República Federativa do Brasil
Ministério da Indústria, Comércio Exterior
e Serviços
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) PI 1011020-8 B1

(22) Data do Depósito: 02/06/2010

(45) Data de Concessão: 02/05/2018

(54) Título: PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS A PARTIR DE MATERIAIS EM PÓ

(51) Int.Cl.: B01J 2/00; C03B 1/02

(30) Prioridade Unionista: 03/06/2009 EP 09161823.1

(73) Titular(es): AGC GLASS EUROPE. ARC INTERNATIONAL

(72) Inventor(es): BENOÎT CHERDON; RODOLPHE DELAVAL

PROCESSO PARA A PRODUÇÃO DE GRÂNULOS A PARTIR DE MATERIAIS EM PÓ

1. Campo da Invenção

A presente invenção se refere a um processo para a produção de grânulos a partir de materiais em pó, particularmente matérias-primas para a produção de vidro (ou materiais vitrificáveis). Mais especificamente, a invenção se refere a um processo aperfeiçoado para a granulação a úmido de materiais em pó para a produção de vidro, em que os grânulos obtidos se destinam ao suprimento subsequente para um forno de fusão.

2. Soluções da Técnica Anterior

Na produção de vidro o custo de energia representa uma proporção muito significativa do custo de produção total. Para reduzir o consumo de energia na produção de vidro, particularmente, mediante aperfeiçoamento da cinética de fusão das matérias-primas no forno (taxa de fusão, homogeneidade), vários tipos de processos foram propostos até agora, dos quais o preaquecimento das matérias-primas com o calor residual dos gases descarregando a partir do forno e/ou granulação das matérias-primas são os melhores conhecidos. Particularmente, a granulação é um processo vantajoso em que permite que a dificuldade do aquecimento das matérias-primas em pó dentro do forno seja reduzida satisfatoriamente, que resulta da transmissão insuficiente de calor mediante condução e também a partir da fusão prematura da maioria dos constituintes da carga que podem ser fundidos. A fusão e/ou refino de matérias vitrificáveis na forma de grânulos é mais rápida enquanto também

proporcionando ao vidro derretido uma melhor homogeneidade. Além disso, é obviamente muito mais fácil lidar com os grânulos do que lidar com as cargas na forma em pó.

Além disso, a solução de granulação é mais vantajosa uma vez que permite a prevenção do:

- risco dos diversos constituintes se separarem quer seja durante armazenamento em silos ou tremonhas sob a ação da gravidade ou sobre correias transportadoras como um resultado de vibrações; e
- a dispersão das assim chamadas partículas "miúdas" da matéria-prima vitrificável (pós) com todas as suas consequências na produção do forno de fusão, mas também em relação à vida em serviço dos arcos do forno. Além disso, essa desvantagem pode ter um impacto em relação ao meio ambiente, uma vez que os pós que se dispersam podem apresentar problemas de poluição do ar.

De uma maneira conhecida, uma granulação clássica dos materiais em pó é conduzida em um granulador mediante adição às matérias-primas do vidro na forma em pó de um líquido aglutinante que é classicamente água, ao qual um aditivo tal como soda cáustica é normalmente adicionado. Esse líquido aglutinante é essencial para permitir a formação do grânulo, uma vez que ele age como lubrificante e possibilita aglomeração da mistura. Isso é assim referido como "granulação úmida".

O teor de água normalmente aplicado para uma granulação eficiente dos materiais em pó varia de 7% a 14%

em peso em relação à carga a ser granulada e idealmente está acima de 10% em peso. Várias alternativas foram examinadas com relação à natureza e quantidade do aditivo aglutinante, com relação à forma na qual o líquido aglutinante é adicionado ao material em pó, etc. (vide particularmente as patentes FR1556285, US 3969100 e US 4031175). Entretanto, em uma operação de granulação a úmido, quando formados, os grânulos devem então ser secos para garantir a sua estabilidade para manejo subsequente, mas também impedir que os mesmos estourem quando alimentados ao forno de fusão como resultado da evaporação violenta da água que eles contêm. O teor de água das matérias-primas usadas para a produção de vidro e a serem alimentadas ao forno de fusão na forma de grânulos está classicamente na ordem de 2% a 6% em peso.

A etapa de secagem dos grânulos "úmidos" ocorre em um secador tal como um secador de tambor rotativo ou do tipo de leito fluidificado, por exemplo, e permite que grânulos "secos" com teor de água ideal sejam obtidos.

