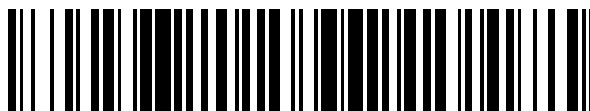


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 552 943**

51 Int. Cl.:

C02F 1/52 (2006.01)

C02F 1/56 (2006.01)

C02F 1/68 (2006.01)

C02F 11/14 (2006.01)

C08J 3/05 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.03.2010 E 10709018 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.09.2015 EP 2408719**

54 Título: **Composición para el acondicionamiento de lodos**

30 Prioridad:

17.03.2009 BE 200900161

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
03.12.2015

73 Titular/es:

**S.A. LHOIST RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT
(50.0%)
Rue Charles Dubois, 28
1342 Ottignies-Louvain-La-Neuve, BE y
SNF SAS (50.0%)**

72 Inventor/es:

**BIOTTEAU, LAURENT;
BLANDIN, GAÉTAN;
CHARBONNIER, HUBERT y
OZTURK, TAMER**

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 552 943 T3

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

DESCRIPCIÓN

Composición para el acondicionamiento de lodos

La presente invención se refiere a una composición de acondicionamiento de lodos que incluyen un compuesto mineral y un compuesto orgánico, siendo dicho compuesto mineral cal, y siendo dicho compuesto orgánico elegido del grupo de los polímeros lineales o ramificados a base de sales de dialildialquil amonio.

Se conocen composiciones de tratamiento de lodos, en particular, del documento EP 0104904 (US 4.711.727) que revela la utilización de distintos compuestos minerales, en asociación con distintos polímeros orgánicos. No obstante, según la enseñanza de este documento, el polímero orgánico tiene una acción dispersante que permite producir suspensiones concentradas de compuestos minerales que tienen una viscosidad aceptable con el fin de bombear la composición citada anteriormente.

El documento US 4.675.114 revela por otro lado un procedimiento de tratamiento de lodos por una adición secuencial de un compuesto mineral y un compuesto orgánico entre múltiples etapas sucesivas.

Las ciudades, en particular, las grandes metrópolis, y las industrias, producen o vierten volúmenes muy importantes de aguas residuales. El tratamiento de estas aguas, antes de su vertido en el medio natural, tiene por resultado la formación de muy grandes cantidades de lodos. Una etapa de deshidratación mecánica es generalmente necesaria con el fin de reducir al máximo el volumen ocupado por los lodos, cualesquiera que sean sus orígenes, y aumentar su sequedad antes de su valorización agrícola o por incineración o por elaboración de abono o también antes de su eliminación por almacenamiento en descarga. Esta deshidratación, es decir, la separación sólido/líquido en la mayoría de los casos, se realiza por medio de un filtro de bandas, de un filtro prensa o de un decantador centrífugo que combina la mayoría de las veces un acondicionamiento químico aplicado aguas arriba a una acción mecánica. Además de la reducción de volumen, el objeto de este tratamiento es facilitar la manipulación, el transporte y el almacenamiento de estos lodos.

La presente invención se refiere especialmente al acondicionamiento de los lodos con la ayuda de un compuesto mineral y orgánico. Por los términos "lodos" en el sentido de la invención, se entiende un residuo que presenta una tasa de materia seca de al menos un 0,5%, a menudo superiores o iguales a 1%. Los lodos pueden ser minerales u orgánicos o aceitosos.

El concepto de acondicionamiento, en particular de acondicionamiento químico, se debe incluir en el sentido de la presente invención tal como se define por Degremont en "Memorandum Técnico del agua, Edición del Cincuentenario 1989, 9ª edición" en el capítulo 19, en particular en las páginas 949 a 959.

Para que el lodo sea filtrable, es necesario romper previamente la cohesión coloidal del lodo y aumentar artificialmente el tamaño de las partículas que lo constituyen. Es el objeto del acondicionamiento. Un acondicionamiento adecuado del lodo es la base del buen funcionamiento del taller de deshidratación. El acondicionamiento deberá, por lo tanto, optimizarse para ser adaptado a la vez a la naturaleza de los lodos que se deben tratar y también al tipo de herramienta de deshidratación.

El acondicionamiento de los lodos es, por lo tanto, en realidad un tratamiento en el cual las características de los lodos se modifican para facilitar la separación de la fase sólida y la fase líquida.

