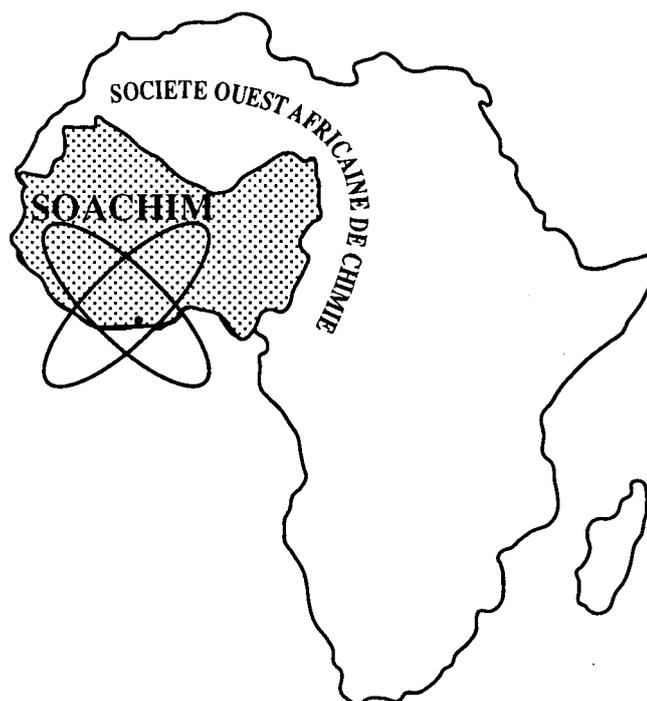


Résistance aux chocs thermiques et aux attaques chimiques de briques réfractaires à base d'argile kaolinitique et de sable

1

**Moustapha Sawadogo, Issiaka Sanou, Yéri Dah,
Boubacar Traoré, Youssouf Sawadogo, Drissa Samaké,
Cheick Dembelé, Lamine Zerbo, Mohamed Seynou.**

Journal de la Société Ouest-Africaine de Chimie
J. Soc. Ouest-Afr. Chim. (2021), 050: 50 - 56
26^{ème} Année, 2021



ISSN 0796-6687

Code Chemical Abstracts : JSOCF2
Cote INIST (CNRS France) : <27680>
Site Web: <http://www.soachim.org>

Résistance aux chocs thermiques et aux attaques chimiques de briques réfractaires à base d'argile kaolinique et de sable

Moustapha Sawadogo¹, Issiaka Sanou^{1,2}, Yéri Dah¹, Boubacar Traoré³, Youssouf Sawadogo¹, Drissa Samaké³, Cheick Dembelé³, Lamine Zerbo¹, Mohamed Seynou¹.

¹Laboratoire de Chimie Moléculaire et des Matériaux (LC2M), Equipe de Physico-Chimie et de Technologie des Matériaux (EPCTM), U.F.R.-S.E.A, Université Joseph KI-ZERBO, Ouagadougou, Burkina Faso

²Laboratoire de Chimie et Energies Renouvelables, Unité de recherche en Physico-Chimie et Technologie des Matériaux UFR/Sciences et Techniques, Université Nazi BONI, Bobo-Dioulasso, Burkina Faso

³Laboratoire de Physico-Chimie des Matériaux (LPCM), Faculté des Sciences et Techniques (FST) de l'Université des Sciences, des Techniques et des Technologies de Bamako (USTTB), Mali.

(Reçu le 15/09/2021 – Accepté après corrections le 02/12/ 2021)

Résumé : Ce travail évalue la résistance aux attaques chimiques et aux chocs thermiques des briques réfractaires élaborées à partir d'argiles locales et d'un sable naturel du Burkina Faso pour leur validation dans une utilisation industrielle. L'argile a été extrudée puis frittée à 1300 °C avec un palier de 1 heure pour produire de la chamotte. Des briques ont été élaborées par pressage de mélange d'argiles crues et de la chamotte, ou d'argiles crues et du sable, puis frittées à différentes températures allant de 1250 à 1400° avec des pas de 50 °C et un palier de 2 heures. Les résultats de l'essai aux chocs thermiques montrent que ces deux types de briques ont une résistance moyenne. Le test avec les solutions concentrées d'acide sulfurique et de soude a montré que ces briques résistent également aux attaques acides et basiques. Les résultats obtenus qualifient les briques pour une utilisation dans le domaine industriel

