre R"" (90,6%, contre 67,2% si on inclut la brique BRI-1). Le graphique de la figure 5.54 illustre cette dernière corrélation.

On peut donc conclure que l'usure par abrasion sera d'autant plus importante que l'extension des fissures par choc thermique est élevée, ce qui est en accord avec le point 5 de la section 5.6.3, laquelle conclut la partie concernant les résultats d'essais d'abrasion. En d'autres termes, la résistance à l'abrasion sera d'autant plus élevée que la valeur du paramètre R"" est faible (Figure 5.55). Par ailleurs, nous avons montré que le paramètre R"" vaut à peu près le double de la longueur initiale des défauts (équation 65). Le paramètre R"" sert donc de paramètre de performance prédisant la résistance à la propagation des fissures courtes par choc thermique dans le sens positif, et l'endommagement par abrasion des bétons réfractaires dans le sens négatif.

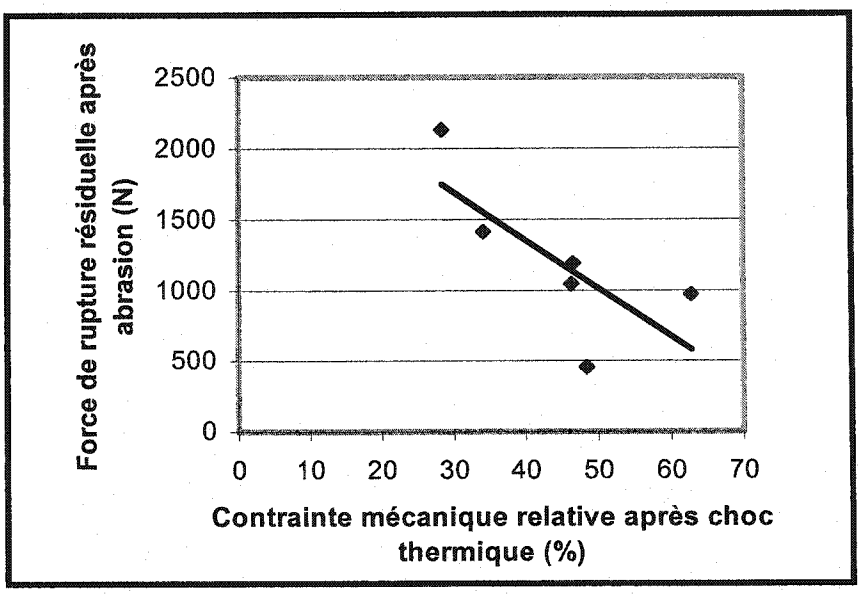


Figure 5.53 : Corrélation entre la force de rupture résiduelle après abrasion et la résistance à l'endommagement par choc thermique.

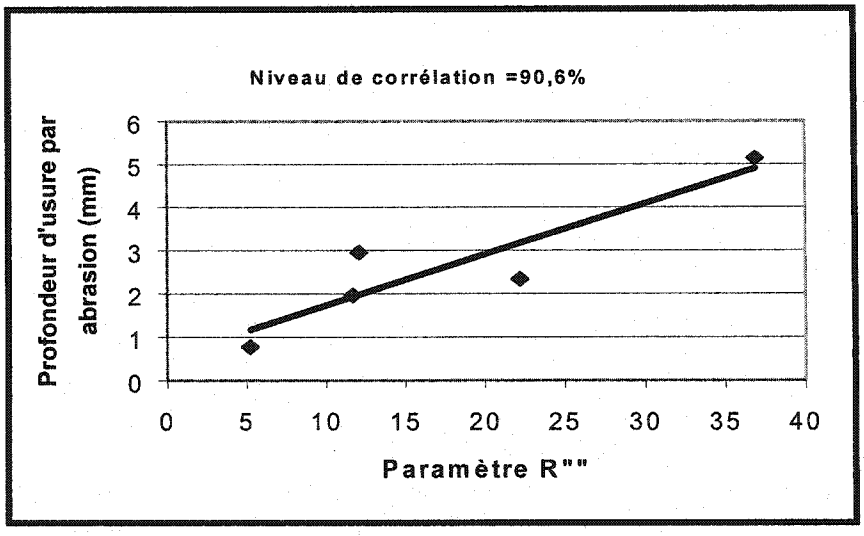


Figure 5.54 : Corrélation entre la profondeur d'usure par abrasion et le paramètre de résistance à la propagation des fissures courtes R"" dans le cas des bétons.

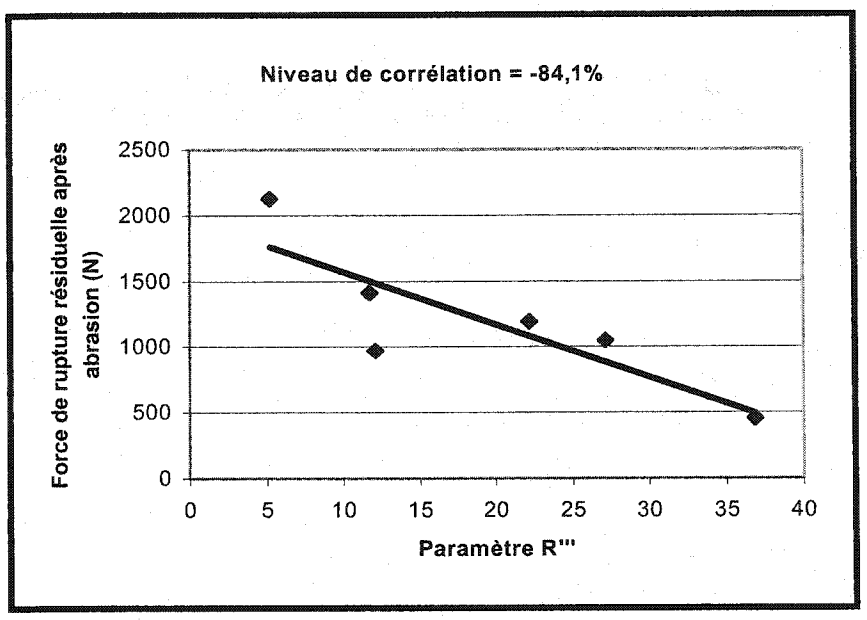


Figure 5.55: Corrélation entre la force résiduelle de rupture après abrasion et le paramètre de résistance à la propagation des fissures courtes R'''' dans le cas de 5 bétons et une brique.

Si nous comparons maintenant le déroulement des deux processus de dégradation, il convient de préciser que l'endommagement par choc thermique n'intervient que lorsqu'une différence de température critique (ΔT_C) est atteinte. De plus, après qu'un réfractaire a subi un tel choc thermique, nous avons vu que l'endommagement ne peut plus se poursuivre de façon considérable que si le matériau est soumis à une différence de température plus critique que la précédente, c'est-à-dire à $\Delta T_{C2} >> \Delta T_{C1}$. Par contre, dans le cas du processus d'usure par abrasion, en autant que la dureté des particules abrasives est supérieure, ou tout au moins égale, à celle du

matériau à user, et que ces dernières demeurent tranchantes, l'usure se poursuit avec presque la même sévérité. En outre, la dégradation par choc thermique est un processus presque instantané pendant que celui d'abrasion est relativement plus lent.

5.7.2 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et à la corrosion

Le point commun entre la résistance à l'abrasion et celle à la corrosion est que les deux sont réduites par la porosité, surtout par la taille des pores. De plus, nous avons montré que la dégradation des bétons par chacun des deux mécanismes est plus considérable lorsqu'elle est initiée sur une face originale que sur une face découpée et/ou rectifiée. En effet, en plus de présenter des défauts plus importants que l'intérieur du matériau, la surface d'une face originale d'un béton condense plus de fines particules que les couches internes, par suite de la ségrégation apparue lors de son l'élaboration. Ces particules sont peu résistantes mécaniquement, d'où l'usure plus prononcée par abrasion. Si on regarde du côté de la corrosion, la situation peut s'expliquer par le fait que ces particules fines s'imprègnent plus vite de métal liquide, et que par conséquent le processus de corrosion démarre plus tôt sur une face originale que sur celle découpée et/ou rectifiée.

