RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

PARIS

(11) N° de publication : **2 519 971**
(A n'utiliser que pour les commandes de reproduction).

A1

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

(21) **N° 83 00757**

(54) **Pierre de magnésie et de chrome-magnésie calcinée avec couche de jonction et procédé de fabrication.**

(51) Classification internationale (Int. Cl. ³). C 04 B 39/12; B 32 B 9/00; F 27 B 7/28.

(22) Date de dépôt..... 19 janvier 1983.

(33) (32) (31) Priorité revendiquée : *DE, 20 janvier 1982, n° P 32 01 531.3.*

(41) Date de la mise à la disposition du public de la demande..... B.O.P.I. — « Listes » n° 29 du 22-7-1983.

(71) Déposant : Société dite : DIDIER-WERKE AG. — DE.

(72) Invention de : Axel Eschner, Manfred Kunnecke et Morteza Nazirizadeh.

(73) Titulaire : *Idem* (71)

(74) Mandataire : Bureau D. A. Casalonga, office Josse et Petit,
8, av. Percier, 75008 Paris.

2519971

PIERRE DE MAGNESIE ET DE CHROME-MAGNESIE CALCINEE AVEC COUCHE DE JONCTION ET PROCEDE DE FABRICATION

La présente invention concerne une pierre de magnésie et de chrome-magnésie calcinée avec couche de jonction ainsi que le procédé pour sa fabrication, pour la préparation de maçonnerie réfractaire en particulier dans des fours tubulaires rotatifs à ciment.

Dans la préparation de maçonnerie réfractaire en pierres de magnésie et de chrome-magnésie calcinée, il faut se soucier de la diminution des tensions thermomécaniques assez élevées qui se présentent, en utilisation, pour la compensation de la dilatation de la pierre. Pour la compensation de la dilatation on utilise des matières premières particulières de jonction comme du mortier réfractaire, des plaques d'amiantes, diverses sortes de tôles d'acier et du carton. La fabrication de la maçonnerie avec ces matières premières pour les joints est d'une part minutieuse, fastidieuse dans son utilisation, dangereuse pour la santé et d'autre part elle n'est pas techniquement suffisamment efficace.

On connaît du brevet Germanique N° 908 466, une pierre réfractaire basique avec une couche de mortier adhérant solidement, qui, dans le cas de la pierre non-calcinée, est formée avec le matériau du mélange de la pierre, en un processus commun à la presse et, dans le cas de la pierre calcinée, doit être prévue sous la forme d'un élément de forme plate sur la pierre déjà calcinée (revendications 1, 8, 9 et page 2, ligne 96 - 111). Il est vrai que la pierre calcinée est avantageuse par son utilisation, elle nécessite cependant une mise en oeuvre importante pour la fabrication de la plaque de mortier prévue en particulier pour la compensation de la dilatation de la maçonnerie et pour la fabrication suivante de la pierre, se composant du corps de la pierre et de la plaque de mortier.

La présente invention a pour but une pierre de la sorte ci-dessus mentionnée qui soit adaptée à supporter la dilatation à la chaleur de la maçonnerie, sans les inconvénients précédemment indiqués. La solution réside dans le fait

que la couche de jonction se compose d'un matériau à base de silicate d'alumine lié à la pierre par frittage. Dans une autre réalisation, on prévoit que la couche de jonction ait vis-à-vis de la pierre, un module moindre de déformation et une épaisseur d'environ 1 - 2 mm.

A la pierre selon l'invention sont liés, de façon avantageuse, un maniement fiable et une maçonnerie de four stable avec une compensation suffisante de la dilatation. On obtient le module de déformation par la détermination de la tension vis-à-vis de la modification de longueur lors d'un essai de pression. Le plus faible module de déformation de la couche de jonction peut facilement être établi par la détermination sur une pierre avec une couche de jonction et sur une pierre sans couche de jonction.

On prévoit, dans le procédé selon l'invention, de former, d'un mélange contenant une fibre céramique et un liant organique, un matelas de fibres, de sécher celui-ci de façon qu'il reste un peu d'humidité résiduelle et de le presser, sécher et calciner avec le mélange pour la pierre comme support pour la pierre. Avantageusement, on formera un mélange de 100 parties en poids de fibres céramiques, 2 à 5 parties d'argile ou bentonite réfractaire, un liant organique et de l'eau. La formation du matelas de fibres peut être accomplie de façon connue, en aspirant le liquide du mélange aqueux, par un tamis, après avoir entrepris le processus de mise en forme sous-vide. Le matelas de fibres doit être séché jusqu'à une humidité résiduelle de 0,5 - 3 % en poids. A la compression du mélange de la pierre avec le matelas de fibres, on arrive finalement à une diminution à 10 - 20 % de l'épaisseur d'origine. A la pression habituelle pour la mise en forme de mélanges réfractaires non-plastiques contenant de la céramique grossière, le matelas de fibres reçoit l'épaisseur correspondant quelque peu à la couche de jonction et une augmentation de l'épaisseur par effet de ressort à la jonction pendant la mise en forme à la presse n'a pratiquement pas lieu.

