



**UNIVERSITÀ DEGLI STUDI DI PADOVA**

FACOLTÀ DI INGEGNERIA  
DIPARTIMENTO DI PRINCIPI ED IMPIANTI DELL'INGEGNERIA CHIMICA

**TESI DI LAUREA IN INGEGNERIA CHIMICA**

(Laurea triennale ex *D.M.* 509/99 – indirizzo Processi Industriali)

**STUDIO SPERIMENTALE DEL PROCESSO DI GRANULAZIONE  
AD UMIDO DI POLVERI MINERALI E METALLICHE**

*Relatore: Ing. Andrea Santomaso*  
*Correlatore: Ing. Laura Susana*

*Laureando: EMILIO NASCIMBENI*

ANNO ACCADEMICO 2010-2011

# Indice

<b>INTRODUZIONE</b> .....	1
<b>CAPITOLO 1 –Granulazione a basso shear</b> .....	3
1.1 PROGETTO DI RICERCA.....	3
1.2 DESCRIZIONE DEL PROCESSO DI PRODUZIONE DEL FILO ANIMATO.....	4
1.2.1 Analisi del processo produttivo del granulato.....	6
1.2.2 Linea di stoccaggio delle polveri.....	8
1.2.3 I silicati leganti.....	8
1.2.4 Preparazione del granulatore.....	8
1.3 GRANULAZIONE UMIDA A BASSO SHEAR.....	10
<b>CAPITOLO 2 –Apparecchiature</b> .....	11
2.1 REGOLE DI SCALE UP E SCALE DOWN DELL’IMPIANTO INDUSTRIALE.....	11
2.1.1 Regole di scale up.....	11
2.1.2 Rapporti di scala.....	12
2.1.3 Scelta del rapporto di scala.....	12
2.1.4 Scale down.....	12
2.1.5 Scale up e variazioni della velocità dell’impeller.....	13
2.1.6 Variazioni della velocità del chopper.....	14
2.1.7 Variazione dei tempi di miscelazione.....	14
2.2 DESCRIZIONE DELL’IMPIANTO PILOTA.....	15
2.2.1 Prelievo campioni.....	16
2.2.2 Essiccamento in forno.....	16
2.3 CARATTERISTICHE POLVERI.....	17
2.3.1 Densità di una particella e di un insieme di particelle.....	17
2.3.2 Densità battuta o vibrata.....	19
2.3.3 Densità versata.....	20
2.3.4 Granulometria.....	21
2.3.5 Macinazione.....	22
<b>CAPITOLO 3 –Prove sull’impianto pilota</b> .....	23
3.1 PRIMA CAMPAGNA DI PROVE.....	23
3.1.1 Prove variando la quantità di legante introdotta.....	23
3.1.2 Essiccamento industriale ed essiccamento in forno.....	25
3.1.3 Prove variando la velocità dell’impeller.....	25

3.1.4	Prove variando la velocità del chopper.....	26
3.1.5	Prove aggiungendo acqua prima della miscelazione.....	27
3.1.6	Prove variando i tempi di miscelazione.....	28
3.2	PROVE IN ASSENZA DEL CHOPPER.....	29
3.2.1	Prove variando la velocità dell'impeller.....	29
3.3	PROVE CONCLUSIVE.....	30
3.3.1	Prova variando la quantità di silicato.....	31
3.3.2	Prove con premiscelazione.....	31
3.3.3	Prove aumentando la velocità dell'impeller.....	32
3.3.4	Prove aumentando la velocità del chopper.....	32
<b>CAPITOLO 4</b>	<b>Risultati.....</b>	<b>33</b>
4.1	PRIMA CAMPAGNA DI PROVE.....	33
4.1.1	Prove variando la quantità di legante introdotta.....	33
4.1.2	Essiccamento industriale ed essiccamento in forno.....	40
4.1.3	Prove variando la velocità dell'impeller.....	42
4.1.4	Prove variando la velocità del chopper.....	46
4.1.5	Prove aggiungendo acqua prima della miscelazione.....	47
4.1.6	Prove variando i tempi di miscelazione.....	50
4.2	PROVE IN ASSENZA DEL CHOPPER.....	52
4.2.1	Prove variando la velocità dell'impeller.....	53
4.3	PROVE CONCLUSIVE.....	55
4.3.1	Prova variando la quantità di silicato.....	56
4.3.2	Prove con premiscelazione.....	57
4.3.3	Prove aumentando la velocità dell'impeller.....	60
4.3.4	Prove aumentando la velocità del chopper.....	62
<b>CONCLUSIONI.....</b>		<b>63</b>
<b>NOMENCLATURA.....</b>		<b>65</b>
<b>RIFERIMENTI BIBLIOGRAFICI.....</b>		<b>67</b>
<b>RINGRAZIAMENTI.....</b>		<b>69</b>

# Introduzione

Nel periodo che va dal 20 maggio al 1 ottobre ho effettuato il tirocinio presso l'azienda FILEUR – Trafilerie di Cittadella, situata nella zona industriale di Cittadella. A conduzione familiare e fondata nel 1989 dal signor Elio Rocco, FILEUR conta ora 64 dipendenti. Venuto a mancare nel 2001, suo figlio Stelvio Rocco ed il nipote Davide prendono il suo posto con l'obiettivo di continuare con il progetto FILEUR.

L'azienda produce fili specializzati per saldatura ed attualmente è la sola produttrice al mondo a fabbricare fili animati per saldatura con entrambe le tecnologie più diffuse: quella del riempimento di un tubo chiuso e saldato, ramato superficialmente, e quella del nastro riempito a lembi sovrapposti. L'impianto per la produzione del filo è stata introdotta nel 1991, dopo l'ampliamento delle strutture e permette all'azienda una maggiore autonomia e un maggior controllo.

La saldatura è un tipo di giunzione che consente di unire permanentemente parti solide, realizzando la continuità del materiale. Le costruzioni saldate, a differenza di quelle realizzate con altri tipi di giunzione (come la chiodatura, l'imbullonatura, l'aggraffaggio ecc.), risultano quindi monolitiche perché non vi è soluzione di continuità in corrispondenza delle giunzioni stesse.

Ciò può presentare vantaggi da certi punti di vista, come la rigidità, ma d'altra parte può essere causa di inconvenienti. Per esempio, mentre nei collegamenti chiodati o imbullonati le sollecitazioni si trasmettono dall'una all'altra delle parti collegate attraverso azioni superficiali delle parti unite o attraverso azioni dei mezzi di collegamento (e conseguentemente le sollecitazioni non possono mai superare la possibilità di slittamento dei giunti stessi oppure la resistenza al taglio dei chiodi o dei bulloni) ed eventuali rotture si arrestano in corrispondenza di tali giunti, ciò non avviene nei giunti saldati ove esiste tra i pezzi uniti una vera e propria continuità metallica.

Pertanto, data la possibilità per le linee di forza di distribuirsi liberamente nella struttura, una progettazione non corretta può portare a locali notevoli addensamenti delle linee stesse con possibilità di deformazioni plastiche locali, diminuzione della resistenza a fatica, rischio di rottura fragile (nel caso di acciai dolci e debolmente legati) ecc.

Inoltre un'eventuale rottura iniziata in un qualsiasi elemento anche secondario della struttura può propagarsi fino a elementi principali (attraversando i giunti saldati) e danneggiare gravemente l'intera costruzione se il materiale non ha la capacità di arrestarla. Nella saldatura si fa uso normalmente di un metallo di apporto il quale viene distribuito allo stato fuso tra i lembi opportunamente preparati dei pezzi da collegare che costituiscono il materiale base.

Nel caso più generale, oltre al metallo d'apporto, si porta a fusione anche una certa porzione del materiale base; si ha allora una saldatura autogena per fusione, in quanto una determinata

porzione del metallo base stesso collabora con il metallo d'apporto a "generare" il "bagno di saldatura" dalla cui solidificazione si ottiene il cordone<sup>(1)</sup>.

La produzione di filo animato per saldatura è fondamentale per l'economia aziendale. La produzione del filo animato infatti è un processo specializzato e permette di superare la concorrenza, specialmente cinese, concentrata nella produzione di fili pieni per saldatura, i quali sono prodotti con metodi ormai standardizzati e in pochi processi, riducendo il numero di controlli e quindi facilitando la produzione di massa, dove prevale la quantità e non la qualità.

FILEUR, è un'azienda con sistema di qualità certificato UNI EN ISO 9001:2000, la certificazione dei sistemi di gestione è il riconoscimento delle capacità imprenditoriali di un'azienda che ha saputo ottimizzare la propria organizzazione dotandosi di una gestione efficiente, di strutture idonee e di competenze adeguate, ma è anche una garanzia di affidabilità per clienti, fornitori, dipendenti e collaboratori. Per implementare le garanzie offerte, parte dei prodotti sono omologati da enti quali RINA, TÜV, ABS, LR, DNV, BV, GL, DB, M.M.I., RMRS.

Durante il tirocinio ho raccolto campioni in azienda, in un impianto pilota del granulatore, dove viene preparato il riempimento del filo animato. Modificando le variabili operative e di processo sono andato alla ricerca di come migliorare la fase di granulazione, fin ora basata su conoscenze legate all'esperienza. Nel laboratorio dell'università ho condotto prove sperimentali sui campioni raccolti, al fine di ampliare il lavoro già svolto dalla dottoranda Laurea Susana.

# Capitolo 1

## Granulazione a basso shear

### 1.1 Progetto di Ricerca

Lo studio effettuato durante il tirocinio è focalizzato sul processo di produzione del filo animato che, rispetto al filo pieno, permette di migliorare la qualità e l'estetica del giunto saldato oltre a ridurre i tempi di saldatura. Il filo animato tubolare viene prodotto a partire da un tubo di acciaio chiuso che viene successivamente riempito con una miscela di polveri minerali e metalliche; in questa attività di ricerca si sono considerati i tre principali tipi di granulato: granulato metalcored, rutilico e basico. Il granulato metalcored è costituito da minerali a base di manganese, ferro, silicio e carbonio; il flusso rutilico è a base di sabbia di rutilo ( $\text{TiO}_2$ ), mentre il flusso basico contiene principalmente fluorite.

L'obiettivo principale è garantire l'omogeneità del flusso granulare in termini sia di composizione che costanza del livello di riempimento del tubo. E' necessario quindi in ogni fase del processo produttivo ridurre e controllare la segregazione chimica e quella fisica, le quali sono in grado di compromettere le proprietà di saldabilità del filo e la resistenza del giunto saldato. Con il termine segregazione chimica si intende la separazione indesiderata degli elementi (Fe, Mn, Si, C), mentre per segregazione fisica si indica in generale la separazione di particelle aventi proprietà differenti (densità, dimensioni, forma). La segregazione fisica è solitamente accompagnata dalla segregazione chimica. L'omogeneità del granulato fa sì che la curva di distribuzione dei diametri delle particelle non sia troppo ampia e che quindi siano presenti o troppe particelle fini o troppe particelle grosse. Oltre all'omogeneità si cerca di centrare la distribuzione dei diametri su un valore ottimale che poi sia adatto alla fase successiva, il riempimento del tubo.

Lo studio si è sviluppato attraverso i seguenti punti:

- analisi critica dell'attuale processo industriale al fine di individuare i punti in cui si verifica maggiore segregazione;
- studio del processo di granulazione delle polveri su scala di laboratorio e industriale;

## 1.2 Descrizione del processo di produzione del filo animato

Il processo di produzione del filo animato è rappresentato in Figura 1.1. Le condizioni operative attualmente impiegate nell'impianto di produzione del granulato sono dettate dalla lunga esperienza in questo settore.

A seconda della formulazione del granulato, le singole materie prime vengono pesate e miscelate nel granulatore che è costituito da una vasca in acciaio di  $V = 870$  l ed un agitatore (impeller) che ruota ad una velocità costante di 45 rpm. Lo scopo di questa operazione consiste nel formare agglomerati di particelle diverse grazie all'aggiunta di un liquido legante, in questo caso silicato di sodio o di potassio. Il mescolamento avviene prima a secco e successivamente ad umido aggiungendo silicato e dell'acqua che funge da imbibente e permette un maggior assorbimento del legante. Il prodotto granulato viene poi essiccato in un sistema a letto fluido alla temperatura di  $150^{\circ}\text{C}$  ed alla pressione di 3 bar al fine di rimuovere buona parte dell'acqua che diventerebbe fonte di idrogeno diffusibile. La presenza di un'elevata concentrazione di idrogeno diffusibile potrebbe infatti dare origine a pericolosi fenomeni di criccabilità dei giunti saldati. Dopo l'essiccamento, il flusso di polvere attraversa un mulino costituito da un cilindro sulla cui superficie laterale sono presenti delle barre metalliche che schiacciano il materiale contro una maglia metallica con luce di 0.8 mm. Il granulato viene dunque essiccato ulteriormente all'interno di un forno rotativo che opera alla temperatura di  $250^{\circ}\text{C}$  ed alla velocità di 170 rpm. Il flusso di polvere viene poi raffreddato su un nastro trasportatore ed inviato, attraverso un sistema di sollevamento a tazze, ad un setaccio che rimuove le particelle di dimensioni superiori ai  $500\ \mu\text{m}$ .

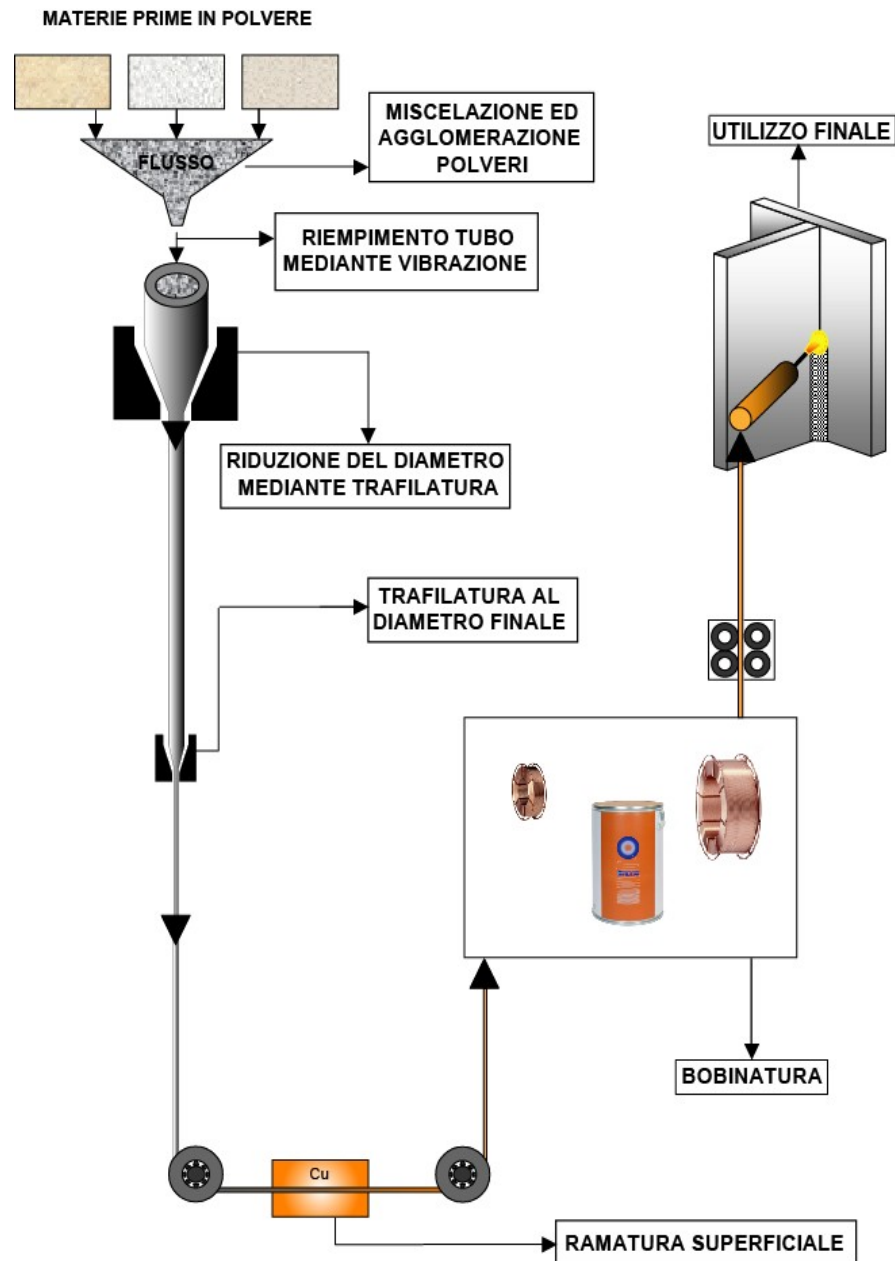


Figura 1.1 Schema del processo produttivo del filo animato.

E' possibile quindi individuare una prima parte del processo che porta alla formazione del granulo (miscelazione delle materie prime, essiccamento a letto fluido) ed una serie di operazioni che consentono di portare il granulo alle dimensioni volute. Il tubo così riempito viene portato al diametro finale attraverso serie di trafilature in successione e ramato superficialmente nei bagni di ramatura. La ramatura garantisce un'elevata resistenza alla ossidazione superficiale del filo e consente un migliore passaggio di corrente.



### 1.2.1 Analisi del processo produttivo del granulato

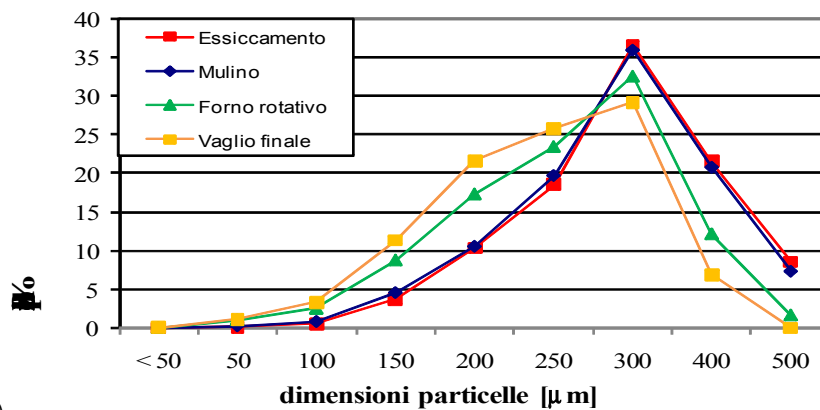
Lo studio si è focalizzato sul processo di produzione del flusso granulato ed in particolare sull'operazione di agglomerazione delle singole materie prime.

La determinazione delle fasi del processo produttivo in cui avviene maggiore segregazione fisica è stata effettuata mediante analisi di distribuzione granulometrica (*Particle Size Distribution*, PSD) su campioni di materiale prelevati in uscita dalle seguenti fasi del processo:

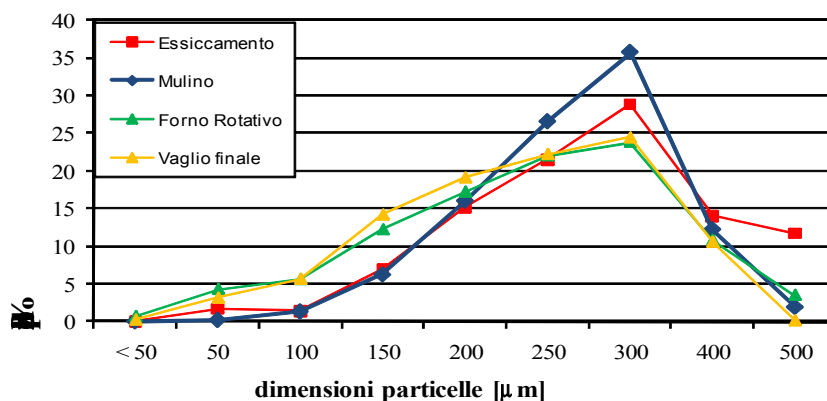
- essiccamento a letto fluido;
- mulino;
- forno rotativo;
- vaglio finale.

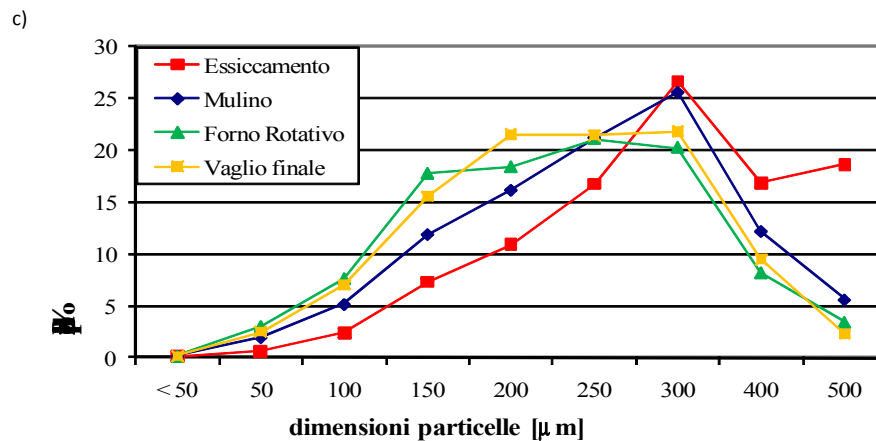
Si sono eseguite dieci prove di agglomerazione per ogni granulato (*metalcored*, *rutilico* e *basico*) per un totale di 120 prove di setacciatura. In Figura 1.2 vengono riportate le distribuzioni granulometriche medie dei tre principali granulati.

a)



b)





**Figura 1.2** Distribuzioni granulometriche del granulato metalcored (a), basico (b) e rutilico (c) dopo le quattro fasi del processo produttivo.

Le prove di setacciatura hanno evidenziato l'assenza di un sistema di controllo delle dimensioni del granulo lungo l'intera linea produttiva. Attraverso questo approccio, è possibile effettuare una valutazione preliminare dell'influenza delle variabili operative sul comportamento dei tre granulati:

- le sollecitazioni termiche e meccaniche presenti nell'essiccamento e nel forno rotativo allargano la PSD;
- il prodotto finito presenta una maggiore propensione a dare segregazione rispetto al granulato in uscita dal sistema di essiccamento a letto fluido;
- il mulino è in grado di eliminare la frazione di particelle di granulometria superiore ai 500 μm;
- la frazione di particelle fini che si forma dopo il mulino aumenta la dispersione dimensionale favorendo il fenomeno della segregazione e provoca perdita di materiale dal momento che l'intera linea produttiva è collegata ad un sistema di aspirazione delle polveri fini.

