

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 381 102**

51 Int. Cl.:  
**B01F 17/00** (2006.01)  
**C02F 1/54** (2006.01)  
**C02F 1/56** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

- 96 Número de solicitud europea: **02708981 .2**  
96 Fecha de presentación: **08.01.2002**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1385791**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **04.02.2004**

54 Título: **Un método para invertir rápidamente una emulsión que contiene agente floculante**

30 Prioridad:  
**28.03.2001 US 819213**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**23.05.2012**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**23.05.2012**

73 Titular/es:  
**ONDEO NALCO COMPANY  
ONDEO NALCO CENTER  
NAPERVILLE, IL 60563-1198, US**

72 Inventor/es:  
**BRANNING, Merle, L.**

74 Agente/Representante:  
**de Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 381 102 T3

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

**DESCRIPCION**

Un método para invertir rápidamente una emulsión que contiene agente floculante

**Campo de la invención**

5 Esta invención se refiere a los métodos para invertir y dispersar rápidamente un agente floculante en suspensiones acuosas, tales como suspensiones de minerales, para conseguir la separación de los sólidos de un líquido en las suspensiones. En particular, esta invención se refiere a los métodos para invertir rápidamente un agente floculante líquido en línea sin desestabilizar significativamente la emulsión que contiene agente floculante. Los métodos emplean la combinación sinérgica de un agente tensioactivo presente en la emulsión que contiene agente floculante con un elevado esfuerzo cortante proporcionado mediante, por ejemplo, un mezclador en línea, para hacer que se libere el floculante por la inyección o adición directa a una aplicación de separación de sólidos y líquido.

La presente invención tiene aplicación en, por ejemplo, operaciones de procesamiento de minería y de minerales, fabricación de pasta y papel, procesos de recuperación, tratamiento de residuos, y en cualquier otra aplicación adecuada que requiera de separación sólido-líquido.

**Antecedentes de la invención**

15 Una serie de procesos industriales, que incluyen operaciones de minería y de minerales, dependen de manera convencional de agentes floculantes para ayudar a separar los sólidos inorgánicos y orgánicos de las suspensiones de modo que se pueda reciclar el agua de proceso. Los agentes floculantes son en general materiales polímeros orgánicos, que funcionan agregando los sólidos, ya sea por mecanismos de neutralización de carga o por mecanismos de puenteo, de modo que sedimentan en la suspensión, lo que tiene como resultado una capa de sólidos sedimentados y un líquido clarificado, siendo éste último apto para ser reciclado al proceso. Los agentes floculantes están disponibles comercialmente como emulsiones de agua-en-aceite con los materiales polímeros floculantes enrollados dentro de la fase acuosa.

20 Sin embargo, antes de que el agente floculante pueda actuar sobre los sólidos en la suspensión, la emulsión debe sufrir una inversión – un proceso en donde la fase mayoritaria de la emulsión se invierte del aceite al agua y el material polímero floculante se libera en un sistema acuoso donde pueda ejercer su actividad floculante. La inversión requiere generalmente añadir un agente tensioactivo al agua y agitar la mezcla resultante hasta que se invierte la fase de aceite. La inversión se completa cuando el agente floculante polimérico se ha liberado en el agua.

25 Por lo general, el proceso de inversión consume mucha mano de obra y tiempo, ya que requiere de una hora o más para completarlo usando equipamiento especializado -tales como tanques, alimentadores y bombas- y mano de obra para pesar cuidadosamente los componentes y controlar el proceso.

30 El Documento de Patente de los EE.UU. de número 3.734.873 de Anderson et al. describe un método para disolver más rápidamente en el agua materiales polímeros de adición de vinilo solubles en agua que la forma sólida del polímero. El método comprende preparar una emulsión de agua-en-aceite que incluye un agente tensioactivo y que se invierte en una hora de estar sometida a agitación. El Documento de Patente de los EE.UU. de número 5.679.740 de Heitner enseña el uso de nonil- fenoles y alcoholes etoxilados carboxilados como agentes de inversión estables mecánicamente para materiales polímeros de emulsión. Las emulsiones de Heitner se invierten después de ser "agitadas" con un agitador de paletas durante al menos cinco minutos. Sin embargo, ninguno de estos métodos alcanza una inversión casi inmediata. Tampoco estos métodos mencionan niveles de uso o condiciones de alto esfuerzo cortante o la inyección directa del material polímero a una aplicación dada. Tampoco estos métodos eliminan la mano de obra, el tiempo o el equipo requerido por los métodos convencionales.

35 El Documento de Patente de los EE.UU. de número 5.530.069 de Neff et al. describe métodos para hacer y usar un agente floculante que comprende materiales polímeros de acrilamida parcialmente hidrolizados "de alto peso molecular". El Documento de Patente de los EE.UU. de número 3.624.019 de Anderson et al. describe que la adición de materiales polímeros de vinilo solubles en agua y gomas al agua puede tener como resultado una rápida disolución o dispersión. El Documento de Patente de los EE.UU. de número 4.051.065 de Venema describe como facilitar la inversión de emulsiones de agua-en-aceite en presencia de un agente tensioactivo mientras se hace pasar una corriente confinada de la mezcla resultante por un camino tortuoso para así producir la turbulencia suficiente para producir la inversión.

45 De ese modo, existe una continua necesidad de un método de invertir y dispersar rápidamente un agente floculante emulsionado en una aplicación de separación sólido-líquido.

**Resumen de la invención**

50 Esta invención se dirige a un método para invertir rápidamente y casi inmediatamente una emulsión que contiene un agente floculante mediante el uso sinérgico de un flujo turbulento y de un agente tensioactivo presente en la emulsión.

En su aspecto principal, se proporciona un método para invertir rápidamente en 5-60 segundos una emulsión que contiene agente floculante para la separación de sólidos y líquido en suspensiones acuosas. El método comprende:

- 5 (a) dosificar agua con una cantidad eficaz de agente floculante de al menos una emulsión de agua-en-aceite que comprende al menos un agente floculante, al menos un agente tensioactivo hidrófilo, y al menos uno de aceite de cáscara de cítrico, o aceite de pino, variando dicha cantidad eficaz de agente floculante de 0,0025 a 0,8 por ciento, sobre una base de polímero activo, en peso del agua, y estando presente dicho agente tensioactivo en la emulsión a una concentración de desde 1 a 10 por ciento, en peso;
- 10 (b) someter al agua y al agua que contiene la emulsión a un elevado esfuerzo cortante, que comprende un flujo inverso turbulento, a una presión suficiente y durante un tiempo suficiente para la al menos única emulsión para invertir y liberar el al menos único agente floculante en el agua; y
- (c) añadir el al menos único agente floculante liberado en una suspensión acuosa para la separación de los sólidos del agua en la suspensión.

15 En su segundo aspecto, la invención es un método de invertir *in situ* rápidamente en 5-60 segundos una emulsión que contiene agente floculante para liberar el agente floculante directamente en una aplicación de separación sólidos/líquido. El método comprende: (a) añadir a una suspensión acuosa una cantidad eficaz de agente floculante de al menos una emulsión de agua-en-aceite que comprende al menos un material polímero floculante soluble en agua, al menos un agente tensioactivo hidrófilo, y al menos uno de aceite de cáscara de cítrico o aceite de pino, siendo dicha cantidad eficaz de agente floculante al menos 0,025 partes por millón, sobre una base de polímero activo, en peso de la suspensión, siendo el agente floculante un material polímero seleccionado del grupo que

20 consiste en materiales copolímeros, materiales homopolímeros, y materiales terpolímeros que comprenden de 0,01 a 100 por ciento en moles de un material monómero funcional que contiene vinilo y con una viscosidad específica reducida de desde 1 a 50 decilitros por gramo; y (b) someter a la suspensión y a la al menos única emulsión a un elevado esfuerzo cortante durante tiempo suficiente y a presión suficiente de tal modo que la al menos única emulsión se invierta *in situ* y el al menos único agente floculante se libere en la suspensión para la separación

25 sólidos/líquido.

El agente floculante puede ser acrilamida o acrilato de sodio.

#### Breve descripción de las figuras

La Figura 1 es un gráfico que ilustra el efecto de la cantidad de esfuerzo cortante sobre la velocidad de sedimentación de los sólidos en una suspensión de carbón.

30 La Figura 2 es un gráfico que ilustra la capacidad de inversión de los productos floculantes que contienen diversas mezclas de agentes tensioactivos.

