INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTES

CAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA
TEL.: 888 51 51 / 2 / 3 TELEX: 18356 INPI
TELEFAX: 87 53 08

FOLHA DO RESUMO

Modalidade e n.° (11)	T D	Data do pedido: (22)	Classificação Internacional (51)
96.794			

Requerente (71): RHÔNE-POULENC CHIMIE, francesa, industrial, com sede em 25, Quai Paul Doumer, 92408 Courbevoie Cedex, França

Inventores (72):

JÉRÔME LE ROUX e JEAN-LUC LEHOUX

Reivindicação de prioridade(s) (30)

Data do pedido	País de Origem	N.° de pedido
16.02.1990	FR	90 01874

Figura (para interpretação do resumo)

Epígrafe: (54)

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE GRANULADOS ESFÉRICOS DE SILICATOS HIDRATADOS DE METAIS ALCALINOS UTILIZÁVEIS NA PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DETERGENTES"

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

Resumo: (máx. 150 palavras) (57)

Descreve-se um processo para a preparação de granulados esféricos de silicatos hidratados de metais alcalinos, utilizáveis para a preparação de composições detergentes, nomeadamente de composições detergentes para a loiça, mediante pulverização de água ou de uma solução aquosa de silicatos de metais alcalinos sobre um leito rotativo das referidas partículas, seguido de secagem, que consiste em:

INSTITUTO NACIONAL DA PROPRIEDADE INDUSTRIAL

DIRECÇÃO DE SERVIÇOS DE PATENTES

CAMPO DAS CEBOLAS, 1100 LISBOA
TEL.: 888 51 51 / 2 / 3 TELEX: 18356 INPI
TELEFAX: 87 53 08

FOLHA DO RESUMO (Continuação)

Modalidade e n.º (11)	T D	Data do pedido (22)	Classificação Internacional (51)

Resumo (continuação) (57)

- efectuar a pulverização sobre partículas que se deslocam em camada fina, à temperatura ambiente, num dispositivo rotativo do tipo prato rotativo, cujo eixo de rotação tem uma inclinação em relação à horizontal superior a 20°, sendo a velocidade de deslocamento das partículas, a espessura da camada fina de partículas em deslocamento e o caudal de água ou de solução pulverizada, tais que cada partícula se transforme em um granulado plástico ao contactar com as outras partículas; e

- após a granulação por pulverização efectuar, eventualmente, antes da secagem, uma densificação à temperatura ambiente.

NÃO PREENCHER AS ZONAS SOMBREADAS

Agente Oficial da Propriedade Industrial

(Dr. Jorge Garin)

"PROCESSO PARA A PREPARAÇÃO DE GRANULADOS ESFÉRICOS DE SILICATOS HIDRATADOS DE METAIS ALCALINOS UTILIZÁVEIS NA PREPARAÇÃO DE COMPOSIÇÕES DETERGENTES"

A presente invenção tem por objecto granulados esféricos de silicatos hidratados de metais alcalinos, o processo para a sua preparação e a sua aplicação na preparação de composições detergentes, em especial para detergentes da loiça ou da roupa, bem como para o tratamento de águas.

A requerente descobriu granulados esféricos de silicatos hidratados de metais alcalinos cujas granulometria e densidade podem ser determinadas livremente, com fraco atrito, e apresentando uma boa fluidez e uma rápida solubilização na água.

Um primeiro objecto da presente invenção é um processo para a preparação de granulados esféricos de silicatos hidratados de metais alcalinos mediante granulação de partículas de silicatos hidratados de metais alcalinos por pulverização de água ou de uma solução aquosa de silicatos de metais alcalinos sobre um leito rolante das referidas partículas, seguido de secagem, sendo o referido processo caracterizado pelo facto de :

- se efectuar a pulverização sobre partículas que se deslocam em camada fina, à temperatura ambiente, num dispositivo rotativo do tipo prato rotativo, cujo eixo de rotação tem uma inclinação em relação à horizontal superior a 20^{o}, de preferência superior a 40^{o}, sendo a velocidade de deslocamento das partículas, a espessura da camada fina de partículas em deslocamento e o caudal de água ou de solução pulverizada tais que cada partícula se transforme em um granulado plástico ao contactar com as outras partículas; e

- após a granulação por pulverização se efectuar, eventualmente, antes da secagem, uma operação de densificação à temperatura ambiente.