O método convencional de produzir grânulos secos utilizando uma operação de granulação úmida, portanto requer duas etapas bem distintas (granulação e secagem) e consequentemente requer um granulador que é independente de um secador assim como das etapas de manejo adicionais (transferência) resultantes disso. Portanto, esse processo tem certas desvantagens, principalmente do ponto de vista de manejo. Na realidade, as etapas de manejo adicional relacionadas à transferência a partir do granulador para o secador são complicadas:

- os materiais em pó aos quais o aglutinante

líquido é adicionado "grudam" de forma rígida e os grânulos úmidos, os produtos intermediários nesse processo, são difíceis de manusear e remover a partir do granulador;

- os grânulos úmidos têm baixa resistência e, portanto, eles normalmente rebentam durante transporte para o secador, mas também durante a secagem.

Além disso, uma grande desvantagem desse processo é a energia necessária para secar os grânulos úmidos, e isso reduzirá o ganho de energia obtido devido à granulação no caso específico das matérias-primas de vidro para vidro.

Há também um único conjunto de equipamento possibilitando a granulação e secagem, mas essas duas etapas podem ainda não ser conduzidas ao mesmo tempo e devem ser consecutivas. Mesmo se fosse possível superar, ao menos parcialmente, as desvantagens associadas com o manuseio e transferência, esse tipo de equipamento de todo modo não elimina a principal desvantagem do consumo de energia relacionada à própria secagem.

3. Objetivos da Invenção

Um objetivo da invenção, particularmente, é o de remediar as desvantagens da técnica anterior mediante resolução do problema(s) técnico, isto é, o consumo de energia e o manejo adicional exigido para a etapa de secagem.

Mais especificamente, um objetivo da invenção em ao menos uma de suas modalidades é o de prover um processo eficiente de granulação a úmido que permite a omissão da etapa de secagem em conjunto com suas desvantagens

mencionadas acima.

Outro objetivo da invenção em ao menos uma de suas modalidades é a provisão de um processo de granulação a úmido que possibilita que os grânulos sejam obtidos com um grau de umidade que assegure a sua estabilidade e a facilidade de manejo assim como uma proporção residual relativamente baixa de partículas não granuladas miúdas.

Finalmente, um objetivo da invenção é também o de prover uma solução simplificada e econômica para as desvantagens da técnica anterior.

4. Resumo da Invenção

De acordo com uma modalidade específica, a invenção se refere a um processo para a produção de grânulos a partir de materiais em pó.

De acordo com a invenção o processo para a produção de grânulos a partir de materiais em pó compreende as seguintes etapas sucessivas:

- os materiais em pó a serem granulados são divididos em ao menos duas porções: uma primeira porção e uma segunda porção;
- um líquido aglutinante é adicionado à primeira porção dos materiais em pó;
- a primeira mistura assim obtida é aglomerada em um granulador para obter os grânulos (a);
- a segunda porção dos materiais em pó é adicionada ao granulador;
- a próxima mistura obtida é aglomerada no granulador para obter grânulos (b)

Por esta razão, como um resultado do processo da invenção pode ser provida uma solução para as desvantagens

do processo de granulação úmida da técnica anterior e o problema(s) técnico surgido pode ser resolvido. Na realidade, os inventores demonstraram que era possível eliminar a etapa de secagem convencionalmente usada na técnica anterior mediante sequenciação da etapa de granulação efetiva de uma maneira específica.

Consequentemente, a invenção se baseia em uma abordagem completamente nova e inventiva uma vez que ela permite que os grânulos que tenham um teor de umidade adequado sejam obtidos em um granulador no fim do processo da invenção sem se recorrer a uma etapa adicional de secagem acompanhadas pelas suas desvantagens resultantes.

De acordo com o processo da invenção os materiais em pó a serem granulados são divididos em ao menos duas porções: uma primeira porção e uma segunda porção.

Em uma das modalidades específicas da invenção a primeira porção de materiais em pó tem uma composição idêntica àquela da segunda porção dos materiais em pó. O processo para a produção de grânulos de acordo com a invenção é referido nesse caso como "granulação homogênea".

