

Méthode d'essai à cycles thermiques pour les réfractaires et l'appréciation de ses effets par une technique non destructive^(*)

par

T.J. COPPACK
Morgan Refractories Ltd

1. — INTRODUCTION

Les fabricants de réfractaires doivent maintenant prendre en considération de nombreuses propriétés des réfractaires, comme la résistance à l'abrasion, à la corrosion par le verre, les métaux ou les laitiers fondus, et aussi le comportement sous contraintes et cycles thermiques. Il importe ainsi de concevoir des essais pour apprécier ces propriétés, qui permettent des comparaisons cohérentes et donnent des résultats directement liés aux performances en exploitation.

Beaucoup d'essais mis en œuvre par les fabricants et utilisateurs de réfractaires suivent une norme reconnue, que ce soit A.S.T.M., P.R.E. ou British Standard. Un essai qui présente des difficultés, particulièrement quand on compare les résultats, est celui du choc thermique. Les essais existants permettent de distinguer entre « excellent » et « mauvais », mais il est difficile de relever les nuances entre « très bien » et « excellent », particulièrement si l'on donne la résistance sous forme de + 20 ou + 30 cycles.

2. — MÉTHODES NORMALISÉES POUR LE CHOC THERMIQUE

Avant de présenter une autre méthode de choc thermique, nous voulons succinctement passer en revue les normes actuellement disponibles pour l'essai de choc thermique.

2.1. L'essai du panneau — A.S.T.M. C38.

Cet essai (1) est conçu pour déterminer la résistance d'une brique réfractaire aux effets séparés et combinés d'un écaillage mécanique et thermique. En résumé, l'essai comprend un préchauffage de 24 heures, on laisse ensuite le panneau se refroidir et on note son aspect. Pour l'écaillage, les panneaux sont portés à la température d'essai et ensuite soumis à un cycle entre le four et un ventilateur de refroidissement avec pulvérisation d'eau. Cette procédure est exécutée pour le nombre de cycles voulu, les briques étant ensuite net-

* Journées Franco-Britanniques d'Edimburgh 8-9 septembre 1980 sur le thème « Caractéristiques et Performances » organisées conjointement par la Section Réfractaires de la British Ceramic Society et le Syndicat National des Industries Françaises de Produits Réfractaires.

toyées et repesées. La perte de poids éventuelle est enregistrée et cette valeur, avec l'appréciation visuelle du panneau, sont les critères pour la comparaison de la résistance aux **chocs thermiques**.

2.2. L'essai sur cylindre, avec trempe à l'eau-P.R.E./R5 Partie 1.

En raison de sa sévérité, ce test (2) ne peut pas être utilisé pour tous les types de réfractaires. L'essai se fait sur un cylindre creux de 50 mm de diamètre et de 50 mm de hauteur. Les pièces sont séchées à 110 °C et sont ensuite transférées directement dans un four électrique à 950 °C, la température étant réajustée à 950 °C et maintenue pendant 15 mn. Elles sont ensuite retirées et placées dans l'eau courante à 10/20 °C pendant 3 mn, avant d'être remises dans le four à 950 °C pendant 30 mn. On répète ce cycle jusqu'à la rupture, le nombre de trempes jusqu'à la rupture étant représentatif de la résistance aux chocs thermiques.

2.3. Essai sur prisme, trempe à l'air — P.R.E./R5 partie 2.

Cet essai (2) convient aux produits réfractaires qu'on ne peut pas tester par la méthode précédente. Dans ce cas, l'éprouvette est de 114 × 64 × 64 mm et la température d'essai est également 950 °C. Lorsque cette température est atteinte, les pièces sont maintenues à cette température pendant 45 mn avant d'être retirées et placées sur une plaque d'acier où elles sont soumises à un jet d'air comprimé pendant 5 mn. Après la trempe, les pièces subissent un essai de flexion sous un effort de 0,3 N.mm². Les pièces sont ensuite placées à nouveau dans le four. Ce cycle est répété jusqu'à la rupture, l'essai étant arrêté si la rupture ne s'est pas produite après 30 cycles.