Pour le reste, il est difficile de faire un rapprochement direct entre les deux mécanismes, parce que l'abrasion agit par sollicitation mécanique alors que la corrosion agit par une action chimique. Celle-ci dépend essentiellement du degré de mouillage du

réfractaire par le métal liquide en présence. De plus, le processus de corrosion est plus lent que celui d'abrasion parce qu'il nécessite un certain délai d'incubation avant de s'amorcer.

Sur base du classement de la résistance à la corrosion des matériaux (BET-3, BET-4 et BET-6 ainsi que BRI-1) ayant subi les deux mécanismes de dégradation, et compte tenu de la corrélation (61%) entre la profondeur d'usure par abrasion et les valeurs maximales du module d'élasticité résiduel après corrosion, on peut quand même dire que les deux mécanismes ont quelques points en commun. Il existe donc des propriétés communes qui doivent contribuer d'une certaine manière à la résistance des réfractaires à l'abrasion et à la corrosion.

5.7.3 Corrélation entre la résistance au choc thermique et à la corrosion

Il est difficile de penser que les résistances aux deux mécanismes peuvent varier dans le même sens car les paramètres microstructuraux qui favorisent l'une nuisent à l'autre. En effet, les résultats obtenus dans le cas des six bétons denses (BET-1 à BET-6) précuits à 1200°C montrent bien que la porosité favorise la résistance à l'endommagement par choc thermique (Figure 5.56) pour les raisons avancées ci-haut ; alors qu'elle nuit à la tenue à la corrosion (Figure 5.57) tel qu'expliqué précédemment. Un test additionnel de corrosion par immersion totale a été effectué dans le cas du béton BET-7, en vue de comparer la résistance au choc thermique avec celle à la corrosion sur

des matériaux présentant une composition chimique différente et une résistance mécanique allant de faible à forte. Ce béton était complètement pénétré au bout de 48h, d'où sa résistance à la corrosion face à l'alliage Al-5% Mg est jugée nulle. La figure 5.58 qui illustre cette comparaison dans le cas des bétons montre que les mécanismes de corrosion et de choc thermique varient de façon globale en sens inverse. On doit donc privilégier la sélection du matériau selon le mécanisme prédominant ou faire un compromis raisonnable si les matériaux doivent être soumis de façon considérable à l'action de ces deux mécanismes.

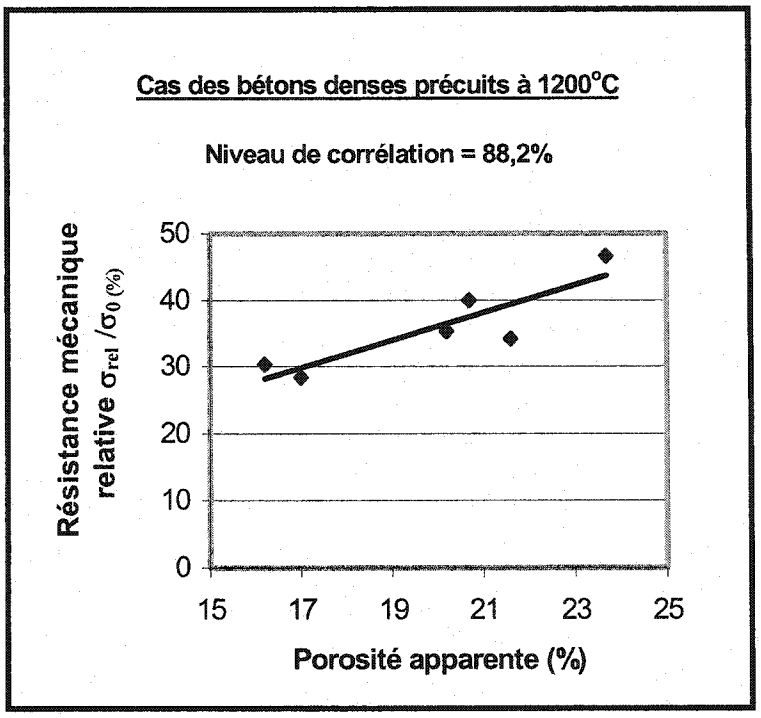


Figure 5.56 : Effet de la porosité sur la résistance au dommage par choc thermique.

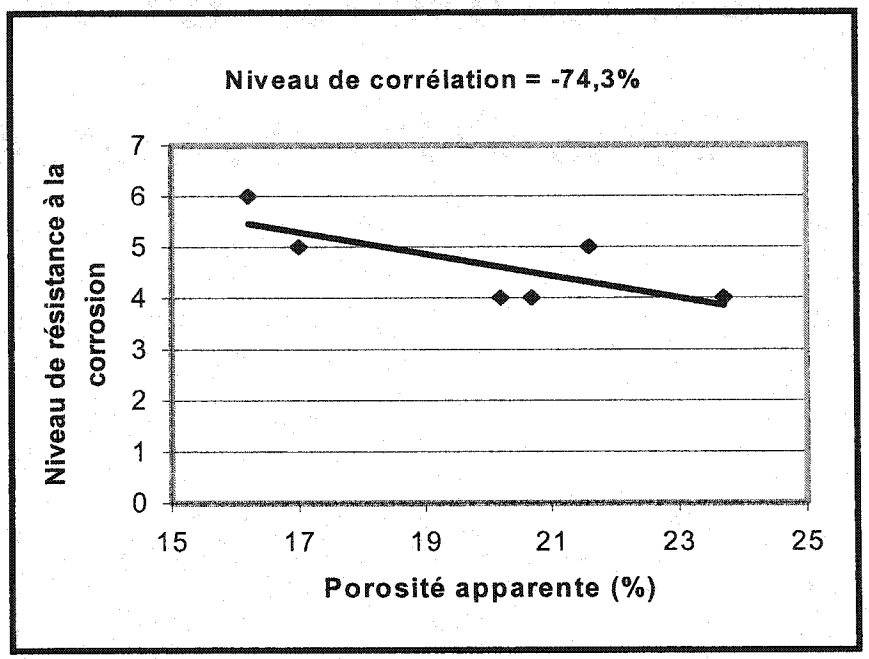


Figure 5.57 : Effet de la porosité apparente sur la résistance à la corrosion de bétons denses dans le cas des bétons denses précuits à 1200°C.

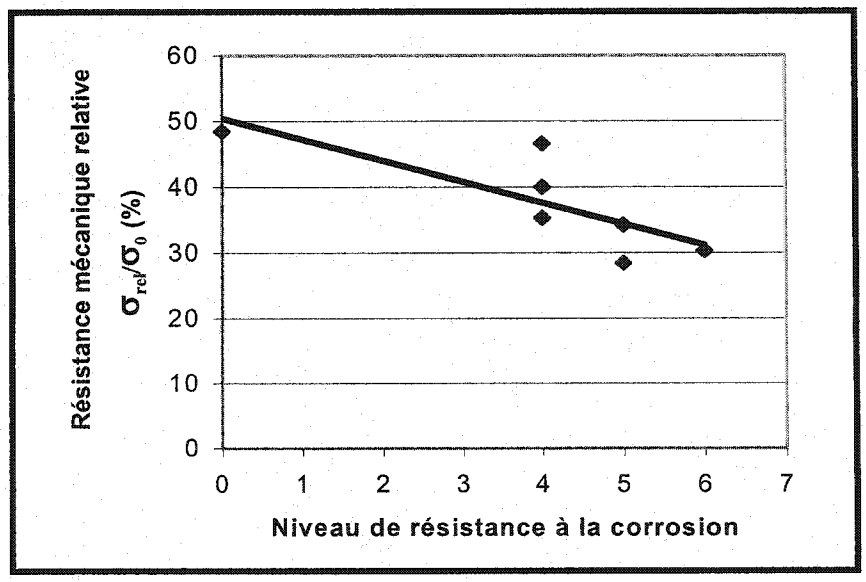


Figure 5.58 : Résistance au dommage par choc thermique versus niveau de résistance à la corrosion.

