

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 666 184**

51 Int. Cl.:

**C03B 1/02**

(2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **02.06.2010 PCT/EP2010/057733**

87 Fecha y número de publicación internacional: **09.12.2010 WO10139739**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **02.06.2010 E 10727705 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **17.01.2018 EP 2437876**

54 Título: **Procedimiento de fabricación de granulados a partir de materias pulverulentas**

30 Prioridad:

**03.06.2009 EP 09161823**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:

**03.05.2018**

73 Titular/es:

**AGC GLASS EUROPE (50.0%)  
Avenue Jean Monnet 4  
1348 Louvain-la-Neuve, BE y  
ARC INTERNATIONAL (50.0%)**

72 Inventor/es:

**CHERDON, BENOÏT y  
DELAVAL, RODOLPHE**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 666 184 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

## DESCRIPCIÓN

Procedimiento de fabricación de granulados a partir de materias pulverulentas

## 5 1. Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de fabricación de granulados a partir de materias pulverulentas, en particular de materias primas para la fabricación del vidrio (o materias vitrificables). Más precisamente, la invención se refiere a un procedimiento mejorado de granulación por vía húmeda de materias pulverulentas para la fabricación del vidrio, siendo los granulados obtenidos destinados introducirse ulteriormente en un horno de fusión.

## 2. Soluciones de la técnica anterior

En la fabricación del vidrio, el coste de la energía representa una parte muy importante del coste total de producción. Para reducir el consumo de energía en la producción del vidrio por medio, en particular, de la mejora de las cinéticas de fusión de las materias primas en el horno (velocidad de fusión, homogeneidad), se ha propuesto hasta ahora diversos tipos de procedimientos entre los cuales el precalentamiento de las materias primas con el calor residual de los gases que salen del horno y/o la granulación de dichas materias primas son los más conocidos. En particular, la granulación es un procedimiento ventajoso en la medida en la que permite reducir la dificultad de calentar de manera satisfactoria las materias primas pulverulentas en el interior del horno, dificultad que proviene de la mala transmisión del calor por conducción y también por el hecho de la fusión prematura de los constituyentes más fusibles de la carga. La fusión y/o el afinado de materias primas vitrificables en forma de granulados es más rápida confiriendo al mismo tiempo al vidrio fundido una mejor homogeneidad. Además, es evidente que la manipulación de granulados es de lejos más fácil que la manipulación de cargas pulverulentas.

La solución de la granulación es por otro lado aún más ventajosa que permite evitar:

- el riesgo de segregación de los diferentes constituyentes, o bien durante el almacenamiento en silo o en las tolvas bajo la acción de la gravedad, o bien sobre las cintas transportadoras tras vibraciones; y

- el desprendimiento de las partículas denominadas "finas" de la materia prima vitrificable (polvos) con todas las consecuencias sobre el rendimiento del horno de fusión, pero también sobre la longevidad de las bóvedas del horno. Además, este inconveniente puede tener un impacto sobre el entorno, ya que los polvos que se desprenden pueden plantear problemas de polución del aire.

De manera conocida, una granulación clásica de materias pulverulentas se efectúa en un granulador añadiendo a las materias primas de vidrio en forma de polvos un líquido aglutinante que es clásicamente agua en la que está frecuentemente añadido un aditivo tal como sosa cáustica. Este líquido aglutinante es imperativo para permitir la formación del granulado, actúa como lubricante y facilita la aglomeración de la mezcla. Se habla entonces de "granulación por vía húmeda".

El contenido en agua que se utiliza habitualmente para una granulación eficaz de materias pulverulentas es del 7 al 14% en peso con respecto a la carga a granular e idealmente más del 10% en peso. Varias alternativas se han estudiado en cuanto a la naturaleza, la cantidad del aditivo del aglutinante, en cuanto a la manera de añadir el líquido aglutinante a la materia pulverulenta, etc. (véanse en particular las patentes FR1556285, US 3969100, US 4031175 y US 4235618).

Sin embargo, en una granulación por vía húmeda, los gránulos, una vez formados, se deben secar después a fin de garantizar su estabilidad para su manipulación ulterior, pero también a fin de evitar su estallamiento durante su introducción en el horno de fusión, debido a la evaporación brutal del agua que contienen. El contenido en agua de las materias primas utilizadas para la fabricación del vidrio y destinadas a introducirse en el horno de fusión en forma de gránulos, es clásicamente del orden de 2 a 6% en peso.

La etapa de secado de los gránulos "húmedos" se produce en una secadora de tipo, por ejemplo, de tambor rotativo o de lecho fluidizado, y permite obtener unos gránulos "secos" que presentan una cantidad en agua ideal.