Nel granulato metalcored e rutilico si è inoltre riscontrata, dopo l'essiccamento a letto fluido, la presenza di una frazione consistente di agglomerati di diametro superiore ai 500 μm e di elevata resistenza. Il flusso di polvere dopo la granulazione ad umido non è stato esaminato mediante setacciatura perché bagnato.

Il sistema sperimentale di 120 granulazioni ha mostrato come ciascuna fase del ciclo produttivo incide sulle proprietà finali del granulo; data la complessità del processo in termini di numero di variabili operative, si è scelto di focalizzare l'attenzione sul sistema di granulazione ad umido con l'obiettivo di individuare una correlazione tra le caratteristiche del granulo ed i parametri del processo.

### ***1.2.2 Linea di stoccaggio delle polveri***

Le polveri che verranno poi miscelate insieme al legante sono prima stoccate in magazzino, così come vengono acquistate.

Una quantità minore di ogni polvere è sempre disponibile in un reparto dedicato, vicino all'impianto di granulazione. Questa zona è stata recentemente dotata di un sistema di deumidificazione e condizionamento, al fine di evitare un'eccessiva presenza di umidità. Le miscele qui preparate vengono caricate nel granulatore.

L'acqua che bagna la polvere prima della miscelazione con il legante può dare problemi legati alla reattività dell'acqua con le polveri. La polvere bagnata, ossidandosi ha maggiori problemi di manipolazione nella fase di scarico dalle tramogge.

La presenza del sistema di deumidificazione e condizionamento nel solo reparto di granulazione tuttavia non garantisce che le polveri siano totalmente prive di acqua. Le polveri rimangono per la maggior parte del tempo di stoccaggio nel magazzino, privo dei sistemi necessari per lo smaltimento dell'umidità.

Una soluzione in passato era stata adottare gel di silice per assorbire l'acqua. I problemi si sono riscontrati nel costo di procurarsi una grande quantità di gel di silice e nel caso di stoccare le materie per periodi di più mesi, in quanto il gel, arrivato a saturazione, diventava esso stesso fonte di acqua.

### ***1.2.3 I silicati leganti***

I silicati usati nella granulazione ad umido sono come già detto, il silicato di sodio ed il silicato di potassio. Anche la scelta dei silicati è legata all'esperienza e non ci sono informazioni dettagliate su questi composti.

Tuttavia, prove effettuate precedentemente evidenziano che

- il legante silicato di potassio presenta una maggiore affinità sia per le polveri scorrevoli che coesive;
- il silicato di potassio consente di ottenere granuli meno sensibili agli shock meccanici perché più resistenti ai test di compressione;
- le prove di bagnabilità hanno evidenziato che la polvere a base di spatofluoro non viene bagnata dai silicati impiegati

Il silicato è caricato con una tramoggia nel granulatore, miscelato con l'acqua prevista.

### ***1.2.4 Preparazione del granulatore***

Per il granulatore vengono preparati carichi da 300Kg di polvere e per ogni flusso se ne preparano 3. Ai 300Kg vengono aggiunti acqua e silicato in base al flusso e, precedentemente alla miscela di acqua e silicato viene introdotto un prefissato quantitativo di acqua per evitare un'eccessiva produzione di polveri sottili.

Non è presente un libro tecnico specifico per ogni produzione ma gli accorgimenti e i metodi di preparazione sono gli stessi per ogni flusso.



*(a)*



*(b)*

**Figura 1.3** *(a) Granulatore, (b) Tramogge di carico.*

### 1.3 Granulazione umida a basso *shear*

Un processo di granulazione avviene attraverso quattro stadi:

- 1) bagnatura delle polveri e nucleazione;
- 2) crescita;
- 3) consolidamento;
- 4) attrito e rottura.

Il processo di bagnatura delle polveri è fortemente influenzato dalle proprietà delle materie prime in ingresso, dal sistema di distribuzione del liquido legante e dalla portata di liquido aggiunto. Si verifica la formazione dei nuclei non appena la polvere comincia ad essere bagnata per effetto delle forze capillari. Attualmente il liquido viene versato all'interno del miscelatore provocando l'immersione delle particelle in una certa quantità di liquido dato che le gocce di legante presentano dimensioni molto maggiori rispetto a quelle della particelle. Lo strato di liquido disposto sulla superficie delle particelle determina la formazione di legami tra le diverse particelle la cui intensità dipende dal volume totale di liquido aggiunto.

La crescita del granulo si può verificare in seguito a coalescenza, se le dimensioni dei granuli che si uniscono sono simili o per rivestimento, qualora il granulo sia ricoperto da particelle di dimensioni inferiori. I fenomeni di crescita e di rottura avvengono contemporaneamente ed in modo casuale durante il processo di granulazione; il mescolamento aumenta la probabilità di impatto tra le polveri parzialmente agglomerate e contribuisce sia alla crescita del granulo che al suo consolidamento. Più il mescolamento è energico maggiore sarà il consolidamento del granulo<sup>(2)</sup>.

Nella Tabella 3.1 sono elencati i parametri in ingresso che incidono sulla qualità della granulazione e le principali variabili operative che influenzano le caratteristiche del granulo in un processo di agglomerazione.

**Tabella 3.1** Variabili in ingresso e operative in un processo di granulazione.

Variabili in ingresso	Variabili operative
a) PSDs delle polveri in ingresso	a) intensità dell'agitazione;
b) bagnabilità delle polveri	b) tempi di granulazione;
c) viscosità e tensione superficiale del legante	c) modalità e velocità di dosaggio del legante;
	d) quantità di legante e composizione di acqua nella miscela.

# Capitolo 2

## Apparecchiature

Per studiare le variabili di processo principali che influenzano la granulazione ad umido è stato realizzato un impianto pilota. Operare su un impianto pilota è stato necessario per potere effettuare prove molto diverse dalle attuali produzioni industriali senza quindi scartare ingenti quantità di materiale.

Lo studio delle variabili operative è funzionale per una comprensione in generale del processo di granulazione e, in particolare dei differenti comportamenti dei singoli flussi di materiale utilizzato.

### **2.1 Regole di scale up e scale down dell'impianto industriale**

Per progettare l'impianto pilota è stato effettuato uno scale down dell'impianto industriale. Studiare le regole che permettono questo passaggio consentiranno successivamente di fare lo scale up del processo di granulazione dall'impianto pilota a scala industriale per trasferire le informazioni ottenute, informazioni necessarie per ottenere caratteristiche appropriate del prodotto. Tuttavia ci sono pochi studi scientifici dal punto di vista ingegneristico sull'operazione di scale up di granulatori ed in particolare riguardo alla resistenza del granulo, distribuzione dei diametri delle particelle e struttura.

#### ***2.1.1 Regole di scale up***

Nei passati decenni sono stati svolti sforzi considerevoli per ottenere una comprensione accurata del processo di granulazione. Studi sullo scaling-up di granulatori hanno portato a varie regole di scala. Le più frequenti regole di scale-up sono basate sulla velocità tangenziale dell'impeller costante, numero di Froude costante e rapporto di sforzo costante, le quali sono state sperimentalmente testate per vari tipi di granulatori e condizioni operative<sup>(3)</sup>. Tuttavia, la maggior parte di questi studi ha focalizzato l'attenzione sulla dimensione del granulo e ha usato una media e/o una distribuzione delle dimensioni delle particelle come criterio per giudicare l'affidabilità delle regole di scale-up.

### 2.1.2 Rapporti di scala

Il granulatore industriale è stato usato come riferimento di scala, sulla quale si basano le velocità dell'impeller per le altre scale, calcolate usando la seguente equazione:

$$\frac{N_x}{N_y} = \left( \frac{D_y}{D_x} \right)^n$$

dove N è la velocità angolare dell'impeller, D il diametro dell'impeller, e n, costante, dipende dalla regola di scala usata e, vale 0,5, 0,8 e 1,0 per Numero di Froude costante, sforzo d'attrito costante e velocità tangenziale dell'impeller costante<sup>(4)</sup>. I pedici x e y indicano rispettivamente la scala del granulatore industriale e dell'impianto pilota.

### 2.1.3 Scelta del rapporto di scala

Il processo di granulazione è influenzato dalla metodologia di scale up. La regola della velocità tangenziale dell'impeller costante produce granuli di resistenza comparabile con altri rapporti di scala<sup>(5)</sup>. Le differenze, sia nella resistenza del granulo che nella distribuzione granulometrica prodotta nelle diverse scale, diventa crescendo maggiore, rispettivamente per sforzo di attrito costante e Numero di Froude costante.

Per determinare il rapporto di scala tra granulatore ed impianto pilota è stato quindi scelto di mantenere costante la velocità tangenziale i.e. n=1.

### 2.1.4 Scale down

Per la realizzazione dell'impianto pilota si è scelto un rapporto di scala di 2,5. Questo significa

$$D_y = 2.5 D_x$$

Variando la velocità dell'impeller come nelle prove effettuate, mantenendo costate il diametro della girante e l'esponente n, non rimane costante la velocità tangenziale. Per mantenerla costante dato n=1, il diametro e la velocità angolare sono vincolate, quindi essendo il diametro costante, la velocità angolare dell'impeller risulta determinata.

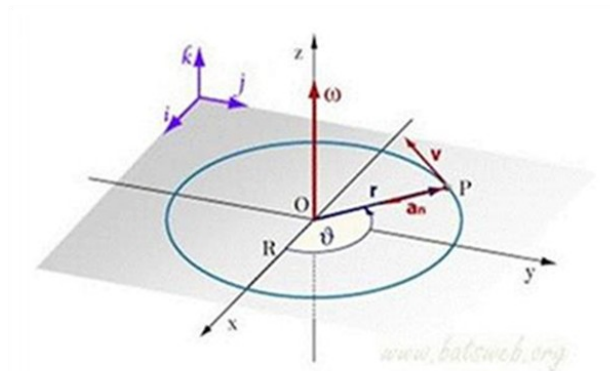
Infatti

$$v = \omega R = [\text{m/s}] \text{ velocità tangenziale}$$

$\omega$  è la velocità angolare, e si misura in [rad/sec]

$$1 \text{ rpm} = 2\pi \text{ rad}/60\text{sec}$$

$$R = D/2$$



**Fig. 2.1** Rappresentazione velocità angolare e velocità tangenziale

Quindi la velocità angolare, misurata in [rpm] a meno di una costante, è proporzionale alle velocità tangenziale tramite il raggio.

Usare la regola di scale down di velocità tangenziale costante non è quindi applicabile. Tuttavia possiamo derivare dalla regola di scale down la velocità angolare dell'impeller e tenerla come riferimento.

Per variare la velocità dell'impeller e mantenere costante il rapporto dei diametri, si può variare  $n$ . Quindi variando la velocità angolare dell'impeller ci allontaniamo da  $n=1$  e questo significa che la resistenza del granulo non è ben rappresentata.

Anche se l'impianto pilota non rispetta tutti i criteri di similitudine l'impianto industriale non è un problema perché è proprio questo che vogliamo cambiare. L'obiettivo è di migliorare la resistenza del granulo nell'impianto pilota, successivamente si studierà come trasporre i cambiamenti nell'impianto industriale.

### 2.1.5 Scale up e variazioni della velocità dell'impeller

Trasferire le informazioni dall'impianto pilota all'impianto industriale è uno degli obiettivi futuri, tuttavia possiamo delineare le linee guida per i cambiamenti effettuati.

La velocità dell'impeller come abbiamo visto nel §2.1.2 è legata al rapporto dei diametri. Se troviamo una velocità ottimale nell'impianto pilota, prendendo  $n=1$  otteniamo che la velocità dell'impianto industriale è

$$N_x = (D_y/D_x) \cdot N_y$$

$n=1$  ci consente di ottenere un valore della resistenza del granulo nell'impianto industriale simile a quello dell'impianto pilota.

Variare la velocità dell'impeller in uno dei due granulatori è quindi possibile a patto di variare anche dell'altro.



Tuttavia l'impianto industriale non dispone al momento di un dispositivo per variare la velocità dell'impeller, quindi per poter regolare la velocità deve essere montato un inverter.

Se invece vogliamo studiare come migliorare un flusso industriale, non è possibile ottenere risultati direttamente studiando il comportamento nell'impianto pilota in quanto, se otteniamo un vantaggio nell'impianto pilota variando la velocità dell'impeller, per trasferire il risultato mantenendo la resistenza del granulo comparabile, dobbiamo variare la velocità anche nell'impianto industriale. A questo punto bisogna nuovamente analizzare gli effetti nell'impianto industriale perché come abbiamo detto i risultati nell'impianto pilota a velocità angolare diversa non sono direttamente confrontabili.

### ***2.1.6 Variazioni della la velocità del chopper***

Pur non essendo attualmente presente, è chiaro che il chopper può dare dei miglioramenti nella dispersione della miscela legante nella produzione del flusso del granulato. Inoltre è già presente un progetto per montare il chopper nell'impianto industriale. Come per l'impeller anche il dispositivo di controllo del chopper deve essere dotato di inverter, in modo tale da poterne regolare la velocità.

Per il chopper le regole di scale up sono analoghe e si tende ad usare quella della velocità tangenziale costante, ovvero per  $n=1$

$$N_x = (D_y / D_x) * N_y$$

Dove  $N_x$  e  $N_y$  sono le velocità angolari del chopper industriale e dell'impianto pilota e  $D_x$  e  $D_y$  i rispettivi diametri.

Per individuare il diametro del chopper nell'impianto industriale si parte dall'impianto pilota, mantenendo la velocità di rotazione costante.

$$D_x = (N_y / N_x) * D_y$$

Nel caso ci fossero diverse velocità ottimali per diversi flussi se ne sceglie una intermedia. Una volta determinato il diametro della girante dell'impianto industriale è ancora possibile variarne la velocità. Per scegliere la velocità ottimale non è però possibile riferirsi direttamente all'impianto pilota in quanto il diametro è già stato fissato. Per ottenere quindi una velocità che permetta di ottenere granuli con resistenza simile a quella dell'impianto pilota andrebbero fatte ulteriori prove nell'impianto pilota.

### ***2.1.7 Variazione dei tempi di miscelazione***

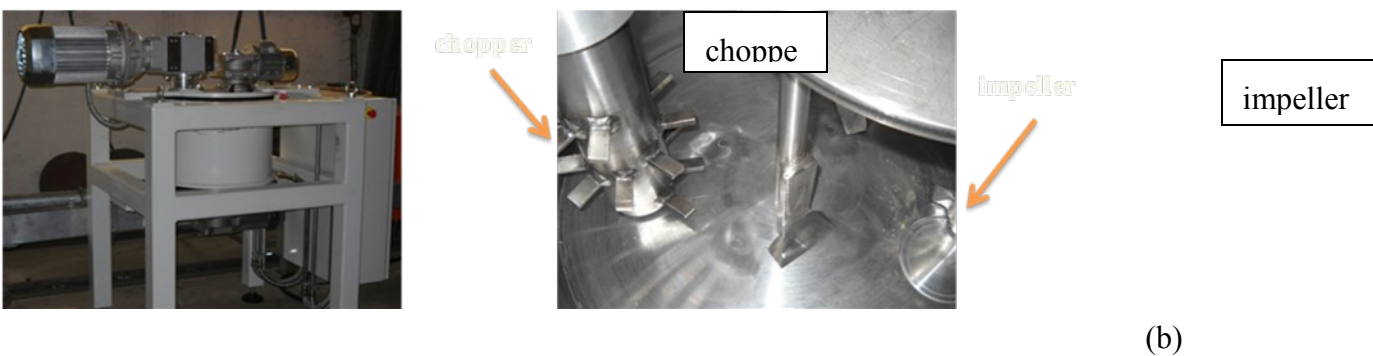
Il tempo di granulazione ( $t$ ) è basato sull'assunzione che il rapporto di scala è proporzionale alla superficie del granulatore ( $S$ ) e inversamente proporzionale al volume ( $V$ )<sup>(6)</sup>.

$$\frac{t_1 \cdot S_1}{V_1} = \frac{t_2 \cdot S_2}{V_2}$$

Il valore di  $t$  da ricavare non dipende da  $n$  quindi per tempi di granulazione diversi nell'impianto pilota è sufficiente cambiare il tempo di granulazione nell'impianto industriale senza avere differenze rilevanti tra le caratteristiche del granulo tra i due impianti di riferimento.

## 2.2 Descrizione dell'impianto pilota

L'apparecchiatura, in Fig. 2.1, è costituita da un recipiente in acciaio inossidabile di volume  $V = 55$  l, un agitatore primario (impeller) a tre pale a velocità variabile ed un agitatore secondario (chopper) a velocità variabile. Per la progettazione dell'impianto si è applicata la similitudine geometrica con fattore di scala pari a 2.5.



**Fig. 2.2** *Impianto pilota (a) esternamente e (b) internamente*

La regolazione dell'impianto pilota è effettuata tramite un quadro comandi, che permette di modificare la velocità del chopper, dell'impeller e della vasca.

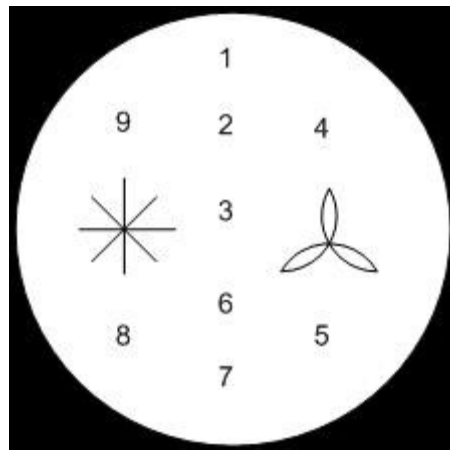
Il materiale è introdotto attraverso un'apertura nella parte superiore mentre il legante è introdotto attraverso un'altra apertura sempre sulla parte superiore ma dalla parte opposta rispetto alla prima.

I campioni prelevati dall'impianto pilota vengono prima pesati, essiccati in forno a 120°C per 90 minuti e successivamente pesati di nuovo per valutare la quantità di acqua evaporata.

Dei tanti campioni disponibili per ogni prova, alcuni vengono selezionati per essere setacciati al fine di sviluppare la *Particle Size Distribution*. Dopo una prima setacciatura, il campione è "macinato" in un cilindro rotante con sfere di ceramica abrasive. In seguito viene eseguita un'ultima setacciatura.

### 2.2.1 Prelievo dei campioni

Per ogni prova sono stati prelevati nove campioni di granulato bagnato, in differenti posizioni all'interno della vasca di miscelazione (vedi Figura 1).



**Figura 2.3** Posizione dei punti di prelievo all'interno del miscelatore. Sono inoltre rappresentati l'agitatore primario (a dx) ed il chopper (a sx).

Secondo la procedura attuale di trasportare i campioni dall'impianto pilota al laboratorio di analisi, essi venivano messi in sacchetti di carta che se lasciati troppo tempo asciugavano la polvere falsando la fase di essiccamento in forno. Per questo motivo le prove in forno sono state effettuate subito dopo il prelievo.

### 2.2.2 Essiccamento in forno

L'essiccamento in forno è un passaggio delicato in quanto mentre per le prove sull'impianto pilota le poveri vengono asciugate in un forno tradizionale, nell'impianto industriale i granuli umidi vengono alimentati su una maglia metallica vibrante attraversata da aria calda.

Per le prove studiate, il forno è stato regolato a 120°C, per la durata prefissata di 90 minuti. Il tempo impiegato permette all'acqua contenuta nella miscela di evaporare completamente, già dopo 30 minuti infatti alcuni campioni vedevano evaporata completamente tutta l'acqua mentre altri si avvicinavano al valore finale.

Per ogni granulato si è valutata la quantità di acqua evaporata normalizzata sul peso del campione di polvere prelevato al variare dal punto di prelievo, al fine di valutare la dispersione del liquido nella massa di polvere.

## 2.3 Caratteristiche delle polveri

Le proprietà delle polveri rilevate nello studio del processo industriale, al fine di evitare segregazione e per il dimensionamento di apparecchiature atte al mescolamento e stoccaggio del granulato sono la densità, l'angolo di riposo, la granulometria e la resistenza del granulo.

### 2.3.1 Densità di una particella e di un insieme di particelle

La densità per un sistema costituito da particelle solide è una delle proprietà più importanti per quanto riguarda l'immagazzinamento e la lavorazione del materiale; risulta però necessario distinguere la densità di una particella da quella di un sistema di particelle.

La densità di una particella è definita come il rapporto tra la sua massa e il suo volume. Esistono diverse definizioni di densità di una particella a seconda di come viene misurato il volume: densità reale della particella, densità apparente della particella e densità effettiva della particella.

La densità reale è il rapporto tra la massa della particella e il volume occupato, escluse le porosità aperte o chiuse all'interno del granulo: essa rappresenta quindi la densità del materiale che costituisce la particella.

Con densità apparente si intende il rapporto tra la massa della particella e il volume che essa occupa escluse le sole porosità aperte.

La densità effettiva è invece il rapporto tra la massa della particella e il volume da essa occupato comprese le porosità aperte e chiuse.

La densità di un sistema di particelle o densità apparente (*bulk density*) non va confusa con quella di una particella.

La determinazione della *bulk density* di un campione di granulato può dimostrare se è avvenuta o meno segregazione, un campione costituito infatti da una frazione fine abbondante ha una densità maggiore di un campione che ha prevalentemente particelle grandi.

Con bulk density si intende quindi la massa delle particelle che occupano un determinato volume di un recipiente mentre la porosità o vuoto è il rapporto tra il volume lasciato libero dalle particelle e il volume totale del recipiente. Si ha quindi

$$\rho_b = \rho_s(1 - \epsilon) + \rho_a \epsilon$$

Dove  $\rho_b$  è la densità totale del sistema,  $\rho_s$  è la densità della particella,  $\rho_a$  è la densità dell'aria e  $\epsilon$  è la porosità. Considerando trascurabile la densità dell'aria in confronto di quella del materiale si ha.

$$- (\rho_s - \rho_b)$$

Quando si versa una quantità di granulato  $m$  [Kg] in una bacinella di volume  $V$  [m<sup>3</sup>], la densità del sistema è  $m/V$  [Kg/m<sup>3</sup>]; se si impartiscono delle vibrazioni alla bacinella il volume occupato dal granulato cala a  $V'$  [m<sup>3</sup>] e la densità diventa  $m/V' > m/V$ .