Em outra modalidade específica da invenção a primeira porção de materiais em pó tem uma composição diferente daquela da segunda porção dos materiais em pó. O processo para a produção dos grânulos de acordo com a invenção é referido nesse caso como "granulação heterogênea". Nesse tipo de granulação, portanto, é possível combinar seletivamente componentes específicos de uma batelada de materiais em pó dentro do mesmo grânulo. No caso específico onde os materiais em pó são formados a partir de materiais vitrificáveis, esse tipo de granulação

heterogênea permite que certos parâmetros de fusão sejam adicionalmente aperfeiçoados tal como um aumento adicional na eficiência de fusão ou uma redução mais significativa na ação de separação. Na realidade, a dosagem seletiva de matérias-primas vitrificáveis permite que os percursos de reação existentes no sistema ternário $CaO-Na_2O-SiO_2$ sejam controlados, conforme explicado no pedido de patente US2005/0022557 A1. Nesse pedido, algumas matérias-primas são combinadas em uma primeira batelada de grânulos e outras matérias-primas são combinadas em uma segunda batelada de grânulos. As duas bateladas de grânulos são então combinadas simplesmente antes de serem colocadas no forno. Esse processo de dosagem seletiva permite assim duas granulações distintas e assim aumenta o número de etapas a serem conduzidas e o manuseio. Vantajosamente, o processo para a produção de grânulos de acordo com a invenção permite que uma granulação heterogênea das matérias-primas em pó seja obtida em uma única operação de granulação formando grânulos que têm individualmente ao menos duas composições diferentes e localizadas de matérias-primas dentro dos mesmos.

Outras características e vantagens da invenção se tornarão mais evidentes após a leitura da descrição seguinte das modalidades preferidas fornecidas como simples exemplos ilustrativos e não restritivos.

5. Descrição de uma Modalidade da Invenção

O processo da invenção é um processo para a produção de grânulos a partir de materiais em pó. Material em pó é entendido como significando um composto que está na forma em pó e compreende uma proporção significativa das

assim chamadas partículas "miúdas". O diâmetro médio dessas partículas miúdas é tipicamente inferior a aproximadamente 100 micrômetros.

De acordo com a invenção, os materiais em pó a serem granulados têm um teor de água na faixa de aproximadamente 0% a aproximadamente 4% em peso. Os materiais em pó a serem granulados têm preferivelmente um teor de água entre 0% e aproximadamente 1% em peso.

De acordo com uma modalidade específica, os materiais em pó são formados a partir dos materiais em pó destinados à produção de vidro em um forno de fusão ou materiais vitrificáveis. Tipicamente, esses materiais vitrificáveis contêm, entre outras substâncias, areia de sílica, pedra calcária, dolomita, óxido de alumínio, feldspato, carbonato de sódio. Outros ingredientes também estão frequentemente presentes nesses materiais vitrificáveis tais como pigmentos (ferro, cobalto, óxidos de cromo) e os assim chamados elementos formativos (PbO, MgO, ZnO, BaO). No caso dessa modalidade os grânulos obtidos pelo processo da invenção devem ser subsequentemente alimentados a um forno de fusão, quer seja imediatamente após a sua produção ou após um período de armazenagem.

De acordo com a invenção, os materiais em pó a serem granulados são divididos em ao menos duas porções: uma primeira porção e uma segunda porção. É preferido que a primeira porção dos materiais em pó representa ao menos 25% em peso dos materiais em pó a serem granulados. Também é preferido que ela represente 75% em peso no máximo dos materiais em pó a serem granulados.

A granulação de acordo com a invenção pode ser conduzida em qualquer tipo conhecido de granulador tal como um granulador de tambor, um disco granulador ou um granulador-misturador tal como um granulador-misturador do tipo lâmina, do tipo turbina, do tipo cone duplo, do tipo fita, etc.

O líquido aglutinante usado na presente invenção contém preferivelmente água. O mesmo preferivelmente contém também um ou mais aditivos. Exemplos de líquidos aglutinantes apropriados a serem citados são: uma solução aquosa de soda cáustica, silicato de sódio ou outro sal de sódio. Uma solução aquosa de silicato de sódio é particularmente preferida.

O líquido aglutinante pode ser primeiramente adicionado à primeira porção das matérias-primas em um misturador. A mistura úmida assim obtida é então passada para o granulador. É preferido, de acordo com a invenção, que o líquido aglutinante seja adicionado diretamente à primeira porção dos materiais em pó no granulador. O líquido aglutinante de acordo com a invenção pode ser adicionado à primeira porção dos materiais em pó classicamente mediante atomização ou pulverização no granulador.

A quantidade de líquido aglutinante adicionada à primeira porção dos materiais em pó varia entre 8% e 20% em peso da primeira mistura. Preferivelmente, a quantidade de líquido aglutinante adicionada à primeira porção de materiais em pó varia entre 8% e 16% em peso da primeira mistura.

O líquido aglutinante e a primeira porção dos

materiais em pó formam a primeira mistura dentro do granulador.