Entre os silicatos de metais alcalinos podem referir-se os dos metais do grupo Ia da Tabela Periódica e, em especial, os de sódio e de potássio.

A solução aquosa de silicato pulverizada pode ter uma concentração compreendida entre cerca de 0% e cerca de 55% em peso, de preferência entre 30% e 45% em peso, de um silicato de metal alcalino com uma relação molar SiO_2/M_2O compreendida entre 1,6/1 e 5/1, geralmente compreendida entre cerca de 1,8/1 e cerca de 3,5/1 e em especial próxima de 2/1.

A pulverização da água ou da solução de silicato é efectuada a uma temperatura compreendida entre cerca de $20^{o}C$ e cerca de $95^{o}C$;

de preferência entre cerca de 70°C e cerca de 95°C; esta operação pode ser favorecida por introdução conjunta (por exemplo com o auxílio de um bico bifluido) de ar sob pressão, a uma temperatura da mesma ordem de grandeza.

A quantidade de água ou de solução a pulverizar corresponde à relação caudal de líquido/caudal das partículas que entram no dispositivo de tipo prato rotativo e pode estar compreendida entre 0,1 e 0,6 litro/kg, de preferência entre 0,15 e 0,25 litro/kg (por hora).

As partículas de silicato hidratado de metal alcalino utilizadas para preparar os granulados apresentam :

- uma relação molar SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,6/1 e 5/1, geralmente compreendida entre cerca de 1,8/1 e cerca de 3,5/1 e em especial da ordem de 2/1,

- um teor de água compreendido entre 15% e 30% em peso, de preferência entre cerca de 18% e cerca de 25% em peso,

- uma densidade de enchimento não compactado ("non bulk density") compreendida entre cerca de 0,3 g e 1 g/cm^3, de preferência compreendida entre cerca de 0,4 e 0,8 g/cm^3; em que 50% das referidas partículas apresentam um diâmetro inferior a 100 µm, de preferência inferior a 55 µm.

Estas partículas podem obter-se por um processo conhecido, em especial por secagem por atomização de uma solução aquosa de silicato com a mesma relação SiO_2/M_2O, seguido de trituração, se necessário.

O dispositivo utilizado para realizar a operação de granulação por pulverização pode ser qualquer dispositivo rotativo do tipo prato rotativo, em especial um drageificador cuja geometria pode ser muito diversa: tronco-cónica, plana, em escada, uma associação destas três formas, etc.. As partículas de silicato hidratado deslocam-se à temperatura ambiente (geralmente 15^{o}-$30^{o}C$) no referido dispositivo colocado à temperatura ambiente.

O caudal de água ou da solução pulverizada, a velocidade de deslocamento das partículas bem como a espessura da camada de partículas que se deslocam são tais que cada partícula absorve líquido e aglomera-se às outras partículas com as quais entra em contacto, em camada fina, para se obterem granulados plásticos e não uma pasta.

A velocidade de deslocamento das partículas e a espessura da camada são reguladas pelo caudal de introdução das partículas no dispositivo e pelas características deste último.

O tempo de residência das partículas no prato está geralmente compreendido entre cerca de 15 e cerca de 40 minutos.

É da competência do especialista da matéria, em função de uma dada matéria-prima, adaptar ao produto pretendido as características seguintes de um drageificador :

- geometria (tronco-cónica, plana, em escada ou uma associação dessas três formas),
- dimensões (profundidade, diâmetro),
- ângulo de inclinação,
- velocidade de rotação
- posições relativas das alimentações sólida e líquida.

