

A1

**DEMANDE
DE BREVET D'INVENTION**

(21)

N° 80 09116

(54) Utilisation de fibres réfractaires à base de silice et d'alumine contenant des cristaux de mullite comme isolant thermique résistant aux acides.

(51) Classification internationale (Int. Cl.³). C 03 C 13/00.

(22) Date de dépôt..... 23 avril 1980.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée :

(41) Date de la mise à la disposition du
public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 44 du 30-10-1981.

(71) Déposant : Société anonyme dite : SOCIÉTÉ EUROPÉENNE DES PRODUITS RÉFRACTAIRES,
résidant en France.

(72) Invention de : Jean-Henri Chatillon et Jean-Pierre Remi.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Cabinet L. A. de Boisse,
37, av. Franklin-Roosevelt, 75008 Paris.

L'invention concerne l'utilisation de fibres réfractaires à base de silice et d'alumine contenant des cristaux de mullite comme matériau d'isolation thermique résistant aux acides.

- 5 L'emploi de matériaux fibreux comme isolants pour appareils sidérurgiques, verriers, pétrochimiques, d'incinération, etc.. s'étend de plus en plus. Le renchérissement de l'énergie entraîne par ailleurs un besoin d'isolation de plus en plus poussé. Dans de nom-
10 breuses installations, on fait travailler maintenant la face froide à des températures inférieures au point de rosée de la vapeur d'eau ou des acides qui peuvent se former avec les impuretés de combustibles.

- Parmi ces acides, on en rencontre essentielle-
15 ment trois : les acides sulfurique et chlorhydrique provenant directement des impuretés des combustibles et l'acide nitrique provenant du NO formé dans les flammes à haute température.

- Les acides sulfurique et chlorhydrique se
20 rencontrent essentiellement en pétrochimie (fuels riches en soufre) ainsi que dans les fours d'incinération d'ordures ménagères ou industrielles (combustion des matières plastiques). Les acides nitriques se rencontrent plutôt dans les fours à flammes très
25 chaudes (cowpers, fours de verrerie, fours à noir de fumée, etc..).

- Dans les premiers appareils on isolait, pour des questions de prix de revient et d'ignorance des problèmes des acides, la zone de condensation de ces
30 fours avec des laines de roches, des laines de laitier ou des fibres de verre. Rapidement, on s'aperçut aussi que ces laines minérales contenant des oxydes alcalins et alcalino-terreux étaient souvent complètement dissoutes après quelques mois de service. On pensa donc à
35 les remplacer par des fibres réfractaires contenant uniquement de la silice et de l'alumine. Les fibres les plus courantes titraient entre 45 et 50% d' Al_2O_3 ,

et 53 à 48% de SiO_2 . Les sommes des autres constituants TiO_2 , Fe_2O_3 , CaO , MgO , Na_2O atteignant au maximum 2 à 3%. Elles étaient généralement mises en oeuvre sous forme de nappes souples avec des densités de 96 kg/m^3 à 140 kg/m^3 . Ces fibres obtenues par fusion électrique, mises sous forme de fibres et refroidissement, se présentent sous une forme vitreuse, absolument amorphe aux rayons X, et d'un diamètre moyen de 2 à 3 microns. Or il fallut rapidement se rendre à l'évidence que ces fibres réfractaires tout en ayant une tenue très nettement supérieure aux fibres d'isolation courante contenant des éléments alcalins et alcalino-terreux présentent encore une attaque importante par des solutions normales d'acides et sont pratiquement dissoutes à des concentrations plus élevées et des températures de 100°C .

L'attaque de ces fibres se fait par formation de sels d'alumine en laissant un résidu amorphe sans aucune consistance. Dans ce cas, non seulement l'effet isolant est détruit, mais le vide laissé par la disparition des fibres crée de nombreuses possibilités de points chauds dus au passage des flammes.