5.7.4 Corrélation entre la résistance à l'abrasion et au choc thermique ainsi qu'à la corrosion

L'étude comparative du comportement à la corrosion, au choc thermique et à l'abrasion a concerné les matériaux suivants : BET-3, BET-4, BET-6, BET-7 et BRI-1. Les bétons étaient tous précuits à 1200°C. Le classement général de leur résistance à chacun des trois mécanismes est donné aux figures 5.59 à 5.61. Ce dernier est basé sur la force de rupture résiduelle dans le cas de l'abrasion (Figure 5.59), sur la résistance mécanique relative (σ_r/σ_0) pour ce qui est du choc thermique (Figure 5.60), et sur le critère CIREP exprimé selon une numérotation croissante de la résistance à la corrosion (Figure 5.61) tel que spécifié antérieurement. L'observation parallèle du niveau de classement de la performance des six matériaux face aux trois mécanismes nous permet de conclure qu'il n'y a pas de matériau pouvant leur opposer le même niveau de résistance. En effet, nous avons vu que la porosité avantage la résistance au dommage par choc thermique tout en nuisant à celles à la corrosion et à l'abrasion. Le choix de réfractaires devant faire face à la corrosion et au choc thermique ainsi qu'à l'abrasion doit privilégier un compromis basé sur le mécanisme prédominant, ou sur la sévérité de l'action successive ou combinée de deux mécanismes ou des trois ensemble. Ceci rend donc nécessaire l'étude de l'interaction entre ces trois mécanismes.

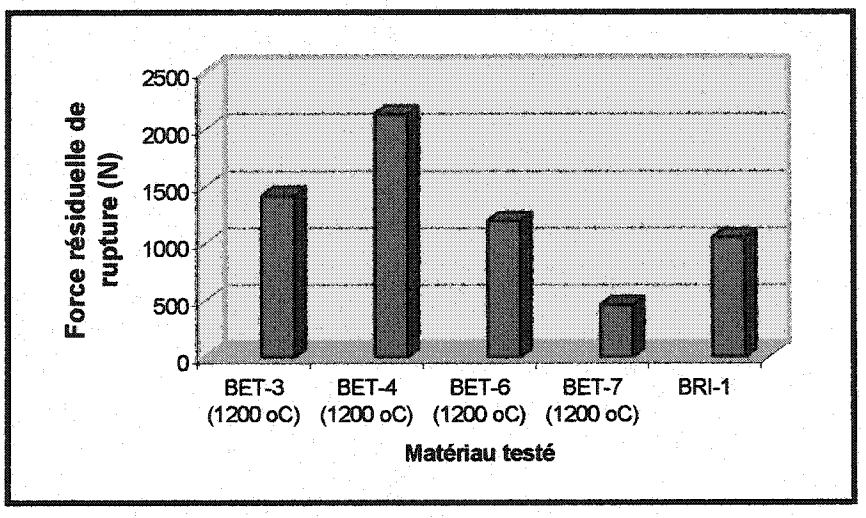


Figure 5.59 : Classement de la résistance à l'abrasion en terme de force de rupture résiduelle.

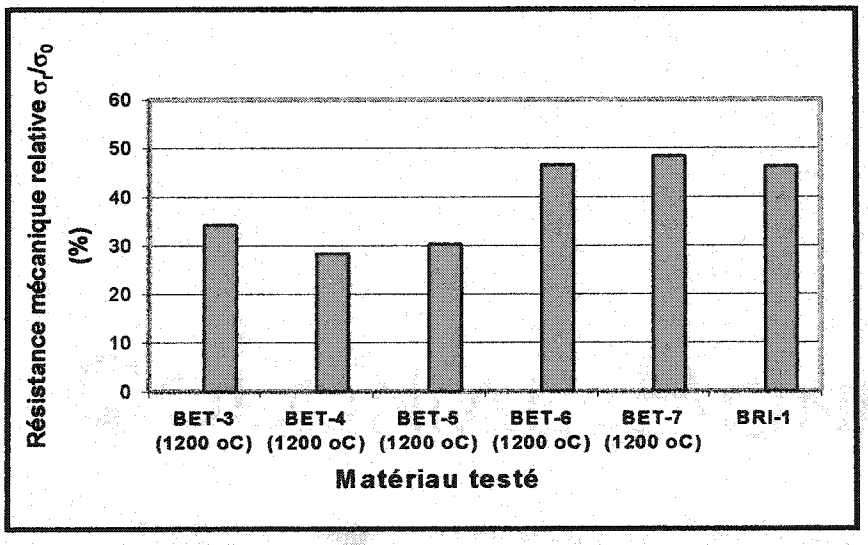


Figure 5.60 : Classement de la résistance à l'endommagement par choc thermique.

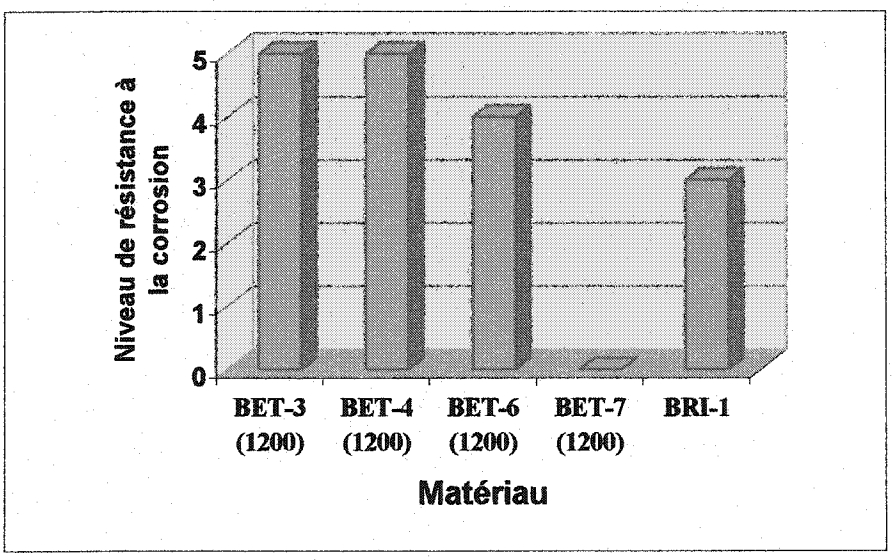


Figure 5.61 : Classement de la résistance à la corrosion selon l'ordre proposé.

5.8 ESSAIS D'INTERACTION

Dans le cadre d'essais d'interaction entre les mécanismes, nous avons porté uniquement l'intérêt sur l'interaction entre les mécanismes de choc thermique et de corrosion. Ce chapitre a été placé sous l'angle de l'effet du choc thermique sur la dégradation des réfractaires par corrosion d'abord, puis sous celui de l'effet de l'interaction des deux mécanismes.

5.8.1 Effet du choc thermique sur la corrosion et influence de l'interaction des deux mécanismes

L'étude de l'effet du choc thermique sur la corrosion ainsi que celui de l'interaction des deux mécanismes a porté sur trois bétons denses BET-3, BET-4 et BET-6, préalablement cuits à 1200°C. Elle a été effectuée en immergeant totalement trois échantillons de chacun de ces matériaux dans un bain de l'alliage Al-5%Mg porté à 900°C. L'essai a duré quatre jours comme dans le cas des précédents tests de corrosion. Cependant, après fusion des morceaux de lingots d'aluminium, les échantillons étaient d'abord maintenus dans un bain d'Al pur à 900°C pendant une heure. Ils étaient ensuite soumis à un choc thermique mou par trempe d'une de leurs faces sur une plaque de cuivre refroidie à l'eau, pendant que les autres faces étaient refroidies par l'air ambiant. Après la trempe, les échantillons étaient immédiatement réintroduits dans le four à 900°C. La température était ensuite baisée jusqu'à 700°-750°C, pour permettre l'addition du 5% Mg sans trop de perte par évaporation. Par la suite, deux des trois échantillons

étaient soumis alternativement à la corrosion pendant 24h, puis à un choc thermique mou sur la même face que précédemment, et ce pendant 4 jours. Pendant ce temps, le troisième échantillon subissait uniquement de la corrosion. Une addition de 2% Mg était effectuée après chaque trempe suivant 24 heures de corrosion.