#### Descripción detallada de la invención

Para los propósitos de la presente solicitud de patente, los siguientes términos tienen las definiciones indicadas a continuación:

35 "Áridos" se refiere a una mezcla de arena y grava.

"Alquilo" significa un radical de hidrocarburo saturado completamente de desde aproximadamente 1 a aproximadamente 40 átomos de carbono, que puede ser lineal o ramificado.

"Material polímero aniónico" significa un material polímero con una carga negativa neta, tal como un material copolímero de acrilamida y acrilato de sodio.

40 "APTAC" (del inglés acrylamido propyl trimethyl ammonium chloride) significa cloruro de acrilamido propil-trimetil-amonio.

"Material polímero catiónico" significa un material polímero con una carga positiva neta, tales como materiales homopolímeros, materiales copolímeros y materiales terpolímeros que comprenden cloruro de dialildimetilamonio, dimetilaminoetilo / sal de cloruro de acrilato de metilo de amonio cuaternario, acrilamida, aminas, amidoaminas, etilenimina, EDC/NH<sub>3</sub>, ácido acrílico, acrilato, vinilamina, vinilformamida, acetato de vinilo, y alcohol vinílico, como ejemplos.

45

"DADMAC" (del inglés diallyldimethyl ammonium chloride) se refiere a cloruro de dialildimetilamonio.

"DMAEM-MCQ" (del inglés dimethylaminoethylmethacrylate methyl chloride quaternary) significa cloruro de dimetilaminoetilmetacrilato metil- cuaternario.

50 "DMAEA-MCQ" (del inglés dimethylaminoethylacrylate methyl chloride quaternary) significa cloruro de dimetilaminoetilacrilatometil- cuaternario.

"EDC/NH<sub>3</sub>" (del inglés ethylene dichloride) significa un material polímero que comprende dicloruro de etileno y sal de amonio.

"EO" (del inglés ethylene oxide) significa óxido de etileno.

"HLB" se refiere al equilibrio hidrófobo-lipófilo.

5 "Reacción de Mannich" significa una reacción de compuestos de metileno activos con formaldehído y amoníaco o aminas primarias o secundarias para dar componentes beta-aminocarbonilo.

"MAPTAC" significa cloruro de metacrilamido propil- trimetil- amonio.

10 "Suspensión de mineral" se refiere a suspensiones acuosas de minerales y de otras partículas procedentes de operaciones mineras y de minerales, donde dichos sólidos se seleccionan del grupo que consiste en carbón, carbón limpio, bauxita, mineral de hierro, mineral de cobre, arena, grava, arcilla, polvo, plomo / zinc, roca de fosfato, taconita, berilio, trona, caolín, óxido de titanio, uranio, metales preciosos y similares.

15 "Material monómero" significa una molécula o compuesto en base a átomos de carbono, que tiene grupos funcionales específicos, una estructura simple, y peso molecular relativamente bajo, de tal modo que es capaz de convertir a los materiales polímeros por combinación consigo mismo o con otras moléculas o compuestos similares.

"PO" (del inglés propylene oxide) significa óxido de propileno.

"Poliacrilato" significa la sal neutralizada formada del ácido poliacrílico (la sal puede ser sodio, potasio, etc.)

"Ácido poliacrílico" significa materiales polímeros del ácido acrílico o de la hidrólisis de la poliacrilamida.

20 "Poliaminas" significa materiales polímeros que contienen funcionalidad amina, tales como los materiales polímeros de dimetilamina-epiclorohidrina.

Estos materiales polímeros pueden ser "reticulados" con amoníaco, o pueden ser lineales.

"Poli(DADMAC)" significa materiales polímeros de cloruro de dialildimetil-amonio.

"Poli(DMAEM-MCQ)" significa un material homopolímero de cloruro de dimetilaminoetilmetacrilato metil-cuaternario.

25 "Poli(DMAEA-MCQ)" significa un material homopolímero de cloruro dimetilaminoetilacrilato metil- cuaternario.

"Polivinilamina" significa materiales polímeros hechos a partir de la polimerización de la N-vinil formamida, cuyos materiales polímeros se hidrolizan a continuación. Esto también incluye a los materiales copolímeros de vinilamina con materiales monómeros tales como la vinilformamida, el acetato de vinilo, el alcohol vinílico y la acrilamida.

30 "RSV" (del inglés Reduced Specific Viscosity) significa "Viscosidad Específica Reducida". La RSV es un indicio de la longitud de la cadena del polímero y del peso molecular medio que, a su vez, indica el grado de polimerización. La RSV se mide a una concentración de material de polímero dada en una disolución de electrolitos y temperatura estándar, y se calcula como sigue:

$$RSV = [ (\eta/\eta_0) ] - 1 / c$$

35  $\eta$  = Viscosidad de la disolución del material polímero, basada en los tiempos de flujo (segundos).

$\eta_0$  = Viscosidad del disolvente a la misma temperatura, basada en los tiempos de flujo (segundos).

c = concentración del material polímero en la disolución.

40 En esta solicitud de patente, la concentración "c" tiene unidades de gramo/100 mililitros (g/mL) o gramo/decilitro (g/dL), y la RSV tiene unidades de decilitro/gramo (dL/g). La RSV se midió a un pH de 8-9 en concentraciones de material de polímero de 0,045 %, en peso, en disolución de nitrato de sodio 1 M como disolvente. Las viscosidades  $\eta$  y  $\eta_0$  se midieron usando un semi-micro viscosímetro Cannon Ubbelohde, tamaño 75, con el viscosímetro montado en una posición perfectamente vertical en un baño de temperatura constante ajustada a 30 ± 0,02 grados C. El error inherente en el cálculo de la RSV es aproximadamente 2 dL/g. La constatación de que dos materiales polímeros de la misma composición tienen valores similares de RSV, medidos bajo

45 condiciones idénticas, indica que los materiales polímeros tienen pesos moleculares similares y, por consiguiente, darían el mismo rendimiento o actividad en una aplicación dada.

"Agente tensioactivo" significa cualquier compuesto que reduce la tensión superficial cuando se disuelve en agua o en disoluciones acuosas o que reduce la tensión de interfase entre dos líquidos, o entre un líquido y un sólido.

5 Como se indica, en su primer aspecto, esta invención se refiere a un método para invertir rápidamente una emulsión que contiene agente floculante de modo que libera fácilmente el agente floculante para la separación de sólidos en suspensiones. El método comprende dosificar agua con una cantidad eficaz de agente floculante de al menos una emulsión de agua-en-aceite, comprendiendo cada emulsión al menos un agente floculante y al menos un agente tensioactivo hidrófilo, y someter al agua que contiene la emulsión a una cantidad suficiente de esfuerzo cortante a presión suficiente y durante un tiempo suficiente para la al menos única emulsión para invertir y liberar el al menos  
10 único agente floculante en el agua. A continuación se añade el agente floculante liberado -por ejemplo, por inyección- a una suspensión acuosa para la separación de los sólidos del agua de la suspensión. El agente tensioactivo es soluble en agua o dispersable en agua.

15 Convencionalmente, la inversión consiste en añadir a un depósito de preparación una cantidad cuidadosamente pesada o medida de agua, un agente tensioactivo (por lo general a una concentración de desde aproximadamente 0,5 a aproximadamente 1,0 en peso, sobre una base de agente tensioactivo activo y en peso del agua), y una cantidad suficiente de una emulsión de agua-en-aceite que contiene agente floculante para producir una concentración final de agente floculante de menos de 0,15 por ciento en peso a aproximadamente 0,4 por ciento en peso, o mayor, sobre una base de polímero activo, en peso del agua. La mezcla se agita durante aproximadamente una hora o más hasta que la emulsión se invierte completamente y libera al agente floculante en el agua. La  
20 disolución de agente floculante se transfiere luego a un depósito de dilución, normalmente a través de la gravedad, donde se diluye aún más, al menos diez veces. La disolución diluida se alimenta -generalmente a través de una tubería de desde 7,62 metros (25 pies) a 152,4 metros (500 pies)- a un espesador que contiene una suspensión acuosa, en donde el agente floculante favorece la separación de los sólidos del líquido.

25 La presente invención acelera el proceso de inversión. Bajo los métodos de esta invención, el tiempo requerido para invertir la emulsión es corto: generalmente, varía desde menos de 10 a 30 segundos o más. Típicamente, en la práctica de esta invención, los métodos alcanzan la inversión en desde aproximadamente 5 a aproximadamente 60 segundos; preferentemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 30 segundos; y lo más preferentemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 25 segundos. Además, en virtud de esta invención, se pueden lograr la inversión y que el agente floculante esté disponible para su uso en longitudes de tubería considerablemente más cortas que las necesarias en los métodos convencionales; por ejemplo, de menos de 0,914 metros (3 pies) a  
30 aproximadamente 6,1 metros (20 pies) o más.

35 La combinación de un elevado esfuerzo cortante y un agente tensioactivo, seleccionado por su química adecuada y empleado a una concentración adecuada, también elimina la intensidad de la mano de obra y del equipo que se tipifica en el proceso de inmersión convencional. Ya no es necesario el tanque de preparación; ni el tanque de dilución. En su lugar, el agente floculante liberado se puede inyectar directamente en la línea de alimentación de la suspensión.

40 Los agentes floculantes usados en esta invención son materiales polímeros de elevado peso molecular, aniónicos, dispersables o solubles en agua. El agente floculante está en forma de micelas dentro de la fase acuosa de la emulsión. Dentro de la micela, el agente floculante está enrollado pero se alarga cuando se libera en una fase acuosa mayoritaria. La preparación de emulsiones de agua-en-aceite adecuadas para su uso en esta invención es generalmente conocida por los expertos en la técnica.

45 En esta invención se pueden usar más de un agente floculante y más de una emulsión que contiene agente floculante. La química y la cantidad del agente floculante necesaria para una aplicación en particular se determinan basándose en las propiedades de la suspensión, tales como su naturaleza, el porcentaje de sólidos, el intervalo del tamaño de partícula de los sólidos, la velocidad deseada de eliminación de agua y de la sedimentación, el pH, y la turbidez deseada en el filtrado.

50 Los agentes floculantes en la presente invención se seleccionan generalmente del grupo que consiste en materiales copolímeros, materiales homopolímeros y materiales terpolímeros que comprenden de 0,01 a 100 por ciento en moles de un material monómero funcional que contiene vinilo. Los materiales monómeros funcionales que contienen vinilo incluyen, por ejemplo, acrilamida, cloruro de dialildimetilamonio, ácido acrílico y sus sales, ácido metacrílico y sus sales, cloruro de dimetilaminoetilacrilato metil- cuaternario, cloruro de dimetilaminoetil metacrilato metil-  
55 cuaternario, ácido 2-acrilamido-2-metil- propano sulfónico y sus sales, cloruro de acrilamido propil- trimetil- amonio, cloruro de metacrilamido propil- trimetil- amonio, y las aminas preparadas por la reacción de Mannich. Por ejemplo, en una realización, el agente floculante comprende acrilamida y acrilato de sodio, presentes en una relación molar de desde 99:1 a 1:99, preferentemente de 99:1 a 50:50, y lo más preferentemente, de 95:5 a 60:40. En otra realización, el agente floculante es un material copolímero de acrilamida que contiene de 10-30 por ciento en moles del ácido 2-acrilamido-2-metil propano sulfónico.

El agente floculante puede ser un material polímero aniónico, catiónico, anfótero o no iónico. Los agentes floculantes catiónicos en general incluyen, pero no están limitados a, materiales polímeros que comprenden poli(DMAEM.MCQ),

5 poli(DMAEA.MCQ), materiales copolímeros de acrilamida/DMAEA.MCQ, materiales copolímeros de acrilamida/DMAEM.MCQ, materiales copolímeros de acrilamida/APTAC, materiales copolímeros de acrilamida/MAPTAC, materiales copolímeros de acrilamida/DADMAC, materiales terpolímeros de acrilamida/DADMAC/DMAEA.MCQ, materiales terpolímeros de AcAm / DMAEA.BCQ /DMAEA.MCQ, y materiales copolímeros de vinilamina / vinilformamida, como ejemplos. Otros ejemplos de grupos funcionales catiónicos que se pueden incorporar en los agentes floculantes catiónicos incluyen aminas, amidoaminas, etilenimina, EDC/NH<sub>3</sub>, vinilamina, vinilformamida, y similares.

Los agentes floculantes no iónicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, poliacrilamidas, polivinilpirrolidona y polivinilformamidas, como ejemplos.

10 Al igual que anteriormente, se puede usar prácticamente cualquier agente floculante aniónico adecuado. Ejemplos de agentes floculantes aniónicos incluyen, pero no se limitan a, ácido poliacrílico, poliacrilatos, poli(met)acrilatos, materiales copolímeros de acrilamida / acrilato de sodio, materiales copolímeros de acrilamida / (met)acrilato de sodio, materiales copolímeros de acrilamida / ácido acrilamidometil propano sulfónico y materiales terpolímeros de acrilamida / ácido acrilamidometil propano sulfónico / acrilato de sodio.

15 Entre los agentes floculantes anfóteros adecuados para uso en esta invención están acrilamida / acrilato de sodio / DADMAC y acrilamida / DMAEA.MCQ / acrilato de sodio, como ejemplos.

20 El peso molecular del agente floculante puede variar y por lo general varía desde menos de aproximadamente 250.000 a aproximadamente 30.000.000, o más. Preferentemente, el peso molecular varía de desde aproximadamente 10.000.000 a más de aproximadamente 20.000.000, y lo más preferentemente de aproximadamente 15.000.000 a aproximadamente 20.000.000.

En nitrato de sodio 1 M, el agente floculante tiene una viscosidad específica reducida de desde aproximadamente 1 a aproximadamente 50 decilitros por gramo. La viscosidad específica reducida es preferentemente de 10 a 45 decilitros por gramo y lo más preferentemente de 30 a 36 decilitros por gramo.

25 La cantidad de agente floculante que se incorpora en la emulsión se puede optimizar para satisfacer las demandas particulares del sistema de suspensión. La emulsión contiene típicamente de aproximadamente 5 a aproximadamente 70 por ciento de agente floculante, en peso, sobre una base de polímero activo. Preferentemente, sobre una base de polímero activo, el agente floculante suma aproximadamente 15 a aproximadamente 50 por ciento, en peso, y lo más preferentemente, de aproximadamente 25 a aproximadamente 40 por ciento, en peso de la emulsión.

30 El agente tensioactivo en el producto floculante es necesario para invertir la fase mayoritaria del producto del aceite al agua. Los agentes tensioactivos adecuados pueden ser aniónicos, catiónicos, no iónicos o anfóteros. Se debe tener cuidado en seleccionar un agente tensioactivo apropiado debido a que algunos agentes tensioactivos pueden desestabilizar la emulsión. En una realización alternativa, el producto floculante emulsionado puede contener al menos un agente tensioactivo.

35 Aunque se pueden usar una variedad de agentes tensioactivos para la inversión, los agentes tensioactivos adecuados para esta invención son hidrófilos y tienen valores de HLB de desde menos de 10 a 40, o mayores. Preferentemente, los valores de HLB varían de aproximadamente 10 a aproximadamente 30. Agentes tensioactivos aniónicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, Bioterge AS-40, que comprende 40 por ciento de sulfonato de olefina, disponible de Stepan Co., Northfield, Illinois; Aerosol GPG que comprende 70 por ciento de dioctil- éster del ácido sulfosuccínico de sodio, disponible en Cytec Industries, West Paterson, New Jersey; y Steol® CS 460 que comprende 60 por ciento de lauril- etoxisulfato de sodio, disponible de Stepan Co., Northfield, Illinois, como ejemplos.

45 Agentes tensioactivos no iónicos adecuados incluyen, por ejemplo, octil- fenol etoxilado, alcohol lineal etoxilado, materiales copolímeros de bloque de óxido de etileno y óxido de propileno (en adelante "materiales copolímeros de EO/PO"), etoxilato de alcohol secundario, fenoles modificados, alquilfenoles polioxietilenados, alcoholes de cadena recta polioxietilenados, polioxipropilenglicoles polioxietilenados, mercaptanos polioxietilenados, ésteres de ácidos carboxílicos de cadena larga, alcanolamidas, glicoles acetilénicos terciarios, siliconas polioxietilenadas, y similares.

50 Estos agentes tensioactivos no iónicos están disponibles comercialmente o se puede fabricar fácilmente usando técnicas conocidas en la técnica. Un ejemplo de un etoxilato de alcohol secundario es Tergitol 15-S-3 de Union Carbide Corp., South Charleston, West Virginia, que tiene un valor de HLB de aproximadamente 8. Un ejemplo de un material copolímero de EO/PO adecuado que comprende 100 por cien de material activo y tiene un valor de HLB de aproximadamente 15 es Pluronic L-64 de BASF Corp., Mt. Olive, New Jersey.