J.F. Mac Dowell et G.H. Beall ont décrit, dans le Journal of American Ceramic Society, Vol.52, Janvier 1969, N° 1, pages 17-25, la dévitrification d'un verre de type alumine-silice par traitement thermique, avec formation d'une phase de mullite cristalline. Il n'est pas question, toutefois, dans cet article ni de fibres, ni des propriétés de résistance aux acides.

Le brevet français N° 2 272 968 décrit des fibres réfractaires céramiques cristallines à grain fin du type alumine-silice obtenues en chauffant des fibres vitreuses au-dessus de leur température de dévitrification pendant un temps assez long, pour convertir ces fibres vitreuses à un état cristallin à grain fin, mais assez court pour éviter un grossissement excessif du grain. Ces fibres présentent une excellente aptitude à reprendre élastiquement, en

service, leur configuration d'origine après avoir subi une déformation par compression. Il convient d'observer que ces fibres ne doivent présenter qu'un degré de cristallisation relativement bas car, dans le cas contraire, leurs propriétés de reprise élastique seraient sérieusement affectées. De toute façon, aucune indication concernant la résistance aux acides de ces fibres cristallines n'est donnée.

L'invention a pour objet de fournir un matériau isolant fibreux résistant aux acides et concerne, plus précisément, l'utilisation de fibres réfractaires à base de silice et d'alumine contenant des cristaux de mullite comme matériau d'isolation thermique résistant aux acides, la composition chimique, en poids, sur la base des oxydes, de ces fibres étant la suivante : 80 à 30% de silice, 20 à 70% d' Al_2O_3 , 0 à 12% de Cr_2O_3 et moins de 4% d'oxydes de métaux alcalins et alcalino-terreux, la somme de ces constituants représentant au moins 97% de la composition totale et ces fibres présentant un degré de cristallisation D_C (défini ci-après) d'au moins 0,30. De préférence, le degré de cristallisation D_C est d'au moins 0,40, et avantageusement d'au moins 0,50.

Selon la demanderesse, au moins les fibres ayant un D_C d'au moins 0,50 constituent un matériau nouveau.

Selon la présente invention, on a trouvé en effet, de façon surprenante, qu'une fibre à base de silice et d'alumine contenant une proportion élevée de cristaux de mullite, était pratiquement insensible à l'attaque des acides sulfurique, chlorhydrique et nitrique même à des concentrations dépassant 40%, et convenait particulièrement bien comme matériau isolant devant être en contact avec des atmosphères acides.

Les fibres réfractaires à base de silice et d'alumine résistant aux acides sont préparées par

chauffage à une température supérieure à 950°C de fibres réfractaires sensiblement amorphes dont la composition chimique, en poids, sur la base des oxydes est la suivante : 80 à 30% de silice, 20 à 70% d' Al_2O_3 ,
5 0 à 12% de Cr_2O_3 et moins de 4% d'oxydes de métaux alcalins et alcalino-terreux, la somme de ces constituants représentant au moins 97% de la composition totale, pendant un temps suffisant pour que le degré de cristallisation D_C des fibres obtenues soit d'au
10 moins 0,30, le degré de cristallisation D_C étant défini comme étant égal au rapport de l'intensité I_t de la raie principale à 3,38 Å de la mullite desdites fibres à l'intensité $I_{\max}$ de ladite raie de fibres de même type ayant été chauffées à 1200°C pendant 100 heures.

15 De préférence, le traitement thermique est effectué à une température d'au moins 1000°C, avantageusement d'au moins 1100°C. La durée du traitement thermique peut varier largement, selon la température, mais est, le plus souvent, d'au moins 2 heures.