Contrariamente a un procedimiento de tratamiento del agua (véase por ejemplo el documento US 4.711.727) cuyo principio consiste en causar, por la adición de floculante y/o coagulante, la aglomeración y la decantación de las partículas coloidales, el acondicionamiento de los lodos tiene por objeto preparar estos últimos para permitir el buen funcionamiento de los aparatos de deshidratación mecánica eliminando, en particular, los problemas de deformación, de colmatado de las telas y de encolado de las tortas. El acondicionamiento de los lodos consiste, por lo tanto, en una aplicación particular de la coagulación-floculación. Tiene por objeto aumentar su sequedad (contenido en materia seca) acelerando la separación sólido/líquido.

Por otra parte, el documento US 4.711.727 revela la utilización conjunta de suspensiones minerales que pueden contener cal y, de manera indiferente, floculante y/o coagulante, para flocular de las aguas residuales, cargadas hasta un nivel de aproximadamente 300 mg/l (0,03%) de materia en suspensión y enseña, en particular, a efectuar diluciones previas de las suspensiones minerales antes citadas.

Se utilizan lo más frecuentemente tres tecnologías como sistemas de deshidratación mecánica en las instalaciones de acondicionamiento de lodos.

Los filtros de bandas prensadoras

Sobre este tipo de filtro, el lodo acondicionado se escurre en primer lugar luego se comprime entre dos telas filtrantes. El sistema de avance y de compresión de las telas está asegurado por rodillos. Este tipo de herramienta requiere un floc consistente y bien disociado, que favorece una liberación de agua rápida durante la etapa de escurrido.

Los decantadores centrífugos o centrifugadores

Estos sistemas utilizan la fuerza centrífuga para generar una decantación acelerada. Una buena separación supondrá la formación de un floc voluminoso y pesado, resistente al cizallamiento.

Los filtros prensa (o filtros de platos)

5 Contrariamente a los sistemas anteriores, esta herramienta funciona de manera discontinua, por batch (por cargas). Un filtro prensa está constituido por platos recubiertos de telas filtrantes, dispuestas en batería, confinadas y/o de membrana. Las cámaras dispuestas entre cada plato se alimentan con lodo acondicionado por medio de una bomba. Esta bomba de lodo alimenta las cámaras (operación de cebado) hasta la obtención de una elevada presión, generalmente incluida entre 10 y 15 bares. Al final del ciclo, los platos se separan con el fin de evacuar las tortas
10 formadas ("deshilvanado"). Es muy deseable que las tortas así formadas sigan siendo relativamente firmes y sobre todo se fluyan bien de las placas y telas; en caso contrario, una intervención manual y de las limpiezas y lavados son necesarias. En el caso del filtro de prensa, se buscará un acondicionamiento robusto a las tensiones (en particular, de presión).

15 Entre los distintos acondicionamientos químicos destinados para preparar el lodo, se distinguen, en particular, el acondicionamiento orgánico y el acondicionamiento mineral.

El acondicionamiento denominado orgánico: utilización de polímero orgánico como único floculante (dosificación-tipo 2 a 20 kg por tonelada de materias secas). Sólo los polielectrolitos de síntesis de largas cadenas (elevados pesos moleculares, en particular, a base de acrilamida) son eficaces; forman flocs voluminosos y bien diferenciados en un agua intersticial clarificada. Este acondicionamiento se utiliza sobre todo durante la deshidratación sobre
20 centrifugadora y filtro de bandas prensadoras. Se puede utilizar durante una deshidratación mecánica por filtración bajo presión (filtro prensa mecanizado) ya que conduce a un tiempo de prensada más largo, debido a la elevada resistencia específica, a lavados frecuentes de las telas y a un menos buen desprendimiento de la torta.

El acondicionamiento denominado mineral: utilización conjunta de una sal de hierro o de aluminio, tal como el cloruro férrico (dosificación-tipo: 3 a 10% en peso con respecto a la materia seca tratada) y de cal (dosificación-tipo: 10 a
25 40% en peso con respecto a la materia seca tratada). Este modo de acondicionamiento produce un floc fino pero muy robusto a las tensiones; se adaptará, por lo tanto, muy especialmente a la filtración sobre filtro prensa. Sin embargo la utilización de sales de hierro no está sin plantear problema de explotación tales como: corrosión de las canalizaciones y de los filtros de acero o fundición, presencia de cloruros en alta proporción, presencia de hierro que, durante la incineración de los lodos, es la causa de la producción de material de escoria, riesgo de quemaduras
30 para el personal.

Existen también acondicionamientos mixtos (minerales y orgánicos) con el fin de optimizar los rendimientos de deshidratación.

Tal como se ve, todos los procedimientos de acondicionamiento citados más arriba presentan inconvenientes. El
35 acondicionamiento orgánico no es el mejor para se adapte a algunos sistemas de deshidratación como los filtros de prensa; los otros acondicionamientos mencionados recurren, en particular, a sales de hierro que plantean los numerosos problemas antes citados.

Se revela otra posibilidad más de acondicionamiento mixto en el documento EP 1.154.958. El procedimiento
40 revelado enseña una adición de cal a lodos industriales, elegida para evitar que el pH de lodo al cual la cal se añade no se eleve muy rápidamente. El procedimiento prevé también la adición de componentes orgánicos floculantes de larga cadena (aniónico, catiónico o no iónico, de manera indiferente) para facilitar la floculación del lodo así tratado. Puesto que el pH del lodo aumenta de manera controlada, el componente orgánico floculante puede ejercer su actividad floculante sin ser deteriorado por un aumento demasiado rápido de pH.

En el documento WO 2008/058973, se describe un procedimiento de tratamiento de lodos por cal, según el cual se
45 añade un floculante orgánico aniónico al lodo, puesto que los polímeros catiónicos se deterioran rápidamente en general a partir de un pH que va de 9 a 10. Puesto que el floculante aniónico presenta un grado óptimo de actividad a pH más allá de 10 a 12, es, por lo tanto, preferible efectuar una subida de pH rápida lo que permite perfectamente la adición de cal al lodo.

Cualquiera que sea el modo de acondicionamiento y los reactivos puestos en juego, un buen acondicionamiento de
50 los lodos supone el control de los mecanismos de coagulación/floculación, siendo el objetivo permitir la buena dispersión de los reactivos en el lodo sin desestructurar el lodo floculado. Un cuidado muy particular se debe, por lo tanto, prestar a la integración de los reactivos (modo y orden de integración), a los tiempos de contacto y de maduración así como a las tensiones aplicadas sobre el lodo floculado.

La obtención de buenos resultados requiere frecuentemente, entre otras cosas:

55 - la preparación de los reactivos (puesta en solución del/de los polímero(s), fabricación de leche de cal) para favorecer su dispersión y aumentar su eficacia a la que se debe acondicionar el lodo;

- balsas de acondicionamientos sucesivas
- y/o mezcladores en línea.

Pueden también ser críticos el orden de inyección de los reactivos (el cloruro férrico se debe añadir antes de la cal y el polímero a menudo en último lugar) y algunas interacciones entre reactivos (riesgo de floculación de la cal por el polímero).

Por lo tanto, tal como se puede constatar, los reactivos de acondicionamiento de lodos existentes presentan todas las tensiones laboriosas tal como tener en cuenta el orden de adición de los reactivos, la inestabilidad de los componentes así añadidos juntos, requiriendo un aislamiento (almacenamiento, dispuesta por separado) y/o precauciones de adición o también la selección de cal específica, tal como, por ejemplo, para conferir al lodo las propiedades óptimas para que el polímero pueda tener su acción floculante.

La presente invención tiene por objeto paliar los inconvenientes antes citados del estado de la técnica anterior durante el acondicionamiento de los lodos antes de la deshidratación, ofreciendo una solución simple, segura y eficaz a los problemas encontrados anteriormente. Simple por una reducción de las operaciones (reducción de los costes de almacenamiento de los compuestos, reducción de los costes de empleo); seguro por la ausencia o la limitación del recurso a las sales de hierro y eficaz, en particular, por la obtención de flocs resistentes, compatibles con el uso de filtro prensa que permiten, por lo tanto, un elevado rendimiento de filtración (aumento de la sequedad (contenido en materia seca) de la torta obtenida, aceleración de la etapa de separación mecánica sólido/líquido y reducción de los problemas de fluencia, de colmatado de las telas y del encolado de las tortas).

Según la invención, se encontró de manera sorprendente que una composición caracterizada porque dicho compuesto orgánico elegido del grupo de los polímeros lineales o ramificados a base de sales de dialildialquilamonio es un coagulante orgánico, catiónico, que presenta un peso molecular medio ponderal inferior o igual a 5 millones g/mol y superior o igual a 20.000 g/mol, presente en una cantidad que va de 3 g a 100 g para 1 kg de cal (expresados en equivalente de cal apagada $\text{Ca}(\text{OH})_2$), estando la composición en forma de una mezcla homogénea y estable de cal y de dicho coagulante antes de ser introducida para el acondicionamiento de los lodos, y porque dicha composición es

- a) bajo forma sólida, en la cual dicha cal es cal apagada y/o cal viva, ambas dos bajo forma pulverulenta, y dicho coagulante orgánico catiónico está también bajo forma sólida, o
- b) en forma de una suspensión estable, en la cual dicha cal es cal apagada en forma de leche de cal, y forma con dicho coagulante orgánico dicha suspensión.

permite efectuar un acondicionamiento óptimo de los lodos antes de que éstos se sometan a una operación de deshidratación mecánica. