

Comportement thermomécanique d'un béton réfractaire en compression uniaxiale

Evariste Ouedraogo¹, Mohsen Roosefid¹, Nicolas Prompt², Cyrille Deteuf²

¹ Laboratoire 3S, Domaine Universitaire, B.P 53, 38041 GRENOBLE

² TRB, Rue de la Neuville, 62125 NESLES

Evariste.Ouedraogo@hmg.inpg.fr

Résumé :

Dans la première partie de l'étude, on présente un dispositif expérimental inédit qui a été développé pour réaliser des essais de compression uniaxiale de la température ambiante à 1500 °C. Ce dispositif finalisé a servi à la caractérisation rhéologique d'un béton réfractaire de type silico-alumineux dans la plage de température de 20 à 1200°C. Les essais ont été effectués en atmosphère oxydante sur des éprouvettes de bétons réfractaires ayant subi après démoulage un étuvage à 110 °C. Pour étudier l'influence du traitement thermique ou de la cuisson sur la réponse du matériau, certaines éprouvettes ont subi une cuisson en atmosphère oxydante à 900 °C. Ensuite, les résultats des essais de compression simple ont permis de mettre en évidence l'évolution du comportement du béton réfractaire étudié d'un type non linéaire fragile aux basses et moyennes températures vers un type non linéaire visqueux aux hautes températures. Enfin, des essais cycliques avec charge-décharge ont permis de quantifier l'importance des déformations irréversibles.

Abstract :

A high temperature up to 1500 °C uniaxial compression innovative testing set-up has been developed and first presented. Thanks to this set-up, silica-alumina refractory concrete mechanical behaviour have been characterised ranging from ambient to 1200 °C. The tests have been performed on cast specimen steamed at 110 °C in an oxidised environment. Some specimen have been submitted to thermal treatment or cooked at 900 °C during 5 hours in order to determine these effects on the initial material behaviour. The several tests carried out revealed that the material evolves from a non linear brittle behaviour at low and mean temperature range to non linear ductile and even viscoplastic behaviour at high temperature. Lastly, some cyclic loading and unloading tests brought to light the unrecoverable strain.

Mots-clefs :

Béton réfractaire ; haute température ; thermomécanique.

1- Introduction

La caractérisation des matériaux à haute température pose de nombreux problèmes auxquels il faut apporter des solutions robustes pour parvenir à des résultats réalistes. La présence de la température provoque un état évolutif fonction du temps du matériau, de l'installation expérimentale, et plus particulièrement du dispositif de mesure des déformations. Pour tenter de résoudre ce problème, il faut trouver les conditions pour créer un état stationnaire en température ou jouer sur les différences de cinétique entre les variations thermiques en présence et la durée des essais mécaniques. Le deuxième problème qui n'est pas simple est la mesure de la température de l'échantillon à l'aide des thermocouples. Comment faire pour être certain que la mesure de température effectuée est bien celle de l'échantillon et n'est pas parasitée par l'environnement. Une telle problématique a fait l'objet d'une étude approfondie et des procédures ont été mises en œuvre pour y répondre [Ouedraogo 1997]. Le troisième problème concerne la mesure de la déformation de l'éprouvette. Pour de très haute température, l'expérience montre que l'extensométrie par jauges de déformation n'est plus adaptée et que

seule l'extensométrie mécanique (l'utilisation d'extensomètre mécanique) est efficace. En général l'extensomètre est situé à l'extérieur de l'enceinte thermique et relié à l'éprouvette par des tiges de quartz. Lorsque le matériau est ductile tel les matériaux métalliques ce dispositif fonctionne relativement bien. En revanche si le matériau est fragile et susceptible de s'écailler en surface avec éventuellement des projections de matière, on voit bien que ces éclats peuvent se produire au contact des tiges de l'extensomètre avec le matériau et que la mesure de déformation pourrait être faussée (non représentative du comportement global) à partir de ce moment. La mesure du comportement post-pic pour les matériaux réfractaires devient alors aléatoire. La prise en compte de tous ces problèmes nous a conduit à développer un extensomètre original spécifique à axe vertical permettant de mesurer la déformation globale de l'éprouvette, y compris en comportement post-pic. Le premier modèle a été développé dans le cadre d'une étude sur le comportement d'une rigole principale de haut fourneau [Prompt 2000]. Le modèle présenté dans la présente étude en est une version évoluée développée dans le cadre d'un programme national de recherche sur les matériaux réfractaires PROMETHEREF (2002-2005) [Boussuge 2003].