La cuisson de la pierre pourvue de la couche de jonction, avantageusement à 1400 - 1750°C, conduit à une pierre qui

est pourvue d'une couche de jonction régulièrement solide et adaptée à supporter la dilatation de la pierre en utilisation.

La pierre selon l'invention et le procédé pour sa fabrication seront mieux décrits dans les exemples qui suivent.

Pour le matelas de fibres, on utilise des fibres céramiques commercialisées avec 47 % en poids et avec 95 % en poids de Al_2O_3, qui peuvent être chargées jusqu'à des températures de 1300 et respectivement 1700°C et comme mélange de fibres, a des températures maximales se trouvant entre celles-ci. Le diamètre des fibres se trouve entre 2 et 5 µm et la longueur entre 2 et 5 cm. Comme additif réfractaire connu à grains fins, on ajoute de la bentonite et pour la charge dans le cas des températures plus élevées, on ajoute un mélange d'argile et d'alumine réfractaires ayant un rapport Al_2O_3 à SiO_2 correspondant à la phase de la mullite. Comme liant organique on utilise, selon l'exemple, de l'amidon de pomme de terre. Le mélange avec les composants est obtenu de façon que l'on disperse d'abord dans un agitateur ou mélangeur, la fibre céramique dans l'eau et ensuite l'additif à grains fins et le liant organique sont ajoutés et on mélange pendant environ 20 minutes. Le mélange est versé sur un tamis en une quantité de 100 ou 200 l/m^2 de la surface du tamis et après processus de mise en forme sous-vide, il est formé en un matelas de fibres ayant, en gros, 50 % en poids d'humidité. Après séchage à 150°C pendant 8 heures, on obtient un matelas de fibres ayant environ 0,8 % en poids d'humidité résiduelle et une épaisseur de matelas d'environ 10 ou respectivement 20 mm. D'autres données concernant le matelas de fibres sont indiquées au Tableau 1, avec les exemples 1 - 3.

Tableau 1

Exemple		1	2	3
Fibre céramique, 47 % en poids	kg	10	5	
Al_2O_3 Fibre céramique, 95 % en poids	kg		5	10
Al_2O_3 Bentonite	kg	0,5		
Mélange Argile - Alumine 70 % en poids Al_2O_3	kg		0,5	0,5
Amidon de pomme de terre	kg	0,5	0,5	0,5
Eau, litres		500	500	500
Densité brute (matelas sec), g/cm^3		0,22	0,19	0,16

Le mélange pour la pierre de chrome-magnésie se compose, de façon habituelle, de la granulation réfractaire échelonnée de fritte de magnésie et de minerai de chrome et de la dissolution d'un savon de sulfite comme liant, la partie de granulation réfractaire en-dessous de 0, 1 mm représentant environ 30 % en poids. On utilise une magnésie d'eau de mer avec 98 % en poids de MgO et à chaque fois 1 % en poids de CrO et SiO_1, une fritte de magnésie riche en fer avec environ 90 % en poids de MgO, 3 % en poids de CaO, 1 % en poids de SiO_2, 7 % en poids de Fe_2O_3 et de plus un minerai de chrome en grains grossiers avec 37 % en poids de Cr_2O_3, 5 % de SiO_2 et un concentré de minerai de chrome avec 46 % en poids de Cr_2O_3, 1 % en poids de SiO_2. Les autres données du mélange sont indiquées au Tableau 2.

Dans le moule à presser, le mélange dosé de façon pondérale de la pierre de chrome-magnésie avec le matelas de fibres découpé et disposé par dessus (20 mm d'épaisseur) est pressé en un corps de pierre. Lors du dosage du mélange de la pierre de chrome-magnésie l'équilibre doit être modifié, d'une façon connue, en partant du corps de la pierre avec des volumes identiques mais cependant sans adjonction du matelas de fibres. Les pierres, pourvues par compression, d'une couche de jonction pouvant avoir jusqu'à 2 mm d'épaisseur, sont

séchées et cuites dans un four en tunnel. Les pierres cuites ont une couche de jonction frittée poreuse et qui adhère solidement ayant jusqu'à 2 mm d'épaisseur. Le Tableau 2 montre les exemples 10 - 13, de divers corps de pierres avec différentes couches de jonction et en utilisant différentes températures de cuisson. Tandis que selon les exemples 10 et 12, on obtient une couche de jonction frittée de façon compacte, cassante et se détachant partiellement, en tant que plaque du corps de pierre lui-même, l'utilisation de la composition utilement déterminée selon la température de cuisson de la pierre, du matelas de fibres des exemples 11 et 13, conduit à une couche de jonction souple et poreuse tenant solidement à la pierre.