2.4. L'essai sur petit prisme — B.S. 1902, partie 1A.

Les éprouvettes de 75 × 50 × 50 mm (3) sont placées dans un four froid que l'on monte à une vitesse uniforme jusqu'à la température d'essai, habituellement 1 000 °C ou 1 200 °C. Elles sont

maintenues à température pendant 30 mn, avant d'être soumises à des cycles de refroidissement et de réchauffage de 10 mn chacun. A la fin de chaque cycle de refroidissement, elles sont examinées en ce qui concerne les fissures et écornures. Les pièces sont alors soumises à une torsion à la main ou à une contrainte dans un montage approprié, l'essai étant arrêté lorsque la pièce se casse. Le nombre de cycles jusqu'à la rupture est alors représentatif de la résistance aux chocs thermiques.

2.5. Matériaux monolithiques — B.S. 1902, partie 1C.

Les pièces sont préparées par coulage ou damage (4) — leur dimension étant de 230 × 114 × 76 mm. Celles-ci sont précuites en les plaçant dans la porte d'un four, entourées de matériaux isolants hautes températures. La température de précuisson est la température d'exploitation appropriée, à laquelle le four est porté dans un délai minimal de 4 heures, avec une maintien de 4 heures avant le refroidissement.

Pour le choc, le four est monté en température avec des éprouvettes factices dans la porte. Lorsque la température est atteinte, les briques factices sont remplacées par les éprouvettes précuites. L'extrémité précuite est placée dans le four et l'extrémité froide est maintenue dans un montage métallique. Après 20 mn, l'éprouvette est plongée dans l'eau courante à une profondeur de 5 cm pendant 1 mn, ensuite on la laisse pour que la vapeur s'échappe pendant 18 mn, avant de la remettre dans le four pour un autre échauffement. L'essai est arrêté lorsque 10 % du poids total de la brique a été perdu par écaillage ou après 20 trempes.

2.6. Limite des méthodes existantes.

L'expérience a prouvé que les méthodes d'essai existantes sont soit trop coûteuses sur le plan de l'investissement et de l'exploitation, soit trop limitées dans leur aptitude à distinguer entre les nuances de bonne qualité de matériaux, en l'absence de dommages physiques apparents.

Reconnaissant l'importance de la résistance aux chocs thermiques et la difficulté de la mesurer d'une manière significative, nous avons été tentés d'explorer d'autres méthodes d'essai.

3. — L'ESSAI « RIBBON » DE CHOC THERMIQUE

Il n'est pas possible de décrire tous ces essais, mais une méthode s'est révélée particulièrement utile comme aide au développement à Neston, à savoir « l'essai Ribbon » introduit par Taylor Refractories (maintenant Didier Taylor Refractories Co.) et utilisé chez C.E. Semler, à l'université d'état d'OHIO et ailleurs.

3.1. Historique.

Regardant l'historique de cet essai (5), on trouve que son origine remonte au milieu des années trente, lorsque Taylor Refractories a développé un essai de sélection pour des plaques de chicane en argile réfractaire. Le montage comprenait un seul brûleur annulaire de 457,2 mm dans un tambour métallique, les éprouvettes étant inclinées sous un angle de 45-60° par rapport au plan du brûleur. L'essai a été utilisé pour un classement bon/mauvais de chaque éprouvette, après avoir subi un nombre non indiqué de cycles avec flamme en marche et flamme coupée. Cet essai n'a pas été réutilisé avant 1947 pour les dalles des fours de cordiélite et les éléments réfractaires d'alimentation en verre. La dimension de l'éprouvette était de 305 × 76 × 25 mm. L'appréciation de la dégradation par le choc a été faite par évaluation du module de rupture par flexion.