L'objet du présent article est de présenter les premiers résultats d'essais de compression uniaxiale obtenus sur des bétons réfractaires silico-alumineux. Il s'agit d'essais effectués à température ambiante sur le matériau étuvé à 110°C pendant 24h ou cuit à 900 °C et d'essais effectués à haute température sur le matériau étuvé uniquement.

2- Une installation expérimentale originale

L'installation d'essais à Haute Température qui a été développée comprend une machine d'essais électromécanique de la marque Zwick d'une capacité de 400 KN, un four industriel à résistances de la marque Pyrox de température d'utilisation continue de 1600°C, un système de mise en charge de l'éprouvette et un système d'extensométrie destiné à la mesure des déformations de l'échantillon. C'est donc une installation de type « mors chauds » dont l'originalité réside dans le système d'extensométrie utilisé. Le système d'extensométrie permet de mesurer le déplacement relatif du plateau supérieur par rapport au plateau inférieur du système de compression par l'intermédiaire de deux tiges en céramique reposant sur deux capteurs de déplacement de type LVDT de 4 mm de course de la marque Sensorex. Aux effets de second ordre près, le déplacement mesuré par les capteurs est égal à la variation moyenne de hauteur de l'éprouvette. La photo de la FIG. 1 donne un aperçu du système de chargement et celle de la FIG. 2 une vue globale de cette installation. On peut voir sur la FIG. 3 un exemple de courbe brute obtenue à 700 °C à l'aide de ce dispositif : la différence entre la réponse des capteurs LVDT et celle de la traverse, qui comprend la déformation élastique du système de chargement, y est bien mise en évidence. On y voit aussi que les deux capteurs LVDT donnent des réponses quasiment confondues. Ces résultats sont obtenus grâce à la mise au point d'un protocole d'essai strict qui comprend la rectification des faces d'appui des éprouvettes et le développement d'un système de stabilisation du système de mesure d'extensométrie [Roosefid 2006].

3- Matériaux et préparation des essais

Les essais ont été effectués sur des éprouvettes de deux types de bétons réfractaires silico-alumineux fournis par la société TRB, partenaire du programme PROMETHEREF. Le premier est un béton réfractaire à base d'andalousite et à basse teneur en ciment, le 33B01-FS, tandis que le second est à base de bauxite et à Ultra basse teneur en Ciment, le 54B01-FS. Le Tableau 1 donne le détail de leur composition chimique. Ces bétons sont utilisés pour la confection de couche de sécurité de rigoles principales de hauts fourneaux et pourraient être utilisées pour celle de couche de durée de poches acier.