Les résultats obtenus pour ce type d'essais sont illustrés à travers les photos montrées aux figures 5.62, 5.63 et 5.64 pour les matériaux BET-3, BET-4 et BET-6, respectivement. Pour chaque matériau, l'échantillon qui présente moins de fissures est celui qui a subi uniquement un choc thermique mou (après imprégnation dans de l'aluminium) sur la plaque, suivi de 4 jours de corrosion continue. Il s'agit de l'échantillon du milieu dans le cas du matériau BET- 3 (Figure 5.62) et de celui de gauche pour les matériaux BET-4 (Figure 5.63) et BET-6 (Figure 5.64). Ceux qui présentent plus de pénétration et de fissures ont subi l'alternance de corrosion et de choc thermique, en plus du choc thermique initial mou en présence de l'Al pur. Ces différents résultats montrent clairement que l'effet combiné du choc thermique et de la corrosion accélère fortement la dégradation par corrosion des réfractaires, mais également que la corrosion accélère la fissuration par choc thermique. En effet, pendant les 24 heures de corrosion suivant le choc thermique préliminaire mou, une certaine quantité de métal liquide pénètre le réfractaire à travers les fissures générées lors de la première trempe. Lors du deuxième choc thermique, compte tenu des contractions et des dilatations différentes entre le réfractaire et le métal qui l'a pénétré, il y a propagation et élargissement des fissures précédentes et/ou création de nouvelles fissures. L'alternance

continuelle du choc thermique et de la corrosion subséquente accélère le processus de pénétration/fissuration/corrosion, ce qui peut conduire à l'arrachement de certaines portions de réfractaire tels que les agrégats, ou simplement à la brisure du matériau, le cas échéant. Ces deux aspects sont visibles dans le cas du béton BET-3 à la figure 5.62 (surtout sur l'échantillon de gauche). En service, la conséquence de ceci est que le revêtement se désintègre progressivement et génère des inclusions fortement nuisibles à la qualité de l'alliage produit.

Pour montrer davantage l'effet néfaste du choc thermique sur la résistance à la corrosion, nous avons soumis à des tests combinés de corrosion et de choc thermique mou (choc thermique sur la plaque de cuivre) pendant 4 jours, trois échantillons du béton BET-4 préalablement soumis à un choc thermique sévère (trempe dans l'eau). Tel qu'on peut l'observer à la figure 5.65, le matériau a été brisé en plusieurs morceaux, contrairement au cas de la figure 5.63. Le choc thermique dur initial a donc généré de grandes fissures qui se sont fortement propagées lors des chocs thermiques mous subséquents combinés à de la corrosion. La rupture est intervenue suite à la propagation des fissures d'un bout à l'autre de l'échantillon. Ainsi, contrairement au cyclage thermique à sec où le matériau qui avait développé de longues fissures après le premier choc thermique ne subissait plus de dégradation importante lors des chocs thermiques subséquents de même intensité; dans le cas présent, la propagation des fissures se poursuit dangereusement lors des chocs thermiques subséquents, par suite de la présence du métal dont la dilatation est très différente de celle du réfractaire.

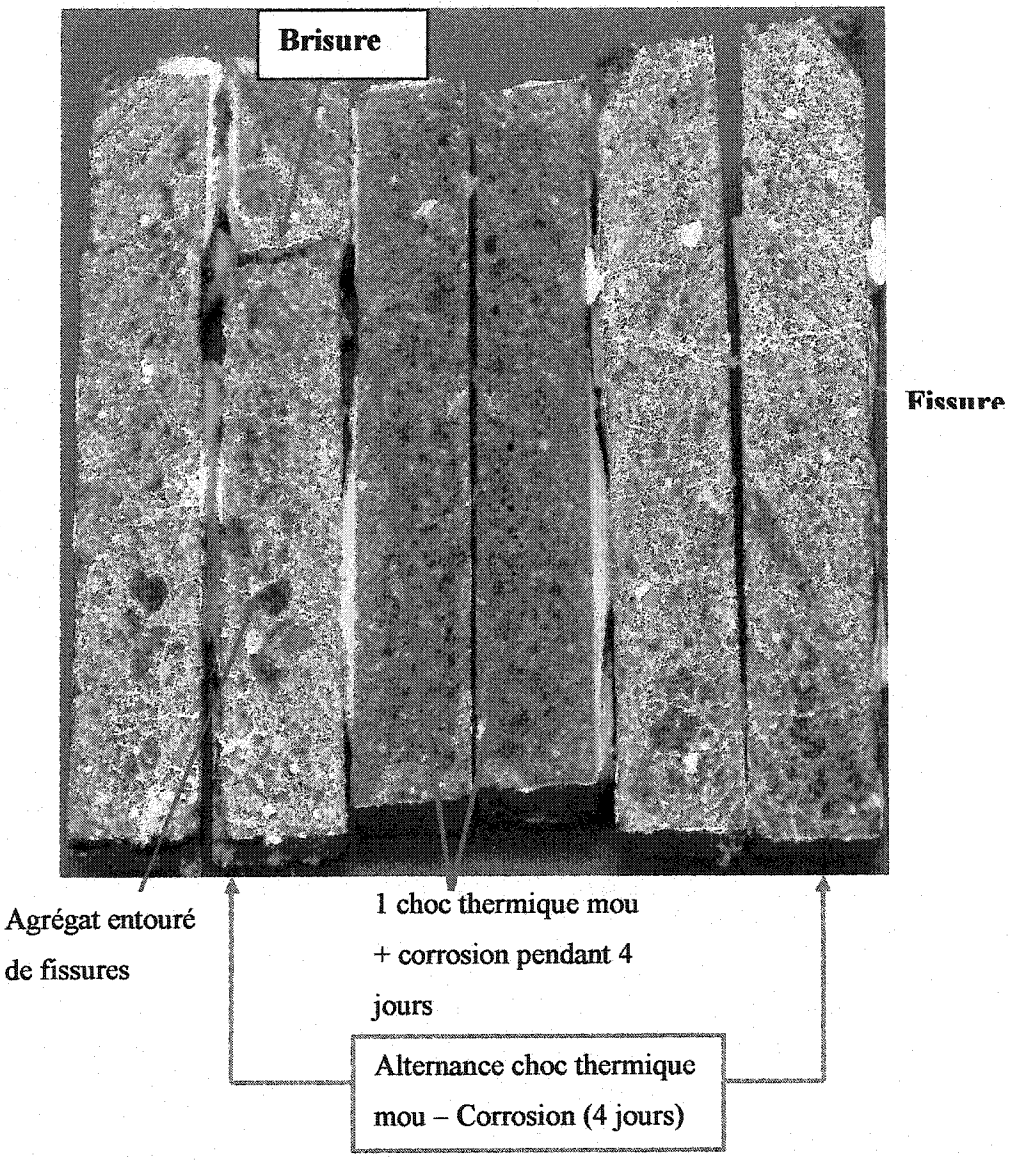


Figure 5.62 : Illustration de l'effet d'un choc thermique mou sur la corrosion et celui de l'action combinée des deux mécanismes dans le cas du béton BET-3.

