



(12) FASCICULE DE BREVET

- (11) N° de publication : **MA 37832 A1** (51) Cl. internationale : **C04B 35/00**
(43) Date de publication : **30.09.2016**

-
- (21) N° Dépôt : **37832**
(22) Date de Dépôt : **04.02.2015**
(71) Demandeur(s) : **UNIVERSITE HASSAN II CASABLANCA, Présidence de l'université Hassan II - Aïn Chock - , 19 rue Tarik Bnou Ziad Casablanca (MA)**
(72) Inventeur(s) : **EL KALAKHI Souad ; SAMDI Azzeddine ; MOUSSA Redouane**
(74) Mandataire : **Zaroual Zaina**

-
- (54) Titre : **matériau composite corndon-mullite, élaboré à partir d'une argile naturelle riche en hydrate d'alumine, pour revêtement réfractaire et abrasifs**
(57) Abrégé : La présente invention concerne l'élaboration de matériaux composites à base de corindon et de mullite. Ces matériaux ont une grande utilisation industrielle (réfractaires, abrasifs, ...). Ces matériaux sont élaborés à partir d'une argile locale préalablement sélectionnée riche en alumine hydratée (diaspore). La température d'élaboration est comprise entre 1200°C et 1250°C, avec une vitesse de chauffe de 10°C/min et un palier de trois heures. Les matériaux élaborés présentent des caractéristiques mécaniques très intéressantes qui atteignent des valeurs variant entre 60 et 70 MPa selon le degré d'enrichissement en diaspore. Ces matériaux peuvent être de bons candidats pour des utilisations en tant qu'abrasifs dans le domaine de traitement de surface et également en tant qu'isolants réfractaires.

Abrégé

La présente invention concerne l'élaboration de matériaux composites à base de corindon et de mullite. Ces matériaux ont une grande utilisation industrielle (réfractaires, abrasifs,...).

Ces matériaux sont élaborés à partir d'une argile locale préalablement sélectionnée riche en alumine hydratée (diaspore).

La température d'élaboration est comprise entre 1200°C et 1250°C, avec une vitesse de chauffe de 10°C/min et un palier de trois heures.

Les matériaux élaborés présentent des caractéristiques mécaniques très intéressantes qui atteignent des valeurs variant entre 60 et 70 MPa selon le degré d'enrichissement en diaspore.

Ces matériaux peuvent être de bons candidats pour des utilisations en tant qu'abrasifs dans le domaine de traitement de surface et également en tant qu'isolants réfractaires.

Description

Les matériaux à base de corindon-mullite sont largement utilisés dans les secteurs des céramiques techniques notamment les réfractaires. Ils sont également utilisés comme poudres abrasives dans le domaine des traitements des surfaces (verres optiques, métaux, marbre...).

Les principales études publiées, dans des brevets consacrés à ce type de matériaux, ont eu recours à des méthodes de synthèse utilisant des matières premières à base d'oxydes purs d'aluminium Al_2O_3 et de silicium SiO_2 . Les numéros de publication de ces brevets sont : CN102424589, CN102030551, CN101602605, CN101570442, CN1669980 et CN1762906. L'originalité de notre approche est la transformation thermique de matière première naturelle riche en alumine hydratée « la diaspore ».

La formule générale des hydrates d'alumine est la suivante : $Al_2O_3 \cdot xH_2O$, avec x le degré d'hydratation. Les plus connus sont la gibbsite, la bœhimite et la diaspore, qui sont, soit d'origines naturelles, soit synthétisés selon différentes méthodes. Les alumines de transition sont issues de la déshydratation thermique des hydrates d'alumine, et la phase finale de la déshydratation conduit à l'alumine α , de type corindon.

La diaspore de formule α - $AlOOH$ et la bœhimite γ - $AlOOH$ se différencient par l'arrangement structural des atomes d'oxygène et des groupes d'hydroxyles. Cette différence au sein du réseau cristallin confère à la diaspore et à la bœhimite des comportements thermiques différents. L'alumine α est obtenue à partir de la diaspore alors que l'alumine γ est obtenue à partir de la bœhimite.