55 Agentes tensioactivos no iónicos preferentes incluyen, por ejemplo, octil- fenol etoxilado y etoxilato de alcohol lineal. El octil- fenol etoxilado con un valor de HLB de 12,7, marca comercial TRITON X-114, está disponible de Rohm & Haas, Filadelfia, Pa.; y un etoxilato de alcohol lineal, marca comercial ALFONIC 1412-7, está disponible de Condea Vista Chemical, localizada en Houston, Texas.

Agentes tensioactivos catiónicos adecuados incluyen, pero no se limitan a, compuestos tales como Ethomeen® C/15, una amina etoxilada que comprende 100 por cien de material activo, disponible de Akzo Nobel Chemicals, Inc., Chicago, Illinois; y Marlazin T 50/45, un éter de polietilenglicol de amina grasa que comprende 50 por ciento en moles de EO, disponible de Condea Vista Co., Houston, Texas, como ejemplos.

- 5 Varios ejemplos de agente tensioactivo anfótero incluyen pero no se limitan a Amphoterger® SB, un sulfonato de imidazolina sustituida, disponible de Lonza Inc., localizada en Fair Lawn, New Jersey; y Montaric CLV que comprende 50 por ciento de material activo de cocoanfodiacetato disódico, disponible de Uniquema (Paterson), Paterson, New Jersey.

- 10 La concentración de agente tensioactivo en la emulsión se puede ajustar según se necesite. Sin embargo, el agente tensioactivo se incorpora típicamente en la emulsión a una concentración de desde aproximadamente 1 a aproximadamente 10 por ciento, en peso, y preferentemente de aproximadamente 2 a aproximadamente 6 por ciento, en peso.

- 15 Típicamente, cuando se incluye un agente tensioactivo en una emulsión, el agente tensioactivo se selecciona para tener una densidad que esté substancialmente próxima a la de la matriz de la emulsión para que no sedimente en la emulsión. Por ejemplo, cuando la densidad de una emulsión se encuentra dentro del intervalo de desde aproximadamente 1 a aproximadamente 1,1 gramos por centímetro cúbico (g/cc), el agente tensioactivo debe tener una densidad dentro de ese intervalo o, por ejemplo, dentro del intervalo de desde aproximadamente 1,02 a aproximadamente 1,06 g/cc.

- 20 En la emulsión, el agente tensioactivo no se disuelve, o de otra manera se solubiliza, o reacciona con el agente floculante en forma de micelas en la fase acuosa. De hecho, no es hasta que se introduce la emulsión en un sistema acuoso y se somete a un flujo turbulento inverso que el agente tensioactivo, en combinación sinérgica con el flujo turbulento, hace que la emulsión se invierta y se libere el agente floculante en el agua.

- 25 En otra realización, la emulsión puede comprender además al menos un aceite natural de alto contenido en terpenos. Tal aceite natural de alto contenido en terpenos es generalmente un aceite de pino o un aceite de cáscara de cítrico seleccionado del grupo que consiste en aceite de naranja, aceite de limón, aceite de pomelo, y aceite de lima. Por ejemplo, en una realización, la emulsión comprende aproximadamente 3 por ciento de etoxilato de alcohol lineal (marca registrada ALFONIC 1412-7) y aproximadamente 1 por ciento de aceite de naranja (marca registrada COLD PRESSED ORANGE OIL), en peso del producto de emulsión. Como grupo, los aceites naturales -y en particular los aceites naturales de alto contenido en terpenos- actúan de forma sinérgica con el agente tensioactivo para promover la inversión del material polímero en una aplicación dada. Además, el aroma afrutado de los aceites naturales de alto contenido en terpenos confiere al usuario la percepción de que la formulación de agente floculante es más respetuosa con el medio ambiente.

- La emulsión se puede añadir al agua por cualquier medio adecuado, aunque preferentemente se inyecta o se añade directamente de otra manera en el agua a una velocidad controlada, por ejemplo, mediante un inyector en línea.

- 35 Cuando el producto emulsionado que contiene agente floculante se dosifica o se añade al agua, la disolución del producto resultante contiene de aproximadamente 0,01 por ciento a aproximadamente 2 por ciento de producto de emulsión, en peso. La cantidad de agente tensioactivo en disolución de producto varía de aproximadamente 0,0001 por ciento a 0,2 por ciento, en peso.

- 40 La dosis de agente floculante introducida en el agua debe ser una cantidad eficaz para lograr la agregación o la separación de los sólidos del agua en la suspensión. Típicamente, la cantidad de agente floculante dosificada en el agua está en el intervalo de desde aproximadamente 0,0025 a aproximadamente 0,8 por ciento, sobre una base de polímero activo, en peso del agua.

- 45 Para ejercer su actividad floculante, el agente floculante invertido se añade a la suspensión acuosa a una concentración que varía desde menos de 0,025 a aproximadamente 40 partes por millón, o más, sobre una base de polímero activo, en peso de la suspensión. La adición del agente floculante liberado en la suspensión puede ser por cualquier medio adecuado, incluyendo, por ejemplo, la inyección directa o la alimentación directa en el sistema de la suspensión.

- 50 El agua que contiene la emulsión se somete a un elevado esfuerzo cortante a una presión y durante un tiempo suficiente para causar que se invierta la emulsión. En general, se proporciona un elevado esfuerzo cortante a medida que el agua que contiene la emulsión se hace pasar a través de un dispositivo de inversión en línea o a través de otro dispositivo de mezcla dinámica de fluidos, que puede ser un mezclador estático en línea, tales como los Modelos M300 y M400 de Aqua-Shear®, como ejemplos, fabricados por Flow Process Technologies, Inc de Houston, Texas. Otros ejemplos de dispositivos de inversión adecuados incluyen las unidades de mezcla Koflo®, Modelo ¾ 40C-4-12-2, fabricado por Koflo Motionless Mixers Corp., de Cary, Illinois, y el Dynaflocer, diseñado internamente por Nalco Chemical Co., de Naperville, Illinois. Como tales dispositivos de esfuerzo cortante, éstos se conocen comúnmente en la técnica, por lo que en la presente invención no se hace una divulgación adicional. El diámetro y la longitud del dispositivo de esfuerzo cortante se pueden adaptar para cada operación en particular.
- 55 Los elementos existentes dentro del dispositivo producen un flujo inverso turbulento en ciertos puntos, así el flujo tiene

una dirección rotacional opuesta al flujo laminar de la corriente a través de la tubería. Se cree que el flujo turbulento ejerce un efecto sinérgico con el agente tensioactivo sobre la inversión de la emulsión.

Aquí, el término "elevado esfuerzo cortante" significa una cantidad eficaz de esfuerzo cortante, que comprende un flujo inverso turbulento, necesario para invertir el producto. La cantidad necesaria de esfuerzo cortante para la inversión varía, pero generalmente es el esfuerzo cortante proporcionado por la presión del agua en el intervalo desde menos de 5 a aproximadamente de 50 psi, o superior, para el flujo a través de una tubería con un diámetro interior de 0,02 metros (3/4 de pulgada), medido con un medidor estándar de presión de agua del agua que entra en el dispositivo de esfuerzo cortante.

La Figura 1 es un gráfico de la velocidad de sedimentación vs. el esfuerzo cortante, en donde "esfuerzo cortante" se cuantifica en términos de "número de inversiones del cilindro" del recipiente que contiene una suspensión de carbón tratada con el agente floculante. El producto floculante comprendía 96,5 por ciento en peso de un agente floculante y 3,5 por ciento en peso del agente tensioactivo octil- fenol etoxilado (marca registrada TRITON X-114). El agente floculante usado fue un material copolímero, con 30 por ciento en moles de acrilato de sodio y 70 por ciento en moles de acrilamida, en forma de micelas dentro de la fase acuosa del látex.

