

ETUDE DU REFROIDISSEMENT POST- COULEE DE REFRACTAIRES ELECTROFONDUS RICHES EN ZIRCON : OPTIMISATION DES PROCEDES ET DES MICROSTRUCTURES

L. Laurence, Y. Ding, M. Boussuge, D. Ryckelynck, S. Forest

Les réfractaires électrofondus à Très Haute Teneur en Zircon (THTZ), développés et élaborés par Saint Gobain, sont utilisés dans la construction des fours verriers. Par exemple, la sole des fours à verres spéciaux est constituée de dalles de THTZ (88%_{vol} ZrO₂, 12%_{vol} de phase vitreuse), matériau choisi pour sa faible conductivité thermique, sa forte réfractarité et son excellente résistance à la corrosion par le verre. Le haut niveau de qualité requis par les nouvelles applications du verre (marché des écrans plats et afficheurs LCD, PDP...), conjugué à l'allongement de la durée de vie des fours de fusion de ces verres, ouvre de nouveaux marchés prometteurs pour ces matériaux et incite au développement de nouveaux réfractaires encore plus performants.

Le THTZ est élaboré par électrofusion : ce procédé de fabrication consiste à faire fondre un mélange de poudre d'oxydes à une température de 2450°C et à le couler dans un moule en graphite (assemblage de plaques d'une épaisseur de 40mm) aux dimensions de la dalle (110x510x700mm³). L'ensemble dalle-moule graphite est maintenu dans une caisse de coulée en acier par un agent de calage isolant thermique et pulvérulent (mélange de sable et d'alumine). L'ensemble est ensuite refroidi de manière contrôlée jusqu'à température ambiante, domaine où le matériau se caractérise par un comportement fragile. La maîtrise de cette étape de refroidissement, qui génère des contraintes internes et un endommagement, constitue un enjeu essentiel pour assurer une fabrication fiable et reproductible et la qualité finale des réfractaires électrofondus.

Deux objectifs principaux sont poursuivis par le Centre des Matériaux dans le cadre du programme NOREV :

- fournir un modèle numérique thermomécanique capable de décrire l'étape de refroidissement pour de nouveaux matériaux THTZ et ainsi fournir des éléments en vue de l'optimisation du procédé d'élaboration (thèse de Laetitia Laurence),



- étudier les relations entre les propriétés mécaniques macroscopiques des réfractaires électrofondus, responsables de leurs propriétés d'usage, et leur structure microscopique, telle qu'elle résulte de leur procédé d'élaboration, grâce à la tomographie 3D et à une approche numérique micro-macro.

La simulation thermomécanique du refroidissement, réalisée par Laetitia Laurence, s'est appuyée sur le refroidissement d'un matériau THTZ représentatif de la grande majorité des produits élaborés à ce jour par Saint Gobain. Le modèle numérique a été construit en s'appuyant sur un couple matériau/procédé connu, pour ensuite l'appliquer à d'autres matériaux THTZ en cours de développement, ayant parfois des propriétés thermiques et/ou mécaniques différentes.

L'étude numérique a donc été découpée en deux parties :

- Un calcul thermique calé sur une coulée dans un moule instrumenté effectuée en usine (coulée d'une dalle de THTZ à la SEPR, Le Pontet), réalisé sur l'ensemble de la caisse de coulée. La finalité de cette partie thermique est, à partir d'une description numérique réaliste de l'évolution des températures dans la caisse de coulée, de remonter au refroidissement au sein même de la dalle.
- Un calcul mécanique réalisé à partir des champs thermiques obtenus précédemment. On calcule ainsi les champs de contraintes auxquels la dalle est soumise lors du refroidissement.

La démarche que Yang Ding a utilisée pour étudier la morphologie 3D du THTZ à haute température est celle proposée par Kamel Madi dans sa thèse de doctorat. La morphologie 3D des THTZ a été investiguée grâce à des tomographies 3D réalisées sur la ligne ID19 de l'ESRF (synchrotron de Grenoble). Des images 3D de THTZ de 1250°C à température ambiante ont été obtenues, lors d'une descente en température dans un four spécialement conçu.

Les matériaux d'essai sont : ER1195, SCIMOS CZ, THTZ-A, THTZ-B. D'abord, Nous définirons une procédure d'attaque chimique pour enlever la phase vitreuse dans les éprouvettes. Nous avons ensuite réalisé des essais de microdureté et des essais de compression à haute température pour comprendre leurs différences. L'analyse de la morphologie est abordée sur la distribution des tailles des amas de la zircone, la percolation, la covariance et la densité de surface. Ces images 3D seront ensuite traitées et maillées par le logiciel Avizo pour réaliser les simulations par éléments finis.

