

401055

P.- 50.513

BD'-OBE 228

24 ABR 1972



Memoria descriptiva

Int. Cl.²: C03C

para solicitar PATENTE DE INVENCION por 20 años

a nombre de BOUSSOIS SOUCHON NEUVESEL

entidad de nacionalidad sociedad anónima francesa

con domicilio en 22, Boulevard Malesherbes, París, Francia.

por: "PROCEDIMIENTO DE FABRICACION DE UNA COMPOSICION VI-TRIFICABLE"

(Clase Internacional C03c)

15.4.72



La presente invención concierne a un procedimiento para la fabricación de una composición vitrificable que permite la elaboración de vidrios de naturaleza diversa, tales como vidrios sodocálcicos, borosilicatados, y aluminosilicatados. Esta invención apunta también la instalación para la ejecución de este procedimiento con vistas a fabricar la mencionada composición.

Numerosos pasos han sido dados hasta el presente con vistas a mejorar la fusión de las mezclas vitrificables que sirven para la elaboración del vidrio. Estas investigaciones han conducido particularmente a:

- la composición de la mezcla vitrificable, pudiendo ésta en particular comprender diversos coadyuvantes tales como: escoria de alto horno, lejías alcalinas en las cuales puede por otro lado estar disuelta alúmina;
- la presentación física de la mezcla vitrificable, bajo forma especialmente de briquetas, de pastillas o de gránulos.

Es conocido que la presentación física de la composición vitrificable bajo forma de elementos aglomerados, tales como briquetas o gránulos, permite aumentar notablemente la velocidad de fusión de la mezcla vitrificable.

Para asegurar el briquetado o la granulación de una composición vitrificable, es conocido utilizar diversos métodos tales como retorcido seguido de un troceado, prensado o compactado. Sin embargo, estos métodos no pueden convenir prácticamente si son directa-



mente aplicadas a una mezcla vitrificable de granulometría usual, porque resulta de ello un desgaste excesivo del material de fabricación. Además la duración de preparación no es despreciable y en caso de producción a gran escala, es preciso un material de preparación demasiado importante y costoso.

Se ha propuesto igualmente para remediar este inconveniente, utilizar como aparatos de granulación el tambor rotativo o la solera granuladora. La experiencia muestra sin embargo que estos no pueden ser utilizados prácticamente con composiciones vitrificables usuales cuya granulometría es poco fina y se extiende sobre una larga gama (de 0,1 a 2 mm aproximadamente). De ello resulta un mal rendimiento de la solera granuladora lo que exige un recirculado de productos, complica los circuitos y aumenta el precio de costo de manera prohibitiva. El recurso de la solera granuladora está pues excluido en fabricación industrial, si no se puede asegurar que el rendimiento de ésta es prácticamente igual al 100%.

Para remediar estas limitaciones, se ha previsto efectuar una trituración previa de la mezcla vitrificable antes de su elaboración en elementos independientes.

Esta trituración puede ser efectuada de dos maneras distintas:

a) por trituración separada de cada una de las materias primas. Según un procedimiento propuesto, los constituyentes y particularmente las materias más difícilmente fusibles, tales como la sílice, son trituradas a una



finura tal que más del 50% de estos tengan una dimen-
sión inferior a 20 micras. Esta condición se traduce en
tratamientos muy costosos, y en numerosas servidumbres
(análisis granulométricos múltiples y frecuentes, nece-
sidad de un alto grado de pureza, ausencia de hierro -no
5 pudiendo este último ser introducido por las bolas de
triturado- riesgos de volatilización, dificultades de
transporte y de mezcla). La experiencia ha mostrado ade-
más que si las partículas tienen la finura anteriormen-
10 te apuntada, la velocidad de fusión disminuye, de mane-
ra paradójica, sin duda a causa de un fritado superfi-
cial de la composición en el baño, que se opone al des-
prendimiento de los gases. Por todas estas razones, tal
procedimiento no ha recibido aplicación práctica.

15 b) Por trituración del conjunto de la mezcla vitrifica-
ble. Esta trituración simultánea de los constituyentes
de la mezcla, por ejemplo por medio de un triturador a
bolas, es seguida según una técnica conocida, por una
granulación en tambor rotativo. Se ha propuesto igual-
20 mente utilizar, como se ha indicado más arriba, la so-
lera granuladora para asegurar la formación de gránu-
los. Si el uso de este aparato es clásico en la indus-
tria del cemento, no es lo mismo en la industria del
vidrio, porque la experiencia ha demostrado que era di-
25 fícil de obtener un rendimiento muy elevado del aparato.
Así con una mezcla vitrificable en la que más del
50% de los constituyentes tuvieran una dimensión infe-
rior a 20 micras, el rendimiento de la granulación en
la solera granuladora sería inferior al 50%, lo que ne-
30 cesitaría un recirculado de productos y limitaría el ren



dimiento horario de la fabricación.

La presente invención apunta a remediar estos inconvenientes y limitaciones.

Según la invención, el procedimiento de fabricación de una composición vitrificable consistente en triturar una mezcla de productos tales como arena, caliza, dolomía, carbonatos y otros productos vitrificables está caracterizado porque se utiliza una mezcla triturada que responde a las condiciones de finura siguientes:

- su superficie específica está sensiblemente comprendida entre 1500 y 7500 cm^2/g y preferentemente entre 2800 y 6000 cm^2/g ;

- la repartición granulométrica de sus constituyentes es tal que el rechazo en tamiz de mallas de 150 micras esté sensiblemente comprendido entre 0 y 35 y preferentemente entre 0,5 y 12%.

La experiencia ha mostrado, en efecto, que estas condiciones, cuando se verificaban conjuntamente, permitían aumentar de forma notable la velocidad de fusión de la composición. La referencia al tamiz de mallas de 150 micras es debida a que este tamiz es comúnmente empleado para caracterizar la granulometría de la mezcla.

Preferentemente, la mezcla triturada es puesta bajo la forma granulada gracias a la incorporación de un aglomerante, formado al menos en parte por los óxidos que entran en la composición del vidrio, que confiere la solidez mecánica deseable y evita la formación de polvos. El aglomerante puede estar constituido de forma



en sí misma conocida por silicato de sodio o por una lejía alcalina de sodio o de potasio.

En el interior de la horquilla preferida (2800-6000 cm^2/g y rechazo en el tamiz de 150 micras comprendido entre 0,5 y 12%), la experiencia ha mostrado este resultado inesperado, que incluso en condiciones industriales habituales (es decir sin control severo de condiciones operatorias), el rendimiento de la granulación con el aparato llamado solera granuladora se establecía en la proximidad inmediata del 100%. La correlación inesperada de las condiciones de finura de la composición vitrificable para el aumento de la velocidad de fusión y del rendimiento sensiblemente unitario de la granulación en la solera granuladora en condiciones industriales, constituye uno de los descubrimientos que es la base de la presente invención.