Tableau 2

Exemple	10	11	12	13
Pierre de chrome-magnésie, Mélange 1	x	x		
Pierre de chrome-magnésie, Mélange 2			x	x
Magnésie marine, % en poids			80	80
Fritte de magnésie riche en fer, % en poids	90	90		
Minerai de chrome à grain grossier % en poids	10	10		
Concentré de minerai de chrome % en poids			20	20
Matelas de fibres selon le Tableau 1				
Exemple 1	x			
2		x	x	
3				x
Température de cuisson de la pierre °C	1500	1500	1750	1750
Pierre brute compacte sans couche de jonction	2,95	2,95	3,00	3,00

L'aptitude de la couche de jonction à compenser la dilatation dans une maçonnerie de four, dans le cas de la pierre selon les exemples 11 et 13 sera établie par un essai de pression sur des corps cylindriques d'essai. A chaque fois deux cylindres d'essai de 50 mm de diamètre et de 12,5 mm d'alésage moyen sont placés les uns sur les autres de façon qu'ils se touchent au moins par l'intermédiaire d'une couche de jonction et on détermine, dans une installation de pression, sur les corps d'essai maintenus sous tension, la tension en fonction de la modification de longueur. Par rapport à des corps d'essai sans incorporation de la couche de jonction, on trouve, avec des corps d'essai avec la couche de jonction selon l'invention, une modification de longueur supérieure d'environ 10 fois, qui atteint, par exemple, sous une tension de 10 N/mm^2, une valeur comprise entre 800 et 1000 μm. Ces rapports montrent le plus faible module de déformation de la couche de jonction par rapport au corps de pierre lui-même. Au-delà de la tension par exemple de 10 N/mm^2, se présente, avec l'augmentation de la compression de la couche de jonction et à la fin de la compensation de la tension à travers la couche de jonction, le rapport connu tension-dilatation du corps de pierre cuit de base. En augmentant encore la pression, on arrive, dans l'essai de pression, à une rupture de la pierre.

La figure 1 montre le résultat de deux essais de pression sur des corps cylindriques d'essai, en utilisant dans le premier cas un corps d'essai sans et dans le deuxième un corps avec couche de jonction selon l'invention.

REVENDICATIONS

1. Pierre de magnésie et de chrome-magnésie calcinée avec couche de jonction pour la préparation de maçonnerie réfractaire en particulier dans le cas de fours tubulaires rotatifs à ciment, caractérisée en ce que la couche de jonction se compose d'un matériau à base de silicate d'alumine et est liée à la pierre par frittage.

2. Pierre de magnésie et de chrome-magnésie calcinée selon la revendication 1, caractérisée en ce que la couche de jonction a, vis-à-vis de la pierre, un plus faible module de déformation et une épaisseur de l'ordre de 1 à 2 mm.

3. Procédé de fabrication de la couche de jonction selon l'une quelconque des revendications 1 ou 2, caractérisé en ce qu'on forme, à partir d'un mélange contenant une fibre céramique et un liant organique, un matelas de fibres, qui est séché jusqu'à ce qu'il n'y ait plus qu'un résidu d'humidité et qui est pressé avec le mélange pour la pierre en tant que support pour la pierre, puis est séché et cuit.

4. Procédé de fabrication du matelas de fibres selon la revendication 3, caractérisé en ce qu'il est formé d'un mélange de 100 parties en poids de fibres céramiques, de 2 à 5 parties en poids d'argile ou alumine réfractaire, d'un liant organique et d'eau.

5. Procédé selon la revendication 3, caractérisé en ce que le matelas de fibres est séché jusqu'à une humidité résiduelle de 0,5 à 3 % en poids.

6. Procédé selon la revendication 3, caractérisant en ce que le matelas de fibres est comprimé jusqu'à environ 10 - 20 % de son épaisseur d'origine.

7. Procédé selon l'une quelconque des revendications 3 à 6, caractérisé en ce que la pierre est cuite à une température comprise entre 1400 et 1750°C.

2519971