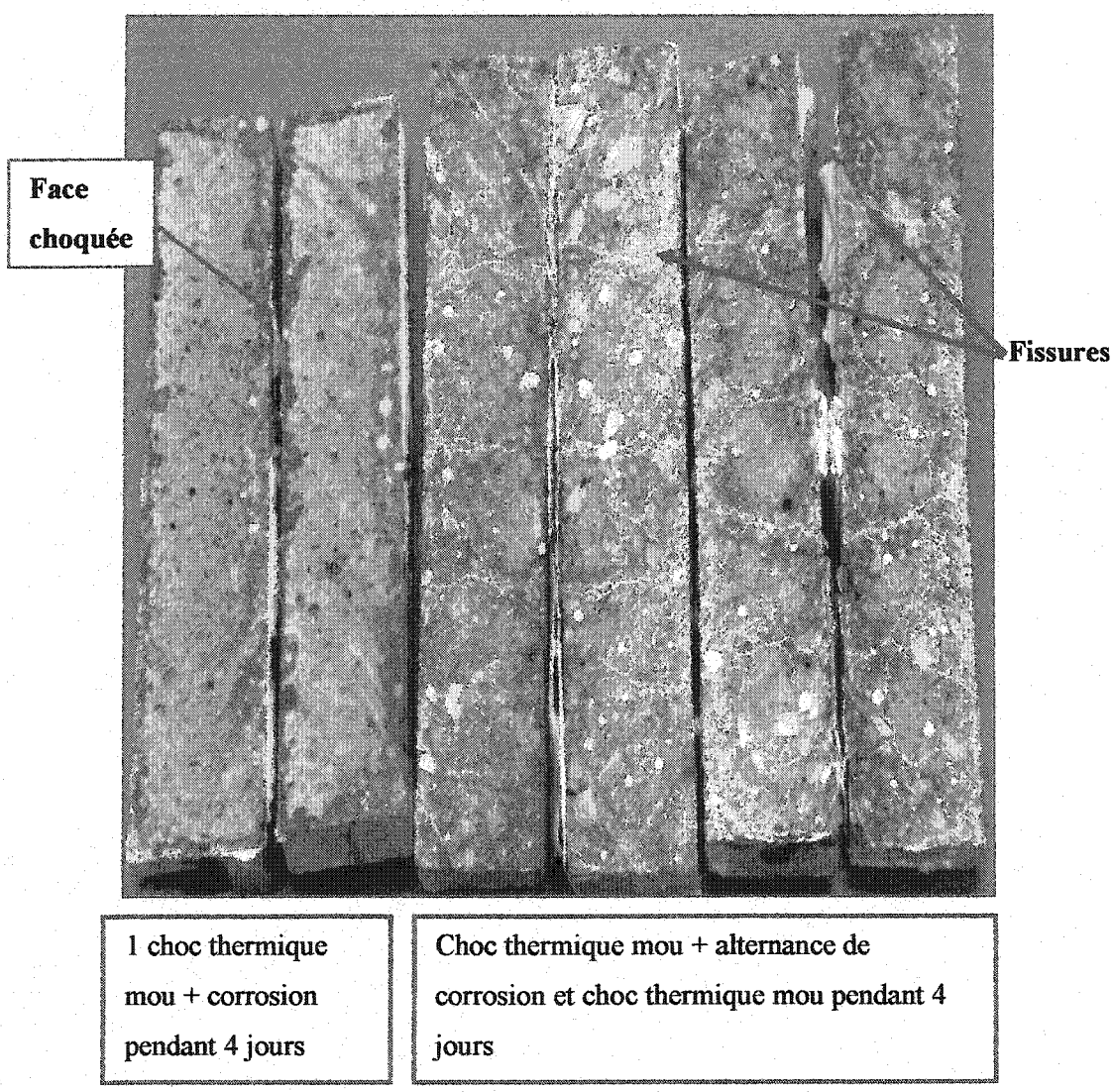


Figure 5.63 : Illustration de l'effet d'un choc thermique mou sur la corrosion et celui de l'action combinée des deux mécanismes dans le cas du béton BET-4.

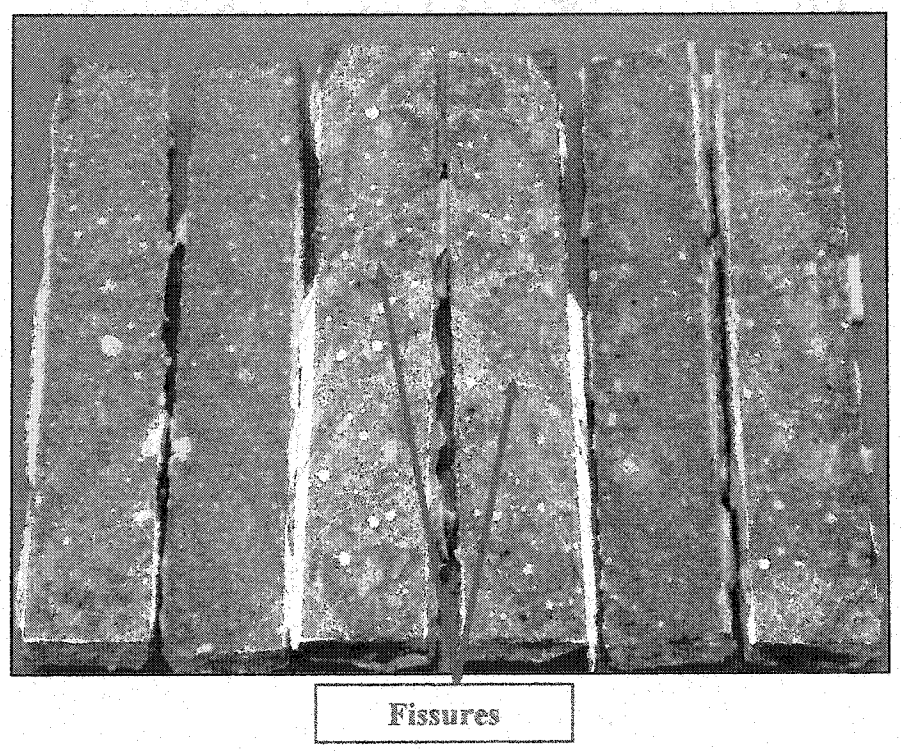


Figure 5.64 : Illustration de l'effet d'un choc thermique mou sur la corrosion et celui de l'action combinée des deux mécanismes dans le cas du béton BET-6.

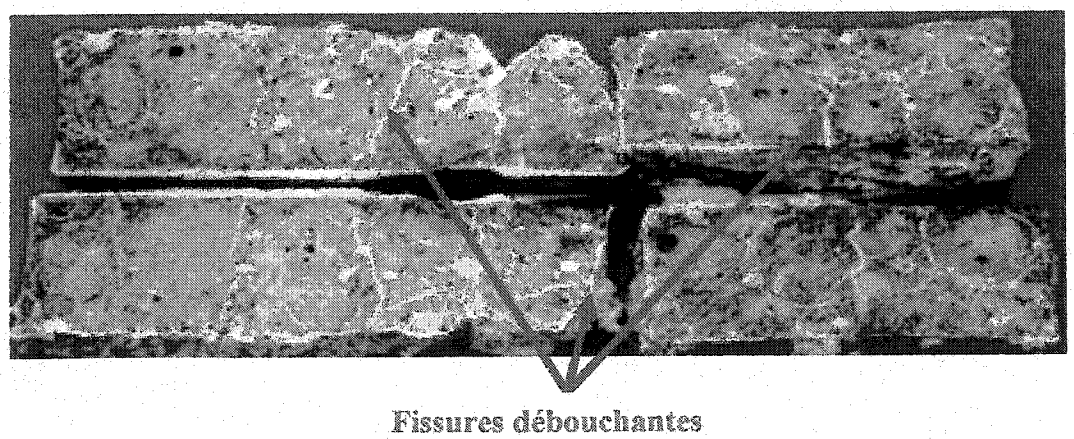


Figure 5.65 : Effet d'un choc thermique sévère sur l'action combinée de la corrosion et d'un choc thermique mou dans le cas du béton BET-4.

5.8.2 Recommandations

Pour mieux mettre en évidence l'effet réciproque du choc thermique et de la corrosion et quantifier plus adéquatement la dégradation qui en résulte, nous émettons les recommandations suivantes :

1. Refroidir les échantillons dans le four après les essais d'interaction entre le choc thermique et la corrosion. Ceci permet de minimiser la fissuration due au choc thermique à la fin du test, et d'évaluer le niveau de pénétration/corrosion/fissuration dû à l'interaction des deux mécanismes, d'une part ; et de mesurer l'effet séparé ou combiné de ces mécanismes sur les propriétés physiques et mécaniques résiduelles, d'autre part.
2. Les résultats de l'interaction du choc thermique et de la corrosion nous amènent à suggérer une méthode pratique et nouvelle de mesurer la taille des fissures dues au choc thermique. En effet, étant donné que l'aluminium pur n'est pas supposé corroder les réfractaires aluminosiliceux, nous proposons d'immerger pendant 24 heures (ou plus selon le cas) des échantillons réfractaires préalablement soumis à un choc thermique, les refroidir ensuite dans le four, puis mesurer la taille des canaux de métal formés. La taille des plus longs canaux représenterait celle des plus longues fissures générées par le choc thermique préalablement subi par le matériau. Il serait alors intéressant de la comparer avec celle calculée à partir des équations de la mécanique de la rupture.

6. CONCLUSIONS ET RECOMMANDATIONS MAJEURES

6.1. CONCLUSIONS

1. La présente thèse a conduit à la réalisation d'un montage expérimental innovateur offrant de multiples avantages :

- Il permet de tester la résistance à l'abrasion des matériaux réfractaires aussi bien à froid qu'à haute température.

- De plus, les conditions expérimentales peuvent être fixées de telle sorte qu'on puisse tester la résistance à l'abrasion des matériaux réfractaires dont la résistance mécanique va de faible à forte.

- Il permet également d'effectuer des essais de corrosion dynamique, de même que ceux d'érosion en présence ou en l'absence de particules abrasives.

- Bien plus, ce montage permet de faire intervenir l'action successive ou simultanée de trois mécanismes : l'abrasion, l'érosion et la corrosion. Ceci permet d'étudier l'influence réciproque de l'abrasion et de la corrosion ainsi que de l'érosion.