Cependant, au début des années soixante, le montage d'essai a été changé pour pouvoir utiliser un brûleur linéaire segmenté de 1,52 m de long qui est la base de l'essai actuel. La flamme était alors dirigée directement sur le milieu de l'éprouvette et non plus sous un angle comme auparavant. La dimension de l'éprouvette est de 230 mm en longueur avec des largeurs entre 115 et 38 mm et des épaisseurs entre 65 et 25 mm. La hauteur entre le brûleur et la face de l'éprou-

vette était de 20 mm environ. L'équipement a été automatisé pour la commande des cycles de choc, chaque cycle comprenant 15 mn de chauffage à 980 °C avec la flamme en marche et 15 mn de refroidissement jusqu'à 200 °C, la flamme coupée et l'air admis. Les éprouvettes ont subi jusqu'à 36 chocs. La perte de résistance a été constatée par l'essai du module de rupture par flexion. Normalement on utilisait 12 éprouvettes d'un même matériau, six étaient essayées avant les chocs et six après. Un matériau d'une bonne résistance aux chocs thermiques présente une faible perte de résistance, tandis qu'à l'inverse, une forte perte de résistance indique une faible résistance aux chocs thermiques.

Le travail de C.E. Semler à l'université d'état d'OHIO a montré qu'il n'est pas nécessaire de dépasser 10 cycles et que même 5 cycles peuvent être suffisants pour apprécier la résistance aux chocs thermiques.

3.2. Equipement d'essai (fig.1).

L'équipement décrit ici ressemble à celui des Taylor Refractories (6) et de Semler. Un brûleur Maxon segmenté de 1,52 m de long est maintenu dans un cadre métallique, les éprouvettes sont disposées horizontalement à travers le brûleur à une distance fixe de 127 mm du brûleur. Le montage est entièrement automatisé et le démarrage se fait par une veilleuse associée au détecteur d'absence de flamme, le cycle étant commandé par des con-

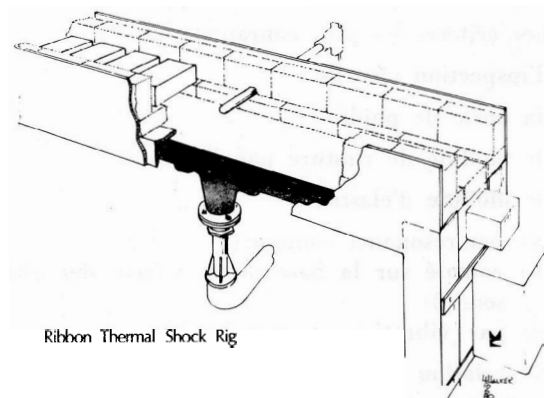


FIGURE 1
Appareillage pour choc thermique type « Ribbon test »

tacts chronométriques. Le dispositif peut recevoir 10 éprouvettes de briques, 5 de chaque côté du bloc avec le thermocouple.

3.3. Méthode d'essai.

La présente méthode d'essai est la suivante; elle utilise : des éprouvettes de $230 \times 114 \times 65$ ou 38 mm. Les éprouvettes sont placées avec un intervalle de 25/30 mm sur le dispositif. La brique au centre du dispositif, à l'arrière du thermocouple, est une brique isolante, classe 28. La flamme est réglée auparavant de sorte qu'elle touche la face inférieure des éprouvettes. Le réglage donne une montée à la température de 1000/1040 °C en 15 mn, selon l'enregistrement du thermocouple doublé par la brique isolante. Les éprouvettes sont vérifiées par des méthodes non destructives après 1, 2, 5 et 10 cycles. Après 10 cycles, on mesure aussi le module de rupture par flexion et on compare la perte de résistance selon les deux méthodes.

4. — MESURE DES DOMMAGES PAR CHOCS THERMIQUES

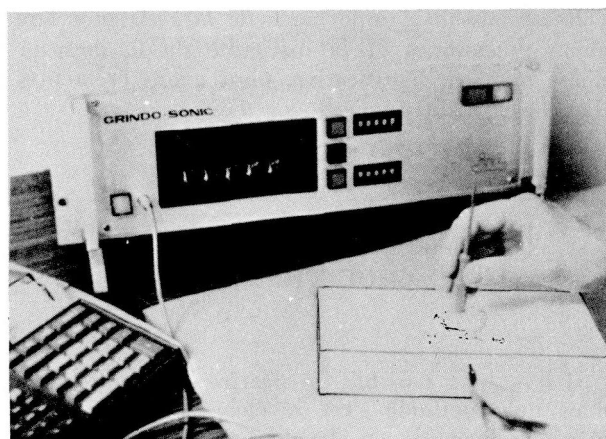
4.1. Paramètres physiques.