Os granulados obtidos antes da secagem apresentam características que são função das condições utilizadas para realizar a granulação. Apresentam geralmente:

- uma relação SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,6/1 e cerca de 5/1, geralmente entre cerca de 1,8/1 e cerca de 3,5/1 e em particular próxima de 2/1,

- um teor de água compreendido entre cerca de 20% e cerca de 35% em peso, de preferência entre cerca de 25 % e cerca de 30 % em peso.

Os granulados são em seguida secos por qualquer processo conhecido. Um método particularmente eficaz para essa secagem é

em leito fluidizado com o auxílico de uma corrente de ar, a uma temperatura (função da humidade do ar) compreendida entre cerca de 50°C e cerca de 150°C, de preferência entre cerca de 60°C e cerca de 90°C. Esta operação é realizada durante um período que é função da humidade do ar, do teor de água dos granulados à saída do dispositivo de granulação e do teor de água pretendido para os granulados de silicato secos, bem como das condições de fluidização; cabe ao especialista na matéria adaptar estas diferentes condições ao produto pretendido.

Os granulados secos apresentam geralmente :

- Um teor de água compreendido entre cerca de 17% e cerca de 25% em peso, de preferência entre cerca de 18% e cerca de 23% em peso,

- Uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,3 e cerca de 1 g/cm^3, de preferência entre cerca de 0,4 e cerca de 0,8 g/cm^3,

- Um diâmetro médio (no sentido de percentagens comulativas que passam) compreendido entre cerca de 0,2 e cerca de 3 mm, de preferência entre cerca de 0,4 e cerca de 2,5 mm, em particular entre cerca de 0,5 e cerca de 1 mm, com um desvio tipo de $\log_{10}$ de 0,02 a 0,2, de preferência de 0,05 a 0,1.

De acordo com um aperfeiçoamento do referido processo, a fase de granulação é seguida de uma fase de densificação, e isto antes da secagem. Esta fase de densificação pode ser efectuada à temperatura ambiente rolando os granulados obtidos na fase de granulação no dispositivo rotativo.

Este dispositivo é de preferência independente do da granulação. Esta fase de densificação pode, por exemplo, ser efectuada mediante introdução e permanência dos granulados num tambor rotativo. As dimensões deste tambor, a sua velocidade de rotação e o tempo de residência dos granulados são função da densidade pretendida para os granulados; o tempo da residência está geralmente compreendido entre cerca de 20 minutos e cerca de 3 horas, de preferência entre cerca de 20 e cerca de 90 minutos. As fases de granulação e de densificação podem igualmente ser realizadas no mesmo dispositivo, por exemplo num drageificador em escada, sendo a densificação dos granulados obtida por rolamento dos referidos granulados sobre os últimos degraus do aparelho.

Os granulados densos obtidos são, em seguida, secos, de preferência em leito fluidizado como se indicou antes.

Os granulados densos secos apresentam :

- uma relação SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,6/1 e cerca de 5/1, geralmente entre cerca de 1,8/1 e cerca de 3,5/1 e em particular próxima de 2/1,

- um teor de água compreendido entre cerca de 17% e cerca de 25% em peso, de preferência entre cerca de 18% e cerca de 23% em peso,

- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,6 e cerca de 1,2 g/cm^3, de preferência entre cerca de 0,8 e cerca de 1 g/cm^3,

- um diâmetro médio (no sentido de percentagens comulativas que passam) compreendido entre cerca de 0,2 e cerca de 3 mm, de preferência entre cerca de 0,5 e cerca de 1 mm, com um desvio tipo $\log_{10}$ de 0,02 a 0,2, de preferência de 0,05 a 0,1.

As fases de granulação/secagem ou de granulação/densificação/secagem de acordo com o processo da presente invenção permitem obter granulados de silicatos hidratados de metais alcalinos densos e que se dissolvem rapidamente na água. São particularmente aptos para utilização na preparação de composições detergentes (para a louça, a roupa, etc.), para o tratamento de águas, etc..

Um segundo objecto da presente invenção consiste nos granulados de silicato hidratados de sódio particularmente adaptados para a preparação de composições detergentes para a louça.