Il valore della densità apparente dipende molto dal modo in cui si è ottenuta: versando le polveri in un recipiente lentamente o velocemente, da una certa altezza o da una maggiore, si ottengono valori molto diversi<sup>(7)</sup>.

La densità apparente è solitamente detta densità versata (*poured density*) o aerata (*aerated density*).

Per la densità versata esiste ad esempio uno standard che fissa l'altezza di versamento a 25.74 mm in un contenitore e da una tramoggia con geometrie definite.

Se il letto viene scosso e sottoposto a forti vibrazioni si parla di densità battuta o vibrata.

Il valore della densità di un insieme di particelle dipende in modo rilevante oltre che dalle dimensioni anche dalla forma dei granelli.

Per una particella non sferica si possono definire molte dimensioni che dipendono dal modo in cui si misurano, dalle caratteristiche e dalla forma del granello.

In genere per definire la forma di una particella si fa riferimento alla sfericità.







La sfericità di una particella è così definita:

$$Sf = \left( \frac{\text{Sup sfera}}{\text{Sup particella}} \right)_{V=\text{cost.}}$$

Ovvero, data una particella con definiti volume e superficie, la sfericità è il rapporto tra la superficie della sfera avente volume uguale a quello della particella e, la superficie della particella.

In tabella 2.1 sono riportati i valori di sfericità di un insieme disordinato di particelle dello stesso tipo al variare della forma.

**Tabella 2.1** Densità di un insieme disordinato di particelle uguali al variare della sfericità.

Forma	Sfericità [-]	Bulk density [g/cm <sup>3</sup> ]
	1.00	0.64
	0.87	0.65
	0.83	0.55
	0.47	0.50
	0.81	0.75
	0.76	0.50

I dati riportati in tabella 2.1 dimostrano che un insieme di particelle cubiche può raggiungere un grado di impaccamento maggiore.

### 2.3.2 Densità battuta o vibrata

Il pigiatore volumetrico (IG/4), figura 2.4, permette la determinazione della densità battuta di sostanze polverose o granulari.

**Figura 2.3** Pigiatore usato per la determinazione della densità battuta

Lo strumento fa compiere al cilindro un movimento periodico verticale e la vibrazione causa l'impaccamento del materiale. Si può quindi leggere dal cilindro tarato in cm<sup>3</sup> il valore del volume occupato dalla polvere e da questo risalire alla densità vibrata  $\rho_{vb}$  espressa in g/cm<sup>3</sup>.

In tabella 2.2 sono riportati i valori di densità misurati per tre tipi di granulato.

**Tabella 2.2** Valori medi di densità battuta per tre tipi di granulato

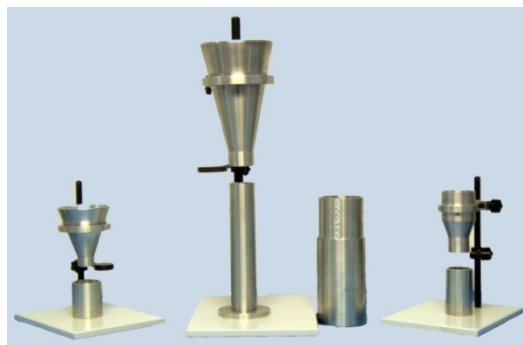
Granulato metalcored	Granulato rutilo	Granulato basico
$\rho_{vb}$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\rho_{vb}$ [g/cm <sup>3</sup> ]	$\rho_{vb}$ [g/cm <sup>3</sup> ]
2.40	2.10	1.70

La densità vibrata viene usata come indicatore del grado di segregazione dei campioni di granulato, per la semplicità con cui si può misurare: un campione con molte particelle fini avrà una densità vibrata maggiore di uno costituito prevalentemente da granelli grossi.

*Procedura:* si pesano su una bilancia analitica 300g di polvere. Il campione viene posto all'interno del cilindro. Si aziona lo strumento e lo si lascia operare per un tempo di 5 minuti.

### 2.3.3 Densità versata

La densità versata è misurata con uno degli strumenti in Figura 2.5.

**Figura 2.4** Strumento usato per la determinazione della densità versata

L'analisi consiste nel versare una certa quantità di polvere attraverso una tramoggia avente caratteristiche specifiche (nel nostro caso inclinazioni delle pareti di 60° e foro di scarico di diametro 2.5 mm) e all'interno di un cilindro di volume noto. Affinché si ottengano risultati confrontabili, la tramoggia deve restare ad una certa altezza dal cilindro (25.74mm), fissabile attraverso un particolare spessore; il foro di uscita delle polveri dalla tramoggia deve essere inoltre perfettamente in asse con il cilindro sottostante.

Lo strumento essendo di caratteristiche standardizzate è usato anche per misurare i tempi di scarico, data una quantità fissata di polvere. I tempi di scarico danno un'informazione sulla scorrevolezza della polvere.

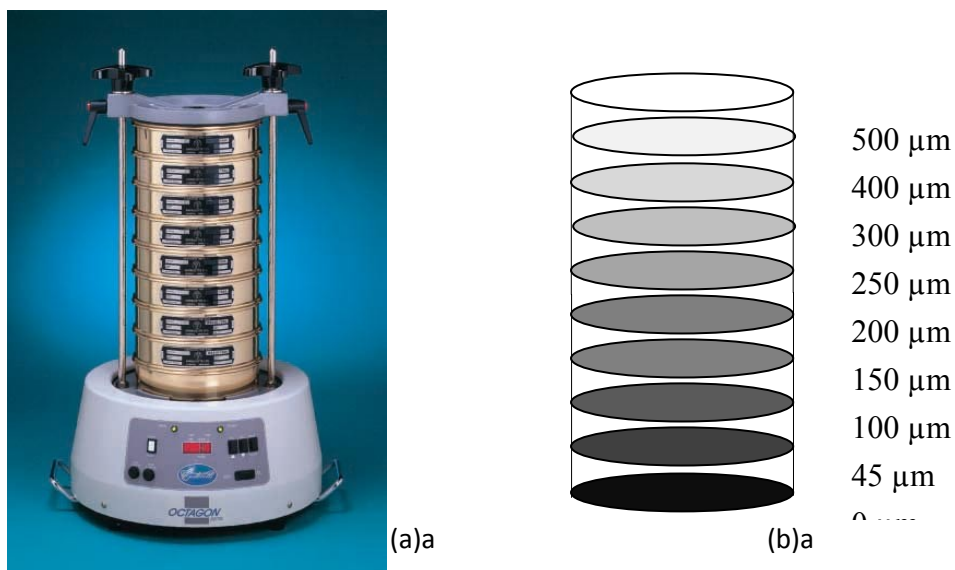
Per la misura si prepara prima la quantità fissata di polvere, per esempio 40g, la polvere deve essere setacciata con un setaccio di diametro pari al massimo a 8 volte il diametro medio delle particelle. Sotto questo valore le polveri si bloccano meccanicamente nello scarico. La quantità preparata viene posta nel cilindro con il foro inferiore chiuso. Aprendo il foro inferiore si incomincia a misurare il tempo di scarico. Si effettuano più di una prova per ogni campione al fine di avere un tempo medio di scarico in quanto la misurazione del tempo è effettuata manualmente dall'operatore.

### 2.3.4 Granulometria

Lo strumento usato per la determinazione della granulometria delle polveri, Figura 2.3, è costituito da una serie di setacci posti l'uno sopra l'altro e messi all'interno di un'apparecchiatura che fa compiere alla pila di setacci un movimento periodico verticale e contemporaneamente rotatorio.

I setacci, sottoposti a vibrazioni, fermano polveri di dimensioni decrescenti proseguendo verso il basso; a partire dal primo setaccio in alto vengono fermati i componenti di dimensioni maggiori o uguali rispettivamente a: 500 $\mu\text{m}$ , 400 $\mu\text{m}$ , 300 $\mu\text{m}$ , 250 $\mu\text{m}$ , 200 $\mu\text{m}$ , 150 $\mu\text{m}$ , 100 $\mu\text{m}$ , 45 $\mu\text{m}$ , 0 $\mu\text{m}$ .

L'area di passaggio di ogni setaccio ha forma quadrata, le particelle invece non hanno forma quadrata quindi, non c'è una relazione univoca tra le particelle che passano un setaccio a lato fissato ed il diametro della particella. Seguendo una distribuzione probabilistica normale si può accettare il lato del setaccio come diametro medio delle particelle [2].



**Figura 2.5** Strumento usato per la determinazione della granulometria: (a) strumento completo, (b) pila di setacci



*Procedura:* si pesa su una bilancia analitica la quantità di granulato da setacciare. La quantità pesata è posta nel primo setaccio in cima alla pila. I setacci sono posti nell'apposito spazio all'interno dell'apparecchiatura. Dopo aver messo il coperchio sul primo setaccio si avvia lo strumento.

Le vibrazioni sono impartite per un tempo di 5 minuti, Con lo strumento fermo si toglie il coperchio e si pesano le quantità di granulato presenti in ogni setaccio.

### 2.3.5 Macinazione

Per analizzare l'effetto della quantità di silicato sulla resistenza del granulo si sono confrontate le PSDs del granulato prima e dopo averlo sottoposto ad una macinazione in un tamburo rotante per 90 secondi con delle sfere in ceramica.

Per quantificare l'effetto della macinazione si è scelto di valutare l'ampiezza della PSD espressa in termini di  $(d_{90}-d_{10})$  prima e dopo il test. Si è poi confrontato tale indice in funzione della composizione della miscela legante a parità di granulato in esame. L'indice scelto per quantificare la resistenza del granulato è dato dalla seguente espressione:

$$I = \frac{(d_{90} - d_{10})_{post}}{(d_{90} - d_{10})_{pre}}$$

Per come è stato definito, il valore di tale indice si discosta dall'unità all'aumentare della fragilità del granulato, cioè all'aumentare dell'ampiezza della distribuzione dopo macinazione.

Durante la macinazione i legami di ponti di solido che si formano tra le particelle grazie all'aggiunta della miscela legante si rompono incrementando la frazione di particelle fini.

# Capitolo 3

## Prove sull'impianto pilota

La campagna di prove effettuate si può suddividere in tre fasi; nella prima si è studiato il variare delle proprietà del granulato modificando le variabili di processo, nella seconda è stato rimosso il chopper per studiare il comportamento di un sistema semplificato, che si avvicina maggiormente a quello industriale, infine si è cercata la conferma dei risultati ottenuti e si sono effettuate nuove prove in nuove condizioni simili, unendo le informazioni ottenute dalle prove precedenti.

### 3.1 Prima campagna di prove

#### 3.1.1 Prove variando la quantità di legante introdotta

Sono state condotte quattro prove di granulazione per ogni granulato (flusso rutilico, metalcored e basico) variando la frazione ponderale di acqua nella miscela di legante. Nella Tabella 3.1 sono riassunte le composizioni della miscela legante impiegata nella granulazione. Per  $\omega_{sil}$  e  $\omega_{H_2O}$  si intende rispettivamente la frazione ponderale di silicato e acqua della miscela legante. Nell'impianto pilota, le prove di granulazione sono state condotte senza dosare i 3 litri di acqua iniziali che nell'impianto industriale hanno la funzione abbattere le polveri fini che si sollevano durante la miscelazione a secco. Se si escludono i 3 litri d'acqua le composizioni evidenziate in giallo nella Tabella coincidono con le composizioni impiegate industrialmente nella fase di miscelazione ad umido. Le quantità  $\omega_{\sigma}$  e  $\omega_{\lambda}$  sono date rispettivamente dalle seguenti relazioni:

$$\omega_{\sigma} = \frac{kg \text{ silicato}}{kg (\text{silicato} + \text{granulato})}$$
$$\omega_{\lambda} = \frac{kg \text{ acqua}}{kg (\text{acqua} + \text{granulato})}$$

Si ricorda che con il termine granulato s'intende la miscela di polveri introdotta nel miscelatore.

**Tabella 3.1** Variabili formulative dell'impianto pilota impiegate nel disegno sperimentale iniziale.

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
ARS	1	81.25	18.75	4.154	0.99
	2	50	50	2.595	2.595
	3	28.5	71.4	2.95	3.85
	4	90.6	9.4	4.5	0.5
AB	5	80	20	3.846	0.99
	6	50	50	2.44	2.44
	7	28.56	71.44	1.4	3.44
	8	90	10	4.3	0.49
AMC01	9	81.28	18.57	4.15	0.99
	10	50	50	2.53	2.53
	11	28	72	1.47	3.66
	12	90	10	4.3	0.49

I tempi di miscelazione a secco e ad umido e le velocità di rotazione della vasca, impeller e chopper sono rimasti invariati nelle tre prove. Le condizioni operative alle quali è stato esercito l'impianto pilota sono riportate in Tabella 2.

**Tabella 3.2** Condizioni operative dell'impianto pilota impiegate nel disegno sperimentale iniziale.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	32

La miscela legante è stata dosata lentamente durante il secondo minuto della miscelazione a secco.

### 3.1.2 Essiccamento industriale ed essiccamento in forno

Si è effettuato un confronto tra l'essiccamento in forno e quello industriale. Si tenga presente che i granulati prelevati nel punto n° 2 e n° 6 del miscelatore sono stati impastati con una miscela legante la cui composizione è riportata in Tabella 1 (prova 1, 5 e 9) e che rispetto alla composizione industriale non considera i 3 litri d'acqua dosati nella miscelazione a secco. Le quantità di silicato aggiunte (parametro  $\omega_{\sigma}$ ) invece rimangono invariate nell'impianto industriale e pilota.

### 3.1.3 Prove variando la velocità dell'impeller

Sono state condotte sei prove variando la velocità dell'impeller, ispezionando il comportamento di tutti i tre granulati in analisi: rutilico, basico e metalcored. Le prove condotte variando la composizione sono state effettuate a velocità di 40rpm, si è tenuta questa velocità come riferimento e come composizione di riferimento della miscela legante, quella delle prove 1, 5, 9 descritte nella Tabella 2.1.

Si è effettuata una prova a velocità inferiore ed una velocità superiore, rispettivamente a 22 rpm e 56 rpm. Nell'impianto pilota la velocità non è indicata in giri al minuto (rpm) ma è regolata in modo da dare:

ASPO (impeller): a display indicante 0= 0 giri/minuto 0 Hz  
 50= 27,8 giri/minuto 25 Hz  
 100= 55,6 giri/minuto 50 Hz

VASCA: a display indicante 0= 0 giri/minuto 0 Hz  
 50= 8,6 giri/minuto 25 Hz  
 100= 17.3 giri/minuto 50 Hz

CHOPPER: a display indicante 0= 0 giri/minuto 0 Hz  
 50= 158,1 giri/minuto 25 Hz  
 100= 316.3 giri/minuto 50 Hz

Le condizioni operative sono le seguenti

**Tabella 3.3** Condizioni operative dell'impianto pilota. A velocità dell'impeller inferiore

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	22
Velocità chopper [rpm]	32	32

**Tabella 3.4** Condizioni operative dell'impianto pilota. A velocità dell'impeller superiore

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	56
Velocità chopper [rpm]	32	32

**Tabella 3.5** Variabili formulative nelle prove a velocità variabile dell'impeller.

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
ARS	1	81.25	18.75	4.154	0.99
AB	5	80	20	3.846	0.99
AMC-01	9	81.28	18.57	4.15	0.99

### 3.1.4 Prove variando la velocità del chopper

Analogamente alle prove precedenti, si è scelto di variare l'altra componente rotante del granulatore: il chopper. Il chopper come possiamo notare dai dati nel paragrafo precedente, ha la possibilità di ruotare a velocità molto elevate. I dati precedentemente raccolti sono stati effettuati con il chopper alla velocità di 32 rpm, per studiare l'influenza del chopper è stata effettuata una prova a velocità superiore, alla velocità di 158 rpm.

Le condizioni operative sono le seguenti

**Tabella 3.6** Condizioni operative dell'impianto pilota.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	158

**Tabella 3.7** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
ARS	1	81.25	18.75	4.154	0.99
AB	2	80	20	3.846	0.99
AMC-01	3	81.28	18.57	4.15	0.99

### 3.1.5 Prove aggiungendo acqua prima della miscelazione

Per simulare il comportamento industriale è stata aggiunta acqua prima della miscelazione ad umido. L'acqua aggiunta è proporzionale a quella utilizzata nell'impianto industriale. Nelle prove si sono quindi aggiunti 100 grammi di acqua.

Il primo minuti di miscelazione a secco è stato suddiviso in 30 secondi di miscelazione a secco e 30 secondi aggiungendo l'acqua. Per il secondo minuto di miscelazione le modalità sono le stesse. Inoltre la miscela acqua e silicato è rimasta invariata rispetto alle prove descritte nel paragrafo precedente, l'acqua aggiunta prima della miscelazione ad umido non ha quindi influenzato la composizione della miscela legante successivamente introdotta.

Le prove sono state effettuate per i tre flussi di granulato utilizzato: rutilico, metalcored e basico.

**Tabella 3.8** Condizioni operative dell'impianto pilota.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	32

**Tabella 3.9** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
ARS	1	81.25	18.75	4.154	0.99
AB	2	80	20	3.846	0.99
AMC-01	3	81.28	18.57	4.15	0.99

### 3.1.6 Prove variando i tempi di miscelazione

Il tempo di miscelazione è importante dal punto di vista della formazione del granulo, della segregazione chimica e fisica e dei costi di impianto. Nel caso della produzione dei granulati per il riempimento del tubo da saldatura, non è necessario creare grani di grandi dimensioni, cioè composti da molte particelle primarie, diversamente da quanto avviene per l'industria farmaceutica; al contrario, basta accrescere di poco il diametro medio iniziale delle polveri non aggregate. Per fare questo non è necessario mescolare per molto tempo, tuttavia rimane pur sempre importante ridurre e controllare

la segregazione chimica e fisica. Le prove effettuate sono state condotte diminuendo il tempo di miscelazione ad umido. Una diminuzione del tempo di miscelazione porta anche a vantaggi economici, risparmiando tempo per la specifica fase del processo. Tuttavia essendo un processo batch ed essendo i tempi di miscelazione dell'ordine di pochi minuti, non è fondamentale ridurre il tempo di miscelazione. Sono state condotte prove con il flusso rutilico, dimezzando i tempi di miscelazione, variando la velocità dell'impeller.

**Tabella 3.10** Condizioni operative dell'impianto pilota variando la velocità dell'impeller. (a) velocità inferiore (b) velocità di riferimento (c) velocità superiore

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (2,5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	22
Velocità chopper [rpm]	32	32

(a)

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (2,5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	32

(b)

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (2,5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	56
Velocità chopper [rpm]	32	32

(c)

**Tabella 3.11** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
ARS	1-2-3	81.25	18.75	4.154	0.99

### 3.2 Prove in assenza del chopper

Per approfondire lo studio della fase di miscelazione/agglomerazione si è scelto di togliere il chopper presente nell'impianto pilota. Il chopper è stato sin qui usato in quanto per i processi di granulazione è usato frequentemente, tuttavia nell'impianto industriale non è presente. Uno dei motivi per il quale non è presente il chopper nell'impianto industriale è per la difficoltà di pulizia. L'azienda che ha prodotto il granulatore dispone ora di chopper per l'impianto industriale, facile da smontare e da pulire. Si cerca quindi di analizzare la possibilità di questa aggiunta per i flussi considerati. Le prove in assenza di chopper permettono anche di studiare le altre variabili con minori condizionamenti del chopper.

#### 3.2.1 Prove variando la velocità dell'impeller

L'unica variabile analizzata senza il chopper è stata la velocità dell'impeller, in quanto direttamente correlata nella miscelazione e nella granulazione delle polveri. Come flusso si è scelto di utilizzare quello rutilico in quanto maggiormente interessato da fenomeni di segregazione.

Le velocità indagate sono le stesse usate precedentemente nel paragrafo 3.1.3.

Le condizioni operative sono quindi le seguenti.

**Tabella 3.12** Condizioni operative dell'impianto pilota variando la velocità dell'impeller. (a) velocità inferiore (b) velocità di riferimento (c) velocità superiore

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	22

(a)

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40

(b)



	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	56

(c)

**Tabella 3.13** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
ARS	1	81.25	18.75	4.154	0.99
AB	5	80	20	3.846	0.99
AMC-01	9	81.28	18.57	4.15	0.99

### 3.3 Prove conclusive

Al termine della campagna di prove senza chopper si è scelto di effettuare, una serie conclusiva di prove per consolidare i risultati ottenuti e per cercare ulteriori miglioramenti.

Una prova è stata effettuata con flusso rutilico per confermare dati precedentemente raccolti. Le altre prove sono state effettuate con flusso metalcored perché di maggior interesse industriale.

#### 3.3.1 Prove variando la quantità di silicato

Con granulato metalcored sono state condotte sei prove, a tre composizioni della miscela legante diverse. Due prove per ogni composizione ci servono per restringere le possibilità di errore nei dati precedentemente ottenuti. Le composizioni diverse indagate sono tre e non quattro come quelle totali finora testate perché dalle campagne precedenti abbiamo escluso quella a composizione del silicato più bassa, in quanto le prove di resistenza del granulo si sono dimostrate inferiori rispetto alle altre prove.

**Tabella 3.16** Condizioni operative dell'impianto pilota.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	32

**Tabella 3.17** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$	$\omega_{H_2O}$	$\omega_{\sigma}$	$\omega_{\lambda}$
		[wt %]	[wt %]	[wt %]	[wt %]
AMC-01	1-2	81.28	18.57	4.15	0.99
	3-4	50	50	2.53	2.53
	5-6	90	10	4.3	0.49

### 3.3.2 Prove con premiscelazione

Sono state condotte due prove di granulazione introducendo la miscela legante in due momenti diversi. Diversamente dalle prove effettuate nella prima campagna di prove, non è stata introdotta solo acqua ma una miscela di acqua e silicato. La composizione della miscela in una prova è rimasta uguale nei due momenti di caricamento, mentre nell'altra prova le due miscele introdotte hanno composizioni diverse. Con  $\omega_{1,sil}$  è indicata la frazione ponderale di silicato introdotta per prima,  $\omega_{1,H_2O}$  per l'acqua.  $\omega_{2,sil}$  e  $\omega_{2,H_2O}$  indicano le frazioni ponderali del secondo inserimento.

