

MEMÓRIA DESCRITIVA
DA
PATENTE DE INVENÇÃO

Nº 92.881

NOME: COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE (EURATOM) ,
com sede em Bâtiment Jean Monet, Plateau du
Kirchberg, L-2920, Luxemburgo,

EPIGRAFE: "Processo para a formação de partículas
granuladas a partir de um pó"

INVENTORES: Giovanni Brambilla,
Edmondo Zalorani

Reivindicação do direito de prioridade ao abrigo do
artigo 4º da Convenção da União de Paris de 20 de
Março de 1883.

Luxemburgo, 18.01.89, sob o Nº 87 434

L.

COMMUNAUTE EUROPEENNE DE L'ENERGIE ATOMIQUE

(EURATOM)

**"PROCESSO PARA A FORMAÇÃO DE PARTÍCULAS
GRANULADAS A PARTIR DE UM PÓ"**

A presente invenção diz respeito a um processo para a formação de partículas granuladas a partir de um pó, que é insolúvel na água, sendo as dimensões das partículas granuladas formadas, claramente maiores do que as dos grãos do pó.

A aglomeração é um processo fundamental da indústria química.

Distingue-se entre uma compactação mecânica, uma aglomeração térmica tal como a vitrificação, e uma agregação química segundo os processos descritos por Browning em "Chem. Eng." 71 (25), 1987, página 147 ou pelo documento DE-37 16 286 A1.

O objectivo destes processos é frequentemente obter partículas granuladas que podem ser manipuladas mais facilmente do que pós finamente dispersos. Na prática, pode tratar-se de adubos, que, sob a forma de grânulos, se prestam melhor a uma distribuição sobre o terreno do que os pós, de matérias primas para a fabricação de objectos de vidro ou cerâmica, de cinzas da combustão



ou de pós e lamas recolhidos por um filtro de ar.

Uma aplicação particular diz respeito à imobilização de desperdícios radioactivos ou tóxicos e nocivos numa matriz de cimento com a forma de esferas. Assim, estes produtos podem ser transportados pneumaticamente ou embalados e armazenados sem risco de proliferação.

Os processos clássicos de compactação mecânica têm o inconveniente de se manter sempre uma certa quantidade de pó finamente disperso. Além disso, e isto é válido para todos os processos conhecidos de aglomeração térmica e de agregação química, não proporcionam partículas esféricas com um diâmetro dado, mas sim partículas com formas e dimensões diversas. Finalmente, é desejável que existam outros processos para ampliar a gama de pós que podem ser assim tratados.

A invenção tem portanto por objecto apresentar um processo de formação de partículas granuladas, cuja forma se aproxima de uma esfera e cujas dimensões são pouco dispersas e podem ser, além disso, influenciadas por meio da adaptação de certos parâmetros do processo. Além disso, o processo de acordo com a invenção deve poder ser aplicado com uma maior variedade de pós de base do que os processos conhecidos.

Estes objectivos são alcançados, de acordo com a invenção, pelo facto de se misturar o pó com uma solução aquosa de uma celulose escolhida entre metil-celulose, hidroxipropil-metil-celu-

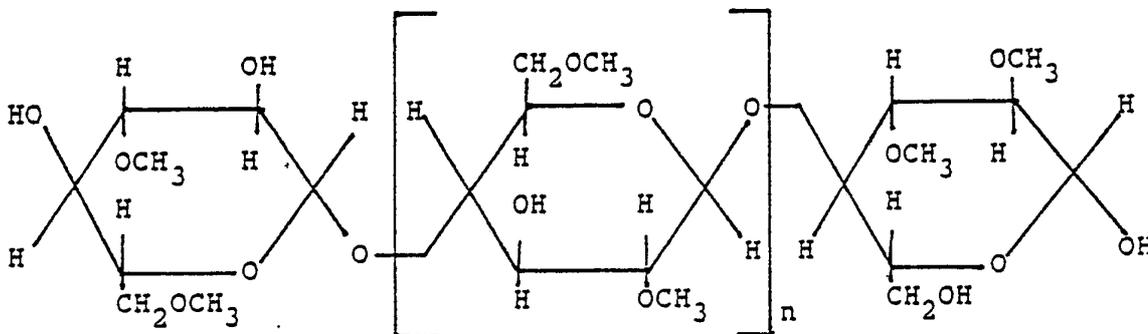
lose e, hidroxibutil-metil-celulose etérica, e se deixam cair em seguida gotas desta mistura num banho aquoso de pelo menos um sal ou hidróxido metálico que não reage com as referidas partículas.

No que diz respeito às particularidades de certas formas de realização conhecidas preferidas do processo de acordo com a invenção, faz-se referência nas sub-reivindicações.

A invenção será descrita a seguir de maneira mais pormenorizada com o recurso à figura única, que representa um dispositivo de laboratório para a aplicação do referido processo.