Trata-se de granulados de silicato hidratado de sódio que apresentam as características seguintes :

- relação molar SiO_2/Na_2O compreendida entre cerca de 1,8 e cerca de 2,4 e em particular de cerca de 2/1,

- um teor de água compreendido entre cerca de 18% e cerca de 23% em peso,

- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,8 e cerca de 1 g/cm^3,

- um diâmetro médio compreendido entre cerca de 0,4 e 1,4 mm, de preferência entre cerca de 0,5 e cerca de 1 mm com um desvio tipo $\log_{10}$ de 0,05 a 0,1,

- uma velocidade de dissolução a 90% na água de cerca de 3 minutos e a 99% de cerca de 4 minutos,

- uma resistência ao atrito compreendida entre cerca de 1% e cerca de 6%, geralmente entre cerca de 1% e cerca de 3%.

Entende-se por velocidade de dissolução a 90% ou a 99% na água, o tempo necessário para dissolver 90% ou 99% de produto a uma concentração de 35 g/litro na água à temperatura de 20°C.

A resistência ao atrito é medida por elutriação. Coloca-se o produto a ensaiar num recinto atravessado por uma corrente de ar, que o fluidiza. Os grãos são submetidos a choques entre eles e

contra as paredes. As partículas finas produzidas são arrastadas e recuperadas para pesagem no topo do aparelho. (Os pormenores do método são apresentados no Exemplo 1).

Os granulados de silicato de sódio hidratado de acordo com a presente invenção são utilizados para a preparação de composições detergentes para a loiça em uma proporção compreendida entre 20% e 60% em peso, de preferência entre 30% e 50% em peso em relação ao peso das composições.

Os Exemplos seguintes são dados a título indicativo e não podem ser considerados limitativos do âmbito e do espírito da presente invenção.

EXEMPLO 1

O sistema de granulação é constituído por um prato plano com um diâmetro de 800 mm e uma profundidade de 100 mm. Quando se efectua a granulação a velocidade de rotação é de cerca de 30 rotações/minuto e o ângulo de inclinação do eixo de rotação em relação à horizontal é de cerca de 53^{o}. O prato de granulação é alimentado em contínuo com um caudal de 25 kg/h por um pó constituído por partículas finas de silicato de sódio (atomizado e triturado) cujas características principais são as seguintes :

- Relação SiO_2/Na_2O (em peso) = 2
- teor de água (em peso) = 18,2%
- densidade de enchimento não compactado = 0,45 g/cm^3
- diâmetro médio = 54 μm
- 99% (em peso) do produto dissolve-se em 180 s (solução aquosa com 35 g/litro a 20°C)
- temperatura ambiente.

Sobre este pó posto em rotação no prato de granulação pulveriza-se com auxílio de ar à temperatura de 80°C uma solução de silicato de sódio com um caudal de 5 litros/h à temperatura de 80°C, por meio de um bico bifluido situado a uma distância de 20 cm do fundo do drageificador. O teor de ingrediente activo e a relação SiO_2/Na_2O da solução pulverizada são, respectivamente, 45% (em peso) e 2 (em peso).

O tempo de residência médio de uma partícula no prato é de cerca de 15 minutos. A temperatura das partículas à saída do prato é a temperatura ambiente.

Os granulados assim obtidos são secos num leito fluidizado a uma temperatura de cerca de 65°C (temperatura do ar de fluidização igual a 70°C) durante 10 minutos.



O produto granulado assim seco apresenta as características seguintes :

- relação SiO_2/Na_2O (em peso) = 2
- teor de água (em peso) = 22,2%
- densidade de enchimento não compactado = 0,58 g/cm^3
- percentagem em peso de refugos a 1 mm = a 60%
- diâmetro médio = 1,1 mm
- percentagem em peso que passa a 0,2 mm = 0%
- 99% (em peso) do produto dissolve-se em 200 s (solução aquosa a 35 g/litro a 20^oC)
- resistência ao atrito : 5,5%.