- En outre, le montage conçu peut servir avantageusement pour étudier la résistance à la corrosion des réfractaires par immersion partielle puisqu'on peut

suspendre verticalement un ou plusieurs échantillons sur une grande hauteur dans le bain métallique. Ceci permet de mettre davantage en évidence l'effet de la pression partielle d'oxygène sur ce type de corrosion.

- L'autre caractéristique importante de ce montage est que les essais peuvent être conduits de manière à quantifier les propriétés mécaniques résiduelles, telles que la force de rupture et la contrainte à la rupture, après l'action séparée ou combinée des trois mécanismes susmentionnés. Ceci a comme avantage de comparer la dégradation des propriétés du matériau par ces mécanismes, avec celles dues à d'autres mécanismes qui interviennent en service, tels que le choc thermique et l'impact mécanique.

2. Dans le cas de l'usure par abrasion, il a été montré que même s'il y a arrachement de matière, la contrainte résiduelle à la rupture ne diminue que lorsque la taille des fissures engendrées par l'action abrasive est plus élevée que celle des défauts préexistants dans le matériau tel que précuit.

3. Pour une même résistance mécanique, les briques semblent être plus résistantes à l'abrasion que les bétons.

4. Il a été montré que la face originale d'un béton est plus dégradée par abrasion et par corrosion qu'une face découpée et/ou rectifiée. Ceci suggère que les propriétés locales d'un béton s'améliorent de la surface vers l'intérieur et cela est attribuable aux conditions d'élaboration.

5. Il a été montré que le processus de corrosion d'un réfractaire par immersion partielle est principalement concentré dans la zone entourant la ligne de métal. La corrosion s'initie donc dans la zone où il y a une plus grande concentration d'oxygène, puis progresse en profondeur dans la partie submergée où il y a moins d'oxygène.

6. La littérature préconise que la résistance à l'initiation des fissures dues aux chocs thermiques est favorisée par des valeurs élevées de la contrainte à la rupture et des valeurs faibles du module d'élasticité et du coefficient d'expansion thermique "α", ainsi que du coefficient de Poisson "ν". Cependant, compte tenu du fait que la contrainte à la rupture est toujours proportionnelle au module d'élasticité ($\sigma = f(E)$) et que cela a été validé par les résultats expérimentaux d'avant et d'après le choc thermique, nous disons plutôt que la résistance à l'initiation des fissures devrait être favorisée par des valeurs élevées de la contrainte à la rupture et du module d'élasticité et des valeurs faibles pour les deux coefficients.

7. La résistance à la propagation des fissures courtes, R"", est d'autant plus grande que la longueur des fissures contenues dans le matériau à l'état précuit est importante. Néanmoins, après un certain nombre de chocs thermiques et pour un groupe de matériaux différents, il n'est pas évident que celui qui a les fissures initiales les plus petites sera nécessairement celui dont la taille finale des fissures sera la plus grande. Il importe de considérer aussi la microstructure et la minéralogie du matériau.

8. Tel que prédit par Hasselman, il a été montré que le dommage causé par un choc thermique sévère est d'autant plus important que la résistance mécanique du matériau est élevée.

9. De manière générale, lors d'un cyclage thermique sévère de même intensité, la taille des fissures n'évolue presque plus après le deuxième choc. Il faut appliquer au matériau un choc thermique encore plus sévère ($\Delta T_2 >> \Delta T_1$), pour que les longues fissures générées puissent se propager de façon catastrophique et baisser significativement les propriétés mécaniques résiduelles mesurées précédemment après l'application de ΔT_1.

10. Le nouveau paramètre de performance, $(\gamma_{wof}/\sigma\alpha^2)^{1/2}$, défini et validé dans les présents travaux semble mieux prédire la résistance au dommage par choc thermique que le paramètre R_{st} de Hasselman. L'autre avantage est qu'il permet de

mieux mettre en corrélation la résistance à l'endommagement par choc thermique avec la résistance mécanique du matériau mesurée à toute température, ainsi qu'avec à la résistance à l'endommagement dû à d'autres mécanismes de dégradation tels que l'abrasion, les impacts mécaniques ainsi que l'érosion et la corrosion.

6.2 RECOMMANDATIONS

1. Pour comprendre davantage le processus de corrosion des réfractaires par immersion partielle, il est nécessaire de mener d'autres études impliquant des tests de plus longue durée, et sur un échantillonnage plus large.

2. Une étude détaillée impliquant des tests séparés et simultanés d'abrasion, d'érosion et de corrosion, est nécessaire pour évaluer l'effet de chaque mécanisme sur l'autre, et d'évaluer le comportement du matériau lorsqu'il est soumis à l'action de plus d'un mécanisme.

3. Il serait intéressant de mener une étude visant à comparer le niveau de dégradation due à l'interaction du choc thermique et de la corrosion, avec ceux engendrés par l'action combinée du choc thermique et d'abrasion-érosion, d'une part, et d'abrasion-corrosion, d'autre part.

4. D'autres tests d'abrasion seraient nécessaires pour étudier plus en détail le comportement à l'abrasion des briques et des bétons aussi bien à froid qu'à chaud.

5. Étant donné que la résistance mécanique d'un réfractaire est une propriété très importante et qu'elle est liée à bon nombre de mécanismes de dégradation qui interviennent en service, il serait indiqué de la mesurer à haute température, chaque fois qu'on veut caractériser un réfractaire.

6. Étant donné l'effet de la nature de la surface exposée sur la dégradation par abrasion et corrosion des réfractaires, nous recommandons de soumettre à ces mécanismes des échantillons présentant des faces de même nature.

7. BIBLIOGRAPHIE

1. D.W. RICHERSON, *Modern Ceramic Engineering, Properties, Processing, and Use in Design, Second Edition, Revised and Expanded*, Marcel Dekker, Inc. (1992).
2. W.D KINGERY, H.K. BOWEN and D.R. UHLMANN, *Introduction to Ceramics, Second Edition*, John Wiley and Sons, Inc.(1976).
3. C. ALLAIRE, *notes de cours 5.558 "Matériaux céramiques"*, École Polytechnique de Montréal (2000).
4. R.B. SOSMAN et al., Symposium on Physical Chemistry of Alumina-Silica Refractories, *Am. Ceram. Soc. J., Vol. 16, No. 1, pp. 54-76* (1933).
5. Y. LETORT, *Produits réfractaires - Matières premières-Fabrication-Usage, Deuxième édition*, Dunod, Paris (1951).
6. J.H. CHESTERS, *Refractories, Production and Properties, pp.262-324, The Iron and Steel Institute, London* (1973).
7. C.A. JOUENNE, *Traité de Céramiques et Matériaux Minéraux*, Éditions Septima, Paris (1990).
8. N.L. BOWEN and J.W. GREIG, "The System Al_2O_3-SiO_2", *Journal of the American Ceramic Society, Vol.7, pp. 238-254* (1924).
9. Y. LETORT, Contribution à l'étude des silicates d'alumine anhydres, cas particulier de la sillimanite et de la mullite, *Bulletin de la société française de céramique, Vol. 13, Oct - Dec.* (1951).

10. L. HALM, Quelques aspects de la cristallisation mullitique, *Bulletin de la Société Française de Céramique, Vol. 1, pp. 25-30*, (1948).

11. J. L. MARTIN et A. GEORGE, *Traité des Matériaux Vol. 3 : Caractérisation expérimentale des Matériaux II, ISBN 2-88074-363-8, Première édition*, Presses Polytechniques et Universitaires Romandes, CH-1015 Lausanne, Suisse (1996).

12. S.C. CARNIGLIA and G.L. BARNA, *Handbook of Industrial Refractories Technology and Applications*, Noyes Publications (1992).

13. R.C. BRADT, Elastic Moduli, Strength and Fracture Characteristics of Refractories, *Key Engineering Materials, Vol. 88, pp. 165-192* (1993).

14. M. A. RIGAUD and R. A. LANDRY, *Pneumatic Steelmaking, Volume Three – Refractories*, A Publication of *The Iron & Steel Society* (1995).

15. ASTM Standard C-830-93 (reapprouved 1998), Standard Test Methods for Apparent Porosity, Liquid Absorption, Apparent Specific Gravity and Bulk Density of Refractory Shapes by Vacuum Pressure. Annual Book of *ASTM Standards, 15.02, American Ceramic Society for Testing and Materials*, Philadelphia, PA.