O processo compreende essencialmente as fases seguintes:

- Mistura-se o pó que se pretende aglomerar com uma solução aquosa de um composto à base de hidrato de carbono escolhido entre metil-celulose, hidroxipropil-metil-celulose e hidroxibutil-metil-celulose. A metil-celulose tem a estrutura química seguinte:



A quantidade e concentração deste composto na água são suficientes para se obter uma suspensão estável, homogênea e suficientemente fluida do conjunto para formar gotas com ele. Esta concentração é por exemplo de 3,5%.

Deve observar-se que a molécula de metil-celulose é não iônica (contrariamente à da carboxil-metil-celulose utilizada no processo de acordo com DE-37 16 286 A1). Devido a este facto, não pode ser precipitada sob a forma de sal insolúvel em iões metálicos polivalentes.

Deixa-se cair esta suspensão através de furos ou tubos calibrados com um diâmetro de alguns décimos de milímetro até alguns milímetros num banho aquoso de pelo menos um sal ou hidróxido metálico que não reage com as partículas em questão. A concentração deste banho é tal que o composto precipita imediatamente em contacto com o banho. As gotas assim formadas solidificam rapidamente sob a forma de esferas regulares e com dimensões uniformes. As dimensões das esferas dependem das dimensões dos furos ou tubos através dos quais a suspensão cai no banho.

Neste contexto, faz-se referência à patente de invenção alemã Nº. 12 12 841, que diz respeito à fabricação de esferas de óxido de urânio e/ou de tório. Nesta fabricação, parte-se de uma solução aquosa de sais de urânio e/ou de tório; adiciona-se a esta solução um composto à base de hidrato de carbono e deixa-se cair esta solução num banho alcalino. No entanto, dada a na-

tureza dos materiais de partida, este processo não permite aglomerar os grãos de um pó.

Na figura única, está representado um aparelho de laboratório que permite formar partículas granuladas a partir da referida mistura do pó em questão com uma solução aquosa de um composto de metil-celulose. Esta mistura, ao passar por um tubo de injeção 1, cai sob a forma de gotas 2 num banho que compreende uma solução de precipitação aquosa de NaOH, KOH, NaCO₃ ou Na₂SO₄. Este banho é termostaticado por meio de um circuito de aquecimento 4, que compreende uma bomba 5 e um termopar 6 para assegurar uma temperatura do banho de aproximadamente 80°C. Ao caírem no banho, as gotas 2 solidificam e podem ser extraídas na parte inferior do banho imediatamente depois da sua sedimentação. Esta extração e a transferência dos grânulos para uma rede de secagem 7 são asseguradas por uma bomba 8 que injecta solução de precipitação numa conduta 9 que permite arrastar as esferas. Esta mesma bomba pode servir também para recircular esta solução numa coluna 10 de concentração da solução para manter a concentração desta última, recuperando-se a água destilada num recipiente 11 à saída da coluna 10.

Depois de terem atravessado a rede de secagem, as partículas granuladas ou esferas são reunidas num recipiente 12.

Estas partículas podem então ser lavadas com água e secas ao ar a uma temperatura compreendida entre 80 e 100°C.

Embora seja desejável destruir o composto celulósico, podem calcinar-se as partículas a uma temperatura compreendida entre 450 e 500°C. Efectuando um tratamento térmico a uma temperatura ainda mais elevada, obtém-se, conforme a natureza do material do pó de partida, uma vitrificação ou uma formação de um produto ce
râmico.

Indicam-se a seguir alguns exemplos de aplicação do processo de acordo com a invenção.

Exemplo 1

Dispensam-se 25 g de BaCO₃ em pó mediante agitação em 25 ml de uma solução aquosa a 3,5% de METHOCEL 4AC da sociedade Dow Chemical. Adicionam-se sucessivamente 50 ml da água para se obter uma certa fluidez da dispersão. Em seguida, deixa-se cair esta dispersão através de um furo com um milímetro de diâmetro num banho que contém 250 ml de uma solução aquosa de NaOH com uma concentração de 20%. Depois da formação, as esferas formadas são imediatamente extraídas do banho, secas a 90°C e em seguida calcinadas num forno a 500°C. Obtém-se assim um material de forma regular (diâmetro de aproximadamente 5 mm) e mecanicamente resistente.

Exemplo 2

Parte-se de 35 g de um pó de Al(OH)₃ disperso em 40 ml de uma solução aquosa a 3,5% de METHOCEL 4AC. Adicionam-se 25 ml de

água.

A dispersão assim obtida cai através de um furo de 1 mm numa solução de NaOH com uma concentração de 20% e obtêm-se esferas regulares com um diâmetro de 6 mm após secagem a 90°C.

Obtêm-se um resultado análogo se se utilizar um banho de Na₂CO₃ em água (concentração 25%).

Exemplo 3

Parte-se de um pó de cimento de qualidade corrente disperso em água e de uma solução aquosa a 3,5% de METHOCEL 4AC. A composição da pasta obtida é a seguinte:

Cimento	= 62%
Solução de METHOCEL	= 10,2%
Água	= 27,8%

Deixa-se cair a dispersão através de um furo ou de um sistema de furos com aproximadamente 1 mm de diâmetro numa solução de NaOH com uma concentração de 20%. Obtêm-se esferas com um diâmetro de aproximadamente 7 mm que, depois de uma maturação a 60°C e 98% de humidade relativa, têm uma boa resistência mecânica.