Mots clés : argile, chamotte, sable, attaque acide, chocs thermiques, réflectivité

Resistance to thermal shock and chemical attack of refractory bricks based on kaolinic clay and sand

Abstract: This work evaluates the resistance to chemical attack and thermal shock of refractory bricks made from local clays and natural sand from Burkina Faso for their validation in industrial use. The clay was extruded and then sintered at 1300 °C with a 1 hour hold to produce chamotte. Bricks were made by pressing a mixture of raw clays and chamotte, or raw clays and sand, then sintered at different temperatures ranging from 1250 to 1400 ° with steps of 50 °C and a level of 2 time. The results of the thermal shock test show that these two types of bricks have average strength. The test with the concentrated solutions of sulfuric acid and soda showed that these bricks are also resistant to acid and basic attacks. The results obtained qualify the bricks for industrial use.

Key words: clay, chamotte, sand, acid attack, thermal shocks, refractivity

1. Introduction

Les briques réfractaires sont des céramiques silicatées, constituées en majorité de matières premières minérales. Elles sont utilisées pour le revêtement intérieur des fours et les cyclones dans le domaine de traitement des minerais, les revêtements de sécurité des poches à acier, l'isolation des fours de verrerie, et dans le système de protection thermique des vaisseaux spatiaux supersoniques, etc...^[1, 2]. Ce vaste domaine d'emploi des réfractaires est lié à leur stabilité thermique, chimique et physique ^[3]. Cette stabilité des réfractaires est liée à leur processus d'élaboration d'une part et aux matières premières argileuses entrant dans leur composition d'autre part ^[4]. Ces matériaux aux propriétés exceptionnelles comme les creusets, les briques réfractaires, les coupelles sont pour la plupart importés par le Burkina Faso alors qu'il existe plusieurs sites locaux contenant de matières premières pouvant servir à leur fabrication. La valorisation de ces matières premières locales dans la fabrication de matériaux réfractaires pourrait constituer une solution à ce problème d'importation et réduire la sortie de devise pour le pays. Cette valorisation pourrait également être une source de création d'emplois pour les jeunes.

Dans nos travaux antérieurs, des briques réfractaires présentant des résistances mécaniques conformes aux valeurs normatives exigées pour une utilisation industrielle ont été élaborées ^[5]. Ces briques devant être utilisées très souvent dans des milieux agressifs (acide ou basique) et dans des milieux où la température varie de façon brutale, il est indispensable d'évaluer leur résistance aux produits chimiques et aux chocs thermiques.

Ce travail a pour objet d'évaluer l'impact des produits chimiques et les chocs thermiques sur les briques réfractaires élaborées à partir d'argiles kaolinitiques et sable du Burkina Faso afin de valider leur utilisation dans le domaine industriel.

2. Matières premières et méthodes expérimentales

2.1. Matières premières

Les deux matières premières de base utilisées dans ce travail, l'argile kaolinitique référencée SAB et le

sable naturel ont déjà fait l'objet de caractérisation dans nos travaux antérieurs [6]. Rappelons ici les principaux résultats de leur caractérisation.

L'analyse chimique élémentaire des deux matières premières est consignée dans le **tableau I**. La teneur en Al_2O_3 comprise entre 20 à 45% et la faible teneur en colorant et en fondant ^[1,7, 8] indiquent que la composition chimique de SAB est conforme aux valeurs requises pour les matières premières argileuses utilisées pour la production de réfractaires. Quant au sable naturel, sa composition chimique montre une teneur très élevée en silice (86,67 %) avec un peu d'alumine.

Le bilan minéralogique indique que SAB est composé de 45% de quartz (SiO_2), 40% de kaolinite ($Al_2Si_2O_5(OH)_4$), et 13% d'illite ($(K,H_3O)Al_2Si_3AlO_{10}(OH)_2$). Le sable naturel est composé uniquement de quartz.

La kaolinite et le quartz sont des minéraux couramment employés pour la production de réfractaires silico-alumineux. La kaolinite limite le fluage étendu à température élevée et le quartz permet aux pièces crues d'avoir de bonnes tenues mécaniques tout en améliorant le séchage. Il permet également de limiter le retrait lors du frittage et participe à certaines températures à la formation de la mullite ^[2].