20 De préférence, enfin, la teneur en oxydes de métaux alcalins et alcalino-terreux est inférieure à 1% en poids.

Selon un mode de mise en oeuvre de l'invention, on utilise des fibres réfractaires ayant été chauffées
25 en vrac ou en nappes à une température supérieure à 950°C. Les matériaux fibreux obtenus peuvent être utilisés directement sous cette forme comme isolation de la face froide des appareillages ou installations à isoler. Les produits ainsi obtenus gardent une
30 certaine souplesse, mais leur densité ne dépasse généralement pas 200 kg/m³. En les comprimant davantage les fibres ont tendance à s'écraser et à devenir pulvérulentes, car le traitement thermique de cristallisation leur a fait perdre une partie notable de
35 leur élasticité.

Un mode de mise en oeuvre préféré de l'invention consiste à utiliser un produit obtenu par un

procédé consistant à disperser des fibres en vrac dans de l'eau, à y ajouter un liant minéral (par exemple du kaolin, et/ou de la silice micronisée), à aspirer le mélange sur une forme, à sécher et à cuire l'ensemble

5 de la pièce ainsi obtenue à une température supérieure à 950°C, de préférence supérieure à 1000°C, avantageusement supérieure à 1100°C. On obtient dans ces conditions des blocs semi-rigides d'une densité allant de 200 kg/m³ à 400 kg/m³ qui, grâce à leur plus forte densité et à la présence du liant minéral, résistent

10 encore mieux aux attaques acides que les fibres en vrac ou en nappes. Au cours de leur cuisson ces blocs subissent un retrait de 2% à 4% dû à la fois au retrait des fibres lors de la cristallisation et à un début de

15 frittage entre les fibres et le liant minéral.

Ces pièces moulées peuvent être pleines ou creuses. Des pièces creuses peuvent être utilisées comme modules de construction dont une des faces peut être à la température intérieure du four, et l'autre face

20 à la température de la paroi froide. Pour améliorer le pouvoir isolant de ces modules ou briques creuses, on peut les bourrer de fibres en vrac. Avantageusement, on bourrera ces briques creuses avec des fibres en vrac ayant été calcinées à plus de 950°C, de préférence

25 à plus de 1000°C et avantageusement à plus de 1100°C.

Si l'on veut réduire le retrait à moins de 2% en cours de cuisson, on utilisera à la place des fibres en vrac ordinaires, des fibres ayant été traitées thermiquement à haute température que l'on dispersera

30 ensuite dans de l'eau avec ajout d'un liant minéral. Après formation de la pièce et séchage, on cuira néanmoins l'ensemble à 950°C et plus, à la fois pour faire cristalliser le liant et pour fritter les fibres et le liant ensemble. Comme précédemment, on obtiendra

35 alors un bloc semi-rigide de densité se situant entre 200 et 400 kg/m³.

Les fibres réfractaires utilisées dans l'invention peuvent être mises au contact pendant 100 h à 100°C avec de l'acide sulfurique, chlorhydrique et/ou nitrique à 40% ou plus sans perdre, après lavage, plus
5 de 10% de leur poids, et tout en conservant leur forme et leur aspect initial.

Sous forme de blocs semi-rigides de densité de 200 kg/m³ à 400 kg/m³, cette perte de poids après 100 h de traitement à 100°C sera inférieure à 5%. Les
10 blocs après traitement, lavage et séchage, auront gardé leur aspect initial et la majeure partie de leurs propriétés mécaniques.

Au contraire, des fibres non traitées thermiquement, donc non recristallisées, qu'elles soient en
15 vrac ou en blocs compactés à 200 ou 400 kg/m³, lorsqu'elles sont soumises au même traitement chimique, à savoir 100 h à 100°C dans une solution acide à 40%, se déliteront facilement et sont de ce fait inutilisables en tant qu'isolants thermiques.

20 Pour retarder et réduire encore le danger d'attaque par les acides on peut fixer, par exemple par collage, sur la face chaude des nappes de fibres cristallisées ou des blocs semi-rigides cristallisés, des feuilles d'aluminium, d'acier inoxydable ou tout autre
25 matériau pare-vapeur permettant de réduire la pénétration des acides et leur condensation dans les zones froides.