I due minuti in regime di miscelazione a secco sono stati divisi in 1 minuto di miscelazione a secco e 1 minuti introducendo la prima parte di miscela, la seconda parte della miscela è stata introdotta nella miscelazione ad umido.

Queste prove sono importanti perché uniscono i risultati delle prove precedentemente effettuate.

**Tabella 3.18** Condizioni operative dell'impianto pilota.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	32

**Tabella 3.19** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{1,sil}$	$\omega_{1,H_2O}$	$\omega_{2,sil}$	$\omega_{2,H_2O}$
		[wt %]	[wt %]	[wt %]	[wt %]
AMC-01	1	50	50	75	15
AMC-01	2	66	34	66	34

### 3.3.3 Prove aumentando la velocità dell'impeller

Nelle prove che sono state effettuate aumentando la velocità dell'impeller, si è notato un miglioramento. Per confermare questo trend sono state condotte due prove con velocità dell'impeller a 56 rpm. Gli altri parametri sono rimasti invariati.

**Tabella 3.20** Condizioni operative dell'impianto pilota.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	56
Velocità chopper [rpm]	32	32

**Tabella 3.21** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
AMC-01	1-2	81.28	18.57	4.15	0.99

### 3.3.4 Prove aumentando la velocità del chopper

Analogamente alle prove effettuate nel paragrafo precedente anche con il chopper è stato effettuato lo stesso ragionamento, il chopper è stato impostato ad una velocità superiore a quella già precedentemente testata, nella sola fase di miscelazione ad umido.

**Tabella 3.22** Condizioni operative dell'impianto pilota.

	Miscelazione a secco (2 min)	Miscelazione ad umido (5 min)
Velocità vasca [rpm]	7	9
Velocità impeller [rpm]	30	40
Velocità chopper [rpm]	32	316

**Tabella 3.23** Variabili formulative dell'impianto pilota

Flusso	Prova	$\omega_{sil}$ [wt %]	$\omega_{H_2O}$ [wt %]	$\omega_{\sigma}$ [wt %]	$\omega_{\lambda}$ [wt %]
AMC-01	1-2	81.28	18.57	4.15	0.99

# Capitolo 4

## Risultati

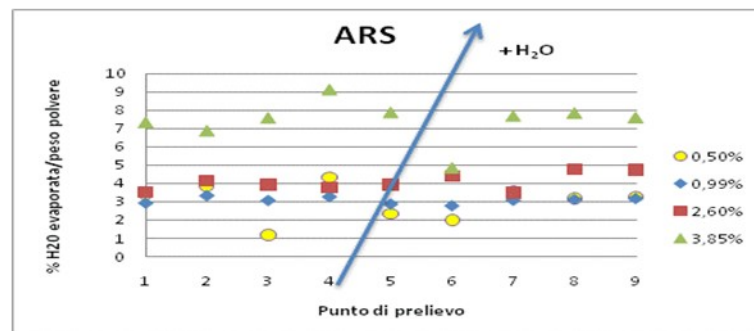
Le campagne di prove effettuate hanno come obiettivo la riduzione della segregazione, la ricerca di un diametro ottimale delle particelle agglomerate e di una sufficiente resistenza del granulo.

Per valutare la segregazione si valuta l'effetto dell'evaporazione della miscela legante. Una distribuzione non omogenea rilevata da una evaporazione non omogenea nel letto della miscela legante, si trasforma in un accrescimento disuniforme dei granuli. Un accrescimento non omogeneo disturba la ricerca del diametro ottimale. Come variabile per identificare il diametro medio si usa il d50 che rappresenta il valore dimensionale al di sotto del quale ricade il 50% della popolazione delle particelle. Infine riguardo alla resistenza del granulo, si usa il parametro I, definito nel §2.3.5

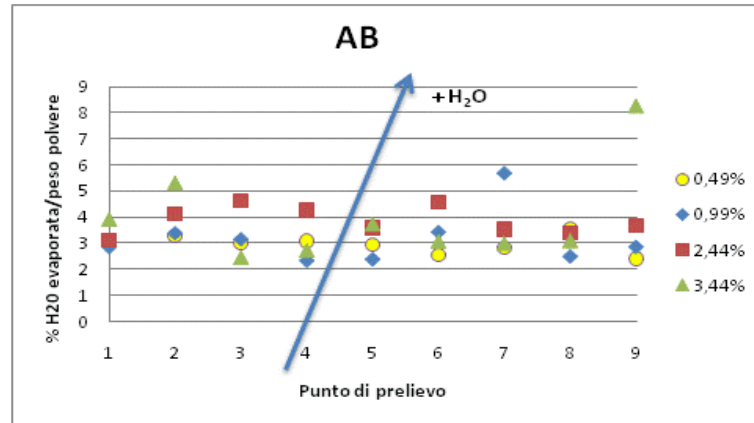
### 4.1 Prima campagna di prove

#### 4.1.1 Prove variando la quantità di legante introdotta

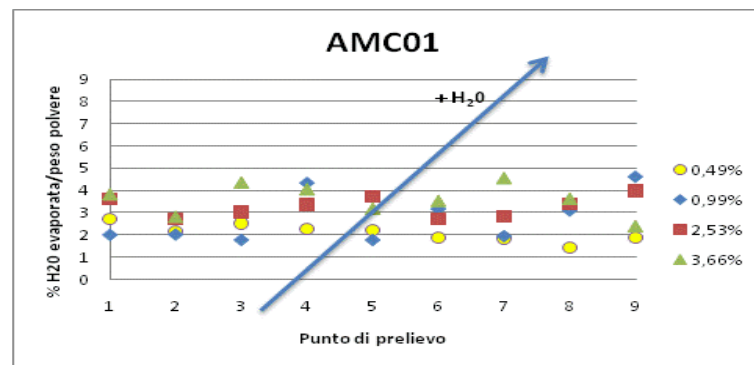
Le prove eseguite hanno evidenziato che solo per i granulati metalcored e rutilico la quantità di legante introdotta si disperde uniformemente nella massa di polvere dal momento che la quantità di acqua evaporata rimane costante al variare del punto di campionamento. Come era ragionevole aspettarsi il valore della variazione in peso di acqua è funzione della composizione iniziale della miscela legante.



**Figura 4.1** Distribuzione della miscela legante per un granulato rutilico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.



**Figura 4.2** Distribuzione della miscela legante per un granulato basico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.



**Figura 4.3** Distribuzione della miscela legante per un granulato metalcored al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.

Le prove di granulazione del flusso basico hanno invece mostrato una dispersione del liquido non omogenea: la percentuale della variazione in peso del campione può variare anche del doppio a seconda del punto di prelievo. Tale evidenza sperimentale può essere riconducibile alla presenza di una polvere specifica (codice 401) nella formulazione del granulato (56 wt%). Precedenti prove sperimentali di bagnabilità avevano infatti dimostrato che tale polvere non viene bagnata dal silicato impiegato: il legante quindi scivola sulla polvere accumulandosi solo su alcune zone della massa di polvere.

Per analizzare l'effetto della quantità di silicato sulla resistenza del granulo si sono confrontate le PSDs del granulato prima e dopo averlo sottoposto ad una macinazione in un tamburo rotante per 90 secondi con delle sfere in ceramica. Per questo test sono stati esaminati e confrontati i campioni di polvere prelevati nel punto 2 e 6 del miscelatore. Nelle Figure 4.4, 4.5 e 4.6 si riportano le PSDs pre-macinazione relative rispettivamente al granulato basico, rutilico e metalcored parametriche nel rapporto in peso tra la

quantità di legante e quella di polvere introdotta nel granulatore pilota,  $\omega_{\sigma}$ . Nel grafico si riportano inoltre le distribuzioni dimensionali del granulato non agglomerato al fine di evidenziare l'effetto dell'introduzione di un liquido legante nella formazione dei granuli.

Come si può osservare nelle Figure 4.4, 4.5 e 4.6 all'aumentare della percentuale di silicato nella miscela legante, accresce la frazione di polveri con granulometrie superiori ai 250  $\mu\text{m}$ . Questo significa che maggiore è la quantità di legante più la polvere tende a formare dei granuli.

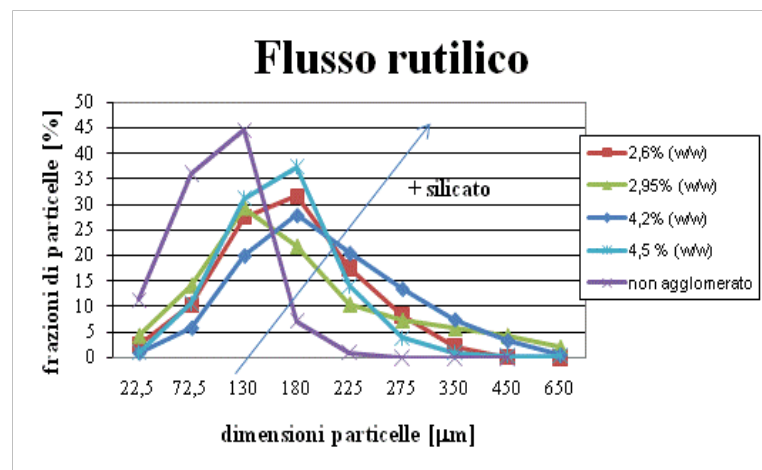


Figura 4.4 PSDs del flusso rutilico al variare della percentuale in peso del silicato impiegato.

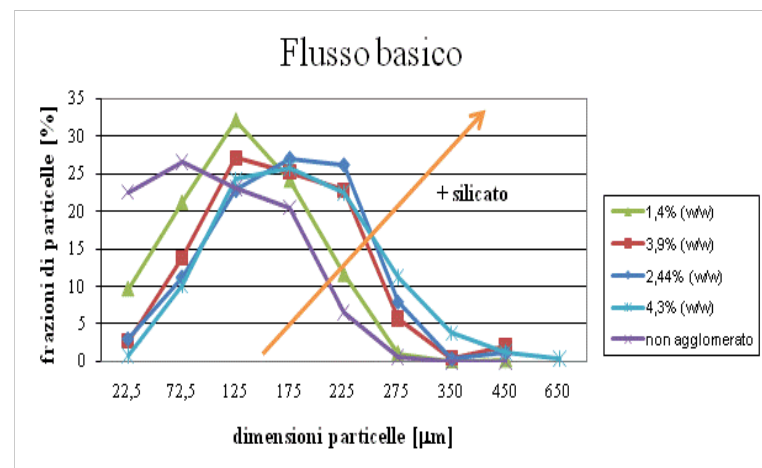
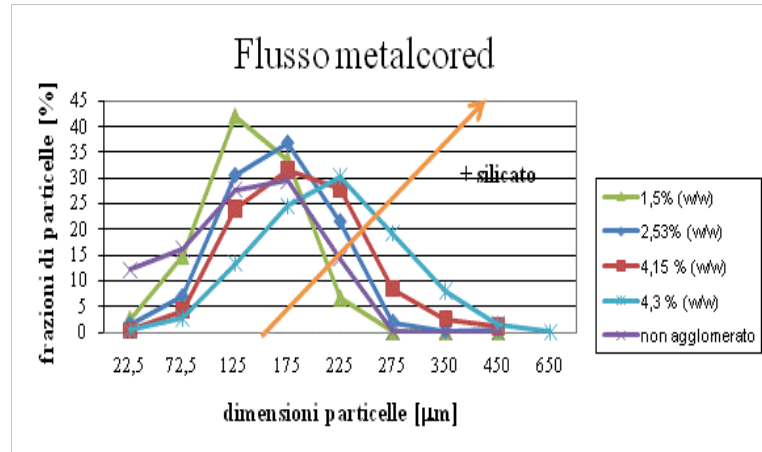
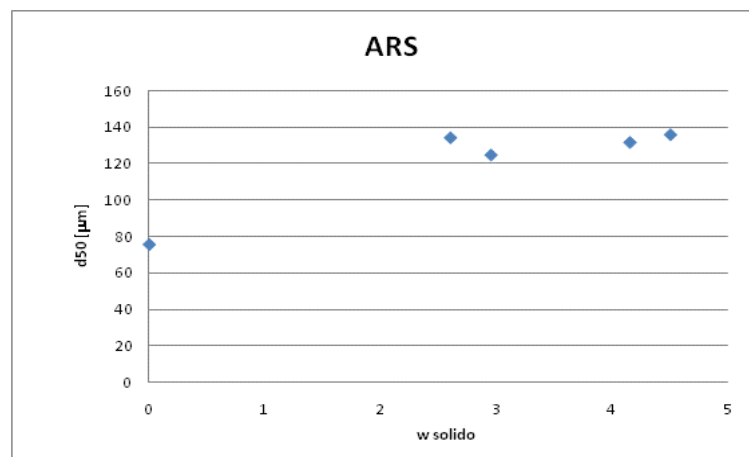


Figura 4.5 PSDs del flusso basico al variare della percentuale in peso del silicato impiegato.

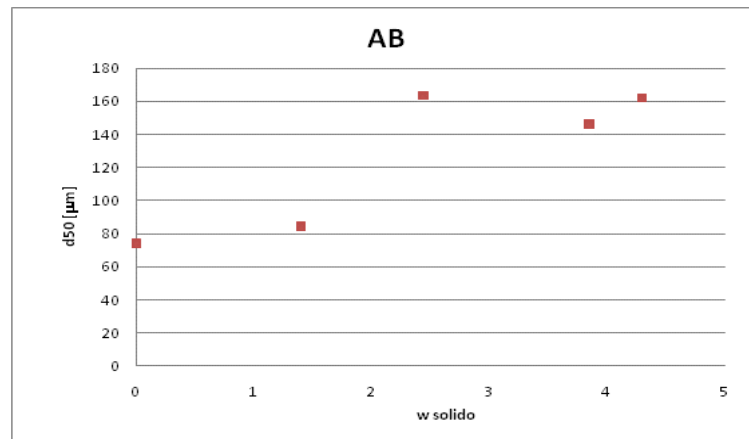


**Figura 4.6** PSDs del flusso metalcored al variare della percentuale in peso del silicato impiegato.

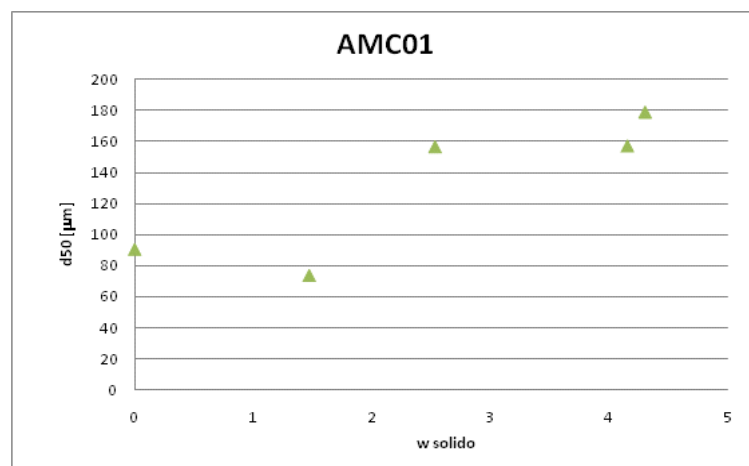
Nelle Figure 4.7, 4.8 e 4.9 si riportano i valori del diametro medio del granulo, d50 in funzione della quantità di silicato introdotta per i tre granulati in esame.



**Figura 4.7** Diametro medio dei granuli in funzione della percentuale di silicato introdotta per il granulato rutilico



**Figura 4.8** Diametro mediano dei granuli in funzione della percentuale di silicato introdotta per il granulato basico



**Figura 4.9** Diametro mediano dei granuli in funzione della percentuale di silicato introdotta per il granulato metalcored

Nelle Figure 4.7, 4.8 e 4.9 si può osservare che esiste un valore critico di legante che consente di ottenere granuli di dimensioni quasi raddoppiate: per il granulato basico e metalcored si passa da un valore di  $d_{50}$  di  $80 \mu\text{m}$  ad un diametro mediano di circa  $160 \mu\text{m}$ .

In Figura 4.10 infine si riportano le PSDs di un granulato rutilico prima e dopo il test di macinazione. Si può osservare come il test di macinazione della durata di soli 90 secondi modifica in maniera significativa la distribuzione dimensionale del granulato.



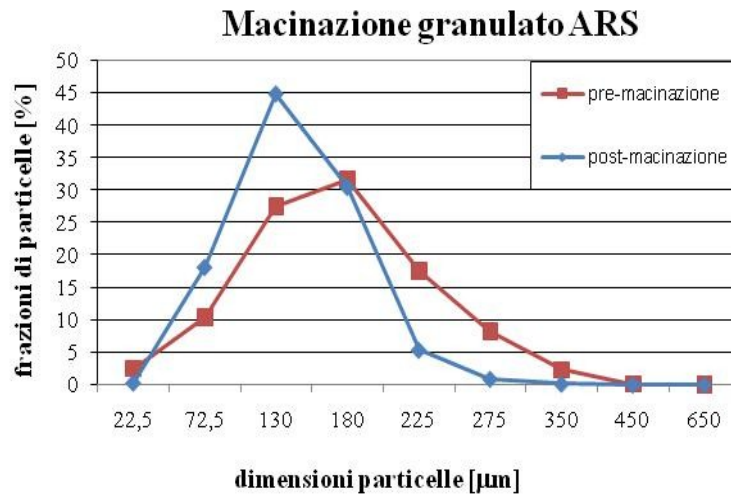


Figura 4.10 PSDs del flusso rutilico prima e dopo la prova di macinazione.

Nelle figure 4.11, 4.12 e 4.13, sono proposti gli andamenti dell'indice I al variare della quantità di silicato introdotta per i tre granulati analizzati. La quantità di silicato impiegata in azienda è evidenziata in rosso.

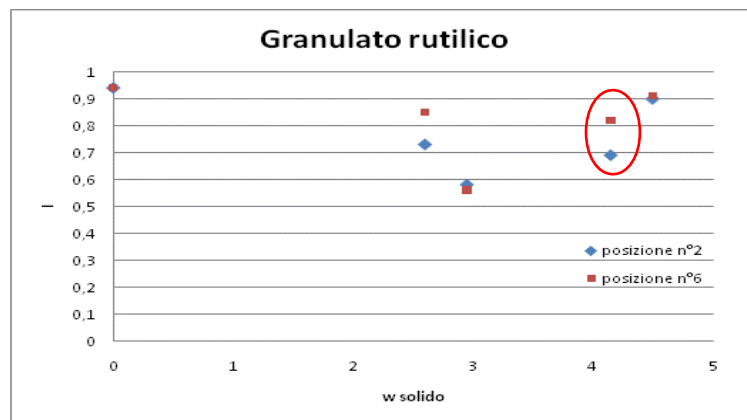


Figura 4.11 Effetto della macinazione sul granulato rutilico.

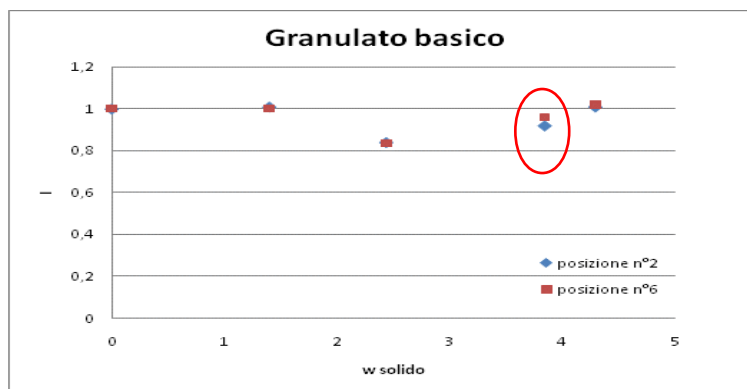


Figura 4.12 Effetto della macinazione sul granulato basico.

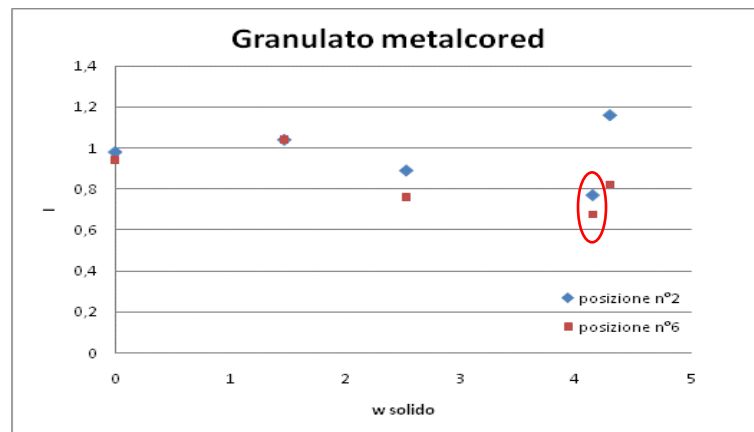


Figura 4.13 Effetto della macinazione sul granulato metalcored.

Durante la macinazione i legami di ponte di solido che si sono formati tra le particelle dopo la solidificazione del silicato liquido, grazie all'aggiunta della miscela legante si rompono incrementando la frazione di particelle fini. Come si può osservare nelle figure 4.11, 4.12 e 4.13, nei vari granulati esiste una quantità minima di silicato in grado di conferire una maggiore resistenza alla polvere alle sollecitazioni meccaniche. Inoltre le numerose prove di setacciatura effettuate su campioni di polvere prelevati dopo ogni fase del processo industriale hanno mostrato che tra i tre granulati in esame il flusso metalcored è quello meno sensibile agli shock termici e meccanici presenti nell'essiccamento a letto fluido e nel forno rotativo.

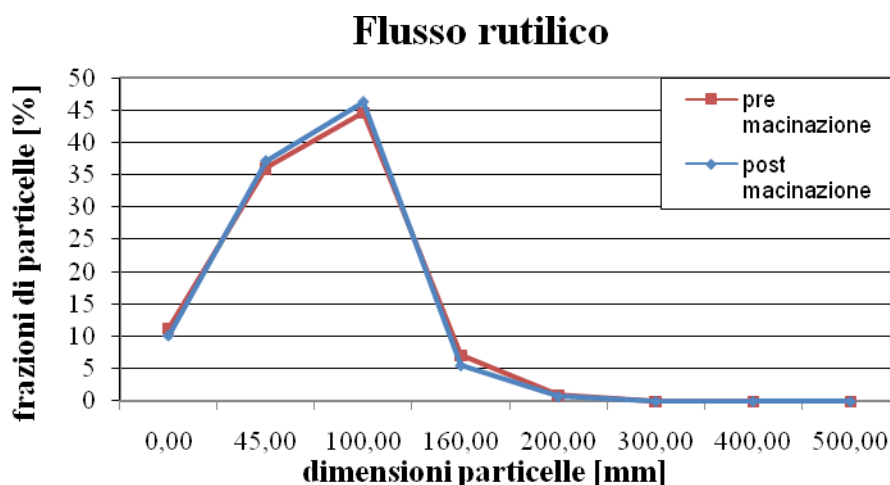


Figura 4.14 Effetto della macinazione sul granulato rutilico non agglomerato.

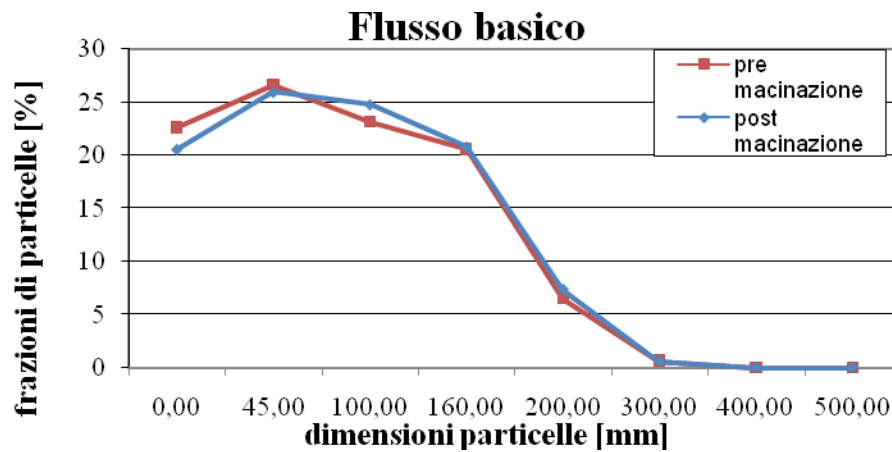


Figura 4.14 Effetto della macinazione sul granulato basico non agglomerato.

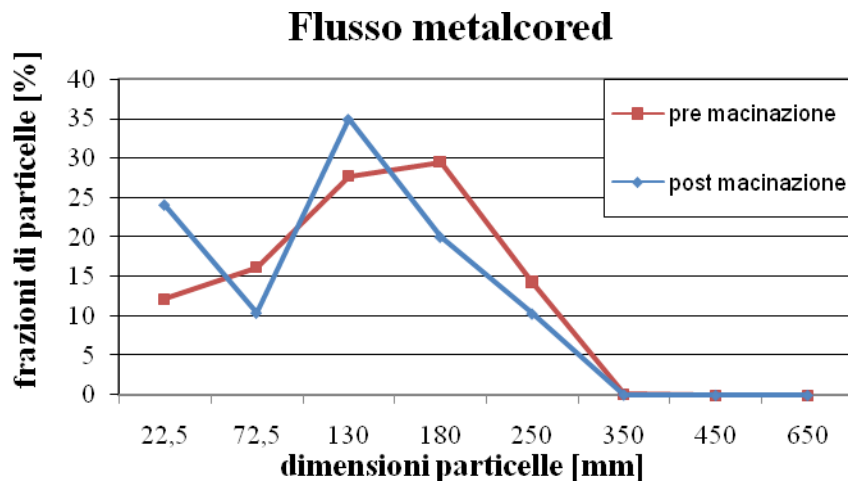


Figura 4.14 Effetto della macinazione sul granulato metalcored non agglomerato.

#### 4.1.2 Essiccamento industriale ed essiccamento in forno

Dalle Figure 4.15, 4.16, 4.17 si può dedurre l'effetto del diverso tipo di essiccamento sulle dimensioni del granulo finale. Si può concludere che la formazione ed il consolidamento del granulo non avviene nel miscelatore a basso shear ma nello stadio successivo di essiccamento.

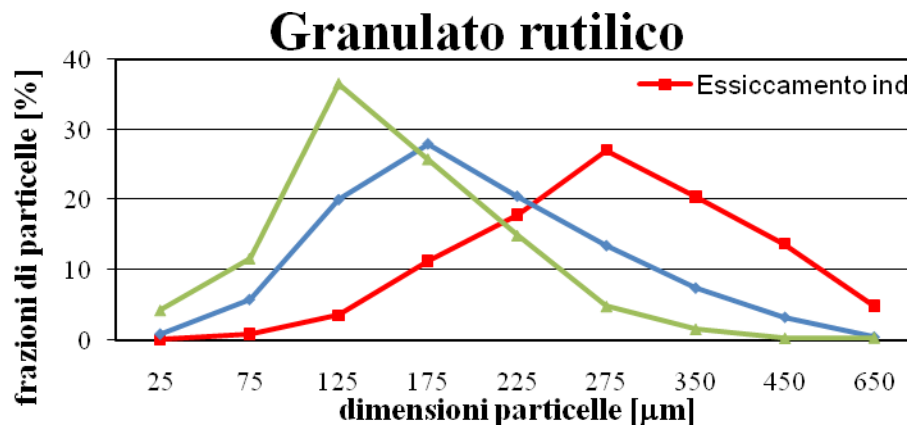


Figura 4.15 Confronto tra le PSDs del granulato rutilico dopo l'essiccamento industriale e quello pilota.

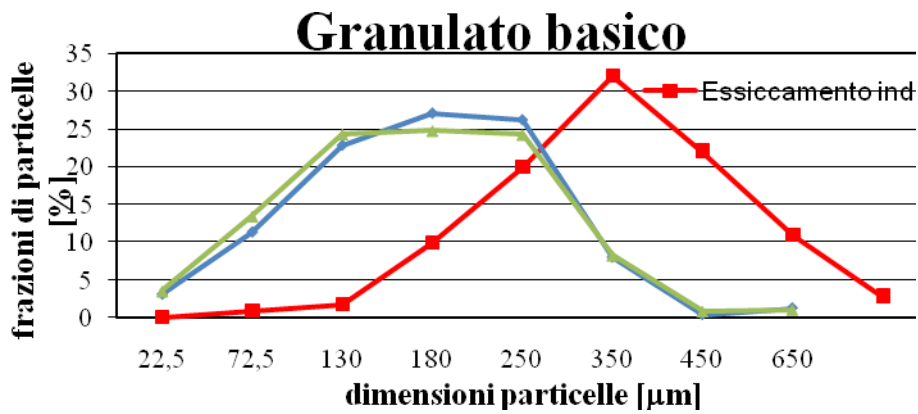


Figura 4.16 Confronto tra le PSDs del granulato basico dopo l'essiccamento industriale e quello pilota.

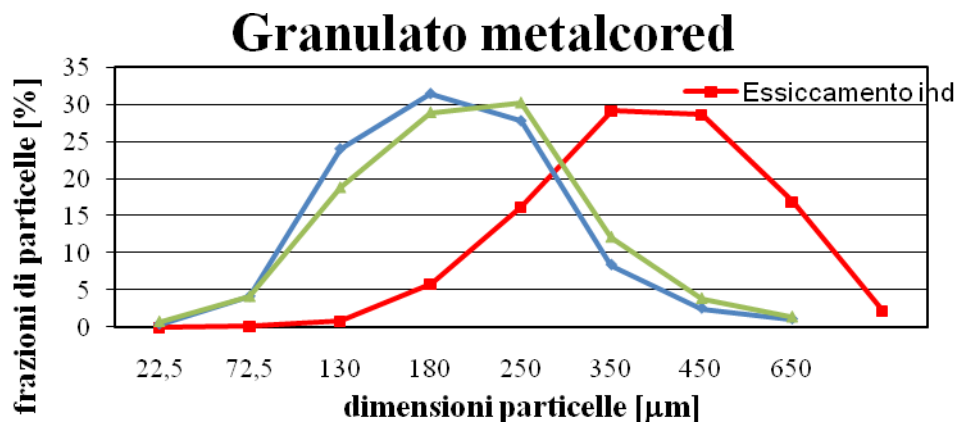
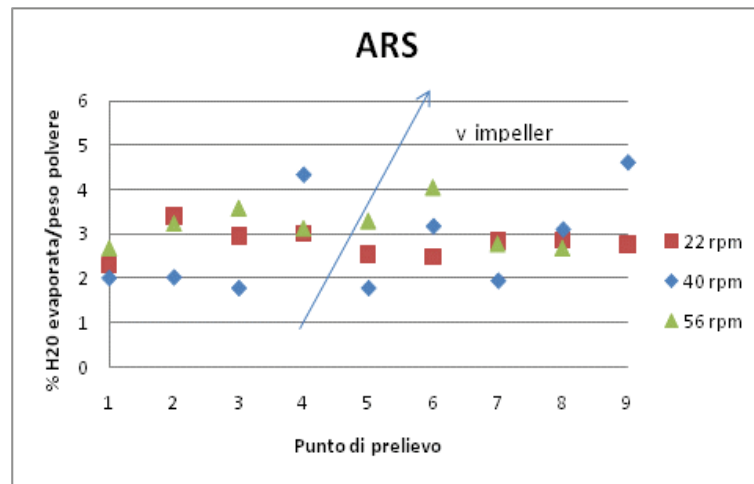


Figura 4.17 Confronto tra le PSDs del granulato metalcored dopo l'essiccamento industriale e quello pilota.

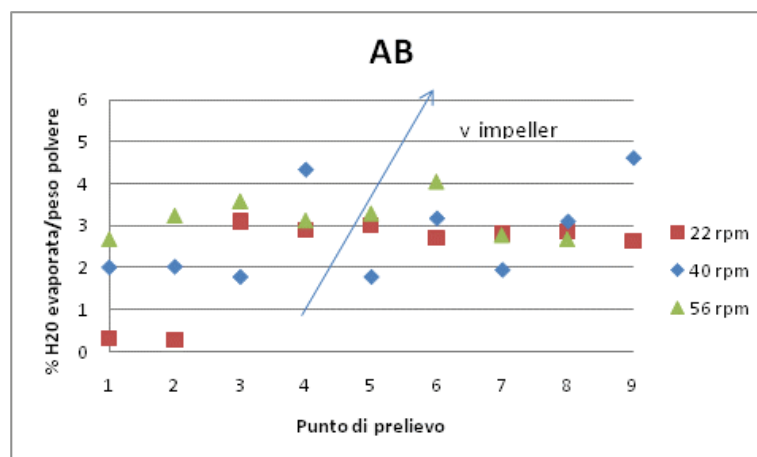
Nell'essiccamento industriale l'aria calda insufflata dal basso alla pressione di 3 bar ed alla temperatura di 140° C dà forma all'agglomerato e le prove sperimentali mostrano che rispetto all'essiccamento in stufa si ottengono granuli di dimensione superiori. Ci si aspettava invece che nell'essiccamento in stufa la polvere, compattandosi maggiormente, formasse un numero maggiore di legami di ponti di liquido che portano quindi alla formazione di agglomerati di dimensioni più elevate.

#### 4.1.3 Prove variando la velocità dell'impeller

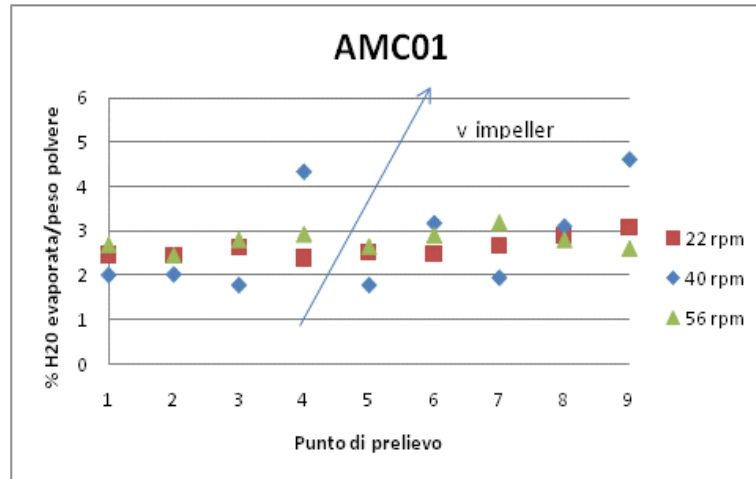
A parità di flusso e di miscela legante si può evincere dai grafici 4.18, 4.19 e 4.20 che la velocità dell'impeller non influisce in maniera rilevante sulla dispersione della miscela.



**Figura 4.18** Distribuzione della miscela legante per un granulato rutilico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.



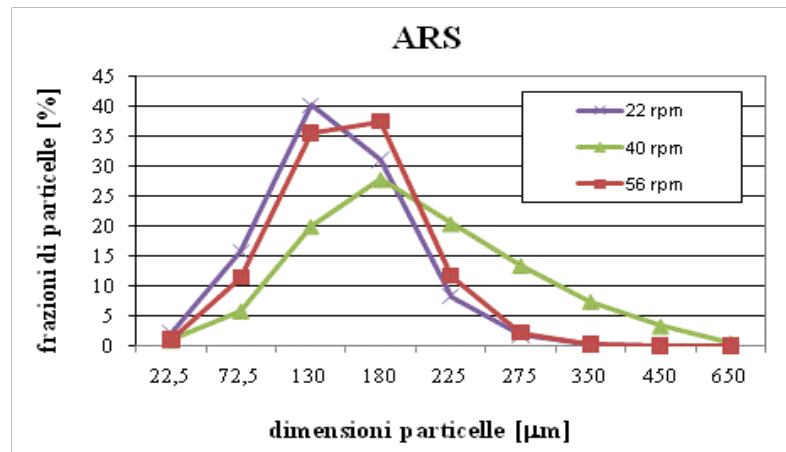
**Figura 4.19** Distribuzione della miscela legante per un granulato basico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.



**Figura 4.20** Distribuzione della miscela legante per un granulato metalcored al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.

Il granulato basico rimane sempre molto difficile da gestire in termini di bagnabilità mentre granulato metalcored sembra beneficiare maggiormente della variazione della velocità.

Per avere maggiori informazioni confrontiamo ora le PSDs prima della macinazione al variare della velocità dell'impeller.



**Figura 4.21** PSDs del flusso rutilico al variare della velocità dell'impeller.

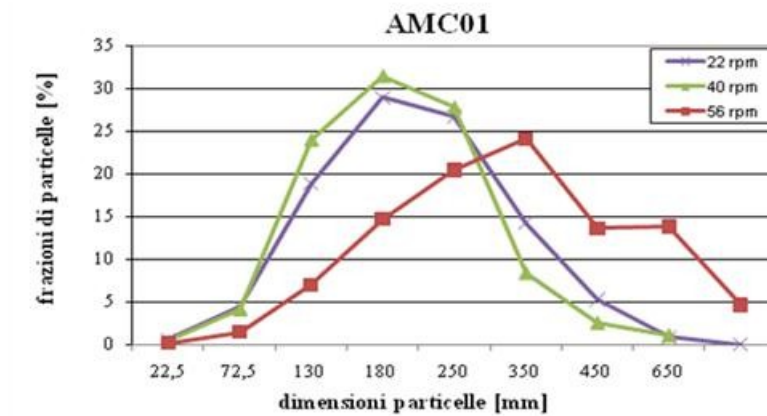


Figura 4.22 PSDs del flusso basico al variare della velocità dell'impeller.

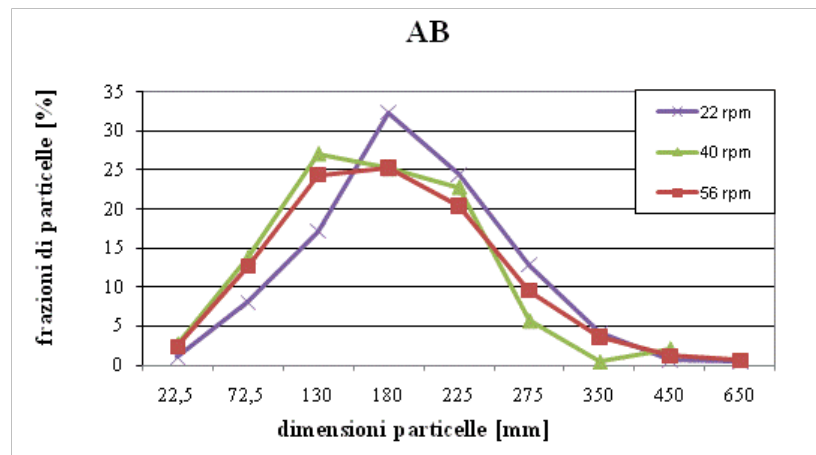
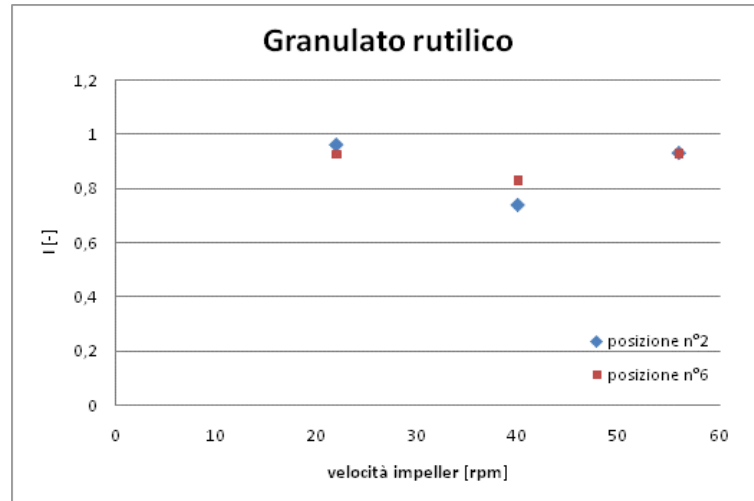


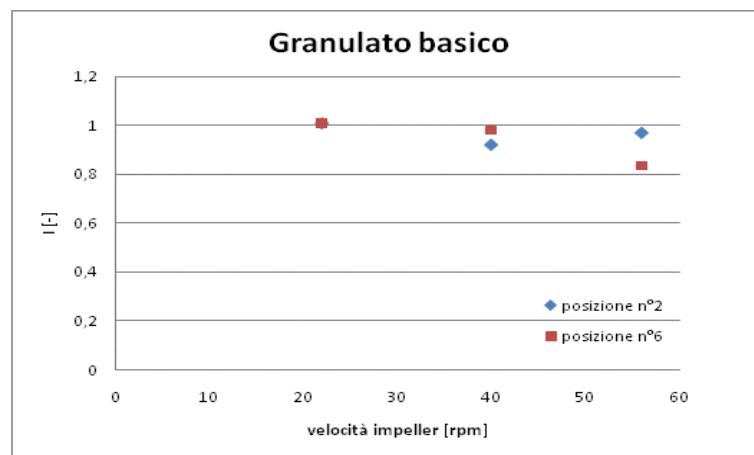
Figura 4.23 PSDs del flusso metalcored al variare della velocità dell'impeller.

Dalle PSDs si sono riscontrati comportamenti analoghi, per 56 rpm le curve sono più allargate e per 22 rpm la maggior ampiezza è meno accentuata. Aumentare troppo la velocità infatti spezza i legami di ponti di liquido, una velocità non adeguata al contrario non permette la formazione dei legami.

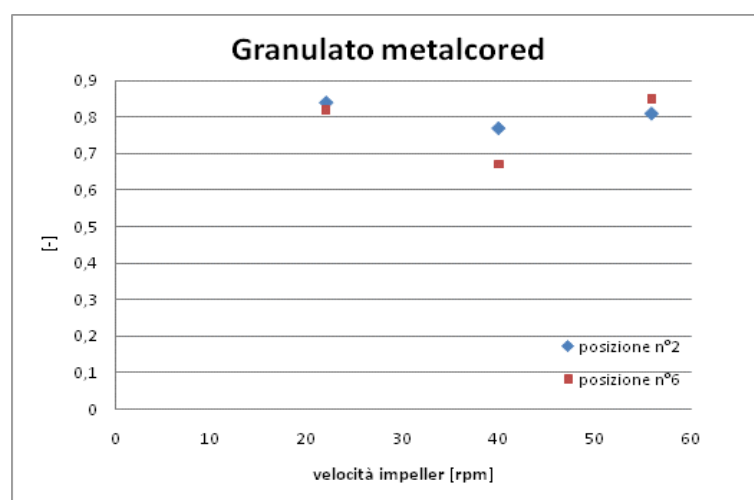
Per studiare la forza dei legami che si sono formati dopo l'essiccamento confrontiamo il variare dell'indice I al cambiare della velocità dell'impeller.



**Figura 4.24** Effetto della macinazione sul granulato rutilico.



**Figura 4.25** Effetto della macinazione sul granulato basico.



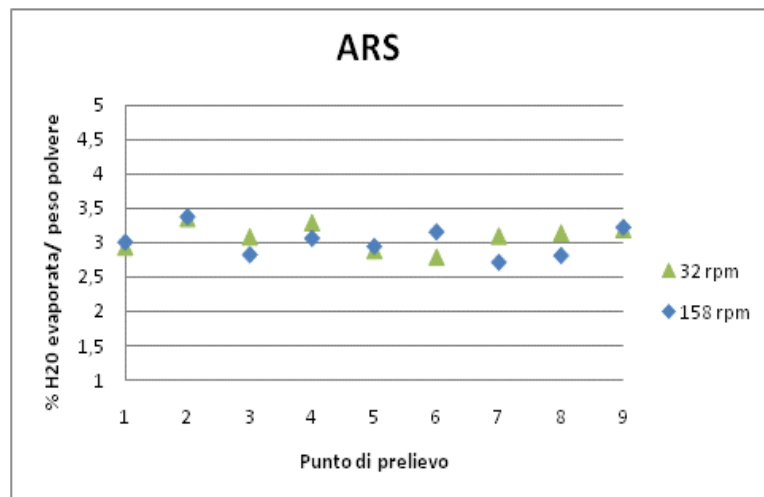
**Figura 4.26** Effetto della macinazione sul granulato metalcored.