2.2. Elaboration des briques

La confection des briques réfractaires commence par la production de la chamotte à partir de l'argile SAB cuite à 1300°C ^[6]. La chamotte obtenue est par la suite broyée et tamisée en différentes fractions de taille comme l'indique le **tableau II**.

Deux types de briques ont été confectionnés conformément au **tableau III**. Des éprouvettes cylindriques de diamètre 50 mm sur 50 mm de hauteur ont été obtenues par pressage uniaxiale à 120 MPa du mélange initialement humidifié à 17%. Après pressage, les éprouvettes sont séchées pendant 24 heures à la température ambiante puis à 65 °C pendant 12 heures et à 110 °C pendant 24 heures. A la suite du séchage, les éprouvettes ont été frittées à des températures différentes (1250, 1300, 1350 et 1400 °C) avec une vitesse de chauffage 3 °C/min et un palier de cuisson de deux (2) heures.

Tableau I : Composition chimique de SAB et du sable naturel en % massique

Oxydes	SiO ₂	Al ₂ O ₃	CaO	K ₂ O	MgO	Na ₂ O	TiO ₂	Fe ₂ O ₃	PF*	Total
SAB	69,09	20,55	<LD	1,45	0,12	0,49	0,95	0,85	6,40	99,60
Sable	86,67	9,82	0,13	0,07	0,05	0,16	0,3	0,1	2,70	100

Tableau II : Granulométrie de la chamotte et du sable utilisée

Taille des particules (µm)	Pourcentage (%)
$\phi < 100$	20
$100 < \phi \leq 200$	20
$200 < \phi \leq 1000$	20
$1000 < \phi \leq 2000$	15
$2000 < \phi \leq 3150$	15
$3150 < \phi \leq 5000$	10

Tableau III : Composition des briques et références des nuances

Liant (60%)	Chamotte (40%)	Références
Argile SAB	Chamotte d'argile SAB	SC
Argile SAB	Sable naturel de Bobo	SS

2.3. Caractérisation des briques

La résistance aux chocs thermiques a été réalisée selon la norme DIN 51068 [9]. L'échantillon est chauffé à 950°C pendant 15 minutes puis trempé brusquement dans l'eau à la température ambiante pendant 3 minutes. Après séchage à 110°C pendant 2 heures, l'opération (chauffage/trempe) est répétée jusqu'à apparition de fissures ou destruction de la brique.

Les attaques acide et basique sont réalisées selon la norme EF EN-106 [10]. Pour l'attaque acide, les échantillons sont pesés avec une précision de 10^{-3} g puis immergés verticalement dans une solution d'acide sulfurique concentrée (H_2SO_4 70 %, $d = 1,84$) à une hauteur de 25 mm, dans le récipient [11]. Le récipient est couvert pendant 15 jours à 25°C. Après une semaine, les échantillons sont retirés, essuyés avec un papier absorbant puis pesés et

examinés avec un microscope optique, afin de détecter visuellement les changements sur les demi-faces des échantillons immergées par rapport à la demi-surface non immergée. Après l'examen au microscope les échantillons sont immergés à nouveau dans la solution acide et cela pendant une autre semaine. A la fin de la deuxième semaine, chaque échantillon est encore pesé et examiné avec un microscope optique.

Pour l'attaque basique, on procède comme précédemment dans le cas de l'acide à la seule différence que l'acide est remplacé par une solution d'hydroxyde de sodium (NaOH) titre à 200g/l qui a été utilisée [10].

3. Résultats et discussion

3.1. Résistance aux chocs thermiques des briques

Le nombre de cycles de chauffage-trempe avant destruction des éprouvettes est consigné dans le **tableau IV**. Si la destruction survient au bout de 1 à 3 trempes, la résistance aux chocs thermiques du matériau est considérée mauvaise. Elle est moyenne si la destruction survient au bout de 4 à 8 trempes. Elle est bonne si la destruction a lieu au bout de 9 à 20 trempes. Au-delà de 20 trempes, la résistance aux chocs thermiques du matériau est considérée excellente [12]. Les images photo des éprouvettes avant et après l'essai sont données par la **figure 1**.