De acordo com a invenção, a primeira mistura obtida a partir do líquido aglutinante e a primeira porção dos materiais em pó é compactada em um granulador. Durante essa etapa a mistura é misturada vigorosamente, os materiais em pó são aglomerados e os grânulos (a) referidos como "úmidos" (em comparação com os grânulos (b) obtidos na última etapa do processo) são formados a partir disso. A mistura pode ser aquecida (classicamente entre 70° e 85°C, por exemplo) antes da compactação.

Quando os grânulos úmidos (a) são formados, a segunda porção dos materiais em pó é adicionada aos grânulos (a) no granulador. Os grânulos (a) e a segunda porção dos materiais em pó formam a nova mistura dentro do granulador.

De acordo com a invenção, a nova mistura obtida a partir dos grânulos (b) e a segunda porção dos materiais em pó são aglomerados no granulador. Os grânulos (b) referidos como "secos" (em comparação com os grânulos (a)) são formados como um resultado dessa etapa. A nova mistura também pode ser aquecida (classicamente entre 70° e 85°, por exemplo) antes da compactação.

Os grânulos (b) de acordo com a invenção têm um teor de água médio na faixa entre 2% e 6% em peso que é ideal para seu manuseio e estabilidade mecânica. Os grânulos (b) têm preferivelmente um teor de água na faixa entre 3% e 5% em peso.

Os grânulos (b) de acordo com a invenção variam em tamanho entre 0,1 e 8 mm. O tamanho é entendido como

denotando a maior dimensão de um grânulo.

Em uma modalidade da invenção, a primeira porção dos materiais em pó tem uma composição diferente daquela da segunda porção dos materiais em pó, uma granulação heterogênea é então implementada. Nessa modalidade os grânulos homogêneos (a) na composição A são primeiramente formados a partir da primeira porção dos materiais em pó da composição A. A segunda porção dos materiais em pó da composição B é adicionada ao granulador e os grânulos heterogêneos (b) são então obtidos. Eles são formados a partir de um "núcleo" da composição A envolvido por um invólucro da composição B. De acordo com essa modalidade da invenção a batelada de materiais em pó a serem granulados pode ser dividido em mais do que duas porções para obter grânulos heterogêneos tendo um núcleo encerrado por vários invólucros diferentes.

Outros detalhes e características vantajosos se tornarão evidentes a partir da descrição de modalidades exemplares não restritivas do processo de acordo com a invenção.

Exemplos (de acordo com a invenção)

Exemplo 1 (granulação homogênea) - grânulos foram produzidos de acordo com o processo da invenção a partir da seguinte batelada de materiais em pó:

Matérias-primas	**% em peso**
Areia de sílica	69
Carbonato de sódio	30
Sulfato de sódio	0,4
Óxido de alumínio	0,6

O teor de água inicial da batelada de partida é inferior a 1% em peso.

A batelada foi separada em duas porções com a mesma composição: uma primeira porção correspondendo a 45% em peso da batelada de partida e uma segunda porção correspondendo a 55% em peso da batelada de partida.

A primeira porção foi alimentada em um granulador do tipo tambor rotativo. Uma solução aquosa de silicato de sódio $Na_2O.xSiO_2.H_2O$ com x = 3,4 a 2,5% em peso foi adicionada ao granulador mediante pulverização enquanto o granulador estava no modo de rotação. A quantidade de silicato de sódio adicionada foi de 10% em peso em relação à mistura da solução e a primeira porção da matéria-prima e o período de rotação do granulador foi de aproximadamente 10 minutos. Grânulos "úmidos" foram assim obtidos.

A segunda porção foi então alimentada aos primeiros grânulos formados no granulador enquanto o granulador estava no modo de rotação. Dessa vez, o período de rotação do granulador foi de aproximadamente 2 minutos.

Os grânulos tendo um teor de água médio de 4,5 em peso foram assim obtidos. O tamanho dos mesmos varia de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 5 mm. Eles tinham uma boa estabilidade e uma resistência suficiente durante manuseio e durante armazenamento com o passar do tempo. Além disso, a quantidade de partículas "miúdas" presentes no granulador no fim do processo de granulação é muito baixa.

Exemplo 2 (granulação heterogênea) - os grânulos foram produzidos utilizando o mesmo processo que aquele usado no Exemplo 1, mas começando a partir da seguinte batelada de materiais em pó:

Matérias-primas	**% em peso**
Areia de sílica	61,3
Pedra calcária	18,0
Carbonato de sódio	19,0
Sulfato de sódio	0,4
Óxido de alumínio	1,3

O teor inicial de água da batelada de partida é inferir a 1% em peso.