Outros exemplos de aplicação do processo de acordo com a invenção estão indicados no quadro que se segue.

Materiais pulverulentos	Dispersão (percentagem em peso)			Solução aquosa do banho
	Material	METHOCEL 3,5%	Água	
cinza de madeira	27,8	27,8	44,4	NaOH 20%
Fe ₂ O ₃	25,0	25,0	50,0	NaOH 20%
Diatomite	20,0	26,6	53,0	Na ₂ SO ₄ 20%
CaCO ₃	24,4	36,6	39,0	NaOH 20%
MgO	46,8	31,3	21,9	NaOH 20% Na ₂ CO ₃ 20%
carbono	35,5	30,0	34,5	NaOH 20%

O processo de acordo com a invenção permite fabricar partículas granuladas monodispersas e com uma forma esférica muito regular com a dimensão desejada. O processo é muito económico, porque a solução de precipitação do banho de precipitação pode ser recirculada através de um andar simples de concentração. O único composto químico consumido no processo é a resina celulósica. Além disso, o processo de aglomeração propriamente dita decorre à temperatura ambiente ou pouco elevada. Finalmente, este processo pode aplicar-se a uma grande variedade de material pulverulento e até a lamas. As partículas granuladas obtidas podem ser tratadas, transportadas e armazenadas sem problemas, o que não sucede com o pó respectivo.

O processo não está limitado aos exemplos mencionados acima. Pelo contrário, pode ser aplicado a outros materiais tais como

adubos, desperdícios radioactivos, tóxicos e nocivos, e lamas de filtração.

Se a resistência mecânica das partículas assim obtidas for insuficiente, esta resistência pode ser melhorada se se adicionar pó de cimento ao pó que se pretende tornar mais compacto.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1.- Processo para a formação de partículas granuladas a partir de um pó, que é insolúvel na água, sendo as dimensões das partículas granuladas formadas claramente maiores do que as dos grãos do pó, caracterizado por se misturar o referido pó com uma solução aquosa de uma celulose escolhida entre metil-celulose, hidroxipropil-metil-celulose, hidroxibutil-metil-celulose etérica e por seguidamente se fazerem cair gotas desta mistura num banho aquoso de pelo menos um sal ou hidróxido metálico que não reage com as referidas partículas.

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por se adicionar cimento à referida solução antes de a deixar cair no referido banho.

3.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por o banho ser aquecido a uma tem-

peratura compreendida entre 50° e 150°C, de preferência a 80°C.

4.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por as partículas formadas serem lavadas e seguidamente calcinadas a uma temperatura suficientemente elevada para que a referida celulose se decomponha.

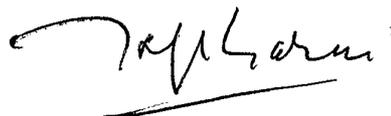
5.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por as partículas formadas serem vitrificadas a uma temperatura superior a 500°C.

6.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado por o hidróxido metálico ser escolhido entre NaOH e KOH.

7.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 5, caracterizado por o sal metálico ser escolhido entre Na_2CO_3 e Na_2SO_4 ,

Lisboa, 17 de Janeiro de 1990

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

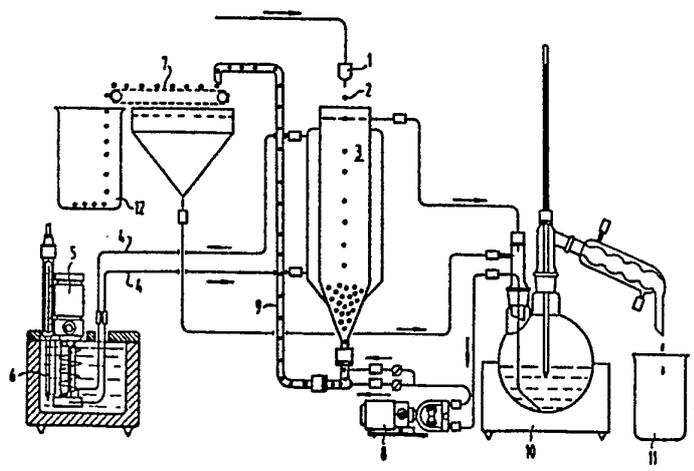


R E S U M O
=====

"PROCESSO PARA A FORMAÇÃO DE PARTÍCULAS GRANULADAS A PARTIR
DE UM PÓ"

A presente invenção diz respeito a um processo para a formação de partículas granuladas a partir de um pó, que é insolúvel na água, sendo as dimensões das partículas granuladas formadas claramente maiores do que as dos grãos do pó.

Este processo é caracterizado por se misturar o referido pó com uma solução aquosa de uma celulose escolhida entre metilcelulose, hidroxipropil-metil-celulose, hidroxibutil-metil-celulose etérica e se fazerem seguidamente cair gotas desta mistura num banho aquoso de pelo menos um sal ou hidróxido metálico que não reagem com as referidas partículas.



Lisboa, 17 de Janeiro de 1990

O Agente Oficial da Propriedade Industrial

Agente Oficial

4.