Tableau IV : Essai aux chocs thermiques des différentes briques

Température de frittage de la brique (°C)	Nombre de cycles	
	SC	SS
1250	5	6
1300	8	8
1350	8	7
1400	10	8

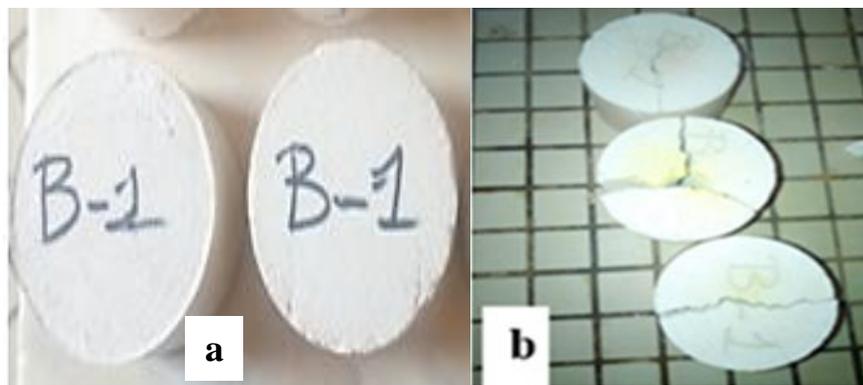


Figure 1: images photos des éprouvettes: a) avant le choc; b) après le choc.

Excepté la brique SC frittée à 1400 °C qui a une bonne résistance aux chocs thermiques, les autres briques ont une résistance moyenne aux chocs thermiques. L'effet de la nature du squelette est remarquable à 1400 °C. A cette température les briques SC résistent plus aux chocs thermiques que les briques SS. Ces résultats sont en accord avec ceux de la résistance à la compression et de la densité apparente obtenus dans nos travaux antérieurs.

La **figure 2** montre que la résistance aux chocs thermiques dépend de la température de frittage et il existe une corrélation entre cette résistance et la porosité ouverte de la brique (déterminée selon la norme ISO 10545-3 [13]). Selon Dingyu Liet al 2018, la résistance aux chocs est bonne lorsque la porosité est minimale [14]. La destruction du matériau commence par des fissurations pendant chaque trempe. En effet, lorsque l'échantillon est plongé dans l'eau, un certain nombre de fissures amorcées par le choc thermique se propagent progressivement. Cela pourrait être causé par les contraintes induites par un gradient thermique dépassant la résistance des matériaux, de sorte que la distribution aléatoire des défauts de surface initiaux produit de multiples fissures [15]. C'est cette propagation des fissures pendant chaque cycle qui entraîne la destruction du matériau. Deux approches analytiques peuvent être développées pour prédire la résistance aux chocs thermiques des matériaux :

- l'analyse thermo - élastique qui considère que le choc thermique crée une fissuration du solide (supposé non pré-fissuré) lorsque la contrainte thermique devient localement supérieure à la contrainte à la rupture du matériau ;
- l'analyse énergétique qui considère que le choc thermique gouverne l'accroissement de la taille des fissures du solide supposé pré-fissuré.

Selon M. Kolli et al, le comportement thermomécanique des matériaux réfractaires est principalement régi par la phase vitreuse [16]. Ainsi, la résistance aux chocs thermique d'un matériau est liée à sa composition minéralogique qui dépend en partie de la composition chimique de la matière première utilisée pour son élaboration. Les diffractogrammes des briques élaborées (**figure 3**) indiquent que les deux types de briques sont composées essentiellement de la cristobalite, la mullite et du quartz résiduel. Avec l'augmentation de température, une grande quantité du quartz s'est transformée en cristobalite et en phase vitreuse. La mullite et une partie de la phase amorphe proviennent de la transformation des minéraux phyllosilicates comme la kaolinite entre 1100 et 1200°C. La phase vitreuse résulte aussi de la réaction à haute température entre la silice libre et les phases alcalines