On peut utiliser un certain nombre de critères pour apprécier le dommage par chocs thermiques à partir de plusieurs caractéristiques ou de combinaisons de ces caractéristiques.

Les critères les plus courants sont :

1. l'inspection visuelle
2. la perte de poids
3. le module de rupture par flexion
4. le module d'élasticité
 - (a) par résonance sonore (7)
 - (b) calculé sur la base de la vitesse des ultrasons (8)
 - (c) par vibrations transitoires (9)

En relation avec « l'essai Ribbon », nous avons essentiellement retenu le module d'élasticité par vibrations transitoires comme critère principal.



PHOTOGRAPHIE 1
Dispositif pour mesure du module d'élasticité.

4.2. Equipement retenu pour la détermination du module d'élasticité (photo 1).

L'appareillage que nous avons choisi pour ce travail était simple et a permis facilement la vérification d'un grand nombre d'éprouvettes. L'instrument avait initialement été conçu pour suivre la « résistance » des meules de rectification. Fondamentalement, l'appareillage mesure le module d'élasticité de Young (après calcul) en analysant la période naturelle de la vibration transitoire qui résulte d'une perturbation mécanique de l'échantillon essayé.

L'appareillage comprend une sonde piézo-électrique qu'on applique sur l'éprouvette, cette dernière est légèrement frappée par l'opérateur, ce qui donne lieu à la vibration transitoire voulue. Ce signal est amplifié dans la sonde avant d'être transmis à l'instrument. L'instrument supprime par filtration la forme de l'onde initiale qui est d'une nature complexe (harmoniques), avant de mesurer la durée de huit cycles de vibration. Ce temps est affiché numériquement sur le cadran de l'instrument et est connu comme la lecture 'R'.

Le module d'élasticité correspondant et la densité peuvent alors être calculés sur la base de cette valeur 'R', du poids et des dimensions de l'éprouvette (En pratique, les équations pour le module d'élasticité sont complexes et on utilise un programme préparé dans un ordinateur).

4.3. Méthode d'essai.

L'éprouvette peut être placée sur un matelas mousse ou être supportée par des bandes en caoutchouc, placées dans les plans des nœuds, c'est-à-dire à 0,22 L.

Le détecteur piézo-électrique et la position de la frappe sont choisis de sorte que la résonance recherchée puisse être relevée dans un quelconque des trois modes, de flexion, longitudinal ou de torsion.

L'éprouvette peut être frappée d'une manière élastique avec un marteau en matière plastique ou en laissant tomber la poignée plastique d'un petit tournevis. Cela suffit pour les modes de flexion et de torsion, mais pour la résonance longitudinale il faut frapper l'éprouvette avec un objet métallique.

Les variations du module d'élasticité dans les éprouvettes sont suivies par un montage permettant d'obtenir la résonance en flexion.

5. — DOMMAGES COMPARATIFS AUX CYCLES THERMIQUES

5.1. Réfractaires types.

La figure 2 montre quelques courbes typiques obtenues avec plusieurs réfractaires industriels, de différents fournisseurs.

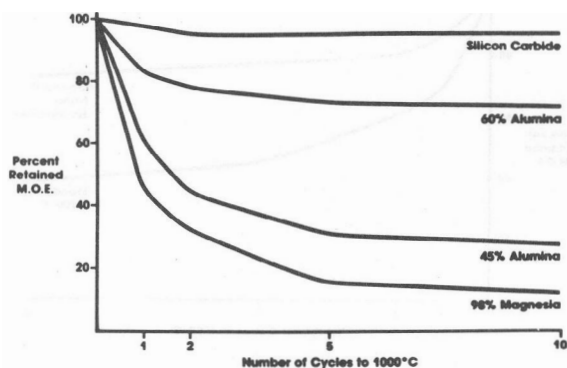


FIGURE 2

Courbes comparatives de la résistance au choc thermique de différents réfractaires.

Les résultats sont présentés en considérant le « pourcent du module élastique résiduel » en fonction du « nombre de cycles » jusqu'à 1000 °C.