16. A. GRIFFITH, The Phenomena of Rupture and Flow in Solids, *Philosophical Transactions, Vol. 221, 163-198* (1921).

17. C.E. INGLIS, Stresses in a Plate Due to the Presence of Cracks and Sharp Corners, *Proc. Inst. Naval Arch., Vol. 55, 219* (1913).

18. R. IRWIN, Analysis of Stresses and Strains Near the End of a Crack Transversing a Plate, *J. Appl. Mech., Vol. 24, p. 361-364* (1957).

19. Y. DICKSON, notes de cours *Mécanismes de rupture et fissuration*, École Polytechnique de Montréal (1998).

20. J. LARSEN - BASSEL, Abrasive Wear of Ceramics, *Friction and Wear of Ceramics*, edited by Said Jahanmir (1995).

21. M. OLSSON, L. KAHLMAN and B. NYBERG, Abrasive Wear of Structural Ceramics, *Am. Ceram. Soc. Bull., Vol. 74, No.2, 48-52* (1995).

22. G. ALIPRANDI, *Matériaux Réfractaires et Céramiques Techniques*, Éditions Septima Paris, 1979 (1979).

23. C.P. DOGAN and J.A. HAWK, Microstructural design of high-alumina ceramics for abrasive environments. *Advanced Ceramics for Structural and Tribological Applications, pp.181-190* (1995).

24. J.A. HAWK and C.P. DOGAN, A Review of Abrasive wear of ceramics; *Advanced Ceramics For Structural and Triblogical Applications, pp.139-150* (1995).

25. S.M. HSU, V.S. NAGARAJAN and H. LIU, Microstructural Design of Ceramics for Optimum Wear Resistance, *Advanced Ceramics For Structural and Tribological Applications, pp. 7* (1995).

26. J. MACKENZIE, The Abrasion Resistance of Refractory Bricks. *Transactions of The British Ceramic. Society, Vol. 50, session 1950-1951, pp. 145-174* (1950-1951).

27. D. R. REID and E. RUH, Abrasion Resistance of Refractories, *Bull. Am. Ceramic. Soc., Vol.40, pp. 452-455* (1961).

28. G.N. ZIRCZY, Evaluation of Abrasion-Resistant Monolithic Refractories, *Ceram.*

Eng. Sci. Proc., 8 [1-2], pp. 9-12 (1987).

29. L. BRADSHAW and W.EMERY, *Trans. Brit. Ceram. Soc., 19, No 79* (1920).
30. K. A. BAAB and H. M. KRANER, Investigation of Abrasion of Various Refractories, *J. Amer. Ceram., Soc., Vol. 31, 293*, November 1 (1948).
31. L.M. MILLIGAN, The Impact Abrasion-Hardness of Certain Minerals and Ceramic Products, *J. Amer. Ceram. Soc.,Vol.19, No.7, pp. 187-191* (1936).
32. W.C. HANCOK and W.E. KING: Note on the Abrasion of Fireclay Materials, Trans. *Brit. Ceram., Soc., 22, pp.317-322* (1922-1923).
33. F.H. ALDRED, A. ELLIOT, and K.W. COWLING, Laboratory Tests of the Abrasion Resistance of Refractories, *Trans. Brit. Ceram. Soc.*, 54 [4] (1955).
34. ASTM C 704-706a, Standard Test Method for Abrasion Resistance of Refractory Materials at Room Temperature, *The Annual Book of ASTM Standards, Section 15.01, pp. 157-163* (1997).
35. Amir A. MIRTCHI, Characterization of Vibrated and Extruded Cathode Blocks; *Light Metals , pp. 775-781* (1995).
36. H. A. OYE V. NORA, J.J. DURUZ and G. JOHNSTON, Properties of a Colloidal Alumina-Bonded TiB2 Coating on Cathode Carbon Materials, *Light Metals* (1997).
37. G. L. BARNA and R.R. RILEY, "Abrasion Test for Refractories", *Am. Ceram. Soc. Bull., Vol. 46 [9], pp.824-28* (1967).
38. J.F. WYGANT and W.L. BULKLY, Refractory Concrete for Refinery Vessel Linings, *Bull. Am. Ceram. Soc., Vol. 33, pp. 233-239* (1954).

39. R. LESAR and T.D. MCGEE (1956), Abrasion of Fireclay Refractories, *Technical Bulletin, No. 95, pp. 1-6*, (1956).

40. X. LIAO and H.A OYE, Method for Determination of Abrasion Resistance of Carbon Cathod Materials at Room Temperature, *Carbon Vol. 34, No.5, pp. 649-661, Elsevier Science Ltd*, (1996).

41. J. T. SHAPLAND, "Abrasion-Resistant Steelplant Castables'', *Blast Furnace Steel Plant, Vol. 52, pp.154-62* (1964).

42. F.H. NORTON, *Refractories, Fourth Edition, Mc Graw-Hill Book Company Inc, pp. 326-327* (1968).

43. C. STOREY and J. MACKENZIE, The Relation Between Modulus of Elasticity and Abrasion Resistance in Refractory Materials, *Transactions of The British Ceramic Society, Vol. No., pp. 14-21.*

44. J.C. GLANDUS. Notes de cours sur la rupture des matériaux, LIMOGES, France (1995).

45. W.D. KINGERY, Factors Affecting Thermal Stress Resistance of Ceramics Materials, *J. Am. Ceram. Soc., 38, 3, 3-14*, (1955).

46. D.P.H. HASSELMAN, Griffith Criterion and Thermal Shock Resistance of Single-Phase Versus Multiphase Brittle Ceramics, J. *Am. Ceram. Soc. 46 [11], pp. 535-540*, (1963).

47. D.P.H. HASSELMAN, Elastic Energy at Fracture and Surface Energy as Design Criteria for Thermal Shock, *Journal of American Ceramic Society, 46, 11, 535-540,*

(1965).

48. D.P.H. HASSELMAN, Unified Theory of Thermal Shock Fracture Initiation and Crack Propagation in Brittle Ceramics, *Journal of The American Ceramic Society, 55, 5* (1969).

49. D.P.H. HASSELMAN, On the Nature of Crack Propagation during Thermal Shock of Brittle Ceramics, *Fracture Mechanics of Ceramics, 11, Edited by Bradt, Plenum Press, New York, 485-494* (1996).

50. J. GEBAUER and D.P.H. HASSELMAN, Elastic-Plastic Phenomena in the Strength Behavior of an Aluminosilicate Ceramic Subjected to Thermal Shock; *Journal of The American Ceramic Society- Discussion and Notes, Vol. 54, pp 468-69*, September (1971).

51. H.A. BAHR and H.J., Thermal Stress Cracking, *Current topics in Materals Science, 12, E. Kaldis, Amsterdam, North-Holland, 317* - (1985).

52. W.E POMPE, Thermal Shock Behavior of Ceramics Materials-Modelling and Measurement, *Thermal Shock and Thermal Fatigue Behavior of Advanced Ceramics, Schneider G.A ed., Klewer Academic publishers, 3-14* (1993).

53. F.H. NORTON, *Refractories, Third Edition*, Mc Graw-Hill Book Company, inc, (1949).

54. V. GABIS, ESEM, Comportement des réfractaires au contact de l'aluminium et de ses alliages. Al 13, *Le Magasine de l'aluminium , Vol.1, N0.1*, Mars (1995).

55. C. ALLAIRE, Refractories for the Lining of Holding and Melting Furnaces,

Symposium organized by the Light Metals Section of the Metallurgical Society of CIM, August 23-27, (1992).