La experiencia ha mostrado aún que incluso en el exterior de la horquilla preferida anteriormente definida, era igualmente posible efectuar una granulación en la solera granuladora, en laboratorio y a baja producción, con un rendimiento conveniente con tal que se controle la granulación con un cuidado particular.

Según una realización preferida de la invención, para la fabricación de un vidrio sodo-cálcico con un aglutinante constituido por silicato de sodio o cal apagada, se utiliza una mezcla que responde a las características siguientes después de la trituración y antes de la granulación:



	<u>Valores extremos</u>	<u>Valores preferidos</u>
Superficie específica	1500-7500 cm ² /g	3500-6000 cm ² /g
Repartición granulométrica:		
5 Rechazo a 315 micras	0 - 3%	0 - 1%
Rechazo a 150 micras	0 - 35%	0,5- 5%
Rechazo a 100 micras	3 - 60%	10 - 25%
Rechazo a 60 micras	15 - 75%	20 - 50%

Siempre en el caso de un vidrio sodo-cálcico, se puede utilizar como aglutinante una lejía alcalina (de sodio o de potasio), reemplazando el 25 a 50% como máximo del total de cuerpos alcalinos y en este caso, se utiliza una mezcla triturada que responde a las características preferenciales siguientes, después del triturado pero antes de la granulación:

15 Superficie específica	de 2800 a 6000 cm ² /g
Rechazo a 315 micras	0 a 3 %
Rechazo a 150 micras	0,5 a 12%
Rechazo a 100 micras	10 a 30%

20 Estas características preferidas, enunciadas para cada uno de los aglutinantes precitados, permiten obtener un rendimiento de granulación sensiblemente igual al 100%.

25 En lo que concierne a la repartición granulométrica, la experiencia ha mostrado que el rechazo a 150 micras era la característica más crítica.

30 Según otra característica preferida, la repartición granulométrica es tal que el porcentaje de partículas que tienen dimensiones inferiores a 20 micras es a lo sumo igual al 30%.



24 APR 1972

Un tercer factor a tomar en consideración, a título preferido, es la homogeneidad de la composición vitrificable granulada. Esta homogeneidad está para cada gránulo, sensiblemente comprendida entre $\pm 1,5\%$.

5 El cumplimiento de este factor de homogeneidad se traduce por el hecho de que se vuelve a encontrar en cada gránulo (cuyo diámetro está ventajosamente comprendido entre 8 y 12 mm y el peso de 0,5 a 1 g), la composición global de la mezcla vitrificable a casi $\pm 1,5\%$.

10 La experiencia ha mostrado que la invención permitía obtener con composiciones vitrificables del género precitado las ventajas técnicas siguientes:

15 a) Un aumento sorprendente de la velocidad de fusión, de 85 a 110%, según la finura de la mezcla vitrificable triturada, en los límites compatibles de la granulación con relación a la utilización de composiciones no trituradas y no granuladas. Refiriéndose a las mismas composiciones no trituradas y no granuladas, los procedimientos conocidos darían un aumento posible de
20 la velocidad de fusión de 30 a 60% solamente.

b) Para una superficie específica dada de la mezcla vitrificable triturada, una tasa menor de desgaste de bolas y de armaduras del triturador, así como un consumo de energía más débil que si se triturase separadamente
25 cada uno de los constituyentes.

c) Una excelente resistencia mecánica de los gránulos que entraña la supresión de polvos en el curso de las manipulaciones.

d) En el caso en que la composición es granulada con un
30 aglomerante, el hecho de que las condiciones especifi-



cas permiten obtener, en el caso de una granulación en la solera granuladora, un rendimiento igual al 100%, lo que influye considerablemente sobre el interés económico del procedimiento. La invención utiliza así la correlación fortuita entre las condiciones de finura y de re-
 5 partición granulométrica óptimas para la fusión de la mezcla de una parte y para su granulación por otra.

El conjunto de estas ventajas permite, para los vidrios sodo-cálcicos usuales, en las condiciones
 10 de fabricación actuales, doblar la tirada de los hornos, o para una tirada igual, fabricar los vidrios llevándolos a temperaturas más bajas, lo que entraña un consumo de energía menor así como un alargamiento de la duración de vida de los hornos. Para los vidrios poco fu-
 15 sibles, tales como los alumino-silicatos, basta alcanzar una temperatura de fusión comparable a la de los vidrios sodo-cálcicos en las condiciones actuales.

Se va a detallar ahora a título de ejemplos no limitativos ciertos modos de realización particulares de la invención.
 20

La invención se aplica en primer lugar a los vidrios sodo-cálcicos que representan el 90% aproximadamente de la producción vidriera mundial. Estos vidrios tienen por constituyentes principales sílice, óxi-
 25 dos alcalinos y alcalino-térreos, y alúmina y responden sensiblemente a las proporciones siguientes:

	SiO ₂	66 a 75%
	Oxidos alcalinos	
	(Na ₂ O, K ₂ O)	8 a 18%
30	Oxidos alcalino-térreos	



(CaO, MgO, BaO) 6 a 15 %
 Alúmina 0,5 a 3,5 %

Con estas mezclas, los aglutinantes utilizables son:

5 - la sosa y la potasa bajo forma de lejías, representan del 20 al 40% del total de los óxidos alcalinos contenidos en el vidrio.

10 - el silicato de sodio (SiO_3Na_2) que representa del 5 al 20% del total de los óxidos alcalinos contenidos en el vidrio.

- la cal apagada $\text{Ca}(\text{OH})_2$ que representa del 50 al 100% del total del óxido de calcio contenido en el vidrio.

15 La utilización del silicato de sodio o de la cal apagada como aglomerante no cambia, como ha sido indicado, las características de finura de la mezcla vitrificable triturada, cuando se quiere obtener un rendimiento de granulación del 100% aproximadamente. Por el contrario la utilización de lejías alcalinas para una granulometría comparable facilita la granulación y
 20 permite aumentar la velocidad de fusión.

Ejemplo 1.-

Para obtener 1000 g de un vidrio de cristal cuyos diferentes constituyentes en peso de óxidos, en porcentaje, son los siguientes:

25	SiO_2	70,70
	Al_2O_3	0,65
	Na_2O_3 }	14,65
	K_2O }	
	CaO	9,85
30	MgO	3,95

SO₃ 0,20

se parte de la composición siguiente:

	Arena	678,50 g
	Caliza	63,71 g
5	Dolomía	197,48 g
	Feldespató	20,70 g
	CO ₃ Na ₂	203,50 g
	SO ₄ Na ₂	21,26 g
10	SiO ₃ Na ₂ (aglutinante)	30,60 g

Esta composición está preparada para responder a las condiciones de finura siguientes, después del triturado y homogeneización pero antes de la granulación:

	Superficie específica:	4300 cm ² /g
15	Rechazo a 315 micras:	0 %
	Rechazo a 150 micras:	1,5 %
	Rechazo a 100 micras:	12,5%

La homogeneidad de los gránulos está establecida en $\pm 1,2\%$.