Notre argile de départ contient également de la kaolinite, comme argile réfractaire, connue par sa transformation en phase mullite $3Al_2O_3 \cdot 2SiO_2$.

Notre procédé consiste à l'utilisation d'une matière première naturelle locale brute n'ayant subi aucun traitement thermique préalable. Ce qui permet un gain appréciable d'énergie. La préparation de la matière première (1) passe par différentes étapes représentées sur la figure 1 :

- concassage primaire (2) ;
- classification granulométrique qui permet de récupérer le refus du tamis de 2 mm : composé MP1 (3) ;
- broyage (4).

Ce procédé conduit à un composé constitué essentiellement d'alumine Al_2O_3 (63%) et de silice SiO_2 (23%). La figure 2 représente la composition minéralogique du composé obtenu, il est constitué de la diaspore (D), la kaolinite (K), la muscovite (Mu), le quartz (Q) et le topaze (T).

Comme exemple d'application de ce composé, nous citons l'élaboration des matériaux céramiques, le protocole d'élaboration est représenté sur la figure 3. Nous procédons successivement à :

- une humidification de la poudre (4) ;
- une mise en forme par pressage uniaxial de la poudre préalablement humidifiée (5) ;
- un séchage dans une étuve à 105 °C pendant 24 heures (6) ;
- un traitement thermique en utilisant un four à moufle avec un chauffage de 10 °C/minute et un palier de trois heures à une température de 1200 °C (7) .

- Après la cuisson nous procédons ensuite, soit au stockage d'éprouvettes (8), soit au concassage et broyage (les étapes de 9 à 13) en vue de préparer des poudres abrasives.

La composition minéralogique du matériau céramique élaboré (8) est représentée dans la figure 4. Il est composé essentiellement de corindon (C), de mullite (M) et de quartz (Q).

Ce procédé permet d'élaborer par exemple des matériaux ayant les propriétés suivantes :

- réfractaires ayant des résistances aux chocs thermiques (utilisation comme supports de cuisson et revêtements de fours, ...) ;
- abrasifs (polissage et traitement de surface, exemple : marbre).

- Figure 1 :** Protocole de préparation de la matière première
- Figure 2 :** Spectre de diffraction X de la matière première (D : Diaspore, K : Kaolinite, Mu: Muscovite, Q : Quartz, T : Topaze)
- Figure 3 :** Protocole d'élaboration de matériau céramique et de la poudre abrasive
- Figure 4 :** Spectre de diffraction X du matériau élaboré à 1200 °C (C : Corindon, M : Mullite, Q : Quartz)

Revendications

- 1- l'invention consiste en l'élaboration d'un composé MP1 caractérisé en ce qu'il est riche en hydrate d'alumine «diaspore» (63 % massique en Al_2O_3), de granulométrie supérieure à 2 mm et n'ayant subi aucun traitement thermique.
- 2- Le composé MP1, selon la revendication 1, et caractérisé en ce que sa préparation consiste en un concassage d'une argile naturelle abondante au Maroc, suivi d'un tamisage et sélection du refus de tamis de 2 mm.
- 3- Le composé MP1, selon les revendications 1 et 2, est caractérisé en ce qu'il conduit après broyage et traitement thermique à partir de 900°C et sans additifs, à un matériau céramique et abrasif.

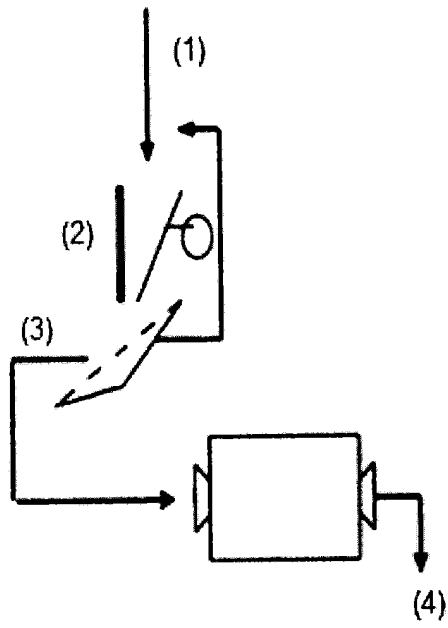


Figure 1

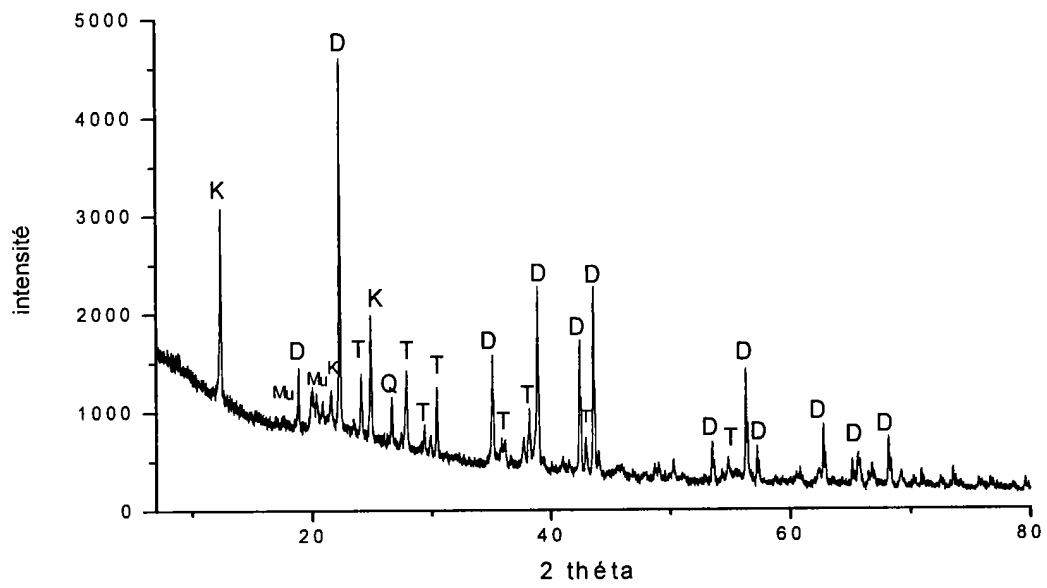


Figure 2

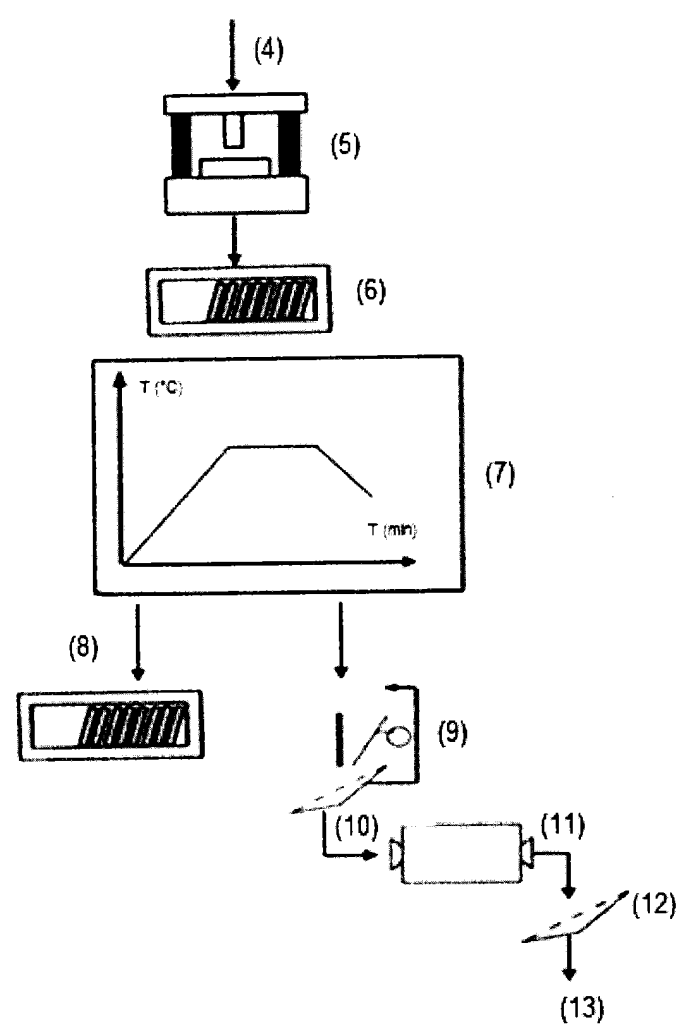


Figure 3

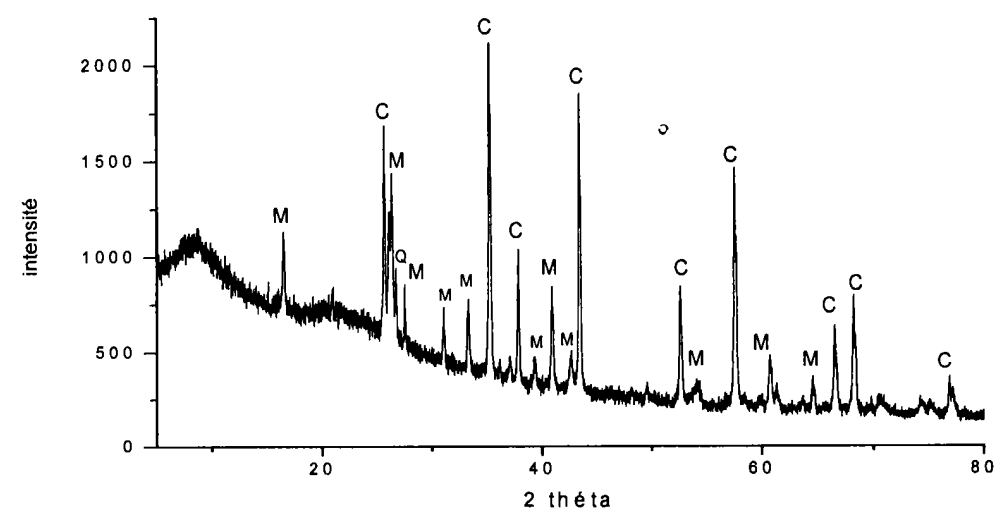


Figure 4



**RAPPORT DE RECHERCHE
AVEC OPINION SUR LA BREVETABILITE
(Conformément aux articles 43 et 43.2 de la loi 17-97
relative à la protection de la propriété industrielle telle que
modifiée et complétée par la loi 23-13)**

Renseignements relatifs à la demande	
N° de la demande : 37832	Date de dépôt : 04/02/2015
Déposant : UNIVERSITE HASSAN II	
Intitulé de l'invention : Matériau composite corindon-mullite, élaboré à partir d'une argile naturelle riche en hydrate d'alumine, pour revêtement réfractaire et abrasifs	
Le présent document est le rapport de recherche préliminaire avec opinion écrite sur la brevetabilité établi par l'OMPIC conformément à l'article 43 et notifié au déposant conformément à l'article 43.1 de la loi 17/97 relative à la protection de la propriété industrielle. <ul style="list-style-type: none">- Le présent rapport est constitué de 4 pages (la présente page incluse)- Les documents cités par l'examinateur dans la partie Rapport de recherche sont joints au présent document	
Le présent rapport contient des indications relatives aux éléments suivants : Partie 1 : Considérations générales <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 1 : Base du présent rapport <input type="checkbox"/> Cadre 2 : Priorité <input type="checkbox"/> Cadre 3 : Titre et/ou Abrégé tel qu'ils sont définitivement arrêtés Partie 2 : Rapport de recherche Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 4 : Remarques de clarté <input checked="" type="checkbox"/> Cadre 5 : Déclaration motivée quand à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle <input type="checkbox"/> Cadre 6 : Observations à propos de certaines revendications dont aucune recherche significative n'a pu être effectuée <input type="checkbox"/> Cadre 7 : Défaut d'unité d'invention	
Examineur: S.BENCHEKROUN	Date d'établissement du rapport : 26/02/2015
Téléphone: 0522586414	
Email :	

Partie 1 : Considérations générales*Cadre 1 : base du présent rapport*

Les pièces suivantes de la demande servent de base à l'établissement du présent rapport :