Les matériaux choisis comprenaient un matériau contenant du carbure de silicium, un matériau à 60 % Al_2O_3 , un matériau à 45 % Al_2O_3 et un matériau à 98 % de magnésie. Cette sélection a été faite pour couvrir des produits d'une résistance aux chocs thermiques, très bonne, moyenne et faible. La dimension des éprouvettes pour cette série d'essais était de $230 \times 114 \times 38$ mm.

Les résultats correspondent à notre attente, à savoir que le carbure de silicium présente la résistance résiduelle la plus élevée, le résultat étant le plus faible pour la magnésie.

Dans cette série particulière d'essais, on a laissé refroidir les éprouvettes à la température ambiante, en les retirant du dispositif après 1, 2, 5 et 10 cycles, pour pouvoir suivre l'évolution des éprouvettes, ce qui a donné des dommages dus aux chocs thermiques, légèrement plus importants.

L'inspection après 2, 5 et 10 cycles ou seulement après 5 ou 10 cycles donnera des courbes un peu plus basses, bien que la résistance résiduelle après 10 cycles n'accuse que très légèrement la différence.

Dans le cas d'une comparaison de plusieurs matériaux, il importe ainsi de les soumettre à la même procédure cyclique et, ce qui est encore plus important, qu'ils aient tous la même épaisseur.

D'une manière générale, les matériaux présentant une faible résistance aux chocs thermiques accusent très fortement les différences d'épaisseur. Il est possible de mesurer la résistance d'une brique réfractaire dense se présentant sous forme d'une dalle de 38 mm d'épaisseur, alors qu'avec une épaisseur de 65 mm, elle se rompt dès le premier cycle. On peut néanmoins comparer des matériaux d'une faible résistance en les disposant d'une manière jointive sur le montage et non avec des intervalles. Dans ce cas, l'intensité du choc thermique est réduite.

5.2. Relation entre le module d'élasticité (M.O.E) et le module de rupture (M.O.R.).

Le tableau 1 montre la relation obtenue entre le module d'élasticité résiduel en pourcent et le module de rupture résiduel en pourcent après 10

TABLEAU 1
Relation entre le module d'élasticité (M.O.E.)
et le module de rupture (M.O.R.)

	Epaisseur de l'éprouvette : 63 mm	
	% résiduel M.O.E.	% résiduel M.O.R.
45 % alumine	26,4	29,5
60 % alumine	49,4	49,4
63 % alumine	37,1	39,5
68 % alumine	82,3	78,3
72 % alumine	77,2	78,4
90 % alumine	57,5	52,2
Mag./chrome	44,0	41,4

Pourcent résiduel après 10 cycles à 1 000°C.

TABLEAU 2
Effet de l'épaisseur de l'éprouvette
sur le degré d'endommagement par choc thermique

	38 mm d'épaisseur		63 mm d'épaisseur	
	% résiduel M.O.E.	% résiduel M.O.R.	% résiduel M.O.E.	% résiduel M.O.R.
60 % alumine	70,7	60,6	49,4	49,4
90 % alumine	62,2	52,0	57,5	52,2
63 % carbure de silicium	97,4	95,2	94,8	96,1
98 % magné- sic	27,6	33,2		

M.O.E. = module d'élasticité
M.O.R. = module de rupture
Pourcent résiduel après 10 cycles à 1 000° C.

cycles sur des éprouvettes de 63 mm d'épaisseur. Le tableau montre clairement qu'il existe un très bon accord entre les valeurs du module d'élasticité et du module de rupture tout au long du domaine examiné.

Le tableau 2 montre l'effet de l'épaisseur de l'éprouvette sur le degré d'endommagement par choc thermique; on peut voir également que l'accord entre le module d'élasticité résiduel en pourcent et le module de rupture en pourcent sur les éprouvettes de 38 mm d'épaisseur n'est pas aussi bon. Les raisons de ce phénomène ne sont pas encore bien connues et des recherches supplémentaires sont en cours. Les matériaux à 60-70 % d'alumine et moins sont influencés de manière significative par l'épaisseur de l'éprouvette. Le maté-

riau à 60 % d'alumine présentant une chute marquée de résistance résiduelle en pourcent à mesure que son épaisseur s'accroît comme c'est le cas pour la magnésie qui a perdu sa résistance résiduelle après 10 cycles, du moins en ce qui concerne le matériau étudié.