La resistencia de los gránulos después del secado en una corriente de aire a 50°C es de 8 kg.

Si se compara, por el método de A. y F. PONS descrito en la comunicación 56 del 7º Congreso Internacional del Vidrio (Bruselas 1965), la velocidad de fusión de la mezcla vitrificable preparada según la invención con la de la misma mezcla no triturada y no granulada, se constata una mejora del 85%.

Si se lleva, por medio de una trituración más fina, la velocidad a un valor tal que la superficie específica sea igual a 5800 cm²/g, se obtiene un aumento



de la velocidad de fusión de 110% con relación a la misma mezcla no triturada y no granulada.

5 Sin embargo más allá de una cierta finura el tiempo de trituración es demasiado importante y no compensa ya la ventaja resultante de una velocidad de fusión más grande.

10 Conjuntamente la experiencia ha mostrado que las mezclas anteriores conformes a la invención permitirían obtener en la solera granuladora un rendimiento de granulación (definido por la proporción de la cantidad de gránulos que salen a la cantidad de materia pulverulenta introducida) igual al 100%.

15 Los gránulos según la invención presentan una resistencia notable a la abrasión, como lo han mostrado los ensayos comparativos siguientes:

20 Se han realizado gránulos que corresponden a mezclas vitrificables por una parte y a tierra de fábrica de cemento por otra que tienen la misma superficie específica. Estos gránulos han sido introducidos en un tambor de 100 mm de diámetro y de 225 mm de longitud cuya superficie exterior está constituida por un tamiz de malla igual a 1,2 mm y que gira a 1 vuelta/minuto.

25 La resistencia a la abrasión comparada en % de materia que sale del tambor por las mallas del tamiz se establece así:



	<u>Número de vueltas</u>	<u>Gránulos de vidriería</u>	<u>Gránulos de fabrica de cemento</u>
	25	0,003	0,3
5	50	0,005	0,6
	75	0,009	1,0
	100	0,011	2,5

10 La medida de la homogeneidad al nivel de los gránulos puede ser hecha por medio de un calcímetro, en el cual se envía la materia de un gránulo previamente triturado, habiendo sido contrastado este calcímetro en función del análisis químico completo de la composición vitrificable. A título indicativo, la tasa de homogeneidad de $\pm 1,5\%$ especificada por la invención para la composición de cada gránulo debe ser comparada con la tasa $\pm 3\%$ señalada sobre las muestras de 100 g de mezclas vitrificables usuales.

15 Ejemplo 2.-

20 Para obtener 1000 g de un vidrio de botellas resistente a la presión y donde los diferentes constituyentes en peso de óxidos, en porcentaje, son los siguientes:

	SiO ₂	70,85
25	Al ₂ O ₃	2,54
	TiO ₂	0,19
	Fe ₂ O ₃	0,08
	CaO	9,28
	MgO	1,57
30	Na ₂ O	15,19
	K ₂ O	



SO₃ 0,30

se parte de la composición siguiente:

	Arena	625 g
	Feldespatos	140 g
5	Caliza	138 g
	Dolomía	42 g
	Carbonato de sodio	203 g
	Sulfato de sodio	16 g
	Silicato de sodio	
10	(aglomerante)	30,4 g

Después de la trituration y homogeneización pero antes de la granulacion, esta composición responde a las condiciones de finura siguientes:

	Superficie específica	3600 cm ² /g
15	Repartición granulométrica:	
	Rechazo a 315 micras	0,5 %
	Rechazo a 150 micras	2 %
	Rechazo a 100 micras	13 %
	Homogeneidad	± 1,5 %

20 Ejemplo 3.-

Para obtener el mismo vidrio del ejemplo 1, utilizando la lejía de sosa al 50% como aglutinante, se parte de la composición siguiente:

	Arena	697,50 g
25	Caliza	63,71 g
	Dolomía	197,48 g
	Feldespatos	20,70 g
	CO ₃ Na ₂	141,95 g
	SO ₄ Na ₂	21,26 g
30	Se utiliza por otro lado, al nivel de la so-	



lera granuladora una solución acuosa de sosa caústica (lejía de sosa al 50%) a razón de 131,00 g.

Después de la trituración y homogeneización pero antes de la granulación, esta composición responde a las características de finura siguientes:

5	Superficie específica	4150 cm ² /g
	Repartición granulométrica:	
	Rechazo a 315 micras	0,5 %
	Rechazo a 150 micras	0,7 %
10	Rechazo a 100 micras	15,5 %
	Homogeneidad	± 1,5 %

Después de la granulación y secado de los gránulos a 110°C durante 30 minutos, la resistencia de los gránulos es de 10 kg.

15 Si se compara la velocidad de fusión de la mezcla así preparada con la de la misma mezcla no triturada y no granulada, se constata una mejora de 90%, mientras que el rendimiento de la granulación en la so- lera granuladora es del 100%.

20 Según otra particularidad de la invención, es tá previsto realizar mezclas vitrificables adaptadas pa ra realizar fácilmente la hidrólisis de los halogenu- ros alcalinos.

25 En estas condiciones, la composición está es- tablecida de forma que las sales alcalinas (carbonato y sulfato de sodio) sean reemplazadas por cloruro de sodio.

Ejemplo 4.-

30 En el marco de la aplicación antes citada, y para obtener el mismo vidrio que en el ejemplo 1, se



parte de la composición siguiente:

	Arena	678,50 g
	Caliza	77,00 g
	Dolomía	178,30 g
5	Feldespató	20,70 g
	Sal común	301,00 g
	Silicato de sodio (aglomerante)	30,60 g

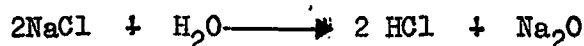
Después del triturado y homogeneización, la
10 composición presenta las características de finura si-
guientes:

	Superficie específica	4200 cm ² /g
	Repartición granulométrica:	
	Rechazo a 315 micras	0,8 %
15	Rechazo a 150 micras	1,2 %
	Rechazo a 100 micras	14,5 %

La homogeneidad es de \pm 1,3%

Después de un secado a 40°C, los gránulos que
20 encierran aún 7% de agua tienen una resistencia mecá-
nica de 8 kg.

El tratamiento de hidrólisis, que consiste en
enviar sobre los gránulos vapor de agua a razón de 2,5
kg a 5 kg por kg de mezcla vitrificable, es efectuado
durante una hora calentando progresivamente entre 200°C
25 y 790°C. La reacción de hidrólisis se escribe:



La tasa de cloro que queda en los gránulos
es inferior al 0,5%, de forma que el rendimiento de la
reacción de hidrólisis es superior al 99,5%.