A primeira porção de matérias-primas correspondendo a 34% em peso da batelada de partida tem a seguinte composição:

Matérias-primas	**% em peso**
Areia de sílica	15,9
Pedra calcária	18,0
Carbonato de sódio	0
Sulfato de sódio	0
Óxido de alumínio	0

A quantidade de solução aquosa de 2,5% em peso de silicato de sódio adicionada foi de 12% em peso em relação à mistura de solução e primeira porção de matérias-primas.

A segunda porção restante correspondendo a 66% em peso da composição de partida e com uma composição diferente a partir da primeira porção:

Matérias-primas	**% em peso**
Areia de sílica	45,4
Pedra calcária	0
Carbonato de sódio	19,0
Sulfato de sódio	0,4
Óxido de alumínio	1,3

Grânulos heterogêneos com um teor de água médio de aproximadamente 4% em peso e variando em tamanho de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 4 mm foram assim obtidos. Esses grânulos são formados a partir de um núcleo composto de areia e pedra calcária encerrado por um invólucro composto principalmente de areia e carbonato de sódio.

A quantidade das partículas miúdas no granulador no fim do processo de granulação também é muito baixa. Na realidade, a batelada de partida dos materiais em pó tinha uma elevada percentagem de partículas miúdas (diâmetro médio < 100 µm) na ordem de 50% em peso. Após a granulação de acordo com a invenção essa percentagem é de aproximadamente 8% em peso dos grânulos finais do Exemplo 2.

Os Exemplos 1 a 2 mostram claramente que a invenção proporciona um processo eficiente de granulação úmida que reduz e na realidade elimina a necessidade de uma etapa de secagem. Os grânulos com teores de água que são ideais para fácil manuseio e estabilidade mecânica dos mesmos assim como uma proporção residual relativamente baixa de partículas não granuladas miúdas foram obtidos utilizando-se apenas um granulador sem secador. Também foi possível obter grânulos heterogêneos que permitem a dosagem seletiva mediante uso de uma única operação de granulação.

Entende-se que a invenção não é limitada às modalidades exemplares acima e modalidades variantes também podem ser aplicadas sem se afastar da estrutura básica da invenção conforme definida pelas reivindicações.

REIVINDICAÇÕES

1. Processo para a produção de grânulos a partir de materiais em pó, **caracterizado** pelo fato de que compreende as seguintes etapas sucessivas:

- os materiais em pó a serem granulados são divididos em ao menos duas porções: uma primeira porção e uma segunda porção;
- um líquido aglutinante é adicionado à primeira porção dos materiais em pó;
- a primeira mistura assim obtida é aglomerada em um granulador para obter grânulos (a);
- a segunda porção de materiais em pó é adicionada ao granulador;
- a nova mistura obtida é aglomerada no granulador para obter os grânulos (b);

em que a primeira porção dos materiais em pó representam no máximo 75% em peso dos materiais em pó a serem granulados, e

em que os grânulos (b) têm um teor de água na faixa entre 2% e 6% em peso.

2. Processo, de acordo com a reivindicação 1, **caracterizado** pelo fato de que os materiais em pó são formados a partir de matérias-primas que se destinam à produção de vidro em um forno de fusão.

3. Processo, de acordo com a reivindicação 1 ou 2, **caracterizado** pelo fato de que a primeira porção dos materiais em pó representam ao menos 25% em peso dos materiais em pó a serem granulados.

4. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 3, **caracterizado** pelo fato de que o

líquido aglutinante contém água.

5. Processo, de acordo com a reivindicação 4, **caracterizado** pelo fato de que o líquido aglutinante contém um ou mais aditivos.

6. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 5, **caracterizado** pelo fato de que a quantidade de líquido aglutinante adicionado varia de entre 8% e 20% em peso da primeira mistura.

7. Processo, de acordo com a reivindicação 6, **caracterizado** pelo fato de que a quantidade de líquido aglutinante adicionado varia entre 8% e 16% em peso da primeira mistura.

8. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 7, **caracterizado** pelo fato de que os grânulos (b) têm um teor de água na faixa entre 3% e 5% em peso.

9. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **caracterizado** pelo fato de que a primeira porção dos materiais em pó têm uma composição idêntica àquela da segunda porção dos materiais em pó.

10. Processo, de acordo com qualquer uma das reivindicações 1 a 8, **caracterizado** pelo fato de que a primeira porção dos materiais em pó têm uma composição diferente daquela da segunda porção dos materiais em pó.