La velocidad de sedimentación representada en la Figura 1 se determinó por un procedimiento de laboratorio que comienza con el llenado de un cilindro de mezcla de vidrio graduado de un litro con la suspensión. El cilindro, que tenía cinta adhesiva colocada desde el extremo abierto hasta la base, se tapó y se invirtió para suspender los sólidos. Se añadió una dosis predeterminada del producto floculante a la suspensión, y se invirtió el cilindro un número predeterminado de veces, que se muestra en el eje x, para impartir un esfuerzo cortante a la suspensión tratada. Después de la última inversión, se devuelve el cilindro a una posición vertical, y se dejaron sedimentar a los sólidos. Se registró la posición de la interfase sólidos/líquido en función del tiempo y se marcó en la cinta adhesiva a intervalos de 30 segundos. La velocidad de sedimentación es el tiempo requerido para que los sólidos sedimenten, medido hasta que la interfase de los sólidos se desacelera en su descenso (sedimentación retardada). Una velocidad de sedimentación más rápida se asocia con un producto floculante invertido más rápidamente.

La Figura 1 muestra que la cantidad de esfuerzo cortante aplicada a una suspensión tratada afecta a la inversión y al rendimiento del producto que contiene agente floculante. En particular, la Figura 1 muestra que una cantidad apropiada de esfuerzo cortante es necesaria para invertir rápidamente el producto floculante y obtener rápidas velocidades de sedimentación. La Figura 1 también muestra que un esfuerzo cortante excesivo puede reducir la eficacia de un agente floculante, presumiblemente por la rotura de los flóculos formados. Por ejemplo, 30 inversiones de cilindro de una suspensión tratada con 10 micrólitros del producto floculante producían una velocidad de sedimentación de aproximadamente 1,8 pulgadas por minuto; y 40 inversiones de cilindro aumentaban la velocidad de sedimentación en casi cinco veces -es decir, a aproximadamente 8,5 pulgadas por minuto-. Sin embargo, cincuenta inversiones de cilindro disminuían la velocidad de sedimentación.

Las propiedades de la suspensión -tales como el tamaño de partícula y la concentración de los sólidos en la misma- pueden afectar a la cantidad requerida de esfuerzo cortante para la inversión. Para cualquier aplicación, la cantidad óptima de esfuerzo cortante requerida se puede determinar mediante experimentación por un experto en la técnica.

Los métodos de esta invención se pueden usar para invertir emulsiones que contienen agente floculante para la separación sólido/líquido en suspensiones donde los sólidos se seleccionan del grupo que consiste en carbón, carbón limpio, bauxita, mineral de hierro, mineral de cobre, arena, grava, arcilla, polvo, roca de fosfato, plomo / zinc, taconita, berilio, trona, caolín, óxido de titanio, uranio, metales preciosos, y similares. En la suspensión pueden estar presentes más de un tipo de sólidos. Típicamente, los métodos son eficaces en la separación de los sólidos que están presentes en una concentración de desde aproximadamente menos de 1 a aproximadamente 70 por ciento en peso de la suspensión y con un tamaño de partícula de desde aproximadamente menos de 1 micrómetro a aproximadamente 600 micrómetros.

En el segundo aspecto de la invención, se proporciona un método para invertir rápidamente *in situ* una emulsión que contiene agente floculante de modo que el agente floculante se libera directamente en una aplicación tal como una separación sólidos minerales/líquidos, por ejemplo. El método comprende: (a) añadir a una suspensión acuosa una cantidad eficaz de agente floculante de al menos una emulsión de agua-en-aceite que comprende al menos un material polímero floculante soluble en agua y al menos un agente tensioactivo hidrófilo; y (b) someter a la suspensión y a la al menos única emulsión a un elevado esfuerzo cortante durante un tiempo suficiente y a una presión suficiente, de tal manera que la al menos única emulsión se invierte *in situ* y el al menos único agente floculante en la suspensión para la separación sólidos/líquido. Los sólidos a separar del líquido en la suspensión son como los que se han descrito anteriormente. El término "elevado esfuerzo cortante" es como se ha descrito anteriormente.

En este aspecto de la invención, el agente floculante es y tiene las mismas propiedades que las descritas anteriormente y se usa a la misma concentración. Es decir, el agente floculante comprende materiales copolímeros, materiales homopolímeros, o materiales terpolímeros que tienen de 0,01 a 100 por ciento en moles de materiales monómeros funcionales que contienen vinilo, tal como se describió anteriormente, y tiene una viscosidad específica reducida de desde aproximadamente 1 a aproximadamente 50 decilitros por gramo. En una realización, el agente

floculante comprende preferentemente materiales copolímeros de acrilamida y acrilato de sodio en una relación molar de desde 95:5 a 60:40, y lo más preferentemente desde aproximadamente 70:30.

De forma similar, los agentes tensioactivos identificados anteriormente son útiles en este aspecto de la invención y en el intervalo de concentraciones dado. En una realización alternativa, la emulsión comprende además al menos un aceite natural de alto contenido en terpenos, que se ha descrito anteriormente.

La emulsión que contiene agente floculante se puede añadir a la suspensión por cualquier medio adecuado, tal como por inyección directa o por adición directa incluyendo, por ejemplo, la adición en línea. Típicamente, la emulsión se añade a una porción de la suspensión que está en estrecha proximidad al esfuerzo cortante y no necesita dispersarse a distancia significativa desde el punto de adición, antes de ser sometida al esfuerzo cortante.

Los dispositivos de esfuerzo cortante/inversión adecuados para su uso en este aspecto de la invención se conocen comúnmente en la técnica y por lo tanto su descripción adicional no se hace en la presente invención. Tales dispositivos incluyen, por ejemplo, los descritos anteriormente, tales como los mezcladores estáticos en línea, otros dispositivos de mezcla dinámica de fluidos, y similares.

Este aspecto de la invención permite que el producto floculante se invierta en la disolución al mismo tiempo que se usa el agente floculante para aglomerar los sólidos en las aplicaciones de separación de sólido/líquido. La inversión in situ de la emulsión que contiene agente floculante también permite que el producto floculante se alimente por goteo en aplicaciones de elevado esfuerzo cortante, sin la necesidad de una bomba de alimentación, si es necesario.

Los métodos de esta invención se pueden usar en la clarificación de estanques remotos en donde hay poca o nula energía eléctrica disponible. Otras aplicaciones en donde se puede introducir la tecnología en la suspensión con alto esfuerzo cortante incluyen, por ejemplo, prensas de bandas, apilado de lodos, y tecnología de pasta, por ejemplo.

Junto con la descripción anterior, se presentan los siguientes ejemplos únicamente para ilustrar la invención y su utilidad. Ni la descripción anterior, ni los ejemplos tienen la intención de limitar la invención, al igual que muchas de las variaciones que resultan evidentes para los expertos en la técnica a la vista de las mismas.

**Ejemplo 1**

Se evaluaron tres formulaciones de un material polímero aniónico, identificadas como productos A, B y C, sobre suspensiones de áridos para determinar cuál es la mejor para la inyección en línea a una aplicación de sólidos/líquido, usando una unidad Dynaflocer. En la Tabla 1 de más abajo se muestran las formulaciones. El producto A es el producto evaluado en la Figura 1.

Tabla 1. Formulaciones de los compuestos de floculante probados

Productos de prueba	Composición	RSV	Porcentaje de compuesto (% en peso)
A	30% en moles de acrilato de sodio y 70 % en moles de acrilamida en un material copolímero de látex	30 - 36	96,5
	Octil-fenoletoxilado <sup>1</sup>		3,5
B	30 % en moles de acrilato de sodio y 70 % en moles de acrilamida en un material copolímero de látex (por hidrólisis)	30 - 36	98,3
	Nonil- fenol etoxilado <sup>2</sup>		1,7
C	30 % en moles de acrilato de sodio y 70 % en moles de acrilamida en un material copolímero de látex (elevado contenido en principio activo)	30 - 36	98
	Etoxilato de alcohol lineal <sup>3</sup>		2
D	30 % en moles de acrilato de sodio y 70 % en moles de material copolímero seco de acrilamida	30 - 36	100

<sup>1</sup> Marca comercial TRITRON X-114  
<sup>2</sup> Marca comercial TERGITOL NP-C49  
<sup>3</sup> Marca comercial ALFONIC 1412-7

5 En la Tabla 2A se muestran los resultados, y en la Tabla 2B se comparan las velocidades de sedimentación. Los datos muestran que el producto A –material polímero aniónico de rápida inversión/dispersión que comprende 30 por ciento en moles de acrilato de sodio y 70 por ciento en moles de acrilamida en un material copolímero de látex y 3,5 por ciento de octil- fenol etoxilado- superó al producto B en aproximadamente 25 por ciento y al producto C en aproximadamente 40 por ciento cuando se comparaban a una velocidad de sedimentación de 10 pulgadas por minuto. Como se muestra en la Tabla 2A, visualmente, el compuesto A también dio los mejores sobrenadantes clarificados.

10 La unidad de Dynaflocer se comportó bien como un dispositivo de inversión en línea para estos productos, cuando se usó una bomba LMI (ModeloA151-85HV, fabricado por Liquid Metronics Inc., Milton Roy, Ivyland, Pa.) para la inyección del material polímero en una válvula de retención justo antes de entrar en la unidad Dynaflocer. La disolución de material polímero invertido que salía de la unidad Dynaflocer se alimentó directamente a la línea de alimentación de la suspensión. La suspensión tratada se desplazaba horizontalmente a través de una tubería de aproximadamente 15,24 metros (50 pies), 0,3 metros (12 pulgadas) de diámetro, y descargaba a aproximadamente 1,524 metros (5 pies) por encima de la laguna de sedimentación.

15 Se determinó la velocidad de sedimentación, tal como se describe más abajo, rellenando un cilindro graduado de 1-litro en la descarga de la tubería y determinando la cantidad de sedimentación a intervalos regulares.

**Determinación de la velocidad de sedimentación de los sólidos en una planta**

20 Se usaron pruebas de sedimentación que usaban suspensiones minerales para medir la actividad de varios productos de floculantes de prueba. Para cada prueba, se llenó un cilindro graduado de plástico de 1-litro con la suspensión tratada. Se fijó la cinta adhesiva a cada cilindro, extendiéndose desde el extremo abierto hasta la base y se alineó a lo largo de las marcas de graduación del cilindro.

25 Se colocó el cilindro en posición vertical, se puso en marcha un temporizador, y se controló la posición de la interfase de los sólidos en función del tiempo, haciendo marcas sobre la cinta adhesiva a intervalos de 30 segundos. La realización de las marcas finalizó cuando se reduce la velocidad de descenso de la interfase (sedimentación retardada). La velocidad de sedimentación se calculó para cada prueba en pulgadas/minuto repitiendo las mediciones de 30 segundos de la sedimentación. Cuanto mayor era la velocidad de sedimentación, más eficiente era la actividad del agente floculante para esta aplicación.

Se midió visualmente la claridad y se documentó en términos de grado de turbidez aparente en la muestra.

30 Tabla 2A. Resultados de las pruebas de floculación de inversión rápida realizadas con una unidad Dynaflocer en suspensión de áridos.

Producto <sup>1</sup>	Dosis (cc/min)	Sedimentación metros/min (pulgadas/min)	Claridad del Sobrenadante (visual)
A	40	6 (20)	Clara
“	60	9,14 (30)	“
“	80	15,24 (50)	“
“	25	2,44 (8)	Ligeramente turbia
B	80	15,24 (50)	Turbia
“	60	12,2 (40)	“
“	40	3,66 (12)	“
“	25	2,44 (8)	“
C	60	4,88 (16)	ND <sup>2</sup>
“	40	2,44 (8)	“
“	40	3,96 (13)	“
“	200	7,92 (26)	Turbia

<b>Producto<sup>1</sup></b>	<b>Dosis (cc/min)</b>	<b>Sedimentación metros/min (pulgadas/min)</b>	<b>Claridad del Sobrenadante (visual)</b>
“	100	-	“
“	40	2,74 (9)	“
“	60	3,66 (12)	“
“	80	6 (20)	“
<sup>1</sup> Las composiciones se muestran en la Tabla 1			
<sup>2</sup> No disponible			

Tabla 2B. Comparación de las velocidades de sedimentación, determinada a partir de las pruebas de floculación realizadas con la unidad Dynaflocer en suspensión de áridos.

<b>Velocidades de Sedimentación metros/min (pulgadas/min)</b>			
<b>Dosis (cc/min)</b>	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>
25	2,44 (8)	2,44 (8)	
40	6,1 (20)	3,66 (12)	2,74 (9)
60	9,14 (30)	12,2 (40)	3,66 (12)
80	15,24 (50)	15,24 (50)	6,1 (20)
200			7.92 (26)

**Ejemplo 2**

5 Los Productos A, B y C mostrados en la Tabla 1 se probaron en suspensiones de áridos usando la unidad Aqua-Shear®. Los resultados se muestran en la Tabla 3.

Tabla 3. Resultados de las pruebas de floculación de inversión rápida realizadas con una unidad Aqua-Shear® en suspensión de áridos.

<b>Producto<sup>3</sup></b>	<b>Dosis (cc/min)</b>	<b>Sedimentación metros/min (pulgadas/min)</b>	<b>Claridad sobrenadante (visual)</b>
A	60	6,1 (20)	Clara
“	42	4,27 (14)	“
“	25	2,44 (8)	Ligeramente turbia
B	80	4,57 (15)	Ligeramente turbia
“	60	3,66 (12)	“
“	40	2,44 (8)	“
C	80	4,27 (16)	Turbia
“	60	3,66 (12)	Ligeramente turbia
“	40	2,13 (7)	“
<sup>3</sup> Las composiciones se muestran en la Tabla 1			

Estos datos muestran que el material polímero aniónico de inversión/dispersión rápida del producto A, que comprende 3,5 por ciento de octil- fenol etoxilado, supera a los productos B y C en aproximadamente 40 por ciento cuando se comparan a una velocidad de sedimentación de 10 pulgada/min. Visualmente, el producto A dio las mejores claridades de sobrenadante.

5 En estos estudios, la unidad Aqua-Shear® se comportó bien como un dispositivo de inversión en línea para los productos de prueba. Se usó una bomba LMI (Modelo A151-85HV, fabricada por Liquid Metronics Inc., Milton Roy, Ivyland, Pa.) para inyectar el material polímero en una válvula de retención justo antes de entrar a la unidad Aqua-Shear®. La disolución de material polímero invertido que salía de la unidad Aqua-Shear® se alimentó directamente en el tanque de compensación de la suspensión y se mezcló con la suspensión antes de ser alimentada al espesador.

Se determinaron las velocidades de sedimentación, tal como se ha descrito anteriormente, sumergiendo un cilindro graduado de 1-litro en el centro del espesador (cuando se creaba de forma periódica turbulencia por una bomba de sumidero) y determinando la cantidad de sedimentación para 30 segundos y luego repitiendo la medición para convertir las mediciones a pulgadas por minuto.

15 **Ejemplo 3**

También se evaluaron los Productos A, B y D, composiciones mostradas en la Tabla 1, en dos suspensiones de carbón usando un mezclador estático en línea Koflo®. La suspensión se analizó para la velocidad de sedimentación, usando un Clarometer®, fabricado por Ramsey Technology Inc., Minneapolis, Minneapolis. Las relaciones de sustitución, designadas como "RR", se determinaron a partir de los datos.

20 La relación de sustitución es un índice de la eficacia del material polímero; es decir, cuánto material polímero es necesario para obtener un determinado nivel de rendimiento, en comparación con un control (blanco de referencia). Aquí, la relación de sustitución es una medida de la cantidad necesaria de material polímero de inversión rápida, sobre una base de igual principio activo, con respecto al producto D, el material polímero estándar en este estudio. El nivel de rendimiento seleccionado es una lectura en el Clarometer® de 105.

25 Tabla 4. Resultados de los estudios de inversión rápida llevados a cabo con un mezclador estático en línea Koflo® en suspensión de carbón.

Suspensión	Producto Floculante de Prueba <sup>1</sup>	Dosis (cc/min)	RR <sup>2</sup>
1	A	93,6	0,5
	B	93,6	0,5
2	A	35,0	0,3
	B	55,0	0,5

<sup>1</sup>Las composiciones se muestran en la Tabla 1  
<sup>2</sup>Relación de sustitución con respecto al Producto D

La Tabla 4 muestra una comparación de las relaciones de sustitución calculadas para los productos A y B con respecto a D, el sistema de material polímero convencional, cuando se probaron en dos suspensiones de carbón.

30 En la suspensión N° 1, se necesitó aproximadamente el 50 por ciento del material polímero floculante aniónico que comprendía 3,5 por ciento de octil- fenol etoxilado (es decir, el producto A) sobre una base de polímero activo con respecto al producto D.