- Description
Pages 1-4
- Revendications
3
- Planches de dessin
Pages 7-8

Partie 2 : Rapport de recherche**Classement de l'objet de la demande :**

CIB: C04B35/00, C04B35/66, C04B35/10, C04B35/101

CPC: C04B35/00, C04B35/66, C04B35/10, C04B35/101

Bases de données électroniques consultées au cours de la recherche :

EPOQUE, Espacenet, Orbit

Catégorie*	Documents cités avec, le cas échéant, l'indication des passages pertinents	N° des revendications visées
X	CN 103922713, UNIV WUHAN SCIENCE & ENG, 16/07/2014 Abrégé	1-3
X	Reactivity of aluminum sulfate and silica in molten alkalimetal sulfates in order to prepare mullite Rachida El Ouatib, Sophie Guillemet, Bernard Durand, Azzeddine Samdi, Lahcen Er Rakho and Redouane Moussa, 01/01/2005	1-3

***Catégories spéciales de documents cités :**

- « X » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme nouvelle ou comme impliquant une activité inventive par rapport au document considéré isolément
- « Y » document particulièrement pertinent ; l'invention revendiquée ne peut être considérée comme impliquant une activité inventive lorsque le document est associé à un ou plusieurs autres documents de même nature, cette combinaison étant évidente pour une personne du métier
- « A » document définissant l'état général de la technique, non considéré comme particulièrement pertinent
- « P » documents intercalaires ; Les documents dont la date de publication est située entre la date de dépôt de la demande examinée et la date de priorité revendiquée ou la priorité la plus ancienne s'il y en a plusieurs
- « E » Éventuelles demandes de brevet interférentes. Tout document de brevet ayant une date de dépôt ou de priorité antérieure à la date de dépôt de la demande faisant l'objet de la recherche (et non à la date de priorité), mais publié postérieurement à cette date et dont le contenu constituerait un état de la technique pertinent pour la nouveauté

Partie 3 : Opinion sur la brevetabilité• **Clarté :**

Le terme MP1 employé dans la revendication 1 a un sens relatif qui n'est pas bien établi, et il laisse subsister un doute quant à la signification de la caractéristique technique à laquelle il se rapporte, au point que l'objet de ladite revendication n'est pas clairement défini.

Cadre 5 : Déclaration motivée quand à la Nouveauté, l'Activité Inventive et l'Application Industrielle

Nouveauté (N)	Revendications aucune Revendications 1-3	Oui Non
Activité inventive (AI)	Revendications aucune Revendications 1-3	Oui Non
Possibilité d'application Industrielle (PAI)	Revendications 1-3 Revendications aucune	Oui Non

Il est fait référence aux documents suivants. Les numéros d'ordre qui leur sont attribués ci après seront utilisés dans toute la suite de la procédure

D1 : CN 103922713, UNIV WUHAN SCIENCE & ENG, 16/07/2014

D2 : Reactivity of aluminum sulfate and silica in molten alkalimetal sulfates in order to prepare mullite, Rachida El Ouatib, Sophie Guillemet, Bernard Durand, Azzeddine Samdi, Lahcen Er Rakho and Redouane Moussa, 01/01/2005

1. Nouveauté (N) & Activité inventive (AI) :

Le document D1 décrit un matériau céramique iolite-mullite et son procédé de préparation, le procédé comprend les étapes suivantes : 20 à 70% en poids de diaspore, 10 à 30% de silice amorphe et 10 à 40% en poids d'argile en tant que matière première, l'ajout de 3 à 10% en poids d'eau sous agitation suivi du moulage, séchage, broyage et traitement thermique à partir de 1250°C pendant 2 à 6h, avec une dimension de particule de 1 à 2 nm.

Par conséquent, l'objet de la revendication 1 n'est donc pas nouveau et n'implique pas une activité inventive conformément aux articles 26 et 28 de la loi N° 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.

Les revendications dépendantes 2 et 3 ne contiennent aucune caractéristique qui, en combinaison avec celles de l'une quelconque des revendications à laquelle elles se réfèrent définissent un objet

2. Possibilité d'application industrielle (PAI) :

L'objet de la présente invention présente une utilité déterminée, probante et crédible au sens de l'article 29 de la loi 17-97 telle que modifiée et complétée par la loi 23-13.