La producción convencional de gránulos secos, mediante una granulación por vía húmeda, necesita así dos etapas bien distintas (granulación y secado) y requiere por lo tanto un granulador independiente de una secadora así como las etapas de manipulación suplementaria (transferencia) que resultan de ello. Este procedimiento presenta así algunos inconvenientes, principalmente desde un punto de vista de la manipulación. En efecto, las etapas de manipulación suplementaria debido a la transferencia del granulador a la secadora son delicadas:

- las materias pulverulentas a las que se añade el aglutinante líquido "pegajoso" fuertemente y los gránulos húmedos, productos intermedios en este procedimiento, son difíciles de manipular y de sacar del granulador;

- los gránulos húmedos son de baja resistencia, de manera que se rompen frecuentemente durante su transporte a

la secadora, pero también durante su secado.

Además, un inconveniente principal de este procedimiento es la energía necesaria a fin de secar los gránulos húmedos, lo que disminuye la ganancia energética obtenida gracias a la granulación en el caso particular de las materias primas del vidrio.

Existe también un equipamiento único que permite la granulación y el secado, pero estas dos etapas no pueden ser, no obstante, realizadas al mismo tiempo y deben ser consecutivas. Incluso si permite, al menos parcialmente, librarse de los inconvenientes relacionados con la manipulación y la transferencia, este tipo de equipamiento no permite en ningún caso evitar el principal inconveniente energético debido al secado en sí.

### 3. Objetivos de la invención

La invención tiene en particular por objetivo paliar los inconvenientes del estado de la técnica resolviendo el o los problemas técnicos, a saber el consumo energético y la manipulación adicional requerida por la etapa de secado.

Más precisamente, un objetivo de la invención, en al menos uno de sus modos de realización, es proporcionar un procedimiento eficaz de granulación por vía húmeda que permite librarse de la etapa de secado acompañada de sus inconvenientes antes citados.

Otro objetivo de la invención, en al menos uno de sus modos de realización, es proporcionar un procedimiento de granulación por vía húmeda que permite obtener unos gránulos con un porcentaje de humedad que garantiza su estabilidad y su facilidad de manipulación, así como un porcentaje residual de partículas finas no granuladas relativamente bajo.

Finalmente, un objetivo de la invención es también proporcionar una solución a las desventajas de la técnica anterior que sea simplificada y económica.

### 4. Exposición de la invención

Conforme a un modo de realización particular, la invención se refiere a un procedimiento de fabricación de gránulos a partir de materias pulverulentas.

Según la invención, el procedimiento de fabricación de gránulos a partir de materias pulverulentas comprende las etapas sucesivas siguientes:

- las materias pulverulentas a granular son divididas en al menos dos porciones, una primera porción y una segunda porción;
- un líquido aglutinante se añade a dicha primera porción de materias pulverulentas;
- la primera mezcla así obtenida se aglomera en un granulador a fin de obtener unos gránulos (a);
- la segunda porción de materias pulverulentas se añade en dicho granulador;
- la nueva mezcla obtenida se aglomera en el granulador a fin de obtener unos gránulos (b);

y por que dicha primera porción de materias pulverulentas representa como máximo el 75% en peso de las materias pulverulentas a granular.

Así, el procedimiento de la invención permite solucionar los inconvenientes de los procedimientos de granulación por vía húmeda de la técnica anterior y resolver el o los problemas técnicos planteados. En efecto, los inventores han puesto en evidencia que era posible librarse de la etapa de secado convencionalmente utilizada en el estado de la técnica, secuenciando de manera particular la etapa de granulación propiamente dicha.

La invención se basa por lo tanto sobre un enfoque muy nuevo e inventivo ya que permite obtener en un granulador, al final del procedimiento de la invención, unos gránulos que presentan un contenido en agua adecuado sin recurrir a una etapa suplementaria de secado acompañada de los inconvenientes que resultan de ello.

Según el procedimiento de la invención, las materias pulverulentas a granular se dividen en al menos dos porciones: una primera porción y una segunda porción.

En uno de los modos de realización particulares de la invención, la primera porción de materias pulverulentas tiene una composición idéntica a la de la segunda porción de materias pulverulentas. El procedimiento de fabricación de gránulos según la invención se denomina en este caso "granulación homogénea".