35 En la suspensión N° 2, el producto floculante A tenía una relación de sustitución de 0,3, también sobre una base de polímero activo. Estos resultados indican que el producto floculante A de rápida inversión es un avance significativo en la tecnología de la des-emulsificación debido a que se puede utilizar eficazmente a dosis bajas, debido a las condiciones que constituyen la disolución. Los materiales polímeros de emulsión de látex o los productos de material polímero seco típicos no ofrecen esta ventaja.

**Ejemplo 4**

40 Se evaluaron cuatro productos de agentes floculantes de inversión/dispersión rápida que contenían diversas mezclas de agentes tensioactivos, cuyas composiciones muestran en la Tabla 5, para su capacidad de inversión. En todos los productos probados, el agente floculante era un material polímero aniónico con una relación molar de 70:30 de acrilamida a acrilato de sodio. Los productos se probaron en disoluciones de producto al 0,25 por ciento. El compuesto A incluía 3,5 por ciento, en peso, de octil- fenol etoxilado como un agente tensioactivo, y el compuesto E

incluía 4 por ciento, en peso, de un alcohol lineal etoxilado. Los compuestos F y G incorporaban alcohol lineal etoxilado como el agente tensioactivo y además incluían aceite de naranja en una relación en peso de 3:1 de etoxilato de alcohol lineal a aceite naranja.

Tabla 5. Formulaciones de productos floculantes

Compuesto	Composición	
	Constituyentes	Concentración (% peso)
A	Materiales polímeros de acrilamida y acrilato de sodio en una relación molar de 70:30, en látex	96,5
	Octil- fenol etoxilado <sup>1</sup>	3,5
E	Materiales polímeros de acrilamida y acrilato de sodio en una relación molar de 70:30, en látex	96,0
	Etoxilato de alcohol lineal <sup>2</sup>	4,0
F	Materiales polímeros de acrilamida y acrilato de sodio en una relación molar de 70:30, en látex	96,0
	Etoxilato de alcohol lineal y aceite de naranja <sup>3</sup> en una relación en peso de 3:1	4,0
G	Materiales polímeros de acrilamida y acrilato de sodio en una relación molar de 70:30, en látex	96,5
	Etoxilato de alcohol lineal y aceite de naranja en una relación en peso de 3:1	3,5
<sup>1</sup> Marca comercial TRITON X-114 <sup>2</sup> Marca comercial ALFONIC 1412-7 <sup>3</sup> Marca comercial prensado COLD-PRESSED ORANGE OIL		

- 5 Como cada emulsión que contenía agente floculante invertida, se libera el material polímero en la disolución en donde el material polímero impartía una carga negativa. Las mediciones de la conductividad tomadas de la disolución invertida se correlacionaron con el grado de inversión experimentada por los productos floculantes poliméricos. Una mayor conductividad, alcanzada rápidamente, denota un producto floculante invertido más rápidamente.
- 10 Los resultados se representan en la Figura 2. Como se muestra, después de 30 segundos, el compuesto A floculante que contenía 3,5 por ciento en peso de octil- fenol etoxilado exhibió una buena inversión, seguido por el compuesto F que contenía 3 por ciento en peso de alcohol lineal etoxilado y 1 por ciento en peso de aceite de naranja. Después de 1 minuto, los productos floculantes que contenían etoxilato de alcohol lineal y aceite de naranja en una relación de 3:1 en peso (designados como compuestos F y G) exhibieron las propiedades de inversión más favorables, seguido del producto que contenía el octil- fenol etoxilado, compuesto A. En particular, la inclusión del
- 15 aceite de naranja tenía como resultado una inversión más rápida, en comparación con el uso de sólo el etoxilato de alcohol lineal en el compuesto E.

Se pueden hacer cambios en la composición, en el funcionamiento, y en la disposición del método de la presente invención aquí descritos sin apartarse del concepto y del alcance de la invención tal como se definen en las

20 siguientes reivindicaciones.

**REIVINDICACIONES**

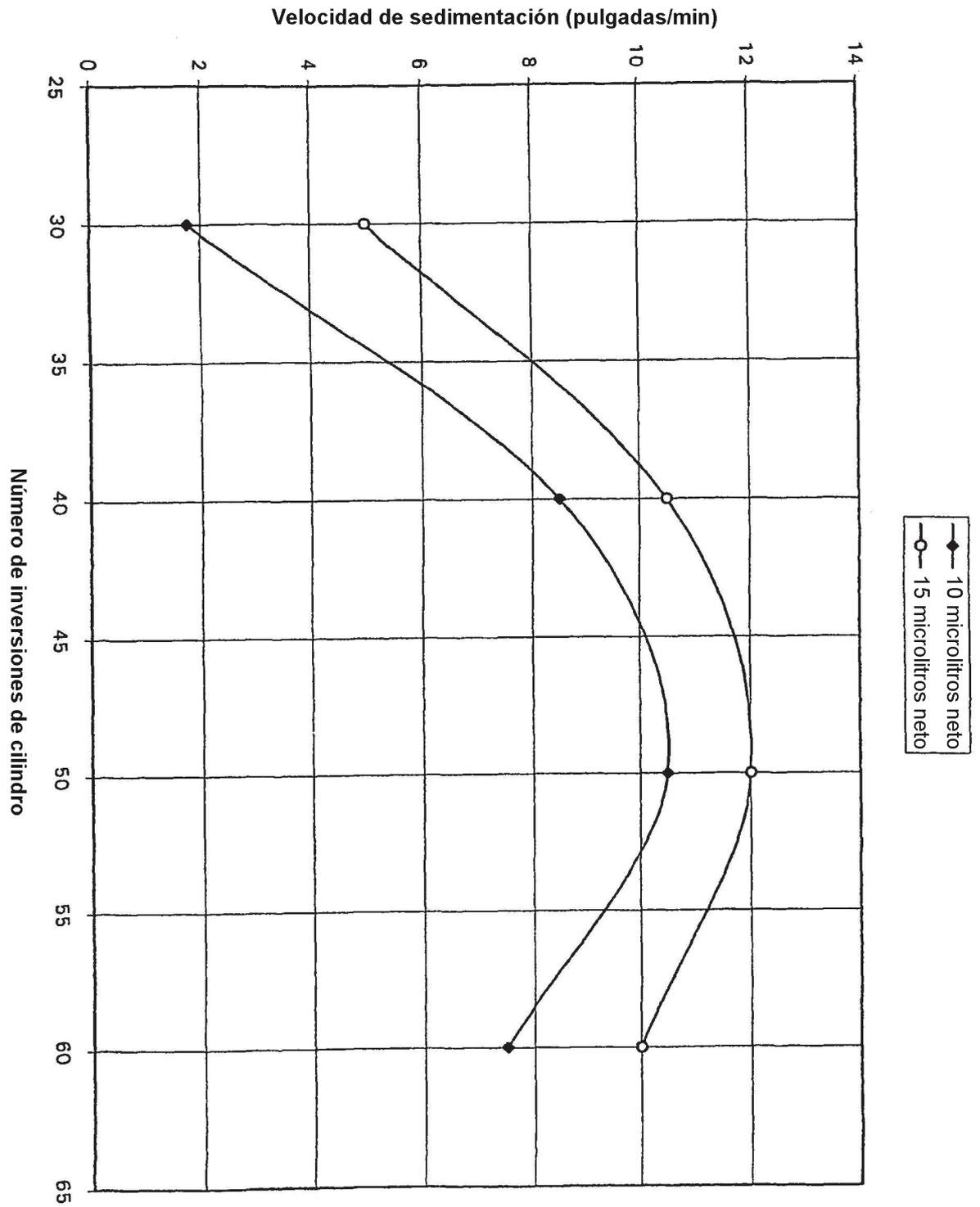
1. Un método de invertir rápidamente en 5-60 segundos una emulsión que contiene agente floculante para la separación de los sólidos y líquido en suspensiones acuosas, comprendiendo el método:
  - 5 (a) dosificar agua con una cantidad eficaz de agente floculante de al menos una emulsión de agua-en-aceite que comprende al menos un agente floculante, al menos un agente tensioactivo hidrófilo, y al menos uno de aceite de cáscara de cítrico o de aceite de pino, variando dicha cantidad eficaz de agente floculante de 0,0025 a 0,8 por ciento, sobre una base de polímero activo, en peso del agua, y estando presente dicho agente tensioactivo en la emulsión a una concentración de desde 1 a 10 por ciento, en peso;
  - 10 (b) someter al agua y al agua que contiene la emulsión a un elevado esfuerzo cortante, que comprende un flujo inverso turbulento, a una presión suficiente y durante un tiempo suficiente para la al menos única emulsión para invertir y liberar el al menos único agente floculante en el agua; y
  - (c) añadir el al menos único agente floculante liberado en una suspensión acuosa para la separación de sólidos del agua en la suspensión.
- 15 2. El método de la Reivindicación 1, en donde el agente floculante es un material polímero seleccionado del grupo que consiste en materiales copolímeros, materiales homopolímeros, y materiales terpolímeros que comprenden de 0,01 a 100 por ciento en moles de un material monómero funcional que contiene vinilo.
- 20 3. El método de la Reivindicación 2, en donde el material monómero funcional que contiene vinilo se selecciona del grupo que consiste en acrilamida, cloruro de dialildimetilamonio, ácido acrílico y sus sales, ácido metacrílico y sus sales, cloruro de dimetilaminoetilacrilato metil- cuaternario, cloruro de dimetilaminoetilmetacrilato metil- cuaternario, ácido 2-acrilamido-2-metil propano sulfónico y sus sales, cloruro de acrilamido propil- trimetil- amonio, cloruro de metacrilamido propil- trimetil- amonio, y las aminas preparadas por la reacción de Mannich.
4. El método de la Reivindicación 1, en donde el agente floculante tiene una viscosidad específica reducida de desde 1 a 50 decilitros por gramo.
- 25 5. El método de la Reivindicación 1, en donde el agente floculante tiene un peso molecular de desde 250.000 a 30.000.000.
6. El método de la Reivindicación 1, en donde la emulsión contiene de 5 a 70 por ciento de agente floculante, en peso, sobre una base de polímero activo.
7. El método de la Reivindicación 1, en donde el agente tensioactivo se selecciona del grupo que consiste en agentes tensioactivos aniónicos, catiónicos, no iónicos, o anfóteros con un valor de HLB de desde 10 a 30.
- 30 8. El método de la Reivindicación 1, en donde el agente tensioactivo incluye al menos un agente tensioactivo seleccionado del grupo que consiste en octil- fenol etoxilado y etoxilato de alcohol lineal.
9. El método de la Reivindicación 8, en donde el agente tensioactivo es octil- fenol etoxilado.
10. El método de la Reivindicación 1, en donde el aceite de cáscara de cítrico se selecciona del grupo que consiste en aceite de naranja, aceite de limón, aceite de pomelo, y aceite de lima.
- 35 11. El método de la Reivindicación 1, en donde la emulsión se dosifica en línea en el agua.
12. El método de la Reivindicación 1, en donde el esfuerzo cortante es un flujo inverso turbulento producido por un dispositivo de inversión en línea.
- 40 13. El método de la Reivindicación 1, en donde el agente floculante se añade para promover la separación de los sólidos del agua, en donde los sólidos se seleccionan del grupo que consiste en carbón, carbón limpio, bauxita, mineral de hierro, mineral de cobre, arena, grava, arcilla, polvo, plomo / zinc, roca de fosfato, taconita, berilio, trona, caolín, dióxido de titanio, uranio, y metales preciosos.
- 45 14. Un método de invertir *in situ* rápidamente en 5-60 segundos una emulsión que contiene agente floculante para liberar el agente floculante directamente en una aplicación de separación sólidos/líquido, comprendiendo el método:
  - 50 (a) añadir a una suspensión acuosa una cantidad eficaz de agente floculante de al menos una emulsión de agua-en-aceite que comprende al menos un material polímero floculante soluble en agua, al menos un agente tensioactivo hidrófilo, y al menos uno de aceite de cáscara de cítricos o aceite de pino, siendo dicha cantidad eficaz de agente floculante al menos 0,025 partes por millón, sobre una base de polímero activo, en peso de la suspensión, siendo el agente floculante un material polímero seleccionado del grupo que consiste en materiales copolímeros, materiales homopolímeros y materiales terpolímeros que comprenden de 0,01 a 100 por ciento en