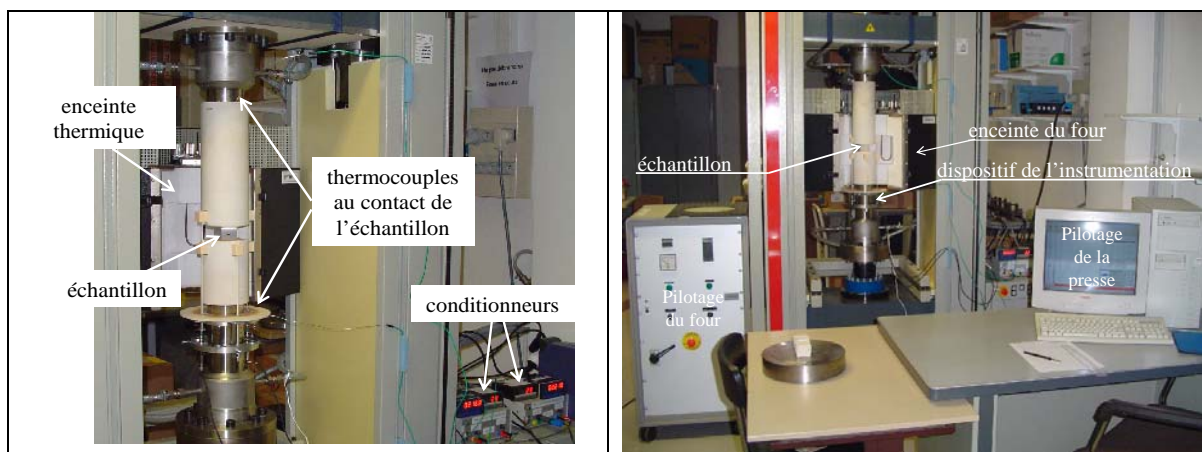


FIG. 1 – Systèmes de mise en charge et d'extensométrie

FIG. 2- Vue de l'installation expérimentale d'essais à haute température

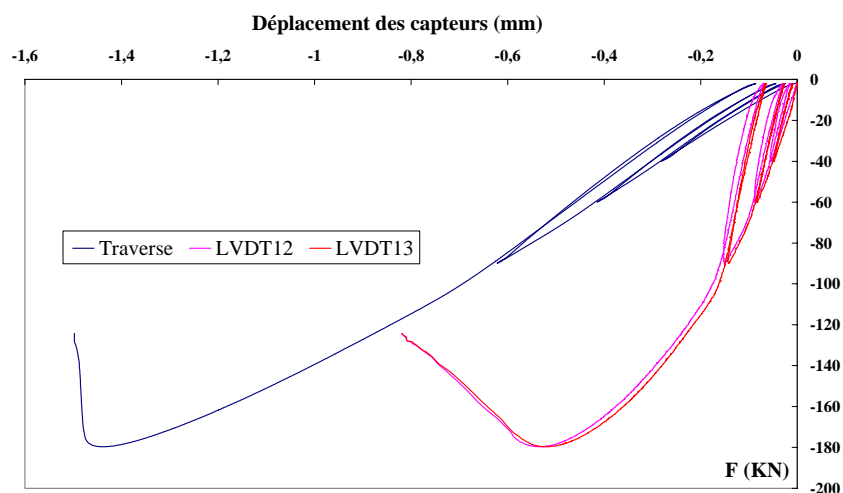


FIG. 3 - Courbes brutes à 700 °C montrant les réponses des deux capteurs LVDT et le déplacement de la traverse obtenus sur du béton réfractaire 33B01-FS,

Les éprouvettes utilisées sont des cubes de 40 mm de diamètre obtenues par moulage dans des coffrages métalliques de précision. Une fois décoffrées les éprouvettes subissent des traitements thermiques ou de conditionnement. Ainsi, elles sont étuvées à 110°C pendant 24h ou cuites à 900 ou à 1200 °C pendant 5h ou 150h. L'état étuvé a été choisi comme l'état de référence des éprouvettes ayant fait l'objet des essais. Les faces d'appui des éprouvettes sont rectifiées à sec et leur parallélisme vérifié par un dispositif constitué d'un marbre et d'un palpeur. L'éprouvette est acceptée si la différence de variation entre le point le plus haut et celui le plus bas est inférieure à 30 micromètres. Les essais sont couramment effectués à une vitesse de traverse standard de 0,1 mm/min.

Le protocole d'essai, valable pour les essais et pour tous les types de matériau de cette étude, a été défini et figé. On applique d'abord une pré-charge de 0,5 à 2KN, suivant la température d'essai, qui est régulée pendant toute la montée en température. Puis on applique une vitesse de chauffage de 200°C/h jusqu'à la température d'essai souhaitée. Cette température est alors maintenue constante pendant 5h afin d'atteindre l'équilibre thermique, au moins pour l'installation. Après ce long temps de palier, on peut enfin lancer l'essai mécanique proprement

dit. A la fin de l'essai mécanique, on impose une vitesse de refroidissement de 150°C/heure afin de protéger les matériaux du système de mise en charge des chocs thermiques descendants potentiellement dommageables. Ainsi, pour réaliser un essai à 900 °C, il faut attendre 10 h pour pouvoir commencer le chargement mécanique. C'est dire la valeur d'une courbe obtenue à une telle température. La FIG. 4 montre l'évolution des températures mesurées et des déplacements des capteurs LVDT et de la traverse. A la fin du cycle de chauffage, on peut y voir une stabilisation des réponses de la traverse, des thermocouples et des capteurs LVDT.

| Matériau | 54B01-FS | 33B01-FS |
|--|----------|-------------|
| Granulats | Bauxite | Andalousite |
| Al ₂ O ₃ (%) | 85 | 58 |
| SiO ₂ (%) | 10 | 37.5 |
| CaO (%) | 1.1 | 2.3 |
| Fe ₂ O ₃ (%) | 1 | 0.9 |
| Eau (%) | 4.7 | 5 |
| Porosité (vol.%) | 10 | 6 |
| Densité apparente (kg/m ³) | 2970 | 2600 |

Tableau 1 : Composition chimique globale des matériaux étudiés [TRB, 2001]