Les fibres contenant des cristaux de mullite peuvent être utilisées, selon l'invention, dans toute
30 installation thermique où se posent des problèmes de condensation d'acides. De façon non limitative, on peut citer les fours de reforming, les fours primaires de pétrochimie pour la synthèse de l'ammoniac ou la réduction directe du minerai de fer, les fours d'inci-
35 nération d'ordures ménagères ou de déchets industriels, en particulier ceux destinés à la combustion des déchets de matières plastiques riches en chlore, les

cowpers de sidérurgie, ainsi que les fours de verrerie et leurs régénérateurs.

Les exemples non limitatifs suivants feront bien comprendre l'invention :

5 Essai d'attaque par un acide :

Dans cet essai, l'échantillon de fibres est pesé, puis introduit dans un ballon contenant une solution d'acide et muni d'un réfrigérant à reflux. Son état cristallin est défini par le rapport $I_t/I_{\max}$ de la raie $3,38 \text{ \AA}$ de la mullite.

La solution acide est portée à ébullition et l'attaque est ainsi maintenue pendant 100 h.

Après l'attaque, l'échantillon est rincé sur un entonnoir buchner, puis étuvé et pesé. On note le pourcentage de perte de poids ainsi que l'aspect des fibres.

L'examen est éventuellement complété par une analyse chimique qui permet de mettre en évidence le ou les composés attaqués.

20 EXEMPLE 1 :

Fibre silico-alumineuse à 47% d'alumine :

Les caractéristiques de cette fibre utilisée sous forme d'une nappe aiguilletée de 25 mm d'épaisseur et de densité 0,96 sont les suivantes :

25	- Analyse chimique : Perte au feu	0,2 %
	SiO ₂	51,55
	Al ₂ O ₃	46,95
	Fe ₂ O ₃	0,15
30	TiO ₂	0,15
	CaO	0,54
	MgO	0,06
	Na ₂ O	0,17
	K ₂ O	0,12
	Li ₂ O	0,01
35	Cr ₂ O ₃	0,05
	MnO	0,05
		100,00 %

- Analyse cristallographique : amorphe aux rayons X

$$(D_G = 0)$$

- Caractéristique mécanique : résistance à la traction*

$$= 0,35 \text{ daN/cm}^2$$

5 *Les résistances à la traction indiquées dans cet exemple et dans les suivants sont mesurées sur les nappes aiguilletées dans le sens longitudinal et non pas les résistances à la traction de fibres unitaires.

10 Avec cette fibre, l'essai d'attaque par une solution à 40% en poids d'acide sulfurique donne une perte de poids de 34%.

- l'analyse chimique après attaque est :

Perte au feu 6,8 %

15	SiO ₂	77,9
	Al ₂ O ₃	14,44
	Fe ₂ O ₃	0,07
	TiO ₂	0,06
	CaO	0,16
20	MgO	0,04
	Na ₂ O	0,17
	K ₂ O	0,06
	Li ₂ O	0
	SO ₃	0,3
25	Cr ₂ O ₃	0
	MnO	0

100,00 %

Quant aux caractéristiques mécaniques, elles sont nulles, l'échantillon n'ayant plus aucune

30 tenue mécanique.

Cette même fibre a été chauffée à l'air pendant 100 h à 1000°C, 1100°C, 1200°C, ainsi que pendant 2 h à 800°C, 900°C, 1000°C, 1100°C, 1200°C. Les résultats obtenus sont rassemblés dans le

35 tableau ci-dessous :

	Traitement thermique	ETAT INITIAL		APRES ATTAQUE, 100 h H_2SO_4 à 40% Perte de poids, %
		D_C	Résistance à la traction, daN/cm ²	
5	0	0	0,35	34
	2 h - 800°C	0	0,26	34
	2 h - 900°C	0	0,25	40
	2 h - 1000°C	0,42	0,16	3,4
	2 h - 1100°C	0,51	0,15	2,4
10	2 h - 1200°C	0,65	0,14	2,3
	100 h - 1000°C	0,43	0,14	1,2
	100 h - 1100°C	0,70	0,14	1,5
	100 h - 1200°C	1,00	0,19	1,4

15 Ces résultats montrent, en particulier, que pour un produit chauffé seulement pendant 2 h à 1000°C l'attaque est considérablement diminuée puisque celle-ci passe d'une perte de poids de 34% à une perte de poids de 3,4%.