5.3. Variations des produits.

Les effets de fluctuations dans les matières premières, dans la granulométrie du mélange et dans les procédés de cuisson sur le comportement aux chocs thermiques d'un produit peuvent être facilement suivis.

L'influence de la variation de la courbe granulométrique d'un matériau à 66 % d'alumine est

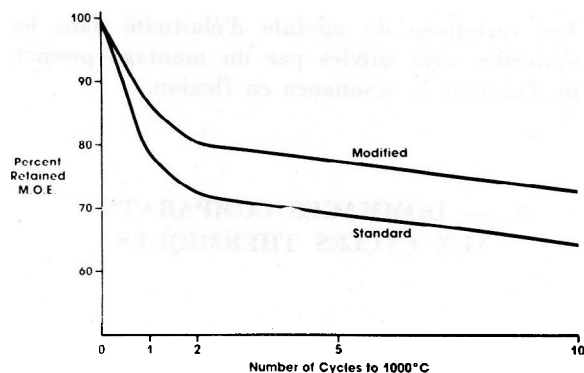


FIGURE 3

Influence de la granulométrie sur la résistance au choc thermique d'un produit à 66 % d'alumine.

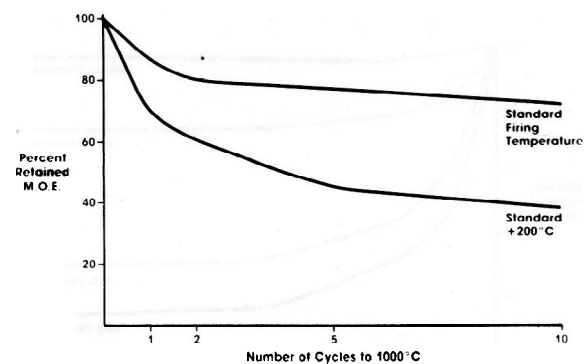


FIGURE 4

Influence de l'augmentation de la température de cuisson sur la résistance au choc thermique d'un produit à 66 % d'alumine.

représenté figure 3. La courbe inférieure représente le matériau qui a servi de base aux modifications granulométriques (matériau de référence). Le pourcentage en fines a été maintenu et la répartition de la chamotte a été modifiée, ce qui donne une amélioration de 12 % en résistance aux chocs, par rapport au matériau de référence.

La figure 4 représente l'influence de l'augmentation de 200 °C de la température de cuisson de référence sur la résistance au choc thermique du même produit réfractaire à 66 % d'alumine.

5.4. Les bétons types.

Nous avons également considéré l'utilisation de cette méthode de chocs thermiques pour l'appré-

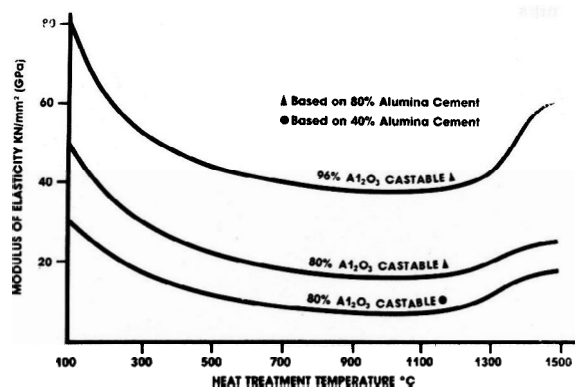


FIGURE 5

Influence de la température de traitement sur le module d'élasticité de bétons à 40 et 80 % d'alumine.