en particulier l'oxyde de potassium présent dans la matière première [2, 17 - 19]. Les deux nuances ont la même composition minéralogique mais à des teneurs différentes. La comparaison des quantités de cristobalite et de mullite sont représentées par les pics correspondants à la **figure 3 (b et c)**. Ceci met en évidence la différence de quantités de phases recristallisées dans les deux types de briques. Le pic de la cristobalite à $2\theta = 22^\circ$ et celui de la mullite à $2\theta = 35,2^\circ$ sont plus intenses sur le diffractogramme de SC. La teneur des minéraux étant liée à la surface des pics, celles de mullite et de la cristobalite sont donc plus élevées dans l'éprouvette SC par rapport à SS. La microstructure (**figure 4**) confirme qu'il y a plus de phase vitreuse dans l'éprouvette SC que dans SS. Cela est dû au fait que dans SC les 40% de chamotte dans le mélange initial contenait une phase vitreuse et les phases néoformées contrairement à la brique SS où cette chamotte est remplacée par 40% de sable. La teneur en mullite et en cristobalite est également plus élevée dans SC. Cette teneur en mullite et en phase vitreuse lui a conféré une meilleure résistance mécanique et moins de propagation de défauts, et par conséquent une bonne résistance aux chocs thermiques.

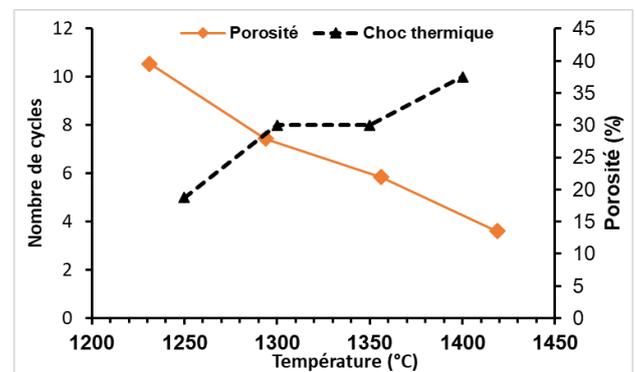


Figure 2: Variation du nombre de cycles et de la porosité en fonction de la température de la brique SC

3.3. Attaque acide – basique

Les variations de masse (Δm) des briques frittées à 1350°C sous l'action de l'acide sulfurique sont consignées dans le **tableau V**. On constate qu'il y a une légère augmentation de masse (AM) des échantillons due à la formation d'un dépôt de sulfates de fer. D'abord par décapage, et corrosion des surfaces immergées, puis diffusion des cations et des anions en provoquant des précipitations et formation d'une couche passivante sur la partie non immergée [11].

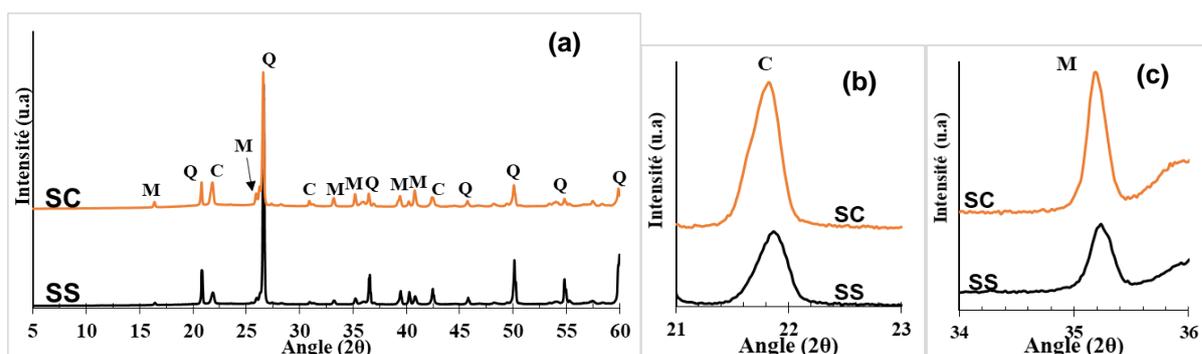


Figure 3 : diffractogrammes des briques à 1350 °C : M : mullite ; Q : quartz ; C : cristobalite