30 Se puede explicar los resultados favorables

obtenidos en el marco de esta aplicación por el hecho de que los gránulos que salen de la solera granuladora tienen un contenido en agua variable (de 10 a 15% aproximadamente). Cuando se calientan estos gránulos, una parte del agua participa en la reacción de hidrólisis, mientras que la otra parte se elimina, pero creando en cada gránulo pequeñas venas que permiten al vapor de agua que participa en la reacción introducirse en el corazón del gránulo, todo ello permitiendo, además, a los gases residuales escaparse fácilmente. Estas condiciones favorecen al máximo la reacción de hidrólisis.

La invención se aplica también a los vidrios boro-silicatados. Se designa así a los vidrios cuyo contenido en B_2O_3 es superior al 5% y el contenido en óxidos alcalinos no sobrepasa el 10%.

Los aglutinantes utilizados con estos vidrios son los siguientes:

- sosa o potasa bajo la forma de lejías
 - silicatos alcalinos
 - cal apagada
- } 50 a 100% del total de los óxidos alcalinos contenidos en el vidrio.
- } 50 a 100% del total de CaO contenido en el vidrio.

Ejemplo 5.-

Para preparar 1000 g de un vidrio Pyrex en el que los diferentes constituyentes, en peso de óxidos, en porcentaje, son los siguientes:

SiO_2	79,42
B_2O_3	12,60
Al_2O_3	2,92
CaO	0,42
Na_2O	3,66



K_2O 0,98

se parte de la composición siguiente:

5	Arena	795,40 g
	Caliza	8,00 g
	Alúmina hidratada	46,72 g
	CO_3K_2	14,60 g
	Acido bórico	223,00 g
	Silicato de sodio (aglutinante)	72,00 g

10 Después del triturado y homogeneizado, pero antes de la granulación las características de finura de esta composición son las siguientes:

	Superficie específica	3500 cm^2/g
	Repartición granulométrica:	
15	Rechazo a 315 micras	0 %
	Rechazo a 150 micras	0,5 %
	Rechazo a 100 micras	14 %
	Homogeneidad	$\pm 1,3$ %

20 La invención se aplica además a los vidrios llamados alumino-silicatados, llevando estos vidrios como constituyentes principales, en peso de óxidos del vidrio fabricado:

	Sílice	55 a 80%
	Alúmina	10 a 30%
25	Oxido tal que MgO , CaO , ZnO	2 a 15%
	Oxido tal que Na_2O , K_2O , Li_2O	1 a 7%

30 Los aglutinantes utilizables son la sosa o la potasa, bajo la forma de lejías, o los silicatos alcalinos o la cal apagada. Estos aglutinantes pueden reemplazar, incluso en débil dosis, totalmente los carbona-



tos alcalinos o alcalino-térreos. En efecto la alúmina introducida bajo forma de caolín presenta propiedades aglutinantes notables, incluso en dosis débiles.

Ejemplo 6.-

5 Para preparar 1000 g de un vidrio alumino-silicatado donde los diferentes constituyentes, en peso de óxidos, en porcentaje, son los siguientes:

	SiO ₂	71,10
	Al ₂ O ₃	18,00
10	B ₂ O ₃	0,30
	CaO	0,28
	Na ₂ O	0,63
	Li ₂ O	3,55
	Sb ₂ O ₃	1,00
15	TiO ₂	2,00
	ZnO	1,80
	ZrO ₂	1,34

se parte de la composición vitrificable siguiente:

	Arena	516,00 g
20	Caolín	448,00 g
	Acido bórico	5,30 g
	Caliza	5,00 g
	CO ₃ Li ₂	87,33 g
	Sb ₂ O ₃	10,00 g
25	TiO ₂	20,00 g
	ZnO	18,00 g
	ZrO ₂	13,50 g
	Silicato de sodio (aglutinante)	12,00 g

30 Para fundir y afinar esta composición no tri-

21 APR 1972



turada y no granulada por los procedimientos conocidos, es necesaria una temperatura de 1680°C.

Después del triturado y homogeneización, pero antes de la granulación, la mezcla precitada responde a

5 las características siguientes:

Superficie específica 4260 cm²/g

Repartición granulométrica:

Rechazo a 315 micras 0 %

Rechazo a 150 micras 1 %

10 Rechazo a 100 micras 13 %

Homogeneidad ± 1,5%

Para fundir y afinar el vidrio a partir de la composición anterior granulada, es necesaria solamente una temperatura de 1530°C.

15 La invención, según otro de sus aspectos, concierne a un procedimiento de fabricación de mezclas vitrificables del género apuntado anteriormente.

Según la invención este procedimiento de fabricación, que comprende una pre-mezcla de la composición seguida de su trituración, está caracterizado por que se efectúa un recirculado hacia el triturador de gruesos granos liberados por éste y porque se regula las características del triturado y la tasa de recirculado de manera que se obtenga para la composición la finura especificada.

25 Para obtener del triturado la finura requerida, se puede, en el caso de un triturados a bolas, actuar especialmente sobre:

- el caudal de entrada de las materias primas
- las dimensiones de los granos recirculados y la tasa



de recirculado

- la velocidad de rotación del triturador
- la carga activa del triturador (cantidad y dimensiones de las bolas).

5 Según la invención, está previsto en particu-
 lar recircular los granos cuya dimensión sobrepase 150
 micras y asegurar una tasa de recirculado sensiblemente
 comprendida entre 2 y 10. Esto significa particularmen-
 te que la proporción entre la cantidad de granos dema-
 10 siado gruesos recirculados y la de materia prima entran-
 te en el triturador está comprendido entre los límites
 especificados.

15 El control de la superficie específica puede
 ser efectuado rápidamente por el aparato LEA y NURSE y
 el de la repartición granulométrica por medida rápida
 de los rechazos a los tamices de 150 micras y accesoria-
 mente 100 micras.

20 Las condiciones de reglaje son fijadas expe-
 rimentalmente sin dificultades por el técnico para una
 composición vitrificable dada, a fin de responder a las
 condiciones de finura especificadas por la invención.
 Una vez obtenidas estas condiciones, se esfuerza para
 mantenerlas durante todo el curso de la fabricación.

25 Preferentemente la trituración está precedida
 de un secado de la composición vitrificable, estando ase-
 gurado este secado ya por la llama de un quemador de pro-
 pano, ya por aire caliente. La temperatura del gas o del
 aire caliente varía según el contenido en humedad de la
 materia prima de 150 a 250°C aproximadamente.

30 Según una particularidad ventajosa del proce-

24 ABR 1972



dimiento, el conjunto de constituyentes de la composición, comprendida en ellos la fase que sirve de aglomerante, está sometida a un premezclado antes del triturado.

5 Este premezclado es preferentemente obtenido introduciendo estos constituyentes en una mezcladora de eje vertical (tal como una mezcladora EIRICH) durante un tiempo dado (3 a 5 minutos por ejemplo).

10 El premezclado previsto por la invención es notable debido a que no se añade agua en la mezcladora siendo la única fase acuosa presente la que proviene del aglomerante cuando éste está constituido por una lejía alcalina.