En otro modo de realización particular de la invención, la primera porción de materias pulverulentas tiene una composición diferente de la de la segunda porción de materias pulverulentas. El procedimiento de fabricación de gránulos según la invención se denomina en este caso "granulación heterogénea". En este tipo de granulación, es entonces posible combinar selectivamente dentro de un mismo gránulo unos componentes particulares de un "lote" de materias pulverulentas. En el caso particular en el que las materias pulverulentas están constituidas de materias vitrificables, este tipo de granulación heterogénea permite también mejorar algunos parámetros de fusión tales como un aumento suplementario del rendimiento de fusión o una disminución más importante del fenómeno de segregación. La dosificación selectiva de materias primas vitrificables permite en efecto, como se explica en la solicitud de patente US2005/0022557 A1, controlar los caminos de reacciones que existen en el sistema ternario CaO-Na<sub>2</sub>O-SiO<sub>2</sub>. En esta solicitud, algunas materias primas están combinadas en un primer "lote" de gránulos y otras materias primas están combinadas en un segundo "lote" de gránulos. Los dos lotes de gránulos se unen después simplemente antes de ser horneados. Este procedimiento de dosificación selectiva necesita por lo tanto dos granulaciones distintas y multiplica así las etapas a efectuar y la manipulación. Ventajosamente, el procedimiento de fabricación de gránulos según la invención permite realizar una granulación heterogénea de materias primas pulverulentas en una sola granulación, formando unos gránulos que presentan cada uno en su núcleo al menos dos composiciones diferentes y localizadas de materias primas.

Otras características y ventajas de la invención aparecerán más claramente a la lectura de la descripción siguiente de modos de realización preferidos, dados a título de simples ejemplos ilustrativos y no limitativos.

#### 5. Descripción de un modo de realización de la invención

El procedimiento de la invención es un procedimiento de fabricación de gránulos a partir de materias pulverulentas. Por materia pulverulenta, se entiende un compuesto que están en forma de polvo y que comprende una proporción significativa de partículas denominadas "finas". El diámetro medio de estas partículas finas es típicamente inferior a aproximadamente 100 micrones.

Según la invención, las materias pulverulentas a granular tienen una cantidad en agua comprendida entre alrededor del 0 y alrededor del 4% en peso. Preferentemente, las materias pulverulentas a granular tienen una cantidad en agua entre el 0 y alrededor del 1% en peso.

Según un modo de realización particular, las materias pulverulentas están constituidas de materias primas destinadas a la fabricación de vidrio en un horno de fusión o materias vitrificables. Típicamente, estas materias vitrificables comprenden, entre otras, arena de sílice, piedra caliza, dolomita, alúmina, feldespato, carbonato de sodio. Otros ingredientes están también frecuentemente presentes en estas materias vitrificables, tales como unos colorantes (óxido de hierro, de cobalto, de cromo, etc.) y elementos denominados formadores (PbO, MgO, ZnO, BaO, etc.). En el caso de este modo de realización, los gránulos obtenidos mediante el procedimiento de la invención están destinados a introducirse ulteriormente en un horno de fusión, bien inmediatamente después de su fabricación o bien después de un periodo de almacenamiento.

Según la invención, las materias pulverulentas a granular son divididas en al menos dos porciones: una primera porción y una segunda porción. De manera preferida, la primera porción de materias pulverulentas representa el menos del 25% en peso de las materias pulverulentas a granular. Según la invención, representa como máximo el 75% en peso de las materias pulverulentas a granular.

La granulación según la invención se puede llevar a cabo en cualquier tipo de granulador conocido tal como, por ejemplo, un granulador de tambor, una placa granuladora, o un mezcladora-granuladora de tipo de paletas, de turbina, de doble cono, de cintas, etc.

El líquido aglutinante utilizado en la presente invención comprende preferentemente agua. Preferiblemente, comprende también uno o varios aditivos. Como ejemplo de líquidos aglutinantes apropiados, se citará una solución acuosa de sosa cáustica, de silicato de sodio o de otra sal de sodio. Se prefiere particularmente una solución acuosa de silicato de sodio.

El líquido aglutinante puede ser previamente añadido a la primera porción de materias pulverulentas en una mezcladora. La mezcla húmeda así obtenida se envía después al granulador. Preferiblemente, según la invención, el líquido aglutinante se añade directamente al granulador a la primera porción de materias pulverulentas. El líquido aglutinante según la invención se puede añadir a la primera porción de materias pulverulentas clásicamente por pulverización, incluso por aspersion en el granulador.

La cantidad de líquido aglutinante añadida a la primera porción de materias pulverulentas está comprendida entre el 8 y el 20% en peso de dicha primera mezcla. Preferentemente, la cantidad de líquido aglutinante añadida a la primera porción de materias pulverulentas está comprendida entre el 8 y el 16% en peso de dicha primera mezcla.

El líquido aglutinante y la primera porción de materias pulverulentas forman, en el interior del granulador, dicha primera mezcla.

Según la invención, la primera mezcla obtenida a partir del líquido aglutinante y de la primera porción de materias pulverulentas se compacta en un granulador. Durante esta etapa, la mezcla se mezcla vigorosamente, las materias pulverulentas se aglomeran y el resulta son gránulos (a) que se denominan "húmedos" (por comparación con los gránulos (b) obtenidos en la última etapa del procedimiento). Antes de la compactación, la mezcla se puede calentar (clásicamente, por ejemplo, entre 70 y 85°C).

Cuando se forman los gránulos (a) húmedos, la segunda porción de materias pulverulentas se añade al granulador a dichos gránulos (a). Los gránulos (a) y la segunda porción de materias pulverulentas forman, en el interior del granulador, dicha nueva mezcla.

Según la invención, la nueva mezcla obtenida a partir de los gránulos (b) y de la segunda porción de materias pulverulentas se aglomera en el granulador. El resultado de esta etapa son gránulos (b) denominados "secos" (por comparación con los gránulos (a)). Antes de la compactación, la nueva mezcla se puede calentar también (clásicamente por ejemplo entre 70 y 85°C).

Los gránulos (b) según la invención poseen una cantidad media en agua ideal para su manipulación y su estabilidad mecánica, comprendida entre el 2 y el 6% en peso. Preferiblemente, los gránulos (b) poseen un contenido en agua comprendido entre el 3 y el 5% en peso.

Los gránulos (b) según la invención poseen un tamaño que varía entre 0,1 y 8 mm. Por tamaño, se entiende designar la mayor dimensión de un gránulo.

En un modo de realización de la invención, la primera porción de materias pulverulentas tiene una composición diferente de la de la segunda porción de materias pulverulentas, se realiza entonces una granulación heterogénea. En este modo de realización, unos gránulos (a) homogéneos en la composición A se forman en primer lugar a partir de la primera porción de materias pulverulentas de la composición A. La segunda porción de materias pulverulentas de la composición B se añade entonces al granulador y se obtienen entonces unos gránulos (b) heterogéneos. Están constituidos de un "núcleo" de composición A recubierto por una ganga de la composición B. Según este modo de realización de la invención, el lote de materias pulverulentas a granular puede dividirse en más de dos porciones, a fin de obtener unos gránulos heterogéneos que comprenden un núcleo recubierto de varias gangas diferentes.

Otros detalles y características ventajosas destacarán a continuación a partir de la descripción de los ejemplos no limitativos de realización de un procedimiento según la invención.

Ejemplos (conformes a la invención)

Ejemplo 1 (granulación homogénea) – Se han fabricado unos gránulos según el procedimiento de la invención a partir del lote de materias pulverulentas siguiente:

40

Materias primas	% en peso
Arena de sílice	69
Carbonato de sosa	30
Sulfato de sodio	0,4
Alúmina	0,6

El contenido de agua inicial del lote inicial es inferior al 1% en peso.

El lote se ha separado en dos porciones de misma composición: una primera porción que corresponde al 45% en peso del lote inicial y una segunda porción que corresponde al 55% en peso del lote inicial.

La primera porción se introdujo en un granulador de tipo tambor rotativo. Una solución acuosa de silicato de sodio,  $\text{Na}_2\text{O} \cdot x\text{SiO}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$  con  $x = 3,4$  a  $2,5$  en peso se añadió después en el granulador por pulverización mientras que el granulador estaba en modo rotación. La cantidad de solución de silicato de sodio añadida era del 10% en peso con respecto a la mezcla solución/primer porción de materias primas y la duración de rotación del granulador era de aproximadamente 10 minutos. Se obtuvieron así unos gránulos "húmedos".

La segunda porción se introdujo después en el granulador de los primeros gránulos formados mientras que el granulador estaba en modo rotación. La duración de rotación del granulador era esta vez de aproximadamente 2 minutos.

Se recogieron así unos gránulos que presentan un contenido medio en agua del 4,5% en peso. Presentan un tamaño que varía de aproximadamente 0,1 mm a aproximadamente 5 mm. Presentan una buena estabilidad y una resistencia suficiente durante su manipulación y, en el tiempo, durante su almacenamiento. Además, la cantidad de partículas "finas" presente en el granulador al final de procedimiento de granulación es muy baja.