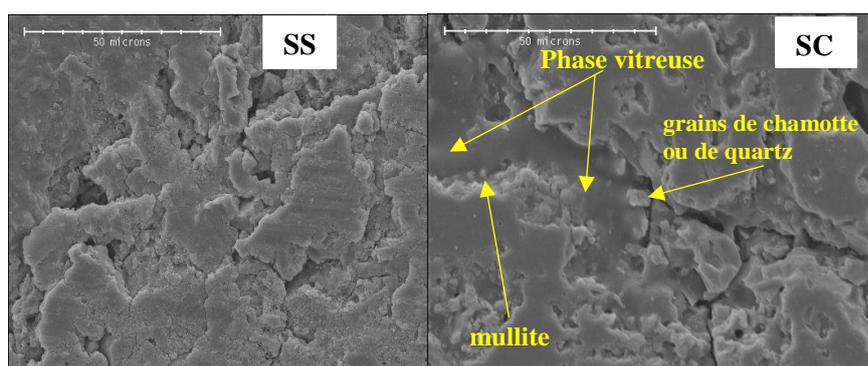


Figure 4 : Microstructure des éprouvettes frittées à 1350°C

L’observation microscopique des deux (02) demi-surfaces (immergée et non) sur les échantillons attaqués par l’acide montre qu’il n’y a pas eu une grande modification sur la surface immergée (figure 5).

D’autres éprouvettes de même composition ont été également à moitié immergées dans une solution concentrée de soude et les variations de masse (Δm) des briques frittées à 1350°C sous l’action des ions hydroxydes sont consignées dans le tableau VI. On constate qu’il y a seulement une légère augmentation de masse (AM) qui est due à la formation d’une couche passivante par suite de précipitation de sels d’hydroxydes à la surface [9]. Les images observées des échantillons attaqués par la soude à l’aide du

microscope optique montrent qu’ils résistent aux attaques basiques (figure 6).

Les briques n’ont pas subi une grande modification après deux semaines d’immersion dans les solutions chimiques concentrées. Ces briques ont donc une réactivité quasi nulle avec les produits chimiques (acide et basique) comme le montre les images des figures 5 et 6. Cette inertie chimique peut être liée à la présence de la phase vitreuse qui limite les interactions et la propagation des ions issus des solutions et à leur densité élevée. Les petites variations de masse après les attaques chimiques sont dues à la présence (en faible quantité) de certains oxydes métalliques (Fe_2O_3 , TiO_2) dont les ions métalliques sont capables de se complexer avec les ions des solutions utilisées.

Tableau V : Variation de masse des briques frittées à 1350°C sous l’action de l’acide

Code	m_i (g)	Après une semaine			Après deux semaines		
		m_{f1} (g)	Δm_1 (g)	AM (%)	m_{f2} (g)	Δm_2 (g)	AM (%)
SC	91,648	95,745	4,097	4,47	95,919	4,271	4,66
SS	80,231	82,555	2,324	2,90	82,734	2,503	3,12

Tableau VI : Variation de masse des briques frittées à 1350°C sous l’action de la soude

Code	m_i (g)	Après une semaine			Après deux semaines		
		m_{f1} (g)	Δm_1 (g)	AM (%)	m_{f2} (g)	Δm_2 (g)	AM (%)
SC	65,684	66,561	0,877	1,34	66,575	0,891	1,36
SS	61,506	62,272	0,766	1,25	62,284	0,778	1,26

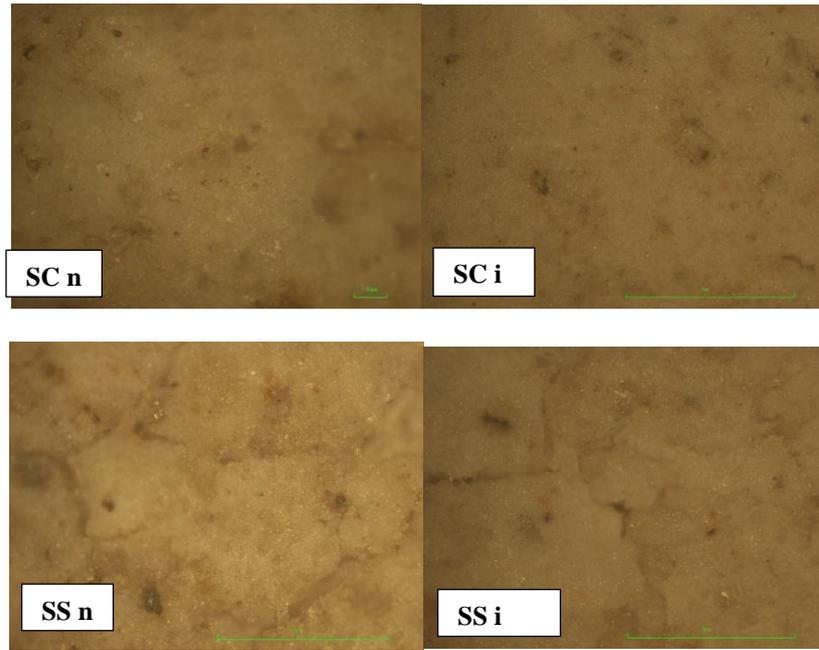


Figure 5 : Micrographies des briques après deux semaines d’immersion dans l’acide sulfurique (i = Immersée et n = non immergée)