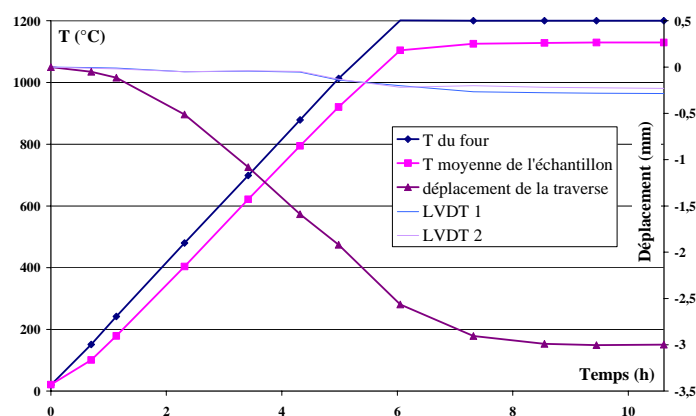


FIG. 4 - Exemple de l'évolution de la température en différents points et des déplacements tendant à se stabiliser durant le palier en température, béton 33B01-FS à 1200°C

4- Quelques résultats obtenus

Essais à température ambiante

Les essais effectués à température ambiante sont assez reproductibles. La figure FIG. 5 montre que la courbe de l'essai monotone et celle effectuée avec des charges et décharges croissantes se superposent quasiment. Les courbes charge-décharge avant le pic de contrainte montrent une faible déformation anélastique alors que celle-ci devient très importante après. En revanche sur la figure FIG. 6 représentant la réponse d'un échantillon cuit à 900°C pendant 5h, les déformations anélastiques sont déjà bien présentes avant le pic de contrainte et le matériau présente une forte fragilité en comportement post-pic se manifestant par des ruptures brutales et audibles. Du point de vue des caractéristiques mécaniques, il semble que la cuisson augmente la résistance en compression et la ductilité (augmentation de la déformation au pic) mais diminue le module d'élasticité par rapport au matériau étuvé (voir Tableau 2). Cela est sans doute l'effet des microfissures générées pendant la phase de refroidissement suivant la cuisson du

matériau : les liaisons chimiques se sont renforcées du fait de la cuisson mais le réseau de microfissures initialement présent aussi du fait du refroidissement.

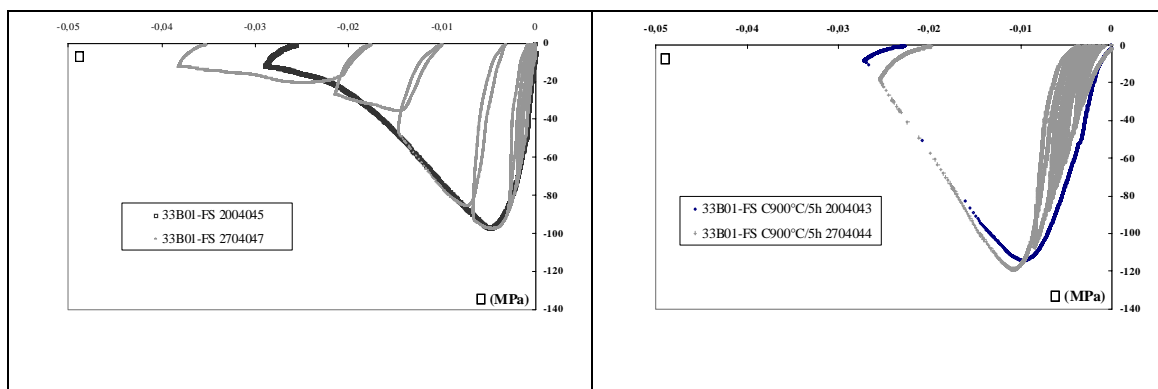


FIG. 5 – Courbes monotone et de charge - décharge obtenues à partir d'éprouvettes étuvées à 110 °C pendant 24 h du béton 33B01-FS

FIG. 6 - Courbes monotone et de charge - décharge obtenues à partir d'éprouvettes cuites à 900°C pendant 5h du béton 33B01-FS

| Eprouvettes | | E (GPa) | ϵ_{pic} | σ_M (MPa) |
|-------------|---------------|-----------|-------------------|------------------|
| 33B01-FS | Etuvé à 110°C | 63 | $4 \cdot 10^{-3}$ | 96 |
| | cuit 900°C/5h | 50 | $9 \cdot 10^{-3}$ | 114 |

Tableau 2 : Caractéristiques mécaniques obtenues pour le béton 33B01-FS

Essais réalisés en température

On présente sur la figure FIG. 7 des résultats d'essais effectués à 700°C sur les bétons 33B01-FS et 54B01-FS. On peut y voir une augmentation de la déformation au pic, de la contrainte maximale de compression et des déformations anélastiques avant pic par rapport à la réponse à température ambiante pour le béton 33B01-FS. On observe toutefois que la réponse globale traduite par la forme en cloche et le comportement fragile en comportement post-pic reste présente.