20 L'analyse chimique des produits peu attaqués est peu différente de l'analyse du produit de départ puisqu'on note :

SiO_2 53%
 Al_2O_3 45%

25 EXEMPLE 2 :

Fibre silico-alumineuse à 60% d'alumine :

Cette fibre a été utilisée sous forme d'une nappe aiguilletée d'une épaisseur de 25 mm et d'une densité de 0,128.

30 L'analyse chimique de cette fibre était :

10

	Perte au feu	0,3 %
	SiO ₂	38,7
	Al ₂ O ₃	60,06
	Fe ₂ O ₃	0,13
5	TiO ₂	0,08
	CaO	0,16
	Na ₂ O	0,34
	K ₂ O	0,16
	Li ₂ O	< 0,01
10	MgO	0,06
		100,00 %

L'essai d'attaque par une solution à 40% d'acide sulfurique provoque une perte de poids de 58%.

15 L'analyse chimique après attaque donne, pour les éléments principaux :

SiO ₂	93,2%
Al ₂ O ₃	2,4%

20 Cette même fibre a été chauffée à l'air pendant 10 h à 1200°C avec obtention d'un D_G égal à 0,90. La perte de poids de cette fibre traitée selon l'invention dans l'essai d'attaque sus-mentionné n'est que de 2%, à comparer avec la perte de poids de 58% pour la fibre non traitée.

25 EXEMPLE 3 :

Fibre silico-alumineuse à 37% d'alumine :

Cette fibre a été utilisée sous forme d'une nappe aiguilletée d'une épaisseur de 25 mm et d'une densité de 0,96. L'analyse chimique de cette fibre

30 était :

	Perte au feu	0 %
	SiO ₂	59,8
	Al ₂ O ₃	36,91
	Fe ₂ O ₃	1,45
35	TiO ₂	0,75
	CaO	0,62
	MgO	0,21

11

Na ₂ O	0,06
K ₂ O	0,15
Li ₂ O	0,05
MnO	0

5 100,00 %

- Analyse cristallographique : amorphe aux rayons X
(D_C = 0)

- Caractéristiques mécaniques : résistance à la traction
= 0,16 daN/cm².

10 Avec cette fibre, l'essai d'attaque conduit dans les mêmes conditions que pour les exemples 1 et 2 donne une perte de poids de 31%.

L'analyse chimique après attaque est pour les éléments principaux :

15 SiO₂ 74,1 %
Al₂O₃ 19,8 %

l'échantillon après attaque n'a plus aucune résistance mécanique.

20 Si l'on chauffe cette fibre pendant 2 h à 900°C, elle cristallise à un degré de cristallisation D_C de 0,24, l'attaque acide cause une perte de poids de 18%.

On note alors : SiO₂ 64,3 %
Al₂O₃ 30,6 %

25 là encore, l'échantillon n'a plus de résistance mécanique.

30 Par contre, si on chauffe la fibre pendant 2 h à 1000°C, elle cristallise à un degré de cristallisation D_C de 0,32 et la perte de poids à l'attaque acide est réduite à 1%. L'analyse chimique est très peu différente de celle du produit avant attaque. L'échantillon garde sa forme et sa résistance mécanique.