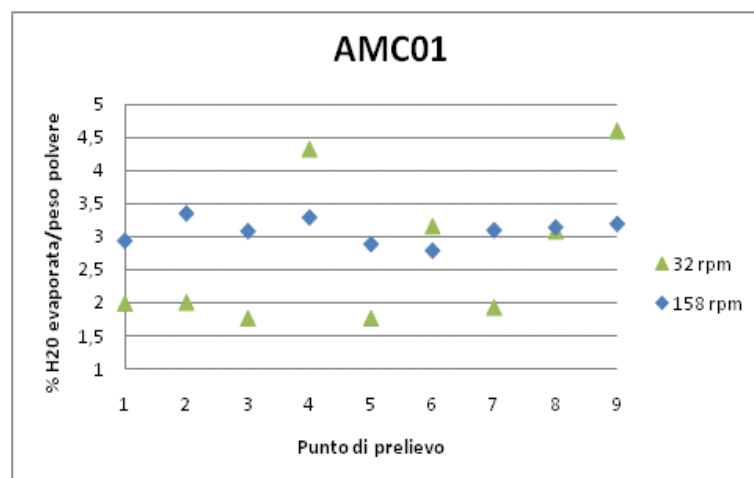
Dalle figure 4.24, 4.25 e 4.26 si può osservare come solo per i flussi metalcored e rutilico ci sia un valore minimo di resistenza alla velocità di 46 rpm, per il flusso basico non è identificabile un minimo rilevante. Tuttavia nel grafico sono presenti solo due punti per velocità ed inoltre questi due punti sono ricavati dalla stessa prova di granulazione, la variabilità quindi è molto elevata.

#### 4.1.4 Prove variando la velocità del chopper

Dal grafico 4.27 possiamo notare come nel flusso ARS la velocità del chopper non incide sulla distribuzione del legante mentre dal grafico 4.28 è evidente come per il flusso AMC01, incrementando la velocità del chopper si migliora la distribuzione del legante.



**Figura 4.27** Distribuzione della miscela legante per un granulato rutilico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.



**Figura 4.28** Distribuzione della miscela legante per un granulato metalcored al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.

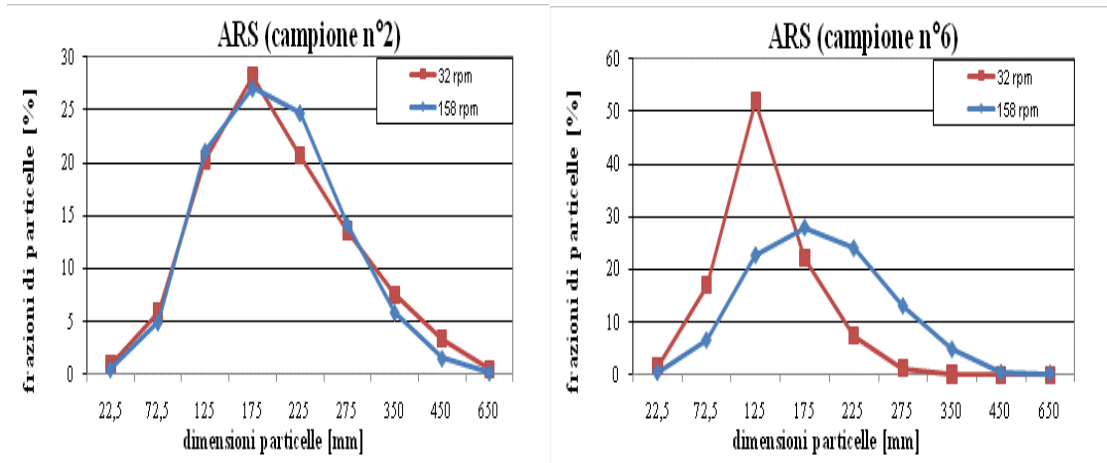


Figura 4.29 PSDs del flusso rutilico al variare della velocità dell'impeller.

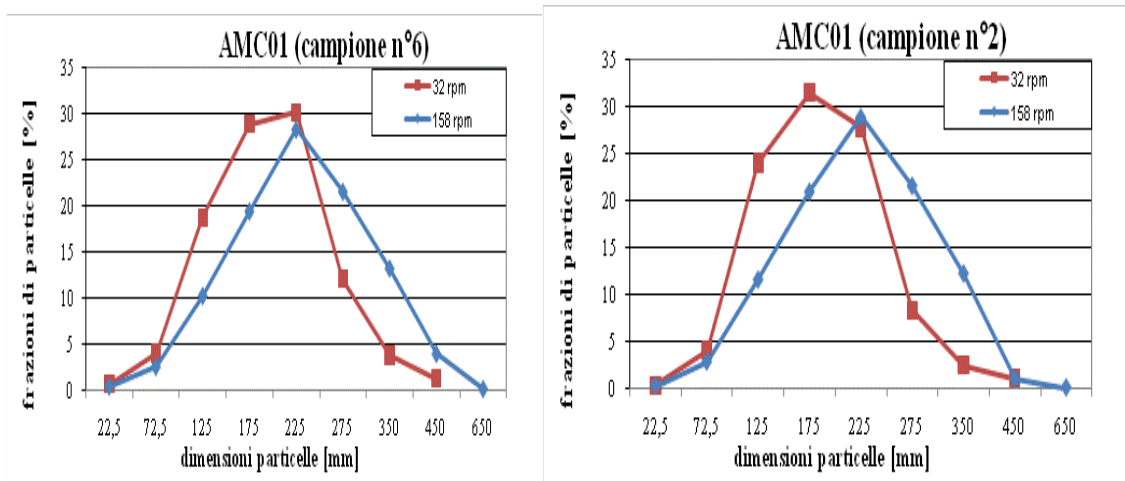


Figura 4.30 PSDs del flusso metalcored al variare della velocità dell'impeller.

I grafici delle figure 4.30 e 4.31 mostrano che aumentando la velocità del chopper si ottiene una migliore agglomerazione, in quanto la curva risulta spostata verso destra, allo stesso tempo però l'elevata velocità di rotazione rompe i legami a ponti di liquido che allargano la PSD finale.

### 3.1.5 Prove aggiungendo acqua prima della miscelazione

Per studiare l'influenza dell'introduzione dell'acqua, sono state effettuate analisi sul flusso industriale e sulle prove effettuate nell'impianto pilota.

Dalla figura 4.34 risulta evidente l'influenza dell'introduzione dell'acqua sia in termini di diametro medio del granulato ottenuto che dal punto di vista della distribuzione dei diametri.

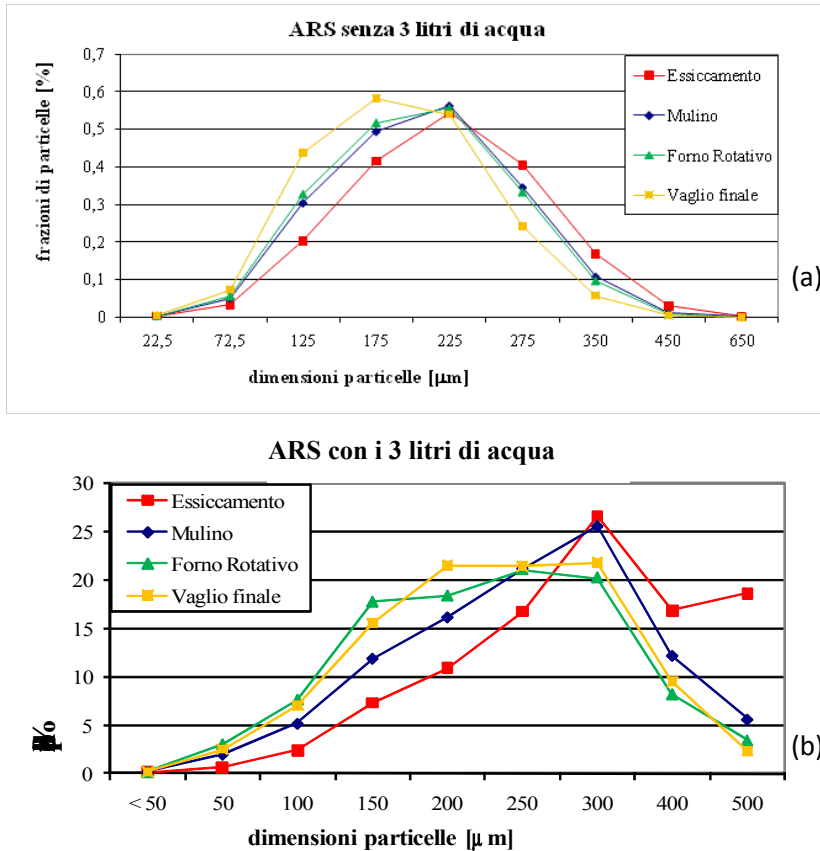


Figura 4.31 PSDs del flusso rutilico industriale con (a) e senza (b) l'acqua iniziale

Confrontiamo ora la distribuzione granulometrica dell'impianto pilota con quella dell'impianto industriale

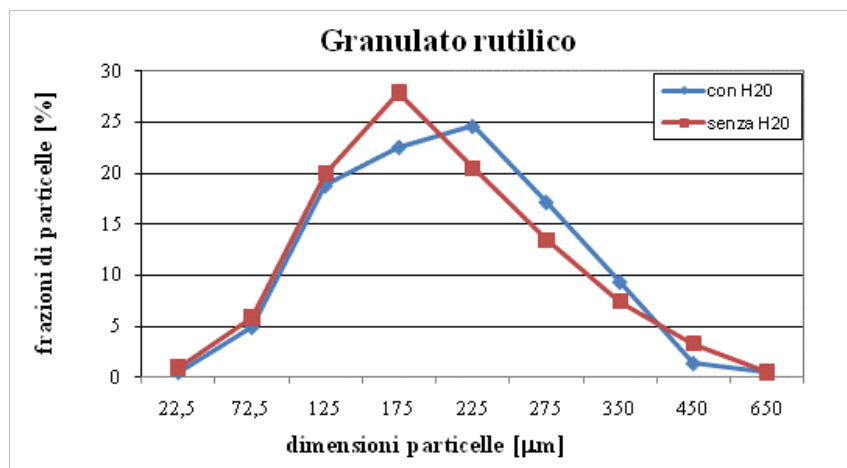


Figura 4.32 PSDs del flusso rutilico nell'impianto pilota con e senza H2O iniziale

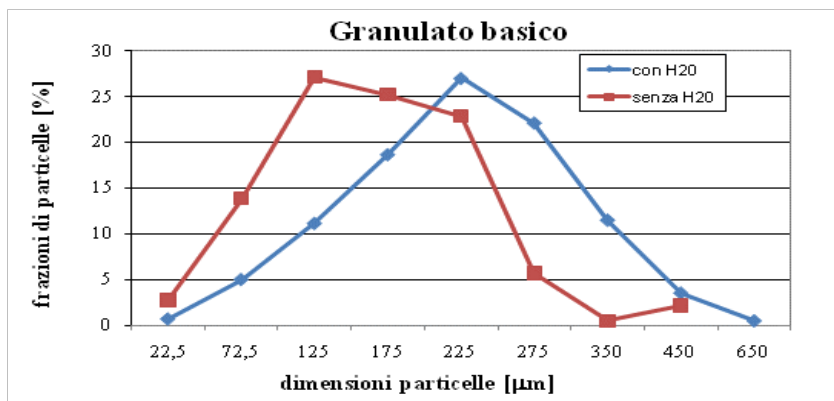


Figura 4.33 PSDs del flusso básico nell'impianto pilota con e senza H2O iniziale.

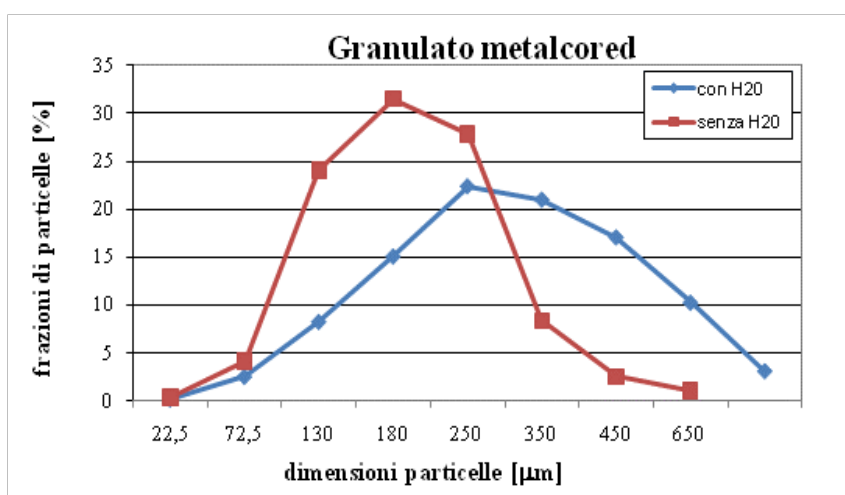


Figura 4.33 PSDs del flusso metalcored nell'impianto pilota con e senza H2O iniziale.

Tabella 4.1 Proprietà delle PSDs nell'impianto pilota

	ARS		AMC01		AB	
	senza H2O	con H2O	senza H2O	con H2O	senza H2O	con H2O
<b>d50</b>	145,6	201,8	163,12	217,76	142,27	201,8
<b>d90-d10</b>	166,18	192,8	173,55	193,12	186,46	192,8

## Prove di resistenza meccanica

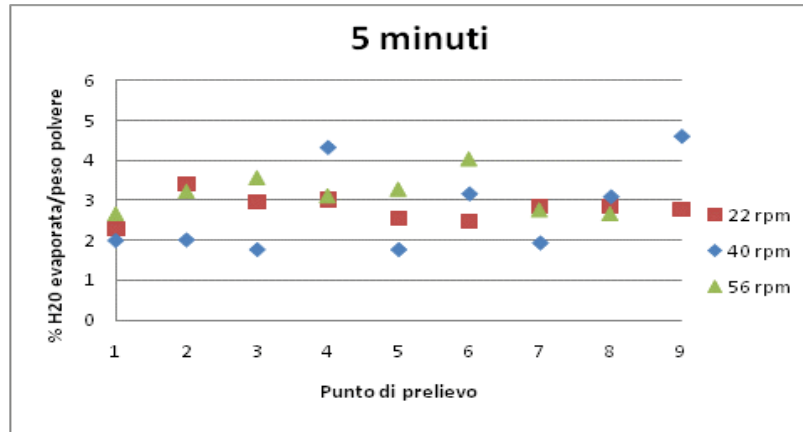
**Tabella 4.2** Variare dell'indice  $I$  per i differenti flussi nell'impianto pilota, con e senza acqua iniziale

	AMCO1		ARS		AB	
	con H2O	senza H2O	con H2O	senza H2O	con H2O	senza H2O
campione 2	0,98	0,77	0,79	0,68	0,96	0,92
campione 6	0,82	0,67	0,7	0,82	0,99	0,96

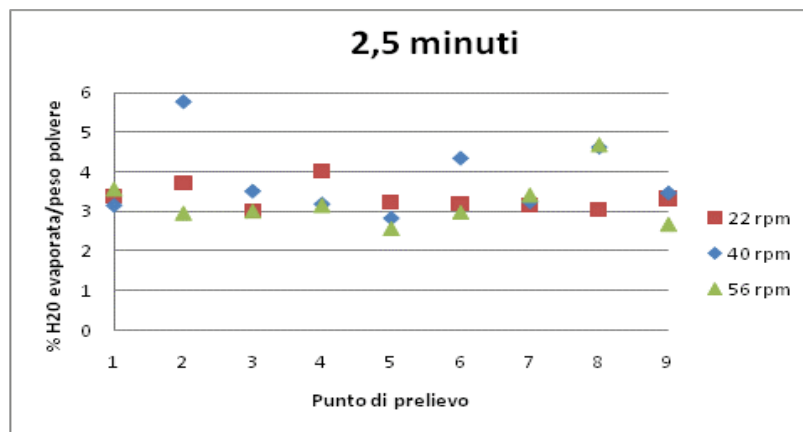
La presenza dell'acqua nella fase di premiscelamento influisce analogamente nell'impianto pilota e nell'impianto industriale. L'acqua dosata inizialmente allarga e sposta verso diametri maggiori la curva di distribuzione dei diametri medi. Avere una curva spostata verso destra permette di avere meno frazioni fini, tuttavia essendo più larga, come ci mostrano i valori del  $d_{90}$ - $d_{10}$  nella tabella 4.1, la distribuzione risulta più dispersa, con maggiori fenomeni di segregazione. Dal punto di vista della resistenza per il granulato metalcored appare significativa l'introduzione dell'acqua per aumentare la resistenza, per il flusso rutilico non è evidente se l'influenza sia positiva o meno e infine per il flusso basico l'introduzione dell'acqua apporta dei miglioramenti che tuttavia sono marginali rispetto alla già elevata resistenza senza acqua nella fase di premiscelazione.

### 4.1.6 Prove variando i tempi di miscelazione

Dalle figure 4.34 e 4.36 non sono riscontrabili differenze rilevanti sulla distribuzione del liquido quindi dimezzare il tempo di miscelamento potrebbe risultare vantaggioso in termini di riduzione della durata dell'operazione, tuttavia bisogna verificare, l'accrescimento dei granuli con il confronto delle PSDs.

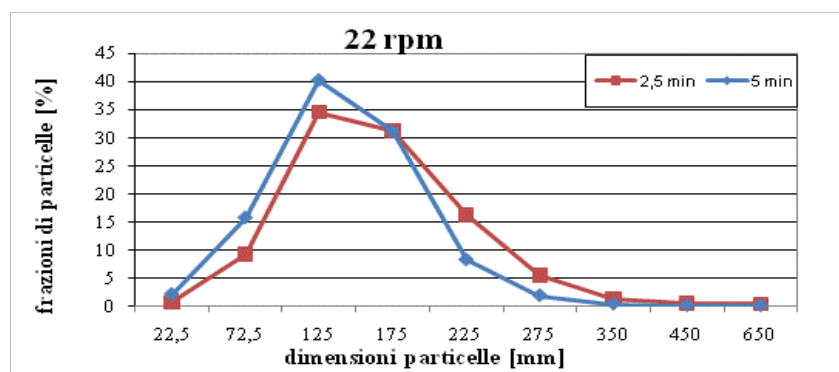


**Figura 4.35** Distribuzione della miscela legante nel granulato rutilico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta. Tempo di miscelamento standard.

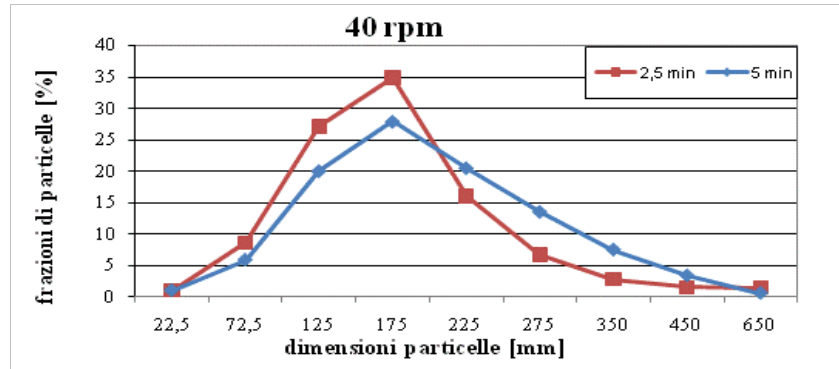


**Figura 4.36** Distribuzione della miscela legante nel granulato rutilico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta. Tempo di miscelamento dimezzato.

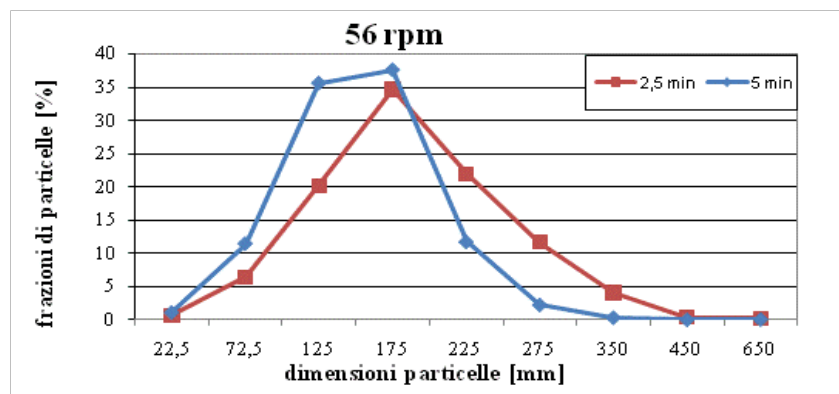
Le PSDs evidenziano un'influenza del tempo di miscelamento nell'operazione di granulazione anche se i risultati a prima vista non appaiono omogenei alle varie velocità dell'impeller testate.