Os granulados apresentam um excelente comportamento na armazenagem.

Medida da Resistência ao Atrito

MATERIAL

Utiliza-se o flurómetro, aparelho normalizado utilizado para qualificar os ligantes hidráulicos e descrito na Norma Francesa P 15-443.

MODO OPERATÓRIO :

Peneirar 50 g de produto entre os peneiros 1200 e 180 micra, com auxílio de peneiros de laboratório ROTO-LAB® (comercializado por PROLABO).

Recuperar a parte compreendida entre 180 e 1200 micra.

Pesar rigorosamente cerca de 25 g de produto a ensaiar; sendo M a massa exacta.

Colocar o produto no flurómetro.

Pesar um filtro do tipo Soxlhet® (comercializado pela PROLABO) vazio e seco e colocá-lo na parte superior do tubo de fluidização : seja M1 a sua massa.

Fluidizar durante 5 minutos (caudal de ar seco: 15 litros/ /minuto).

Recuperar o produto volante no filtro bem como os finos eventualmente depositados nas paredes verticais do tubo de fluidização, com o auxílio de um escovilhão de diâmetro apropriado. Pesar; seja M2 a massa destes finos e do filtro.

Peneirar de novo no ROTO-LAB® o resíduo do fundo do tubo de fluidização e recuperar, para pesagem, os finos inferiores a 180 micra; seja M3 a massa destes finos.

Cálculo. Expressão dos resultados :

A taxa de atrito é igual à percentagem de finos < 180 micra formada durante o tempo de fluidização do produto.

$$\% \text{ Atrito} = \frac{(M3 + M2 - M1)}{M} \times 100$$

EXEMPLO 2

A granulação é efectuada de acordo com as condições descritas no Exemplo 1. Os granulados que saem do prato são introduzidos antes da secagem num tubo rotativo de paredes lisas com um diâmetro de 500 mm e um comprimento de 1300 mm. O diafragma de saída é ajustado, de tal modo que o tempo de residência médio de uma partícula seja de cerca de 90 minutos. A velocidade de rotação do tambor (15 rotações/minuto) é escolhida de modo a que se forme um leito rolante de partículas, o que favorece a densificação destas últimas.

O produto granulado densificado proveniente desta fase é seco nas condições que se descreveram no Exemplo 1.

Os granulados finais assim obtidos apresentam as mesmas características que os do Exemplo 1, com excepção da densidade que neste caso tem um valor de 0,83 g/cm^3 e uma resistência ao atrito de 1,5%.

EXEMPLO 3

Utilizando um pó fino de silicato de sódio com as mesmas características que as do Exemplo 1, mas com uma densidade mais elevada (0,55 g/cm^3), os granulados obtidos de acordo com o método de preparação descrito no método 2 apresentam uma densidade mais elevada de cerca de 0,93 g/cm^3, sem alteração das restantes características do granulado.

EXEMPLO 4

A influência da qualidade da pulverização sobre a qualidade dos granulados foi estudada utilizando a matéria-prima do Exemplo 3. A fineza e a homogeneização da pulverização são melhoradas modificando a pressão do ar de pulverização no interior do bico.

O aumento da pressão de ar de pulverização permite, por exemplo, diminuir a granulometria dos granulados preparados nas condições do Exemplo 2 sem modificar as restantes características destes últimos.

Os resultados obtidos com um bico Schlick do tipo 932 são as seguintes :

Pressão do ar (bar)	0,4	0,8
Percentagem de refugos a 1 mm	60	25,5

Diâmetro médio (mm)	1,1	0,88
Percentagem que passa a 0,2 mm	0	0

EXEMPLO 5

Este ensaio tem por objectivo mostrar que o processo da presente invenção permite, a partir de partículas com baixa velocidade de dissolução na água, obter granulados cujas características de solubilização na água são melhoradas de forma significativa em relação às das referidas partículas.

As condições de preparação do Exemplo 2 aplicadas a um pó fino de silicato de sódio tendo as características seguintes :

- relação SiO_2/Na_2O (em peso) = 1,95
- teor de água (em peso) = 20,2%
- densidade de enchimento não compactado = 0,55 g/cm^3
- diâmetro médio = 54 µm
- velocidade de dissolução muito pequena (99% em peso do produto dissolve-se em 560 s - solução aquosa a 35 g/l a 20°C)

permitiram obter granulados densos tendo uma melhor velocidade de dissolução que o pó inicial. As características dos granulados obtidos são as seguintes :

- teor de água (em peso) = 22,4%
- densidade = 0,83 g/cm^3
- diâmetro médio = 1 mm
- 99% em peso do produto dissolve-se em 370 s (solução aquosa a 35 g/1 a 20°C)
- resistência ao atrito = 2%.

A granulação no prato permite aumentar a granulometria média das partículas e favorece uma difusão homogénea da água no seio dos grãos.

Isto explica, em parte, o aumento que se verifica na velocidade de dissolução entre o pó fino de alimentação e o produto final de granulometria elevada.

EXEMPLO 6

Uma diminuição da concentração da solução pulverizada permite, nas condições de preparação descritas no Exemplo 1, controlar a granulometria dos granulados. Obtiveram-se os seguintes resultados :

Extracto seco da solução (percentagem em peso)	35	45
Percentagem de refugos a 1 mm	5	60

Diâmetro médio (mm)	0,55	1,1
Percentagem que passa a 0,2 mm	4	0
Teor de água (percentagem em peso)	20	22,2

permanecendo as restantes características dos granulados constantes.

R E I V I N D I C A Ç Õ E S

1.- Processo para a preparação de granulados esféricos de silicatos hidratados de metais alcalinos, utilizáveis para a preparação de composições detergentes, nomeadamente composições detergentes para a lavagem de loiça, mediante pulverização de água ou de uma solução aquosa de silicatos de metais alcalinos sobre um leito rolante das referidas partículas, seguido de secagem, caracterizado pelo facto de:

- se efectuar a pulverização sobre partículas que se deslocam em camada fina, à temperatura ambiente, num dispositivo rotativo do tipo prato rotativo, cujo eixo de rotação tem

uma inclinação em relação à horizontal superior a 20^{o}, sendo a velocidade de deslocamento das partículas, a espessura da camada fina de partículas em deslocamento e o caudal de água ou de solução pulverizada, tais que cada partícula se transforme em um granulado plástico ao contactar com as outras partículas; e

- após a granulação por pulverização se efectuar, eventualmente, antes da secagem, uma densificação à temperatura ambiente.

2.- Processo de acordo com a reivindicação 1, caracterizado pelo facto de a solução aquosa de silicato pulverizada ter uma concentração compreendida entre cerca de 0 e 55% em peso de um silicato de metal alcalino com uma relação molar SiO_2/M_2O compreendida entre 1,6/1 e 5/1.

3.- Processo de acordo com a reivindicação 2, caracterizado pelo facto de a solução aquosa de silicato pulverizada ter uma concentração compreendida entre cerca de 30 e 45% em peso de um silicato de metal alcalino com uma relação molar SiO_2/M_2O compreendida entre 1,8/1 e 3,5/1.

4.- Processo de acordo com a reivindicação 3, caracterizado pelo facto de a relação molar SiO_2/M_2O ser próxima de 2/1.

...

5.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 4, caracterizado pelo facto de se efectuar a pulverização da água ou da solução de silicato a uma temperatura compreendida entre cerca de 20° e 95°C.

6.- Processo de acordo com a reivindicação 5, caracterizado pelo facto de se efectuar a pulverização da água ou da solução de silicato a uma temperatura compreendida entre cerca de 70° e 95°C.

7.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de a quantidade de água ou de solução a pulverizar corresponder a uma relação caudal de líquido/caudal de partículas que entram no dispositivo do tipo prato rotativo compreendida entre 0,1 e 0,6 litro/Kg.