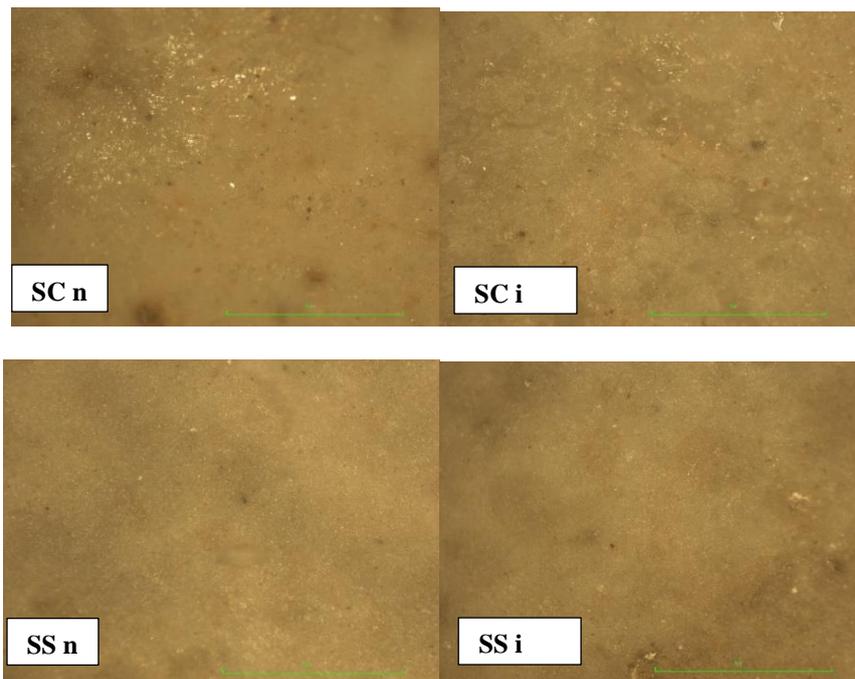


Figure 6 : Micrographies des briques après deux semaines d’immersion dans la soude (i = Immersée et n = non immergée)

4. Conclusion

Deux types de briques réfractaires ont été élaborés avec des mélanges argile - chamotte et argile - sable dans le but d’étudier leur résistance aux produits chimiques et aux chocs thermiques. Les propriétés physico-chimiques, minéralogiques et thermiques de

ces briques varient avec la température de cuisson et à la nature du dégraissant utilisé (chamotte ou sable). Les résultats des essais aux chocs thermiques ont montré que les briques SC à 1400°C ont une bonne résistance aux chocs thermiques. Les autres briques ont une résistance moyenne. Le comportement aux chocs thermiques est tributaire de la quantité de mullite et de la phase vitreuse dans la brique.

Les tests avec les solutions concentrées d'acide sulfurique et de soude ont montré que les briques résistent bien aux attaques acides et basiques quel que soit la nature du dégraissant utilisé. Cette inertie chimique des briques est liée à la quantité importante de phase vitreuse dans les briques.

Les résultats des tests aux chocs thermiques et des attaques chimiques des différentes briques élaborées justifient qu'elles peuvent être utilisées dans le domaine industriel comme matériau de revêtement de four et d'incinérateur.