15 Según otra característica del procedimiento, éste comprende una etapa de homogeneización de la mezcla a la salida del triturador.

Esta operación es ventajosamente realizada por una mezcla-agitación de la materia prima triturada efectuada en lecho fluidificado.

20 Gracias a esta homogeneización previa a la granulación, las condiciones de homogeneidad previstas por la invención para los gránulos pueden ser más fácilmente respetadas.

25 Según una característica ventajosa del procedimiento, se añade a la mezcla vitrificable antes de la trituración y granulación un aglomerante constituido al menos en parte por uno de los óxidos que entran en la composición del vidrio.

30 Según otra particularidad importante de la invención, la mezcla de los constituyentes de la composición,

ción vitrificable es enviada a una solera granuladora para la granulación.

5 Esta composición puede ser rociada con agua o, como variante, cuando el aglomerante está constituido por una lejía alcalina ésta puede servir para rociar el resto de la composición.

10 Es conocido la utilización de una solera granuladora para asegurar la granulación de las composiciones vitrificables. Sin embargo este medio no había sido aplicado prácticamente en razón de la proporción importante de rechazo de la solera, cuando al contrario las condiciones de finura preferidas previstas por la invención permiten obtener industrialmente un rendimiento del 100% de la solera granuladora, lo que es un resultado inesperado.

15

El carácter crítico de las condiciones preferidas de finura previstas por la invención (superficie específica 2800-6000 cm²/g rechazo al tamiz de 150 micras comprendido entre 0,5 y 12%) está bien mostrado por los ensayos siguientes:

20

a) Superficie específica de 1500 cm²/g

Repartición granulométrica:

Rechazo a 315 micras 1%

Rechazo a 150 micras 32%

25 Rechazo a 100 micras 58%

En el laboratorio, con un personal especializado, se obtiene un rendimiento de granulación del 80% al precio de grandes dificultades.

30 A escala industrial, el rendimiento en la solera granuladora es del orden del 20%, siendo la homo-



geneidad de $\pm 10\%$, de forma que la utilización de la solera granuladora está entonces excluida desde un punto de vista industrial.

La utilización de estos gránulos permiten sin embargo incrementar la velocidad de fusión de la composición.

b) Superficie Específica de $2200 \text{ cm}^2/\text{g}$

Reparto granulométrico:

Rechazo a 315 micras 0,5%

Rechazo a 150 micras 25 %

Rechazo a 100 micras 33 %

En el laboratorio, con personal especializado, es posible granular en la solera granuladora con un rendimiento del 100%. Industrialmente el rendimiento cae al 70% y la homogeneidad es de $\pm 5\%$, de forma que la utilización industrial de la solera granuladora está todavía excluida.

Los gránulos así obtenidos suministran sin embargo un aumento de la velocidad de fusión con relación a la composición no triturada y no granulada del 50%.

c) Superficie específica $6800 \text{ cm}^2/\text{g}$

Reparto granulométrico:

Rechazo a 315 micras 0 %

Rechazo a 150 micras 0 %

Rechazo a 100 micras 7,5%

En el laboratorio, con un personal especializado, es posible granular en la solera granuladora con un rendimiento próximo al 100%. La homogeneidad de los gránulos obtenidos es de $\pm 5\%$.



Industrialmente no es casi posible pasar del 60% de rendimiento para la granulaci3n. Esto puede explicarse por el hecho de que el polvo, demasiado fino, tiene tendencia a aglomerarse en peque1os gr1nulos elementales de di1metro comprendido entre 150 y 250 micras sobre la solera granuladora. As1 un polvo demasiado fino, de hecho, se comporta como un polvo de granulometr1a m1s grosera.

En este caso todav1a, se obtiene sin embargo un aumento de la velocidad de fusi3n con relaci3n a la composici3n a granel.

Seg1n otra caracter1stica de la invenci3n, los gr1nulos son sometidos a una operaci3n de secado antes de ser conducidos sea al horno, sea al almacenamiento. Para los gr1nulos sin halogenuros, la humedad residual debe estar comprendida entre 3 y 5%. Para los gr1nulos que contienen halogenuros, esta humedad puede variar de 0,5 a 15% seg1n los tratamientos ulteriores.

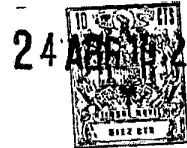
Cuando el aglutinante utilizado es una lej1a alcalina, el secado se obtiene en un tambor secador cuya temperatura de gas es de 130 - 150°C.

Por ejemplo, para una duraci3n de secado de 30 minutos, se obtiene una humedad residual de los gr1nulos del 4%.

Cuando el aglomerante utilizado es el silicato de sosa o la cal apagada, el secado, para obtener una humedad residual de 3,5%, puede ser obtenido de dos maneras:

- en el tambor secador

Temperatura de gases 50-55°C



Duración del secado 6 horas

- en una rejilla:

Temperatura del gas 200 a 250°C

Duración del secado 20 minutos.

5 Según otro aspecto de la invención, ésta concierne a la instalación para la ejecución del procedimiento anteriormente expuesto y para la fabricación de la composición vitrificable granulada.

10 Esta instalación está caracterizada porque comprende un triturador a bolas en el sentido hacia abajo del cual está dispuesto un selector dinámico que se para los granos gruesos y que alimenta un circuito de recirculado de estos granos hacia la entrada del triturador.

15 Otras particularidades de la invención resultarán todavía de la descripción siguiente.

En los dibujos anexos, dados a título de ejemplos no limitativos,

20 la figura 1 es un esquema sinóptico que muestra las diversas etapas del procedimiento,

la figura 2 es un esquema simplificado de una instalación industrial.

25 Volviendo a la figura 1 de los dibujos anexos, se ha esquematizado las materias primas constitutivas de la composición, a saber:

En 1 la arena, en 2 la caliza, en 3 la dolomía, en 4 el carbonato, en 5 los otros constituyentes eventuales, en 6 el aglutinante.

30 Estos constituyentes son enviados a la etapa A donde sufren el premezclado, después a B donde son



sometidos al secado, a C donde se efectúa la trituración. Eventualmente las etapas B y C pueden estar asociadas, teniendo lugar las dos operaciones conjuntamente.

5 La salida de la trituración es enviada hacia una etapa de tamizado B, donde se efectúa la separación de los granos gruesos (de diámetro superior a 150 micras) que son recirculados según 7.

10 La etapa de homogeneización en lecho fluidificado está esquematizada en E, la de granulación en F y la de secado en G. Los gránulos secos son enviados bien sea hacia el horno H, bien sea hacia el almacenamiento J.

15 Preferentemente, el procedimiento apuntado por la invención está realizado por medio de la instalación del género de la figura 2, que se describirá al mismo tiempo que un ejemplo numérico dado a título ilustrativo, relativo a la producción de 250 toneladas/día de gránulos.