56. J. G LINDSAY, W. T BAKKER, and E. W DEWING, Chemical Resistance of Refractories to Al and Al-Mg Alloys, *Journal of the American Ceramic Society, Vol 47, No 2*, February (1964).
57. L. A. GLADFELDER, Refractories for Aluminum-Containing Furnaces; *Die casting Engineer,* July/August (1987).
58. M. S. JUDD and J.A. NELSON, Interaction of Molten Aluminum and Magnesium Oxide Refractories, *Ceramic Bulletin, Vol. 55, No.7, pp. 643-645* (1976).
59. ASTM Standard, E-399-90, Annual Book of ASTM Standards, *Amercican Society for Testing and Materials, 15.02,* Philadelphia, *P.A* (1995).
60. M SAKAI and R.C BRADT, Fracture Toughness Testing of Brittle Materials, *Journal of Materials Science, 3, 165-173* (1993).
61. C. ALLAIRE, Mechanisms of Corundum Growth in Refractories Exposed to Al-Mg Alloys, Aluminium Transactions, *An International Journal, Volume 3, Number 1* (2000).
62. N. NTAKABURIMVO and. C. ALLAIRE, Experimental Investigation on The Wear Resistance of Refractories: Effect of The Nature of The Exposed Surface, *Light Metals 2002,* (2002)
63. B. CLAVAUD, V. JOST, VENISSIEUX (F). Refractories used in Melting Furnaces for Aluminun Alloys, *Interceram Proceeding XXIII Intl. Colloquium on*

Refractories, 25-26 Sept. 1980, pp. 306-314 (1981).

64. K. J. BLONDYK, Effect of Molten Aluminum on Alumina-Silica Refractories, *J. Am. Ceram. Soc., Vol. 36, No.5, pp. 171-174* (1953).

65. A. M. WYNN, Testing of Castable Refractories for Resistance to Molten Aluminium Alloys, *Br. Ceram. Trans. J., 91, 153-158* (1992).

66. A.G. FURNESS and C.F. PYGALL, Hot Face Refractory Failure in Aluminum Melting and Holding Furnaces, Trans. J. Br. Ceram. Soc., 82, pp. 213-215 (1983).

67. M. DROUZY et M. RICHARD, Oxydation des alliages d'aluminium fondus, Fonderie 332- Mars (1974).

68. S. AFSHAR, and C. ALLAIRE, Factors Contributing to the Corrosion of Refractories by Molten Aluminum, JOM (1995).

69. M.J.E. SEBBANI, C. ALLAIRE and N. NTAKABURIMVO, Influence of Firing Temperature on Correlation between Thermal Shock and Mechanical Impact Resistance of Refractory Castables, *British Ceramic Transactions*, *Vol. 99, No.5, pp. 215-218*, (2000).

70. C. ALLAIRE and S.AFSHAR, Castable with Improved Corrosion Resistance against Aluminium, *41 International Colloquium on Refractories - Refractories in Non-Ferrous Metallurgy*, 29-30 September (1998).

71. N. NTAKABURIMVO, J. E. SEBBANI and C. ALLAIRE, Progress Report No.2, Rapport Technique pour la Compagnie Comalco, Australie (1999).

72. X. LIAO and H.A. OYE, Physical and Chemical Wear of Carbon Cathode

Materials, *Light Metals 1998, pp. 667-674 (1998).*

73. X.LIAO and H.A. OYE, Determination of Abrasion Resistance of Carbon Cathode Materials at Room Temperature, *Tribologia-Finish Journal of Tribology, Vol.15 (3), pp.3-34* (1996).

74. P. H. HARVRANEK, Recent Developments in Abrasion and Explosion – Resistant - Castables, *Am. Ceram. Soc. Bull. 62, pp. 234*, (1983).

75. B.S : 1902, Methods of Testing of Refractory Materials, BSI, London, 1970, *Handbook on Refractories*, page 84, Tata McGraw-Hill Publishing Company Limited, New DELHI., 1987; First Reprint (1991).

76. S.F. RAHMAN, "Advances in vibration-Cast Refractories for Application as Abrasion Resistant Linings, *American Ceramic Society, 1986, pp.955.*

77. G.G BIEVER and R. E. KILGORE, Characterization of reduced-cement, High-strength, Abrasion-Resistant Gunning Castable Refractories, *American Ceramic Society, (1989), pp.1127.*

78. J. NAKAYAMA and H. ABE and R.C BRADT, Crack Stability in the Work-of-Fracture Test : Refractory Applications, *Journal of The Amercican Ceramic Society, Vol. 64, No. 11, pp. 671-675* (1981).

79. D.J. GREEN, Microcraking in Ceramics, *Fracture Mechanics of Ceramics*, R.C. BRADT, A.G. EVANS, D.P.H. HASSELMAN, F.F, Lange Éd., PLENUM Press, Vol. 5, pp. 457-478 (1983).

80. D.J. GREEN, R.H.J. HANNINK and M.V. SWAIN, Transformation Toughening of

Ceramics, Chapiter 3: *Mechanics and Mechanisms of Toughening pp. 57- 88*, CRC Press (1989).

81. D.P.H. HASSELMAN, Strength Behaviour of Polycrystalline Alumina Subjected to Thermal Shock, *Journal of The American Ceramic Society, Vol. 53, No. 9*, September (1970).
82. M.SAKAI, Fracture Mechanics of Refractory Materials, *Taikabutsu Overseas, Vol. 8, No.2* (1988).
83. V.C PANDOLFELLI, Influence of mullite-Zirconia Aggregate Addition on The Thermomechanical Properties of High-Alumina Refractories, *Unitecr'93 Congress, Sâo Paulo, Brazil, pp. 282-291* (1993).
84. H.F. FOLK and W.C. BOHLING, High Temperature Strength of High Alumina Refractories, *Transactions of The British Ceramic Society, Vol. 47, No.6, pp. 580-583* (1968).
85. L.B. BARRETT, A Note on Young's Modulus of Elasticity of Some Fired Brick Clays, Transactions of The British Ceramic Society including the pottery, *The Refractory Materials and Tthe Building Materials Sections, Vol. XLII, pp.16-20*, Session (1942-1943).
86. E. I. GREAVES, The Modulus of Rupture of High-Alumina Refractories at Elevated Temperature and their performance in Arc-furnace Roofs, *Transactions of The British Ceramic Society, Vol. 68, pp.15-20* (1969).
87. Edwin RUH and Richard W WALLACE, Thermal Expansion of Refractory Brick,

Am. Ceram. Bull., Vol. 42, No.2, pp.52-56 (1963).

88. R.B. SOSMAN, Chairman et al., Papers from the Second Symposium on the Physical Chemistry of the Alumina-Silica Refractories, *J. Am. Ceram. Soc., Vol. 16, No. 9, pp.412- 424*, December (1933).

89. A. WIECHULA and A. L. Roberts, The Elastic and Viscous Properties of Alumino-silicate Refractories, *Transactions of The British Ceramic Society, Vol. LI, pp.173* (1951-1952).

90. B. L. METCALFE and J. H. SANT, The Synthesis, Microstructure and Physical Properties of High Purity Mullite, *Transactions and Journal of The British Ceramic Society, Vol. 74, No.6, pp.193*, September/October (1975).

91. A. J. SHORTER, Some Studies of Mullite Formation, *Transactions of The British Ceramic Society, Vol. 54, pp.570-582* (1955).

92. S.P. CHAUDHURI and B.K. BHAUMIK, Constitution and properties of ceramized fireclay refractories: I. Constitution, *Bull. Mater.Sci., Vol. 20, No. 7, pp. 949-963*, India, October (1997).

93. Y. LETORT, The Flow of Aluminous Refractory Products at High Temperatures, *Transactions of The British Ceramic Society, Vol. 54, pp.1-31* (1955).

94. B.R. Lawn, A Model for the Wear of Brittle Solids Under Fixed Conditions, *Wear, Vol.33, 369* (1975).

95. K. CHERIF, Élaboration, propriétés mécaniques et tribologiques des composites alumine-zircone, *thèse de doctorat*, École Polytechnique de Montréal (1995).

96. T.YAMAMOTO, M. OLSSON and S. HOGMARK, Three Body Abrasive Wear of Ceramics Materials, *Wear, Vol. 174, 21-31* (1994).

97. C.SPERO, D.J. HARGREAVES, R.K. KIRKCALDIE and H.J. FLITT, Review of test methods for abrasive wear in ore grinding, *Wear, Vol. 146*, (1991).

98. Raymond G.BAYER, Wear testing. ASM Handbook Vol.8, *Mechanical Testing, pp. 601-608, Fourth printing*, (1992).

99. G.KAPELSKI, Études des propriétés tribologiques de céramiques thermo - mécaniques en fonction de la température et pour différents environnements, *thèse de doctorat*, Université de Limoges (1989).

100. M. S. CROWLEY, Influence of Particle Size on Erosion Resistance of Refractory Concretes, *Bull. Am. Ceramic. Soc., Vol. 48, pp. 707-710*, 1969.