Références bibliographiques

- [1] Yunxia Zhang, Kaifa Wang, Baolin Wang, Cheng Zhang : Thermal shock resistance of porous ceramic foams with temperature-dependent materials properties. *Ceramics international* 46 (2020) 1503-1511
- [2] G. Aliprandi : Matériaux réfractaires et céramiques techniques. Editions SEPTIMA, PARIS (1979)
- [3] Haibo Kou, Weiguo Li, Xibei Zhang , Jiaying Shao , Xianhe Zhang , Peiji Geng , Yong Deng, Jianzuo Ma: Effects of mechanical shock on thermal shock behavior of ceramics in quenching experiments. *Ceramics International* (2016), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ceramint.2016.10.021>
- [4] Mohamed Seynou, Pierre Flament, Moustapha Sawadogo, Jacques Tirlocq, Raguilnaba Ouedraogo: Refractory bricks based on Tikaré (Burkina Faso) kaolinitic raw clay material: *J. Soc. Ouest-Afr. Chim.* 035, 49 – 56, (2013).
- [5] Moustapha Sawadogo, Mohamed Seynou, Lamine Zerbo, Brahim Sorgho, Gisèle Laure Lecomte-Nana, Philippe Blanchart, Raguilnaba Ouedraogo : Formulation of Clay Refractory Bricks: Influence of the Nature of Chamotte and the Alumina Content in the Clay. *Advances in Materials.* vol. 9, N°4, 2020, pp. 59-67
- [6] Moustapha Sawadogo, Mohamed Seynou, Lamine Zerbo, Brahim Sorgho, Adama Yameogo, Younoussa Millogo, Raguilnaba Ouedraogo : Densification behaviour of chamotte chamotte for refractory bricks: mineralogy and microstructure. *J. Soc. Ouest-Afr. Chim.* (2016) 041 ; 1- 10
- [7] Ferd.Leit SA : Guide de la céramique, Les différents produits céramiques, Suisse. 8 p, (2004).
- [8] Sayel M. Fayed, Ghazi S. Al-Marahleh, Suleiman Q. Abu-Ein, *Adv. Theor. Appl. Mech.*, Vol. 5, no. 4, 161 – 172, (2012).
- [9] DIN 51068: Essai des matières premières et des matériaux céramiques - Détermination de la résistance au choc thermique - Epreuve des briques réfractaires par refroidissement à l'eau. 1er Novembre 2008
- [10] NF EN 106 :Carreaux et dalles céramiques - Détermination de la résistance chimique des carreaux non émaillés. Novembre 1991
- [11] Lila Boussouf : Synthèse et Caractérisations d'une Céramique Electrotechnique du type : $CAO Al_2O_3 6SiO_2 - Al_2O_3 2SiO_2.H_2O - SiO_2$. Thèse de l'université de Badji Mokhtar-Annaba, (2009)
- [12] Bahia RABEHI : Evaluation des propriétés réfractaires et cimentaires du kaolin de Djebel Debbagh. Thèse de l'université de M'HAMED BOUGARA-BOUMERDES ; (2013)
- [13] Norme ISO 10545-3 : Détermination de l'absorption d'eau, de la porosité ouverte, de la densité relative apparente et de la masse volumique globale. Février 2018
- [14] Dingyu Li, Weiguo Li, Ruzhuan Wang, Haibo Kou: Simulation of the thermal shock behavior of ultra-high temperature ceramics with the consideration of temperature-dependent crack propagation criterion and interaction between thermal shock cracks evolution and thermal conduction, *European Journal of Mechanics / A Solids* (2018), doi: 10.1016/j.euromechsol.2018.05.016.
- [15] Shao Y, Song F, Liu B, Li W, Li L, and Jiang C. Observation of ceramic cracking during quenching. *J Am Ceram Soc.* 2016;00:1–4. doi:10.1111/jace.14674
- [16] M. Kolli, M. Hamidouche, G. Fantozzi, J. Chevalier: Elaboration and characterization of a refractory based on Algerian kaolin. *Ceramics International* 33, 1435 – 1443, (2007)
- [17] C.Y. Chen, G.S. Lan, W.H. Tuan: Microstructural evolution of mullite during the sintering of kaolin powder compacts. *Ceramics International* 26, 715-720, (2000)
- [18] B.Amrane, E.Ouedraogo, B.Mamen, S.Djaknoun, N.Mesrati : Experimental study of the thermo-mechanical behaviour of alumina-silicaterrefractory materials based on a mixture of Algerian kaolinitic clays. *Ceramics International* 37, 3217–3227, (2011)
- [19] Mohamed Seynou, Younoussa Millogo & Raguilnaba Ouedraogo : White paste for stoneware tiles for pavement using raw clay material from Burkina Faso. *Mater. Struct.* 46, 755-763, (2013)