20 En esta figura 2, se ve en 11 la mezcladora (por ejemplo del tipo EIRICH de eje vertical de una capacidad de 2 toneladas).

La mezcladora 11 recibe la mezcla vitrificable cuya composición por tonelada es la siguiente:

25	Arena	527,7 kg	
	Caliza	59,8 kg	
	Dolomía	138,7 kg	
	Feldespató	16,0 kg	
	Sal común	234, 1 kg	Tasa de humedad de la mezcla 2,4%
30	Silicato de sodio (aglutinante)	23,7 kg	

24 ABR 1972



5 Estos constituyentes son premezclados durante 4 minutos, siendo la duración total de la operación (introducción, mezcla, evacuación) de 10 minutos, de forma que la mezcladora 11 permite preparar 12 toneladas/hora.

El premezclado es encaminado hacia la tolva-tapón 12 cuya salida está unida a un aparato de dosificación regulada 13 que controla la alimentación de un secador 14 incorporado a un triturador a bolas 15.

10 El secador 14 tiene un quemador de nafta en el que los gases de combustión aseguran el secado de la composición. Para una mezcla vitrificable que tiene 2,4% de humedad, la temperatura del gas de combustión es de 150°C. El secador 14 permite reducir la humedad

15 de la mezcla vitrificable a 0,5%.

El triturador 15 es del tipo de bolas. Los trituradores a bolas y armaduras en acero pueden, según su reglaje y la tasa de humedad de las materias primas, introducir de 60 g a 400 g de hierro por tonelada

20 triturada. Esto no tiene inconveniente para los vidrios de botellas y los vidrios para cristal, pero para los vidrios blancos, en los que el contenido en Fe_2O_3 debe ser inferior a 0,025%, y para las composiciones vitrificables que tienen halogenuros alcalinos está previsto emplear bolas no metálicas (cantos marinos, corindón por ejemplo).

25

Las características del triturador son, por ejemplo, las siguientes:

30	Potencia	580 CV
	Diámetro	3 m

24A



Longitud 6 m

Revestimiento interior electrocerámico

Bolas Corindón de 20 mm de diámetro.

5 El triturador 15 está reglado de manera que tenga menos de 1,5% de rechazo en tamiz de 150 micras.

A este fin, puede estar previsto:

- Una tasa de carga (tasa de llenado del triturador) = 35% de bolas de corindón.
- Una velocidad de rotación de 18,4 vueltas/minuto.
- 10 - Una tasa de recirculado de granos gruesos del 250%.

El triturador produce así 12,6 toneladas/hora.

15 La salida del triturador 15 comunica con un elevador a cadenas 16 que alimenta una tolva 17 provista de un selector dinámico a palas rotativas que hace el oficio de tamiz para separar los granos de un diámetro superior a 150 micras. Estos son recirculados hacia el triturador 15 por el canalón 18 que los devuelve al secador 14.

20 El resto de la mezcla de granulometría conveniente es enviada por un transportador de aire 19 a un elevador de cadenas 20 que alimenta dos alas de homogeneización idénticas 21, 22 provistas de un sistema de inyección de aire comprimido que permite la puesta de
25 la composición granular en lecho fluidificado. El transporte de materia se efectúa del silo 21 hacia el silo 22 por el dispositivo de vaciado 23.

La composición homogeneizada trasegada por el transportador 24 responde a la composición siguiente:

30 Superficie específica 4200 cm²/g



Repartición granulométrica:

Rechazo al tamiz de 315 micras	0	%
Rechazo al tamiz de 150 micras	1,3	%
Rechazo al tamiz de 100 micras	11,2	%

5 La composición homogeneizada es traída por el transportador 24 a la tolva-tapón 25 que alimenta por un dispositivo de dosificación regulada 26 una solera granuladora 27 cuyo plato giratorio está regado por el agua necesaria para la granulación.

10 Este agua es traída de manera que la relación agua/materia húmeda sea mantenida constante y por ejemplo igual al 16%.

La producción horaria de la solera granuladora 27 es de 11,9 toneladas/hora.

15 Los gránulos así formados son enviados al tambor rotativo de un secador 28 que recibe los gases de un quemador 29 que suministra un ambiente a la temperatura media de 52°C:

20 Los gránulos permanecen 20 minutos en el secador. Son trasegados en 30.

La humedad residual de los gránulos es de 12%.

Su diámetro es de 8 a 10 mm.

Su resistencia mecánica de 8 kg.

25 Su homogeneidad de $\pm 1,1\%$.

Los ensayos de homogeneidad han sido hechos sobre los gránulos y sobre el polvo después de la homogeneización. En los dos casos se ha encontrado $\pm 1,1\%$.

30 Esta solicitud que corresponde a la presentada en Francia, el 1 de Abril de 1.971, con el número

26 JUL. 1974



71 11520, se acoge a los beneficios del artículo 51 del vigente Estatuto sobre Propiedad Industrial.

5

REIVINDICACIONES

10

Los puntos de invención propia y nueva que se presentan para que sean objeto de esta solicitud de Patente de Invención en España, por VEINTE años, son los siguientes:

15

1ª.- Procedimiento de fabricación de una composición vitrificable, especialmente para vidrios sodocálcicos, boro-silicatados, y aluminio-silicatados, consistente en triturar una mezcla de productos tales como arena, caliza, dolomía, carbonatos y otros productos vitrificables, caracterizado porque se utiliza una mezcla triturada que responde a las condiciones de finura siguientes: - su superficie específica está sensiblemente comprendida entre 1500 y 7500 cm²/g y preferentemente entre 2800 y 6000 cm²/g; -

20

25

Ag

23.7.74



la repartición granulométrica de sus constituyentes es tal que el rechazo en el tamiz de mallas de 150 micras sea sensiblemente comprendido entre 0 y 35% y preferentemente entre 0,5 y 12%.

5 2ª.- Procedimiento conforme a la reivindicación 1ª, caracterizado porque la mezcla triturada es puesta bajo forma granulada gracias a la incorporación de un aglomerante constituido al menos en parte por un óxido elegido entre los que entran en la
10 composición del vidrio.

 3ª.- Procedimiento conforme a la reivindicación 2ª, en el que se fabrica un vidrio sodo-cálcico y en el que el aglomerante utilizado es silicato de sodio o cal apagada, caracterizado porque se utiliza
15 una mezcla triturada que responde a las características de finura siguientes después de la trituración y antes de la granulación: superficie específica: 1500 -
20 7500 cm²/g y preferentemente 3500 - 6000 cm²/g; reparto granulométrico: rechazo a 315 micras 0 a 3% y preferentemente 0 a 1%; rechazo a 150 micras 0 a 35% y preferentemente 0,5 a 5%; rechazo a 100 micras 3 a 60% y preferentemente 10 a 25% y rechazo a 60 micras 15 a 75% y preferentemente 20 a 50%.

25 *Re* 4ª.- Procedimiento conforme a la reivindicación 2ª, en el que se fabrica un vidrio sodo-cálcico

5 y en el que el aglomerante utilizado es una lejía al calina, caracterizado porque se utiliza una mezcla triturada que responde a las características de finura preferenciales siguientes, después de la trituración y antes de la granulación: superficie específica: 2800 a 6000 cm²/g; reparto granulométrico: rechazo a 315 micras de 0 a 3%, rechazo a 150 micras de 0,5 a 12% y rechazo a 100 micras de 10 a 30%.

10 5ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 1ª a 4ª, caracterizado porque el porcentaje de partículas utilizadas que tienen dimensiones inferiores a 20 micras es como máximo igual al 30%.

15 6ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 2ª a 5ª, caracterizado porque se utilizan gránulos cuya homogeneidad está sensiblemente comprendida entre $\pm 1,5\%$ relativamente a la composición global.

20 7ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 2ª a 6ª, caracterizado porque se utilizan gránulos cuya dimensión media está sensiblemente comprendida entre 8 y 12 mm y cuyo peso unitario está sensiblemente comprendido entre 0,5 y 1 g.

25 *Re* 8ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 2ª a 7ª, en el que la composición está

26 JUN 1974



destinada a ser hidrolizada antes de ser fundida, ca
racterizado porque se reemplaza una parte al menos
de sus sales alcalinas por cloruro de sodio, espe-
cialmente bajo la forma de sal común.

5 9ª.- Procedimiento conforme a una de las
reivindicaciones 1ª a 8ª, en el que está compendi-
da una trituración de la composición, caracterizado
porque se efectúa un recirculado hacia el triturador
de los granos gruesos y porque se regula las caracte-
10 rísticas de la trituración y la tasa de recirculado
de manera que se obtenga para la composición la finu
ra especificada.

 10ª.- Procedimiento conforme a la reivindi-
cación 9ª, caracterizado porque el recirculado es
15 operado para los granos cuya dimensión sobrepasa 150
micras.

 11ª.- Procedimiento conforme a una de las
reivindicaciones 9ª ó 10ª, caracterizado porque la
tasa de recirculado de granos gruesos está sensible-
20 mente comprendido entre 2 y 10.

 12ª.- Procedimiento conforme a una de las
reivindicaciones 9ª ó 10ª, caracterizado porque el
conjunto de constituyentes de la composición, compre
nida en él la fase que sirve de aglomerante, está so
25 metido a un premezclado antes de la trituración.

23.7.74

13ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 9ª a 12ª, caracterizado porque comprende una etapa de homogeneización de la mezcla a la salida de la trituración.

5 14ª.- Procedimiento conforme a la reivindicación 13ª, caracterizado porque la homogeneización de la mezcla está asegurada por el paso de la composición triturada al estado de lecho fluidificado.

10 15ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 9ª a 14ª, caracterizado porque la mezcla de los constituyentes de la composición es enviada a una solera granuladora para la granulación.

15 16ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 9ª a 15ª, caracterizado porque los constituyentes de la composición son sometidos a un secado antes de ser triturados.

20 17ª.- Procedimiento conforme a la reivindicación 15ª, caracterizado porque los gránulos formados son secados a la salida de la solera granuladora.

25 *Rg* 18ª.- Procedimiento conforme a una de las reivindicaciones 9ª a 17ª, caracterizado porque una parte al menos de las sales alcalinas está constituida por halogenuros alcalinos tales como cloruro de



sodio y porque se efectúa una hidrólisis en caliente de estos últimos antes de meter en el horno la composición vitrificable.

5 19ª.- Procedimiento de fabricación de una composición vitrificable.

Tal y como se ha descrito en la Memoria que antecede, representado en los dibujos que se acompañan y con los fines que se han especificado.

10 Esta Memoria consta de treinta y seis hojas escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 26 JUL. 1974

P.A.

Alberto de Eizaburu
Pot. P. 1974


15



23.7.74

DBF.



24 AB

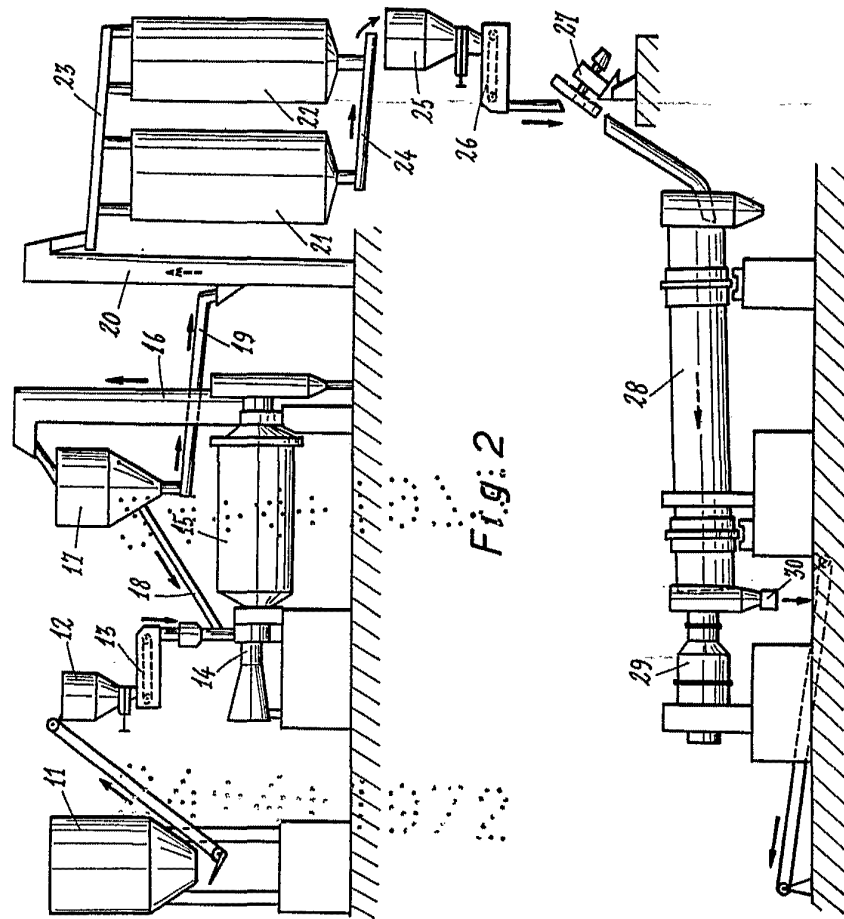
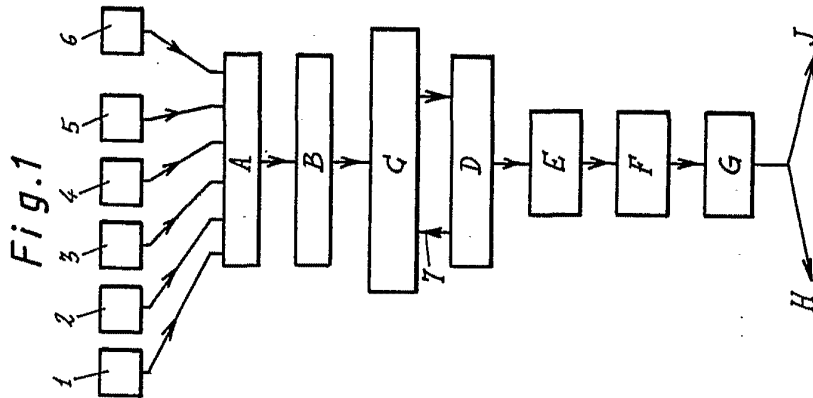
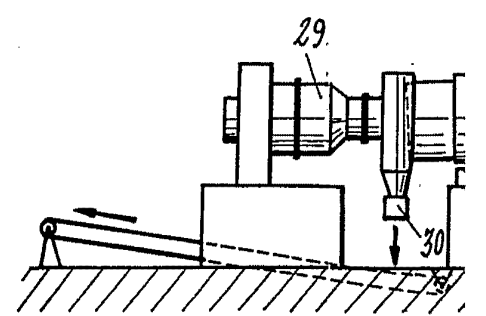
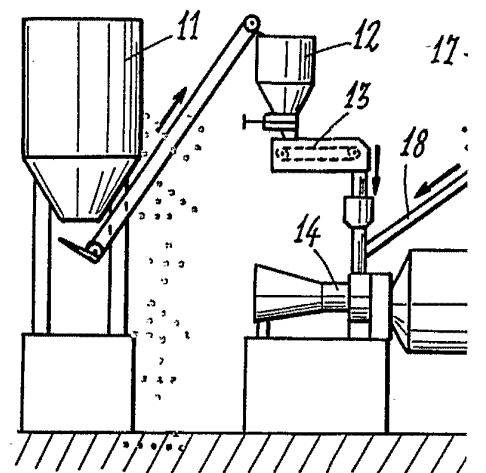
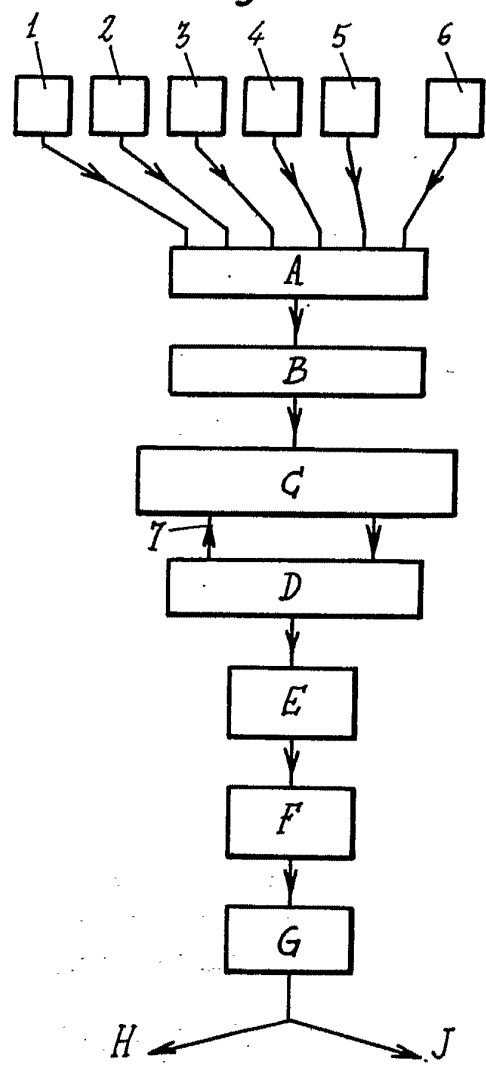


Fig: 2

Alberto de Elizaguru
Por Patent

Fig.1



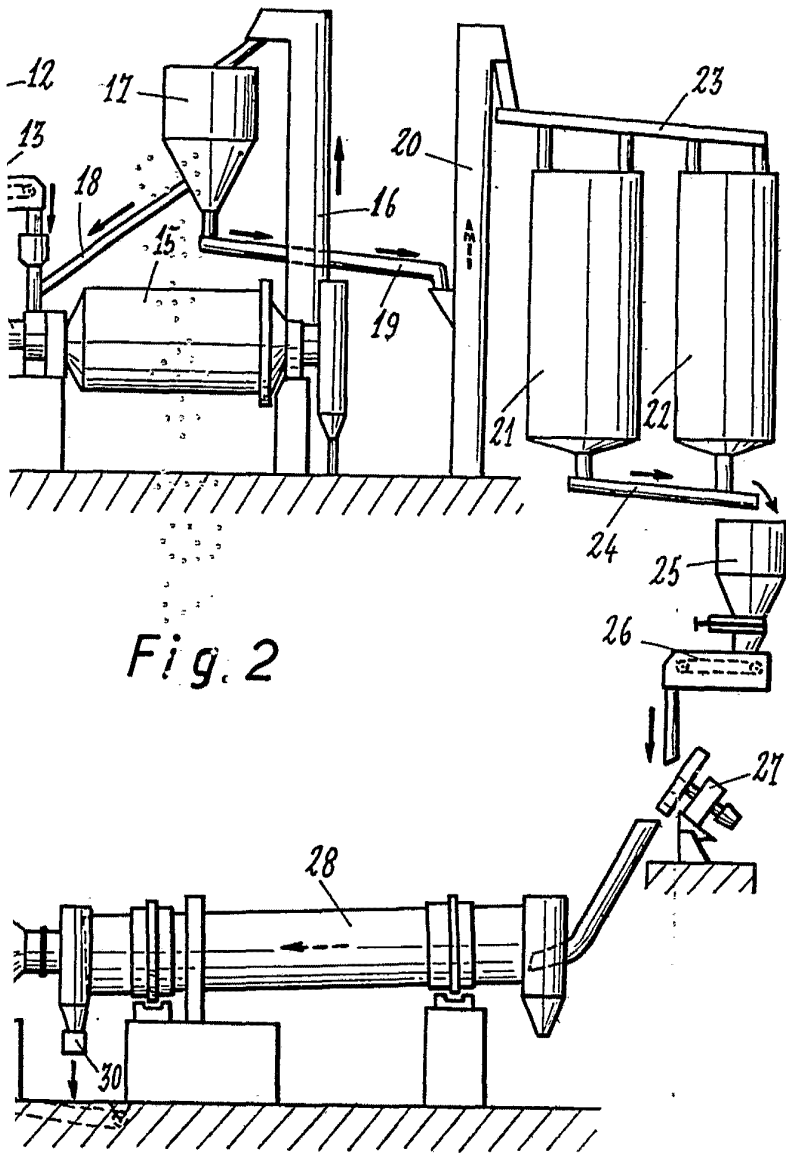


Fig. 2

Alberto de Elizaburu
Por Fidei
Alberto de Elizaburu