60

Ejemplo 2 (granulación heterogénea) –Se han fabricado unos gránulos según el procedimiento de la invención a partir del lote de materias pulverulentas siguiente:

Materias primas	% en peso
Arena de sílice	61,3
Piedra caliza	18,0
Carbonato de sosa	19,0
Sulfato de sodio	0,4
Alúmina	1,3

5

El contenido en agua inicial del lote inicial es inferior al 1% en peso.

La primera porción de materias primas que corresponde al 34% en peso del lote inicial es de composición siguiente:

Materias primas	% en peso
Arena de sílice	15,9
Piedra caliza	18,0
Carbonato de sosa	0
Sulfato de sodio	0
Alúmina	0

10

La cantidad de solución acuosa de silicato de sodio al 2,5% en peso añadida era del 12% en peso con respecto a la mezcla solución/primer porción de materias primas.

15

La segunda porción restante correspondiente al 66% en peso del lote inicial y de composición diferente de la primera porción:

Materias primas	% en peso
Arena de sílice	45,4
Piedra caliza	0
Carbonato de sosa	19,0
Sulfato de sodio	0,4
Alúmina	1,3

20

Se recogieron así unos gránulos heterogéneos que presentan un contenido medio en agua de alrededor del 4% en peso y que presenta un tamaño que varía de aproximadamente 0,1 a aproximadamente 4 mm. Estos gránulos están constituidos de un núcleo compuesto de arena y de piedra caliza rodeado de una ganga compuesta principalmente de arena y de carbonato de sosa.

25

La cantidad de partículas finas presentes en el granulador al final de procedimiento de granulación es también muy baja. En efecto, el lote de materias pulverulentas inicial presentaba un porcentaje elevado de partículas finas (diámetro medio < 100  $\mu\text{m}$ ), del orden del 50% en peso. Después de la granulación según la invención, este porcentaje es de aproximadamente el 8% en peso de los gránulos finales del ejemplo 2.

30

Los ejemplos 1 a 2 muestran bien que la invención proporciona un procedimiento eficaz de granulación por vía húmeda que permite limitar, incluso suprimir, la necesidad de la etapa de secado. Se obtuvieron unos gránulos con unos contenidos en agua ideal para su manipulación fácil y su estabilidad mecánica así como con un porcentaje residual de partículas finas no granuladas relativamente bajo, utilizando únicamente un granulador, sin secadora. Se pudieron obtener también unos gránulos heterogéneos que permiten una dosificación selectiva mediante una sola granulación.

35

Por supuesto, la invención no está limitada a estos ejemplos de realización anteriores, se pueden aportar unas variantes de realización sin salirse del ámbito de la invención tal como se define mediante las reivindicaciones.

**REIVINDICACIONES**

- 5 1. Procedimiento de fabricación de gránulos a partir de materias pulverulentas, caracterizado por que comprende las etapas sucesivas siguientes:
- las materias pulverulentas a granular se dividen en al menos dos porciones, una primera porción y una segunda porción;
  - un líquido aglutinante se añade a dicha primera porción de materias pulverulentas;
  - 10 - la primera mezcla así obtenida se aglomera en un granulador a fin de obtener unos gránulos (a);
  - la segunda porción de materias pulverulentas se añade en dicho granulador;
  - 15 - la nueva mezcla obtenida se aglomera en el granulador a fin de obtener unos gránulos (b);
- y por que dicha primera porción de materias pulverulentas representa como máximo el 75% en peso de las materias pulverulentas a granular.
- 20 2. Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por que las materias pulverulentas están constituidas de materias primas destinadas a la fabricación de vidrio en un horno de fusión.
3. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que dicha primera porción de materias pulverulentas representa al menos el 25% en peso de las materias pulverulentas a granular.
- 25 4. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que el líquido aglutinante comprende agua.
5. Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por que el líquido aglutinante comprende uno o varios aditivos.
- 30 6. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que la cantidad de líquido aglutinante añadida está comprendida entre el 8 y el 20% en peso de la primera mezcla.
- 35 7. Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por que la cantidad de líquido aglutinante añadida está comprendida entre el 8 y el 16% en peso de la primera mezcla.
8. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que los gránulos (b) poseen un contenido en agua comprendido entre el 2 y el 6% en peso.
- 40 9. Procedimiento según la reivindicación anterior, caracterizado por que los gránulos (b) poseen un contenido en agua comprendido entre el 3 y el 5% en peso.
- 45 10. Procedimiento según una de las reivindicaciones anteriores, caracterizado por que dicha primera porción de materias pulverulentas tiene una composición idéntica a la de dicha segunda porción de materias pulverulentas.
- 50 11. Procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 9, caracterizado por que dicha primera porción de materias pulverulentas tiene una composición diferente de la de dicha segunda porción de materias pulverulentas.