8.- Processo de acordo com a reivindicação 7, caracterizado pelo facto de a quantidade de água ou de solução a pulverizar corresponder a uma relação caudal de líquido/caudal de partículas que entram no dispositivo do tipo prato rotativo compreendida entre 0,15 e 0,25 litro/Kg.

9.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de as partículas de silicato hidratado de metal alcalino utilizadas para preparar

os granulados apresentarem:

- uma relação molar SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,6/1 e 5/1;

- um teor de água compreendido entre cerca de 15 e 30% em peso;

- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,3 e 1 g/cm^3; em que 50% das referidas partículas apresentam um diâmetro inferior a 100 µm.

10.- Processo de acordo com a reivindicação 9, caracterizado pelo facto de as partículas de silicato hidratado de metal alcalino utilizadas para preparar os granulados apresentarem:

- uma relação molar SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,8/1 e 3,5/1;

- um teor de água compreendido entre cerca de 18 e 25% em peso;

- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,4 e 0,8 g/cm^3; em que 50% das referidas partículas apresentam um diâmetro inferior a 55 µm.

11.- Processo de acordo com a reivindicação 10, caracterizado pelo facto de a relação molar SiO_2/M_2O ser próxima de 2/1.

...

12.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de o tempo de residência das partículas no dispositivo de granulação estar compreendido entre cerca de 15 e 40 minutos.

13.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de o dispositivo de granulação do tipo prato rotativo ser um formador de drageias.

14.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de se efectuar uma densificação à temperatura ambiente, mediante rolamento dos granulados obtidos na fase de granulação em um dispositivo rotativo.

15.- Processo de acordo com a reivindicação 14, caracterizado pelo facto de se efectuar a densificação num tambor rotativo.

16.- Processo de acordo com as reivindicações 13 e 14, caracterizado pelo facto de se efectuar a granulação em um formador de drageias de degraus, conseguindo-se a densificação dos granulados mediante rolamento desses granulados sobre os últimos degraus do aparelho.

...

17.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações anteriores, caracterizado pelo facto de se secar em leito fluidizado os granulados obtidos na fase de granulação ou de densificação.

18.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 17, caracterizado pelo facto de se obterem granulados de silicatos hidratados de metais alcalinos que apresentam:

- uma relação SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,6/1 e 5/1;
- um teor de água compreendido entre cerca de 17 e 25% em peso;
- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,6 e 1,2 g/cm^3;
- um diâmetro médio compreendido entre cerca de 0,2 e 3 mm, com um desvio do tipo $\log_{10}$ de 0,02 a 0,2.

19.- Processo de acordo com a reivindicação 18, caracterizado pelo facto de se obterem granulados que apresentam:

- uma relação SiO_2/M_2O compreendida entre cerca de 1,8/1 e 3,5/1, de preferência próxima de 2/1;
- um teor de água compreendido entre cerca de 18 e 23% em peso;
- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,8 e 1 g/cm^3;

- um diâmetro médio compreendido entre cerca de 0,5 e 1 mm, com um desvio do tipo $\log_{10}$ de 0,05 a 0,1.

20.- Processo de acordo com uma qualquer das reivindicações 1 a 17, caracterizado pelo facto de se obterem granulados de silicato hidratado de sódio que apresentam:

- uma relação molar SiO_2/Na_2O compreendida entre cerca de 1,8/1 e 2,4/1, de preferência igual a cerca de 2/1;

- um teor de água compreendido entre 18 e 23% em peso;

- uma densidade de enchimento não compactado compreendida entre cerca de 0,8 e 1 g/cm^3;

- um diâmetro médio compreendido entre cerca de 0,4 e 1,4 mm, de preferência entre cerca de 0,5 e 1 mm, com um desvio tipo $\log_{10}$ de 0,05 a 0,1;

- uma velocidade de dissolução a 90% na água de cerca de 3 minutos e a 99% de cerca de 4 minutos;

- uma resistência ao atrito compreendida entre cerca de 1 e 6%, de preferência entre cerca de 1 e 3%.

Lisboa, 15 de Fevereiro de 1991

Agente Oficial da Propriedade Industrial