EXEMPLE 4 :

35 Fibre silico-alumineuse contenant de l'oxyde de chrome :

Ce produit est employé sous la forme d'une nappe non aiguilletée d'une épaisseur de 8 mm et d'une

densité de 0,96. Son analyse chimique est :

	Perte au feu	3,7 %
	SiO ₂	51,4
	Al ₂ O ₃	40,9
5	Fe ₂ O ₃	0,35
	TiO ₂	0,015
	CaO	0,14
	MgO	0,04
	Na ₂ O	0,22
10	K ₂ O	0,01
	Li ₂ O	< 0,01
	Cr ₂ O ₃	3,25
		100,00 %

15 Il est également amorphe aux rayons X
(D_C = 0).

Sa résistance mécanique à la traction est
de 0,9 daN/cm².

L'essai d'attaque acide conduit comme dans
20 les exemples précédents cause une perte de poids de 20%.

L'analyse chimique après attaque est pour
les éléments principaux :

	Perte au feu	9,0 %
	SiO ₂	63,1
25	Al ₂ O ₃	24,5
	Cr ₂ O ₃	1,9

Il est à noter que l'échantillon légèrement verdâtre
avant attaque devient ocre.

Si on chauffe cette fibre pendant 2 h à
30 1200°C, elle cristallise à un degré de cristallisation
D_C de 0,73. La mullite constitue la seule phase cris-
talline. L'essai d'attaque acide ne cause qu'une perte
de poids de 0,7% sur la fibre traitée selon l'invention.

EXEMPLE 5 :

35 On a observé des effets analogues à ceux décrits
dans les exemples 1, 2, 3, 4, lorsqu'on a remplacé la
solution de SO₄H₂ à 40% par des solutions nitriques

ou chlorhydriques à des concentrations en acide de 5 à 60%.

Les résultats sont rassemblés dans le Tableau I qui indique la perte de poids en %.

TABLEAU I

Nature de la fibre	Nature de l'acide	Etat initial de la fibre	% de perte de poids pour une concentra- tion de la solution d'acide de				
			5%	10%	20%	40%	60%
Fibre à 47% d' Al_2O_3 (morceau de nappe)	H_2SO_4 HCl HNO_3	amorphe $D_G = 0$	28 28 20	31 31 28	36 37 35	37 41 39	38 42 40
Fibre à 60% d' Al_2O_3 (morceau de nappe)	H_2SO_4 HCl HNO_3	amorphe $D_G = 0$	46 22 21	53 49 40	58 62 59	58 63 61	62 62 61
Fibre à 47% d' Al_2O_3	H_2SO_4 HCl HNO_3	cristallisée $D_G = 0,9$	3 1 1	3 1 1	4 1 1	2 1 1	3,5 1 1
Fibre à 60% d' Al_2O_3	H_2SO_4 HCl HNO_3	cristallisée $D_G = 0,9$	2 0,5 1	1 0,5 1,5	1 1 1,5	2 2 2	2 2 2

EXEMPLE 6 :

Il s'agit, dans cet exemple, d'un produit fibreux transformé avec un liant minéral formé de kaolin. Sa densité est de 0,25 et son analyse chimique est :

5	Perte au feu	0,25%
	SiO ₂	51,9
	Al ₂ O ₃	46,9
	Fe ₂ O ₃	0,40
	TiO ₂	0,25
10	CaO	0,13
	MgO	0,04
	Na ₂ O	0,09
	K ₂ O	0,07
	Li ₂ O	0,01
15	MnO	0
		100,00 %

- Analyse cristallographique : ce produit étant commercialisé cuit à 900°C, on note un début de cristallisation en mullite :

20	$D_C = 0,1$	
-	Caractéristique mécanique : résistance mécanique R_C à la compression en daN/cm ² pour une déformation de 5 %	$R_C = 0,83$
	10%	1,02
25	20%	1,34
	30%	1,74
	40%	2,46
	50%	3,78

Pour cet échantillon, l'essai d'attaque acide par une solution à 40% d'acide sulfurique conduit à une perte de poids de 35%.