Lorsqu'on augmente la température à 900°C ou à 1200°C, le comportement change radicalement. On observe l'apparition d'une forte ductilité et des déformations irréversibles très importantes dès les petites charges qui traduisent la manifestation de phénomènes visqueux. Des essais de compression avec sauts de vitesse effectués à 900 et 1200 °C mettent nettement en évidence le caractère visqueux du comportement. Par exemple, lorsque la vitesse de traverse passe de 0,01 mm/min à 0,5 mm/min, la contrainte seuil varie de -80 à -140 MPa, soit une variation de 75%, ce qui est largement significatif. Ce même type d'essais a permis de montrer que le béton 54B01-FS manifestait une plus grande viscosité que le 33B01-FS et que la température de transition entre le domaine fragile et le domaine visqueux était comprise entre 800 et 900°C pour ces deux matériaux.

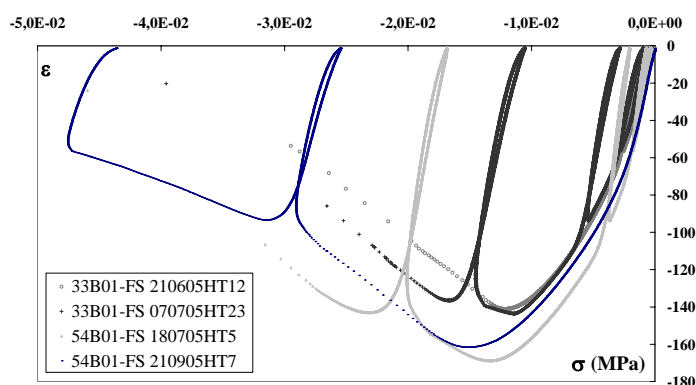


FIG. 7 - Courbes contrainte - déformation d'essais réalisés à 700 °C

5- Conclusion

Dans le cadre du programme national de recherche sur les matériaux réfractaires PROMETHEREF, le développement d'une installation haute température de grande capacité a pu être finalisé. Il a alors été possible de caractériser deux bétons réfractaires dans toute la plage de leur température d'utilisation. A température ambiante, on a montré que le matériau étuvé a un comportement fragile, comparable à celui du béton hydraulique, qu'il manifeste de faibles déformations anélastiques avant le pic de contrainte, mais que ces dernières s'amplifient nettement en comportement post-pic. L'augmentation de la température d'essai jusqu'à 800°C s'accompagne pour le matériau d'une augmentation de la résistance en compression, de l'amplitude des déformations anélastiques en comportement avant et post pic et du caractère fragile de la rupture en comportement post pic. A partir de 900°C, des essais avec sauts de vitesse ont mis en évidence que le comportement de ces matériaux devient nettement viscoplastique. Enfin, on a montré que la cuisson du béton 33B01-FS à 900°C pendant 5h augmente la résistance en compression et la déformation au pic mais réduit, en revanche, le module d'élasticité par rapport à son état étuvé pour des essais réalisés à température ambiante.

Références

- Ouedraogo, E., Tran, V.D., 1997, High temperature Experimental Characterisation of materials formed by HIP, EURO PM 1997, Ed. EPMA, Vol. "Advanced materials", pp 535-542, Munich, Germany.
- Boussuge, M., 2003, Study of thermomechanical properties of industrial refractories: the French program PROMETHEREF, UNITECR'03 CONGRESS, Osaka, Japan.
- Prompt, N., 2000, Etude du comportement thermomécanique des bétons réfractaires alumineux : Application à une rigole de haut fourneau, *Thèse de Doctorat*, Université Joseph Fourier de Grenoble, 260 p.
- Roosefid, M., 2006, Etude du comportement thermomécanique de deux bétons réfractaires silico-alumineux : Applications à une poche d'aciérie, *Thèse de Doctorat*, Institut National Polytechnique de Grenoble, 272 p.
- Marzagui, H., Roosefid, M., Cutard, T., Ouedraogo, E., Prompt, N., Deteuf, C. 2004, Room temperature mechanical behaviour of two refractory castables, *Proceeding of the 4th International Symposium on Advances in Refractories for the Metallurgical Industries*, Hamilton, Canada, August 2004, 645-659.
- Marzagui, H., 2005, Etude de deux bétons réfractaires silico-alumineux : microstructures et comportements thermomécaniques en traction et en flexion, *Thèse de Doctorat*, Université Toulouse III – Paul Sabatier, 229 p.