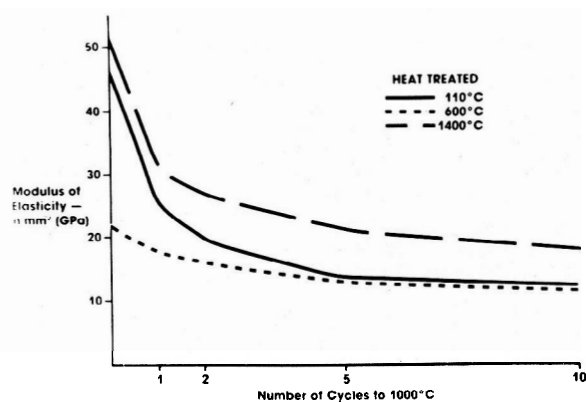


FIGURE 6

Influence de la température de traitement sur la résistance au choc thermique d'un béton à 80 % d'alumine.

ciation des bétons. En général, on pense que les bétons ont une très bonne résistance aux chocs thermiques, mais une résistance mécanique très faible dans la gamme 800-1200 °C. Ceci est mis en évidence par la figure 5 qui représente les courbes obtenues avec trois bétons à liant de ciment : deux qualités déferées à haute teneur en alumine et une qualité à base « d'alumine ordinaire ». Il y a une forte chute du module d'élasticité jusqu'à 600/700 °C suivie par un léger palier du module et une montée de celui-ci au-dessus de 1200/1300 °C.

Nous avons étudié (fig. 6) l'influence d'une précuisson sur un béton à 80 % d'alumine. Les températures retenues ont été de 110°, 250°, 600°, 1 000°, 1 100° et 1 400 °C. Cette étude nous a amenés à la conclusion qu'une précuisson entre 110 °C et 1 100 °C n'avait aucun effet sur le M.O.E. résiduel après 10 cycles.

Pour le matériau étudié, le module d'élasticité se situait entre 11,5 et 13,5 kN/mm² (GPa). Une précuisson à 1400 °C donne une amélioration de la résistance aux chocs thermiques. Il faut encore étudier l'effet de la cuisson jusqu'à la température d'exploitation dans la masse, ou sur une face seulement pour un béton particulier.

CONCLUSIONS

L'utilisation de la méthode d'« essai Ribbon », en liaison avec la mesure du module d'élasticité par vibrations transitoires, a été d'une grande aide dans la comparaison de plusieurs sortes de réfractaires du point de vue de leur résistance aux chocs thermiques; elle constitue maintenant un bon outil dans le développement de produits nouveaux. On peut espérer, une fois qu'on comprendra mieux les paramètres de cet essai, qu'il suffira de mesurer le module d'élasticité avant et après 10 cycles, ou même après seulement 5 cycles.

La B.C.R.A. réalise actuellement un montage similaire et étudiera le procédé d'essai plus en détail en vue de la normalisation de cet essai.

Entre temps, nous avons trouvé que la combinaison de l'essai de choc thermique « ribbon »

avec un essai non destructif donne de nombreux avantages pratiques, à savoir :

1. il est rapide et simple
2. étant automatique, il ne demande aucune présence pendant la réalisation de l'essai
3. la résistance aux chocs thermiques peut être facilement suivie à la fois par des méthodes destructives et non destructives pour obtenir des résultats quantitatifs
4. les essais permettent la comparaison et le classement des produits
5. l'équipement et le procédé sont très souples.

Remerciements.

L'auteur remercie les directeurs de Morgan Refractories Limited pour l'avoir autorisé à publier cet article ainsi que ses collègues pour l'aide qu'ils lui ont apportée au cours de sa préparation.

BIBLIOGRAPHIE

- (1) 1978 Annual Book of ASTM Standards Part 17.
- (2) PRE, Matériaux réfractaires, Recommandations 1978.
- (3) British Standard 1902 :
Part 1A 1967, Echantillonnage et essais physiques. Appendix B.
- (4) British Standard 1902 :
Part 1C 1967, Réfractaires plastiques et bétons réfractaires. Méthode 11.
- (5) C.E. SEMLER et T.H. HAWISHER :
Communication présentée à la 81^e réunion de l'American Ceramic Society, Cincinnati, Ohio, mai 1979.
- (6) Taylor Refractories :
Customer Information Bulletin 76-7.
- (7) W.R. DAVIS :
Trans. of Brit. Cer. Soc., **67**, 11, 515-541, novembre 1968.
- (8) James Electronics Inc. :
Le contrôle par ultrasons des céramiques et des réfractaires.
- (9) Documentation de Grindosonic (J.W. Lemmens-Elektro-nika N.V., Belgique).