moles de un material monómero funcional que contiene vinilo y con una viscosidad específica reducida de desde 1 a 50 decilitros por gramo; y

5 (b) someter a la suspensión y a la al menos única emulsión a elevado esfuerzo cortante durante tiempo suficiente y a presión suficiente de tal manera que la al menos única emulsión se invierte *in situ* y el al menos único agente floculante se libera en la suspensión para la separación sólidos/líquido.

15. El método de la Reivindicación 14, en donde la emulsión contiene agente tensioactivo a una concentración de desde 1 por ciento a 10 por ciento, en peso.

16. El método de la Reivindicación 15 en donde la emulsión se alimenta en línea a la suspensión.



**FIGURA 1**

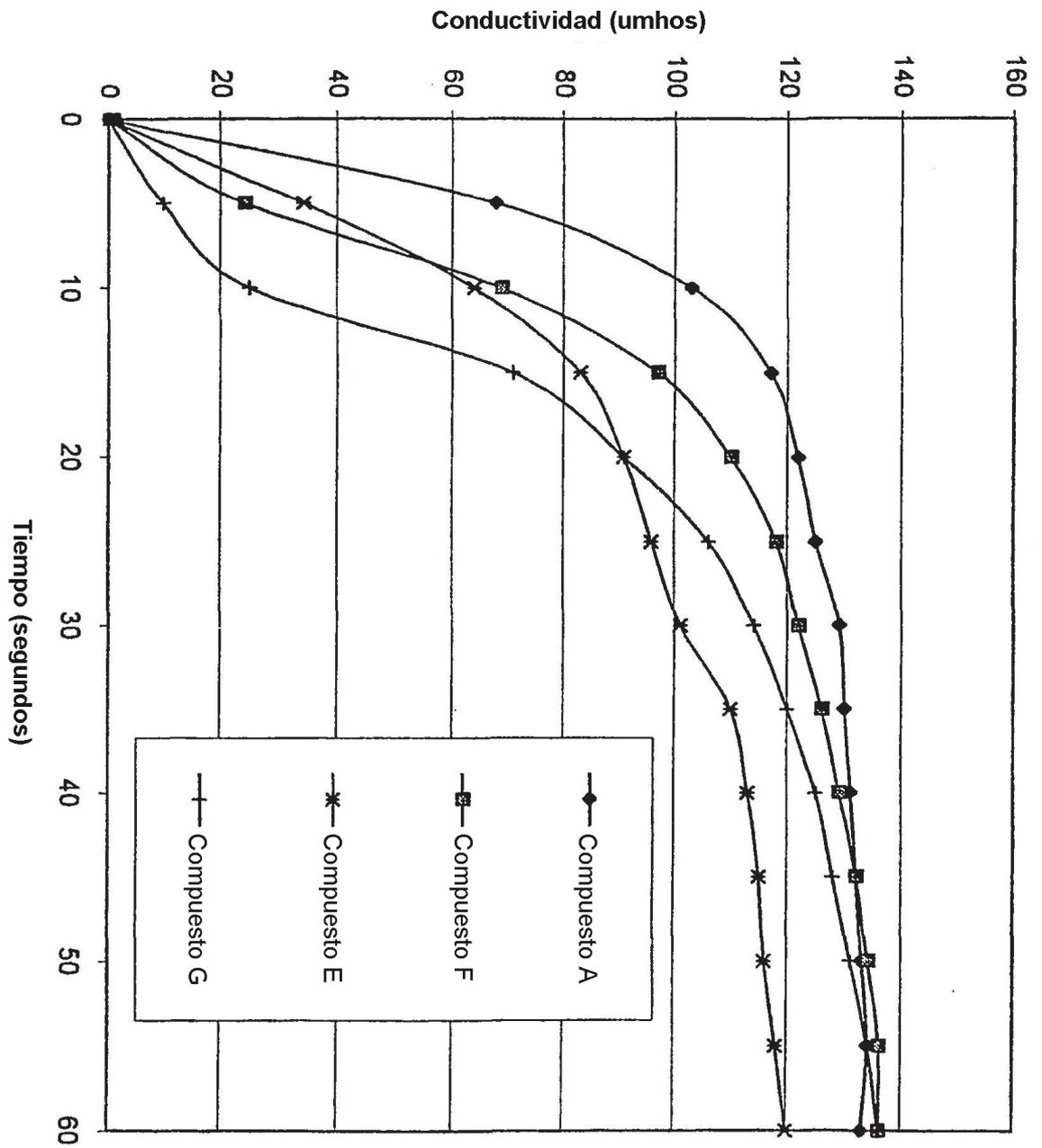


FIGURA 2