**Figura 4.37** PSDs del granulato rutilico al variare del tempo di miscelazione e alla velocità dell'impeller di 22 rpm



**Figura 4.38** PSDs del granulato rutilico al variare del tempo di miscelazione e alla velocità dell'impeller di 40 rpm



**Figura 4.39** PSDs del granulato rutilico al variare del tempo di miscelazione e alla velocità dell'impeller di 56 rpm

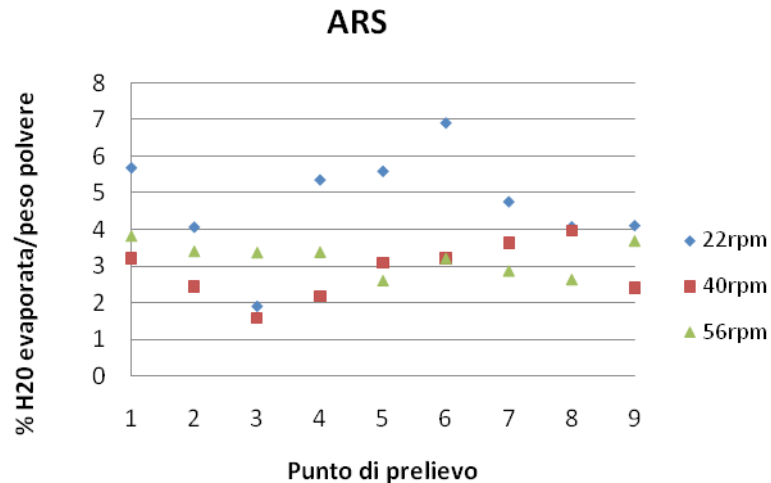
Per velocità pari a 22 rpm e 56 rpm, miscelare per tempi maggiori crea più fine, la velocità intermedia di 40 rpm invece differisce. La parte fine potrebbe essere causata dalla rottura dei grani già agglomerati, effetto che si vede già a 22 rpm, aumentando la velocità questo effetto dovrebbe aumentare, come si verifica a 56 rpm. La prova a velocità di 40 rpm potrebbe differire a causa della non omogeneità della distribuzione della miscela legante nel granulato, come si può osservare dalle Figure 4.35 e 4.36.

## 4.2 Prove in assenza del chopper

Aumentare la velocità del chopper ha mostrato un miglioramento nella fase di granulazione, riguardo all'impeller si è notato un comportamento analogo sia diminuendo che aumentando la velocità. Per verificare e cercare un comportamento non influenzato dal chopper sono state condotte le prove in assenza dell'agitatore secondario.

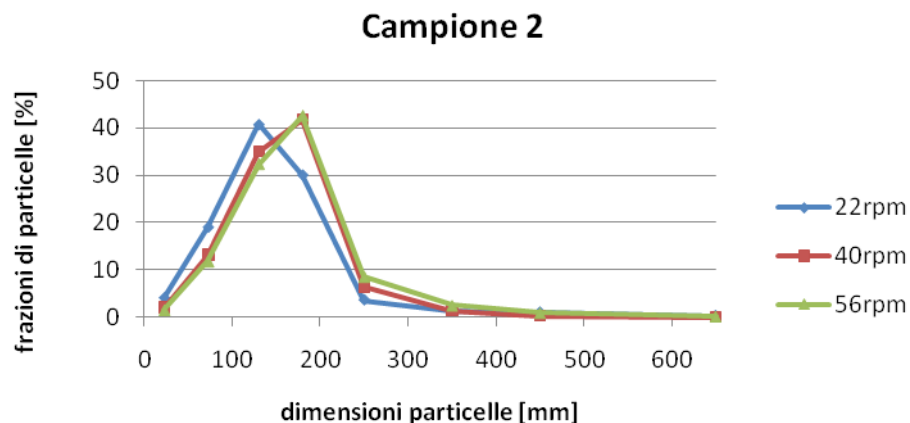
### 4.2.1 Prove variando la velocità dell'impeller

Diversamente da quanto ottenuto nella prima campagna di prove, dove a tutte le velocità c'era una buona distribuzione del legante, in questo caso a velocità di 22 rpm il legante non riesce ad essere distribuito uniformemente.



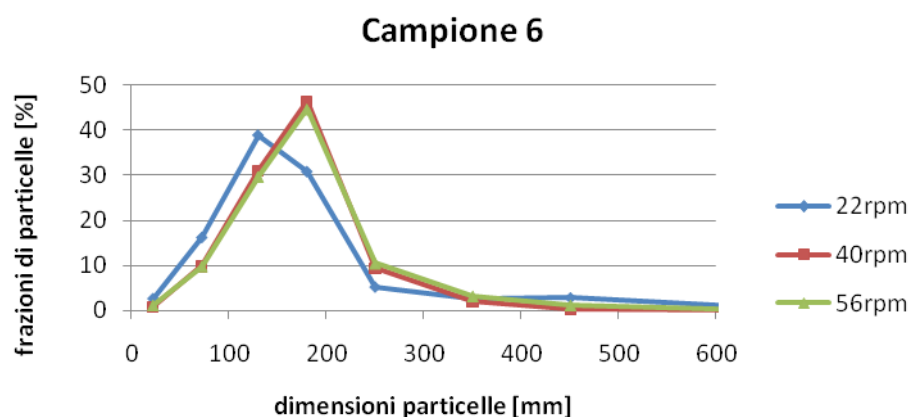
**Figura 4.40** Distribuzione della miscela legante per un granulato rutilico al variare del punto di prelievo e della quantità di acqua complessivamente aggiunta.

Questo può essere associato al fatto che in presenza del chopper, l'azione combinata di entrambi gli organi meccanici può permettere una buona distribuzione della miscela legante mentre l'agitatore primario da solo non è sufficiente. Aumentare la velocità da 40 rpm a 56 rpm, non influisce significativamente nella distribuzione del legante.



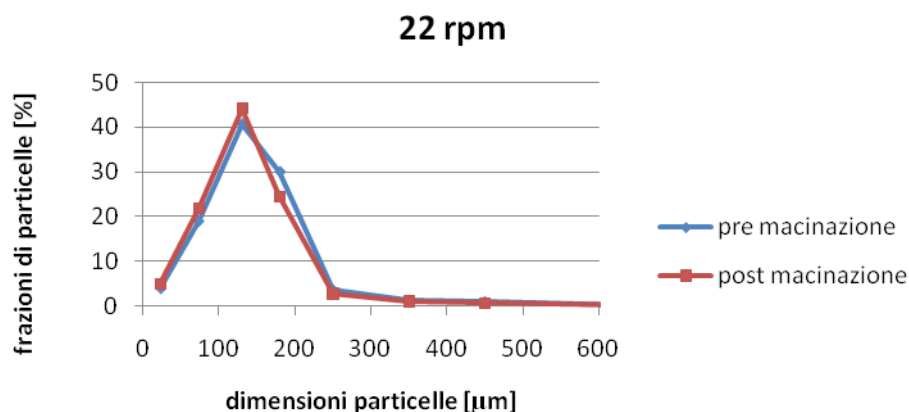
**Figura 4.41** PSDs del granulato rutilico, al variare della velocità dell'impeller ed in assenza di chopper. Campione 2.



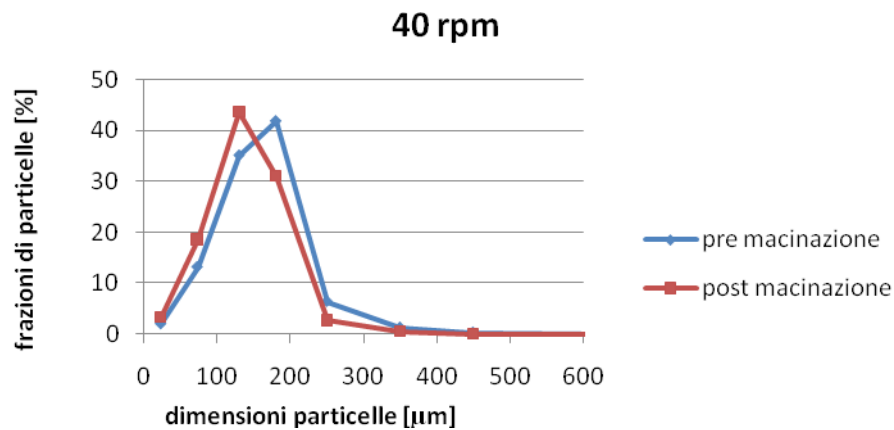


**Figura 4.41** PSDs del granulato rutilico, al variare della velocità dell'impeller ed in assenza di chopper.  
Campione 6.

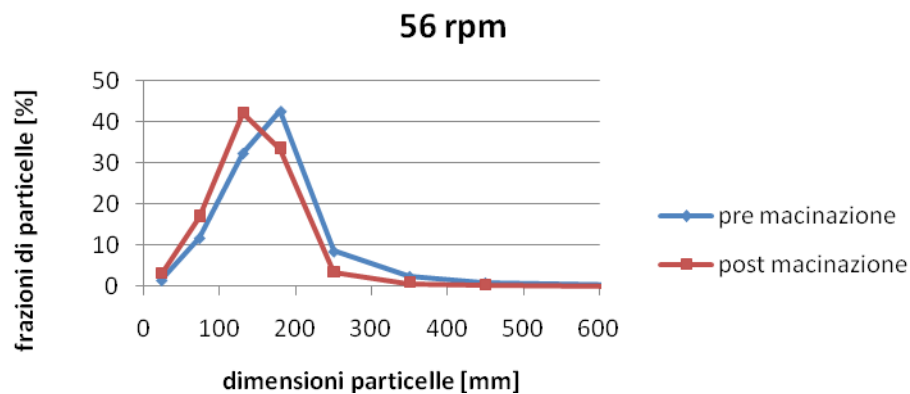
Entrambe le PSDs effettuate sui campioni 2 e 6 confermano i suggerimenti forniti dalla distribuzione della miscela legante. Anche in questi grafici risulta chiara la differenza tra la velocità inferiore, 22 rpm, e le altre due. Una velocità dell'impeller troppo bassa non permette un accrescimento del granulo. La velocità di 56 rpm sembra dare leggeri miglioramenti in termini di granulo medio, tuttavia la differenza è troppo esigua, potrebbe essere dovuta a variazioni statistiche casuali, e comunque non rilevante. Valutiamo ora gli effetti della macinazione su il campione 2 per le singole velocità.



**Figura 4.43** PSDs del granulato rutilico, prima e dopo la macinazione. Velocità impeller di 22 rpm, in assenza di chopper.



**Figura 4.43** PSDs del granulato rutilico, prima e dopo la macinazione. Velocità impeller di 40 rpm, in assenza di chopper.



**Figura 4.43** PSDs del granulato rutilico, prima e dopo la macinazione. Velocità impeller di 56 rpm, in assenza di chopper.

Anche in questo caso la prova alla velocità di 22 rpm si differenzia dalle altre in quanto non differisce tra pre macinazione e post macinazione. Incrociando con le prove di essiccamento possiamo supporre che il legante non distribuito, non si sia nemmeno legato con la polvere. Infatti alla velocità di 22 rpm la quantità evaporata è maggiore, evaporando e non legandosi, la polvere si comporta come un flusso non agglomerato (Fig 4.14), e come per il flusso non agglomerato, la macinazione non cambia la PSD.

### 4.3 Prove conclusive

La rimozione del chopper ha evidenziato il suo ruolo importante nella granulazione, in particolare che la sua presenza permette di ottenere buoni risultati anche a velocità dell'impeller relativamente basse e che una velocità troppo bassa può dare problemi quindi, si è tenuta come velocità di riferimento 40 rpm, a questa velocità sono state

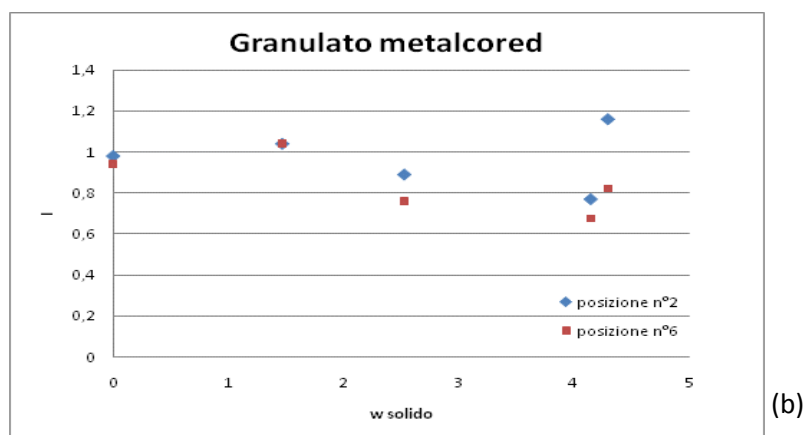
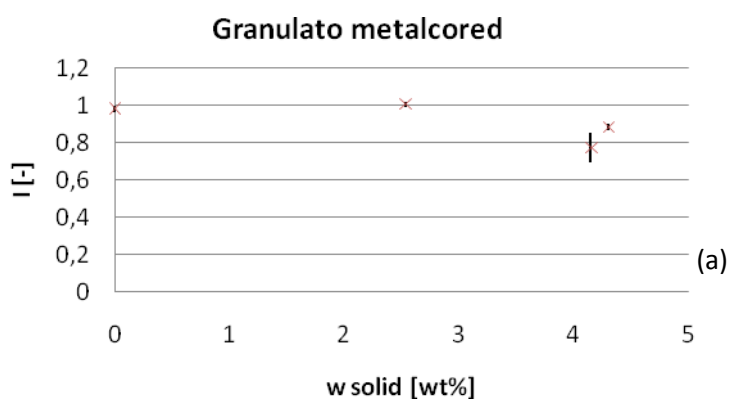
condotte ulteriori prove. Altre prove sono state effettuate aumentando la velocità degli organi rotanti per ampliare il campo di velocità indagato senza scendere però a velocità inferiori poiché non permettono una buona distribuzione del legante.

### 4.3.1 Prove variando la quantità di silicato

Per ottenere dati più precisi sono state rifatte le prove del §4.1.1 si è calcolato l'indice di resistenza  $I$  e se n'è valutata anche la varianza campionaria da un insieme di 3 prove per ogni composizione della miscela legante.

**Tabella 4.3** Valori medi dell'indice  $I$  e della deviazione standard al variare della composizione.

$\omega_s$	indice $I$	dev.ST
0	0,98	0,014
2,53	1,00	0,013
4,15	0,78	0,079
4,3	0,88	0,016



**Figura 4.43** Confronto degli effetti della macinazione sul granulato metalcored tra le prove della prima campagna (a) e dell'ultima (b).

Dai nuovi risultati si può ora identificare un trend della resistenza del granulo al variare della quantità di silicato. Mentre prima non era possibile stabilire chiaramente un valore minimo di silicato in grado di conferire resistenza al granulo ora, grazie alle indicazioni della deviazione standard possiamo vedere come i dati anche per questo flusso si allineano con quelli degli altri due flussi, basico e rutilico.

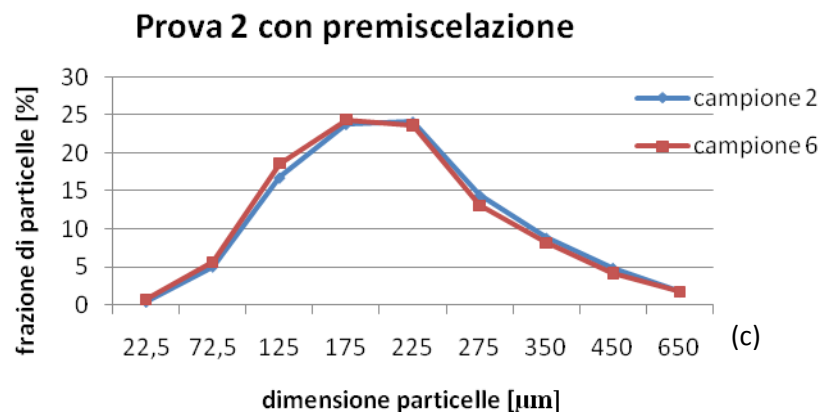
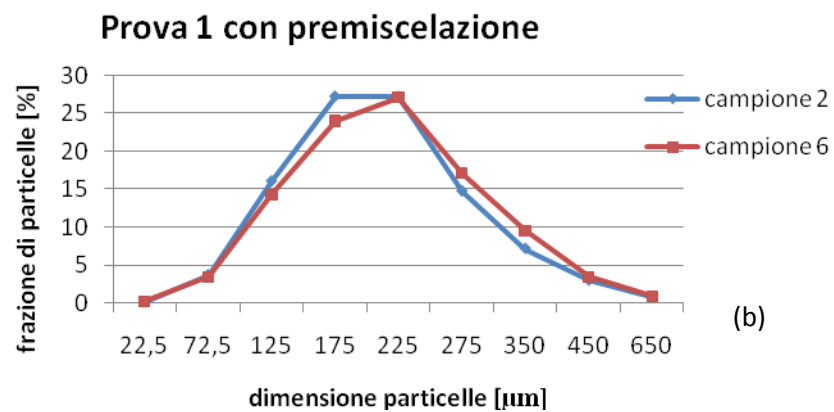
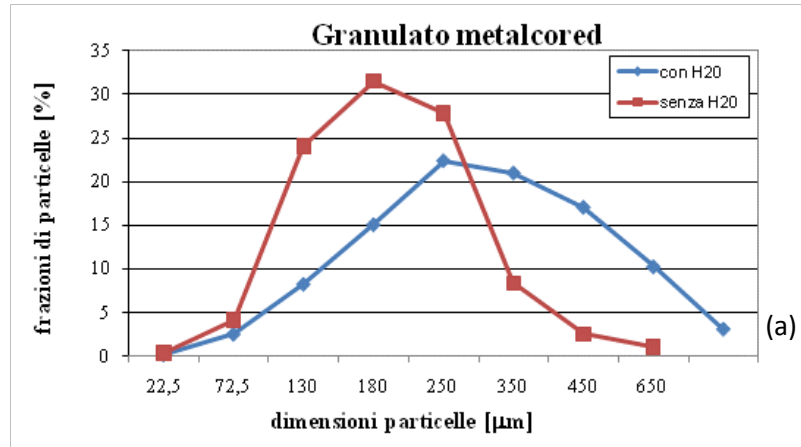
#### 4.3.2 Prove con premiscelazione

**Tabella 4.4** Parametri statistici al variare delle modalità di miscelazione.

	senza H <sub>2</sub> O	con H <sub>2</sub> O	con premiscelazione prova 1	Con premiscelazione prova 2
d50	163,12	217,76	184,8371	179,725
d90-10	173,55	193,12	189,4798	219,6505

Dalla tabella 4.4, ottenuta accostando i dati del §3.1.5 e i dati della terza campagna di prove, possiamo osservare come con la premiscelazione di acqua e silicato si ottenga una dimensione del granulo intermedia tra quella che si è ottenuta in condizioni standard (senza H<sub>2</sub>O) e aggiungendo solo acqua nella premiscelazione. Riguardo all'ampiezza della curva, nella prova 2, ottenuta aggiungendo più silicato nella prima fase di miscelazione, abbiamo un'ampiezza maggiore che è presupposto per una segregazione maggiore.

Vediamo ora graficamente come risulta.

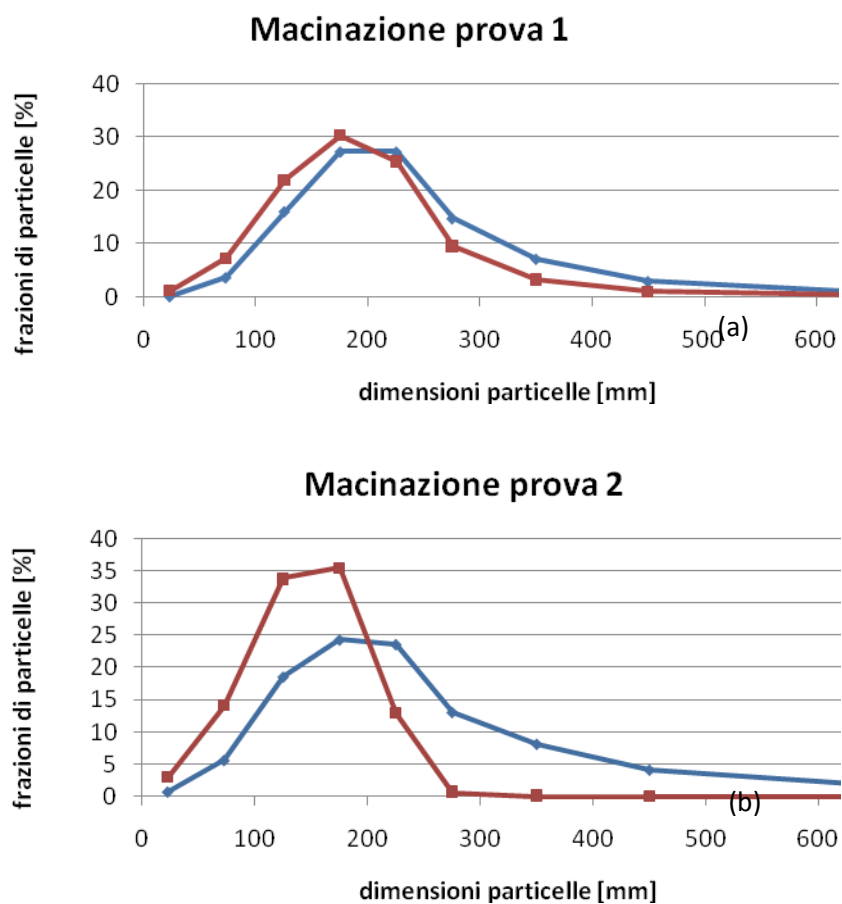


**Figura 4.44** Confronto PSDs del granulato metalcored al variare delle modalità di miscelazione: (a) con e senza acqua iniziale e (b) con premiscelazione di acqua e silicic prova 1 e (c) prova 2.

Valutiamo ora gli effetti della macinazione.

**Tabella 4.4** *Indice I al variare delle modalità di miscelazione.*

	con H2O	senza H2O	Premiscelamento Prova 1	Premiscelamento Prova 2
campione 2	0,98	0,77	0,89	0,86
campione 6	0,82	0,67	0,87	0,61
valore medio	0,90	0,72	0,88	0,74

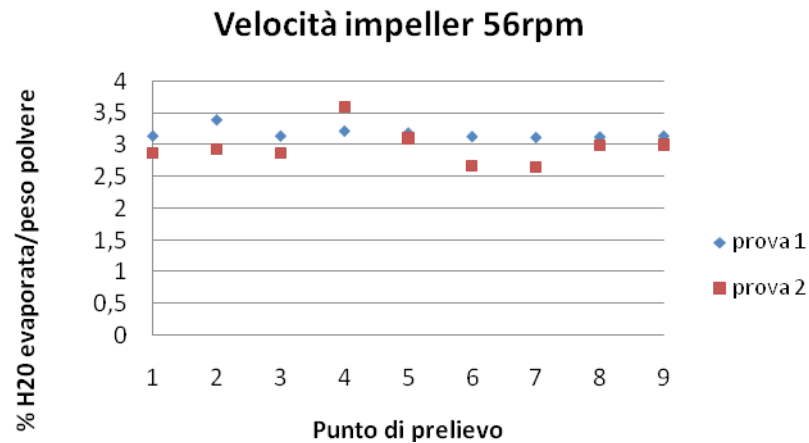


**Figura 4.45** PSDs del granulato metalcored prima e dopo la macinazione per differenti modalità di premiscelamento: (a) Prova 1 e (b) Prova 2

Anche in questo caso le prove effettuate si dispongono con valori intermedi ai riferimenti senza e con acqua in premiscelazione.