- L'analyse chimique après attaque est :

16

	Perte au feu	4,3 %
	SiO ₂	77,0
	Al ₂ O ₃	17,8
	Fe ₂ O ₃	0,10
5	TiO ₂	0,35
	CaO	0,25
	MgO	0,06
	Na ₂ O	0,10
	K ₂ O	0,06
10	Li ₂ O	0
	MnO	0
		100,00 %

Le produit après attaque se détruit sous la pression de la main.

- 15 On a fait cristalliser le produit fibreux transformé de départ à l'air en le chauffant :
- 1°) pendant 12 h à 1100°C
 - 2°) pendant 12 h à 1200°C
 - 3°) pendant 100 h à 1200°C (pour disposer d'un
- 20 produit traité présentant une $I_{\max}$ et servant au calcul du D_C).

1/ Cas de l'échantillon traité pendant 12 h à 1100°C :

Avant attaque : degré de cristallisation

$$D_C = 0,43$$

- 25 résistance mécanique R_C à la compression :

pour une déformation de 5% $R_C = 0,93 \text{ daN/cm}^2$

	10%	1,06
	20%	1,28
30	30%	1,60
	40%	2,05
	50%	2,91

Après attaque par H₂SO₄ à 40% : le produit reste intact,

- 35 la perte de poids à l'attaque acide est de 2,4%.

L'analyse chimique est peu différente de celle du produit de départ, à savoir pour les éléments principaux :

	SiO_2	53,9 %
5	Al_2O_3	44,2%

Le produit garde une bonne résistance mécanique à la compression, en effet :

	pour une déformation de 5%	$R_C = 0,83 \text{ daN/cm}^2$
	10%	0,96
10	20%	1,22
	30%	1,57
	40%	2,11
	50%	3,2

2/ Cas de l'échantillon traité pendant 12 h à 1200°C :

15	Avant attaque - degré de cristallisation $D_C = 0,7$	
	résistance mécanique R_C à la compression :	
	pour une déformation de 5% $R_C = 0,93 \text{ daN/cm}^2$	
	10%	1,06
	20%	1,25
20	30%	1,44
	40%	1,76
	50%	2,40

Après attaque : le produit est intact.

La perte de poids à l'attaque acide est de 1,4%.

25 L'analyse du produit après attaque est pratiquement identique à celle du produit de départ, on note seulement une perte en Al_2O_3 inférieure à 1%.

REVENDICATIONS

1. L'utilisation de fibres réfractaires à base de silice et d'alumine contenant des cristaux de mullite comme matériau d'isolation thermique résistant aux acides, la composition chimique, en poids, sur la base des oxydes, de ces fibres étant la suivante : 80 à 30% de silice, 20 à 70% d' Al_2O_3 , 0 à 12% de Cr_2O_3 et moins de 4% d'oxydes de métaux alcalins et alcalino-terreux, la somme de ces constituants représentant au moins 97% de la composition totale, et ces fibres présentant un degré de cristallisation D_C d'au moins 0,30.
2. L'utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce que les fibres ont un degré de cristallisation d'au moins 0,40.
3. L'utilisation selon la revendication 1, caractérisée en ce que les fibres ont un degré de cristallisation d'au moins 0,50.
4. L'utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisée en ce que la teneur des fibres en oxydes de métaux alcalins et alcalino-terreux est inférieure à 1% en poids.
5. L'utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce que l'on emploie des fibres en vrac ou sous forme d'une nappe.
6. L'utilisation selon l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisée en ce qu'on emploie des fibres ayant été mélangées ou traitées au préalable avec un liant minéral.
7. L'utilisation selon la revendication 6, caractérisée en ce que le liant minéral est du kaolin et/ou de la silice micronisée.
8. A titre de produits nouveaux, les fibres réfractaires cristallines définies dans l'une quelconque des revendications 3 à 7.