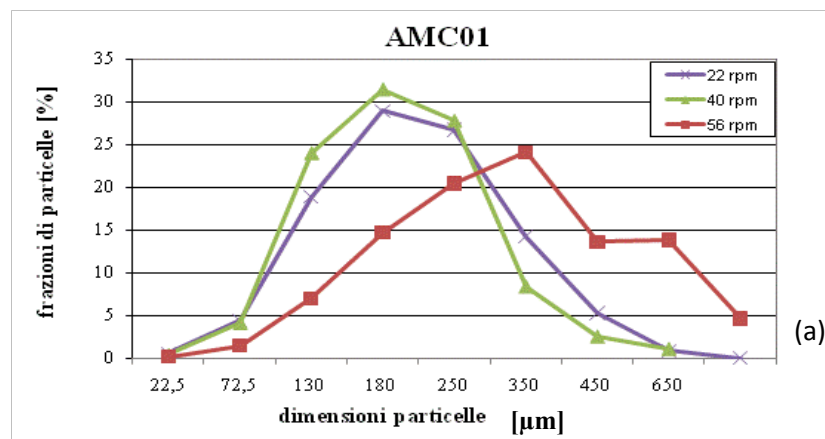
### 3.3.3 Prove aumentando la velocità dell'impeller

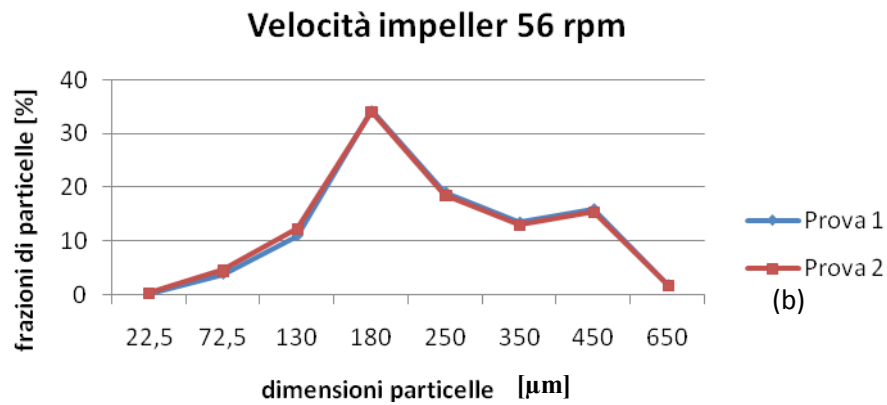
L'omogeneità della distribuzione del legante alla velocità di 56rpm che avevamo ottenuto nella prima campagna di prove è mantenuta anche in queste due ulteriori prove.



**Figura 4.46** Distribuzione della miscela legante per un granulato metalcored con velocità impeller di 56 rpm.

Aumentare la velocità dell'impeller conferma la tendenza ad aumentare il diametro medio delle particelle, come già era stato evidenziato nella prima campagna di prove.



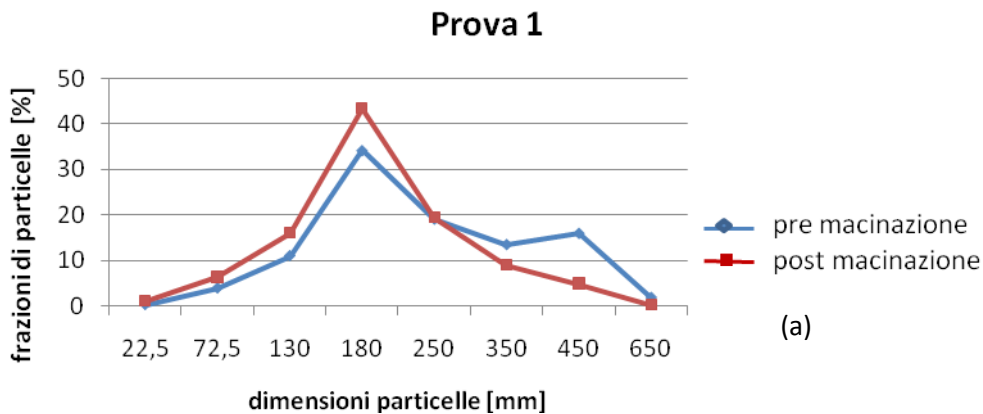


**Figura 4.47** PSDs del granulato metalcored nella prima (a) e nella seconda (b) campagna di prove

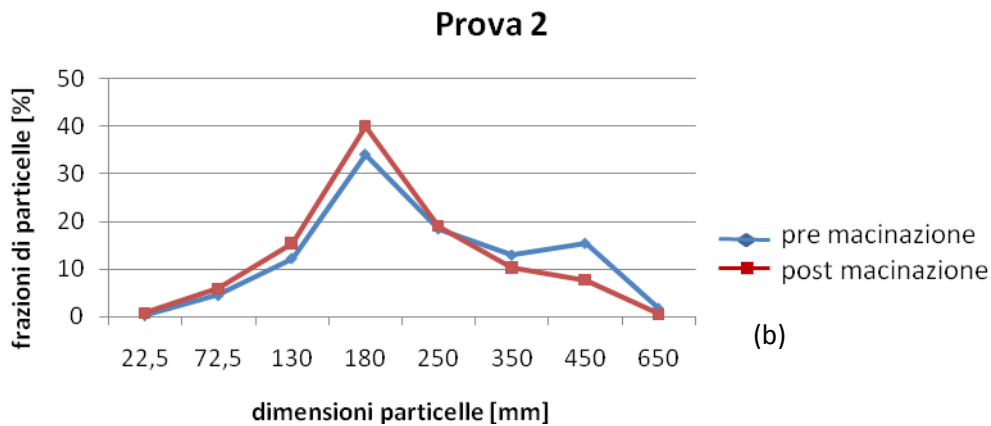
**Tabella 4.5** Parametri statistici al variare della velocità dell'impeller

	40 rpm	prova 1	prova 2
d50	163,12	202,81	201,05
d90-10	173,55	196,59	204,6

In queste ultime prove però l'aumento è meno marcato. Riguardo alla possibilità di segregazione, confrontabile con l'indice d90-d10, risulta leggermente maggiore, sempre in modo analogo alle prove già effettuate, si rimanda al §4.1.3 per le spiegazioni fisiche. Confrontiamo ora l'effetto della macinazione







**Figura 4.48** PSDs del granulato metalcored alla velocità dell'impeller di 56 rpm, prima e dopo la macinazione: (a) Prova 1 e (b) Prova 2

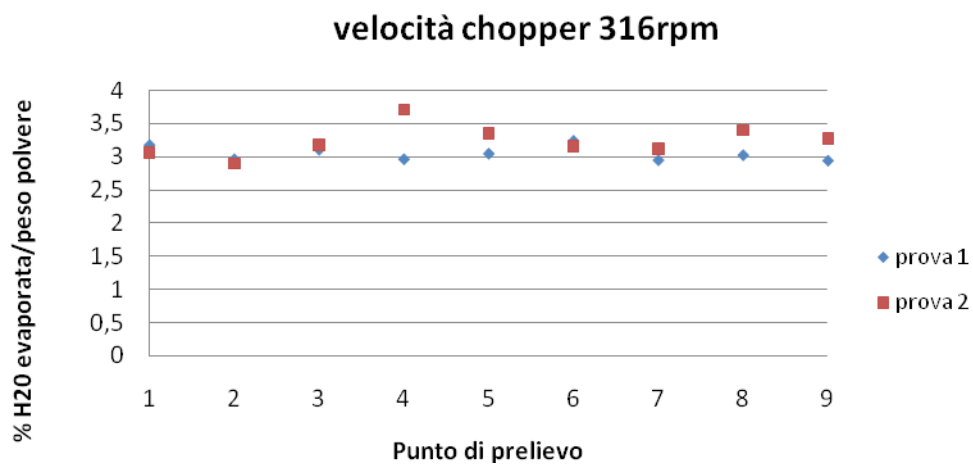
**Tabella 4.6** Indice I al variare della velocità dell'impeller

	40 rpm	Prova 1	Prova 2
Indice I	0,72	0,81	0,83

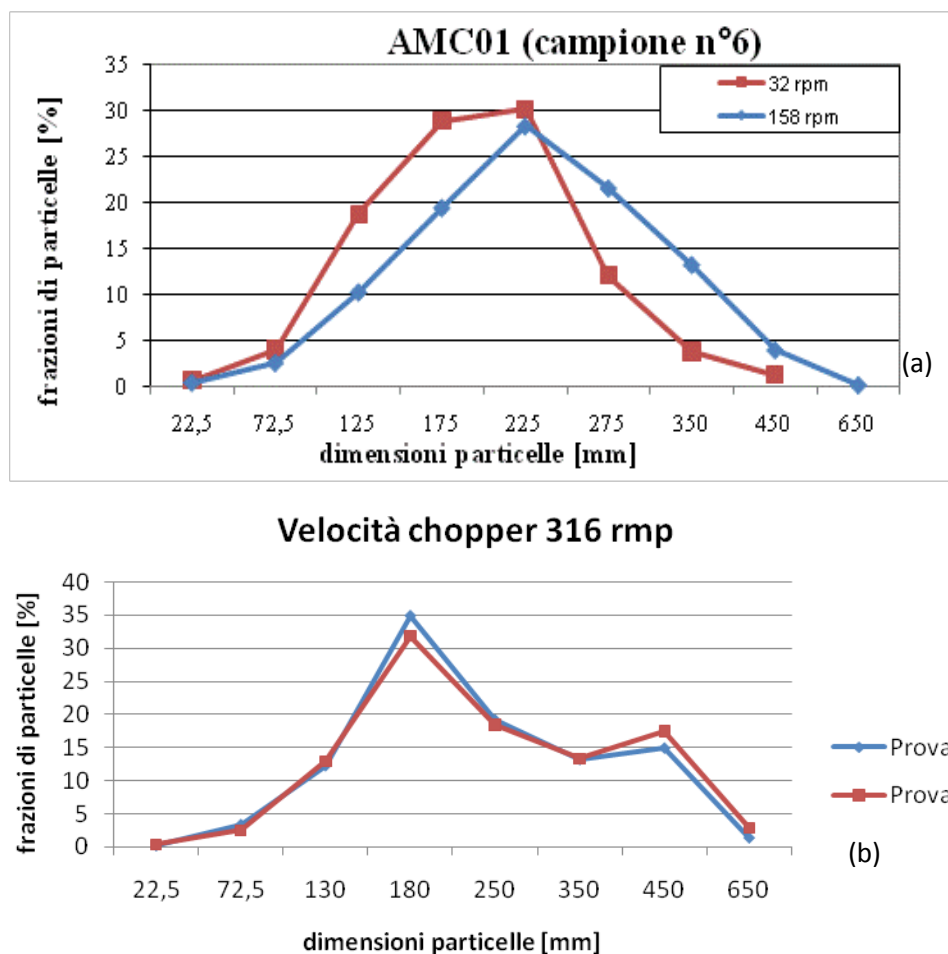
Analogamente alla figura 4.26, aumentare la velocità dell'impeller fornisce al granulo una resistenza maggiore.

#### 4.3.4 Prove aumentando la velocità del chopper

Incrementando ulteriormente la velocità dell'agitatore secondario rispetto alle prove effettuate nel §4.1.4 la distribuzione della miscela legante rimane omogenea.



**Figura 4.49** Distribuzione della miscela legante per granulato metalcored alle velocità del chopper di 316rpm

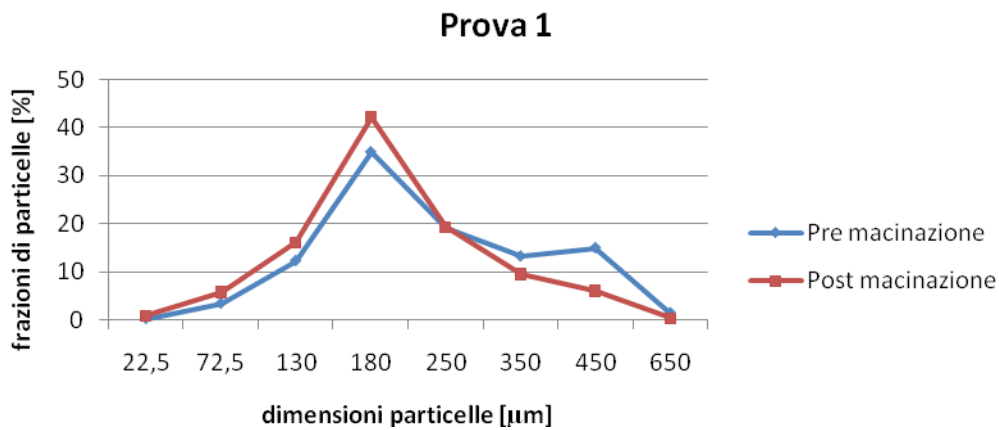


**Figura 4.47** PSDs del granulato metalcored nella prima (a) e nella seconda (b) campagna di prove

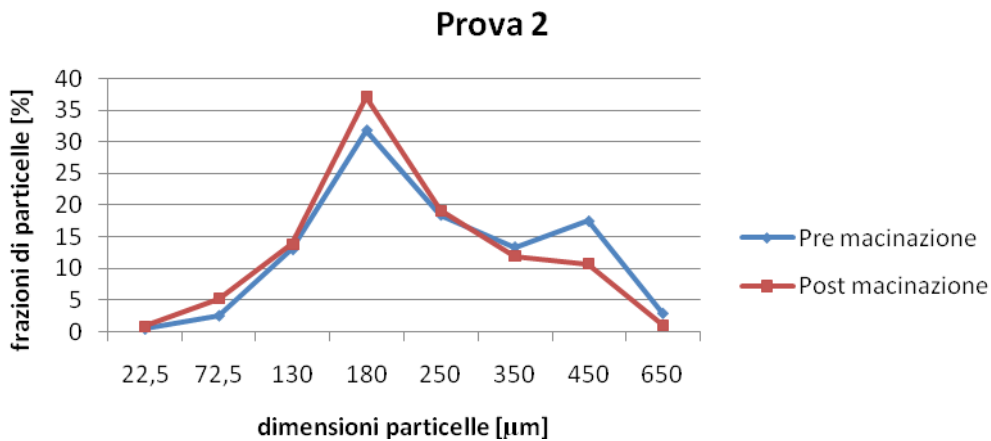
**Tabella 4.7** Parametri statistici alla velocità del chopper di 316 rpm

	Prova 1	Prova 2
d50	200,27	201,05
d90-10	192,3	204,6

Incrementando fino a 316 rpm la velocità del chopper, si hanno buoni valori del diametro medio ma si ha anche una discreta larghezza della PSD. I valori sono simili a quelli ottenuti incrementando al velocità dell'impeller.



**Figura 4.48** PSDs del granulato metalcored alla velocità del chopper di 316 rpm, prima e dopo la macinazione, Prova 1



**Figura 4.48** PSDs del granulato metalcored alla velocità del chopper di 316 rpm, prima e dopo la macinazione, Prova 2

**Tabella 4.6** Indice I al variare della velocità dell'impeller

	Prova 1	Prova 2
Indice I	0,84	0,89

Se mentre la distribuzione delle dimensioni delle particelle era paragonabile con le prove effettuate aumentando la velocità dell'impeller, riguardo la resistenza del granulo risulta maggiore in questo caso.

# Conclusioni

In questa tesi è raccolta l'esperienza di stage presso la ditta FILEUR - Trafilerie di Cittadella, azienda specializzata nella produzione di filo animato per saldatura - situata nella zona industriale di Cittadella (PD). Il tirocinio si è svolto parallelamente in due ambiti: l'attività aziendale e le prove nei laboratori dell'università. L'attività aziendale è stata centrata sullo sviluppo della campagna di prove iniziata dall'ingegnere Laura Susana per il suo lavoro di dottorato. Ho effettuato un totale di 35 prove sull'impianto pilota, testando l'influenza delle variabili principali coinvolte nel processo di granulazione. L'esperienza in azienda mi ha anche permesso di vivere l'attività lavorativa in un contesto serio e innovativo. Seguendo il lavoro di altri impiegati sono entrato a conoscenza delle dinamiche generali della saldatura, effettuando anche prove non legate agli studi sulla segregazione. Inoltre partecipando alle riunioni tecniche e a colloqui con fornitori, ho appreso nozioni tecnico-economiche sulla gestione aziendale. Nei laboratori dell'università ho completato l'analisi delle prove raccolte in azienda, in particolare effettuando le particle size distributions e la macinazione dei campioni per un totale di 150 prove.

Le prove sono state condotte variando la composizione della miscela, i tempi di introduzione e variando la velocità degli organi rotanti. Da queste prove abbiamo ottenuto indicazioni più o meno marcate sulle possibili modifiche da effettuare a livello industriale. Si è evidenziato il ruolo fondamentale di un agitatore secondario, il chopper, il quale per come è progettato, deve viaggiare a velocità elevate. Il chopper consente di ottenere risultati migliori anche a velocità dell'impeller basse, analizzando singolarmente l'impeller invece viene suggerito di aumentarne la velocità. Aumentando la velocità degli organi rotanti si riscontrano effetti positivi nella dimensione delle particelle, a scapito di un possibile aumento della segregazione e, effetti positivi anche nella resistenza del granulo. Questi effetti sono comuni ai vari tipi di granulato. Effetti diversi per i vari granulati si riscontrano variando la composizione e i tempi di introduzione della miscela legante. Per il granulato metalcored gli effetti sono maggiori, per quello basico si ha solo un piccolo miglioramento mentre per il granulato rutilico le prove non sono state sufficienti per definirne un comportamento.

In conclusione il lavoro di tesi fornisce degli strumenti per approfondire la ricerca delle variabili coinvolte nella granulazione e, dal punto di vista operativo aziendale, la possibilità di implementare specifiche modifiche all'impianto comuni a tutti i flussi e muoversi ulteriormente verso una personalizzazione delle condizioni operative per i singoli flussi.

# Nomenclatura

$N_i$	=	Velocità angolare di i (rpm)
$D_x$	=	Diametro di x (m)
v	=	Velocità tangenziale (m/s)
R	=	Raggio (m)
$t_i$	=	Tempo di miscelazione nel granulatore i (s)
$S_i$	=	Superficie del granulatore i (m <sup>2</sup> )
$V_i$	=	Volume del granulatore i (m <sup>3</sup> )
$S_f$	=	Sfericità (-)
d90	=	Diametro del 90% delle particelle (μm)
d50	=	Diametro del 50% delle particelle (μm)
d10	=	Diametro del 10% delle particelle (μm)
I	=	Indice di resitenza del granulato (-)
wt %	=	Frazione ponderale (-)

## Lettere greche

$\omega$	=	Velocità angolare (rad/sec)
$\rho_h$	=	Densità totale del sistema (g/cm <sup>3</sup> )
$\rho_s$	=	Densità della particella (g/cm <sup>3</sup> )
$\rho_a$	=	Densità dell'aria (g/cm <sup>3</sup> )
$\varepsilon$	=	Porosità (-)
$\rho_{vib}$	=	Densità vibrata o battuta di un insieme di particelle (g/cm <sup>3</sup> )
$\omega_{sil}$	=	Frazione ponderale di silicato (-)
$\omega_{h_2o}$	=	Frazione ponderale di acqua (-)
$\omega_\sigma$	=	Frazione di solido (-)
$\omega_\lambda$	=	Frazione di liquido (-)

## Acronimi

PSD	=	Particle Size Distribution
-----	---	----------------------------

# Riferimenti bibliografici

1. Casolaro M. *Saldare i metalli*, Edibrico, Alessandria, (1989).
2. Stepanek F., Rajniak P., Mancinelli C., and Chern R.T., Distribution and accessibility of binder in wet granules. *Powder Technol.* **189**, 376-384 (2009).
3. Lister, J. and Ennis, B, *The science and engineering of granulation process*. Dordrecht, The Netherlands: Kulwer academic publisher, (2004).
4. Rahmanian N., Ghadiri M., Ding Y, Jia X., *Assesment of methodologies for scaling-up of high shear mixer granulators*, Institute of Particle Science and Engineering University of Leeds, LS2 9JT, UK, (2008).
5. Hassanpour, A., Kwan, C.C., Ng, B.H., Rahmanian, N., Ding, Y.L., Antony, S.J., Jia, X.D.and Ghadiri, *Effect of granulation scale-up on the structure and strength of granules*. Powder Technology, University of Sheffield, (2007).
6. Kwan, C.C., Ding, Y., Williams, R.A. and Ghadiri, M., *Effects of operating parameters of high shear granulator on the evolved properties and structure of calcium carbonate granules, in Particular Systems Analysis Stratford-upon-Avon*, UK, 2005.
7. Litster, J., Ennis B. and Lian L., *The Science and Engineering of Granulation Processes*, (Kluwer Academic Publishers, The Netherlands, 2004).

# Ringraziamenti

Un sentito ringraziamento a tutto il personale della FILEUR per la grande disponibilità dimostratami durante tutto il periodo di tirocinio. Desidero ringraziare in modo particolare l'Ing. Filippo Campaci, l'Ing. Andrea Ribaudò e l'Ing. Matteo Mason per i consigli e la cordialità nel lavoro.

Ringrazio il mio relatore, l'Ing. Andrea Santomaso perché non è mai mancato nei momenti critici che la stesura di una tesi comporta. Oltre alla sua bravura nella ricerca scientifica lodo la scelta dell'assistente, l'Ing. Laura Susana che mi ha accompagnato personalmente nella crescita professionale in questo, seppur breve, lavoro.

Ringrazio infine la mia famiglia e i miei genitori che mi hanno dato questa opportunità e mi hanno sostenuto attraverso tutte le difficoltà che questo percorso ha comportato.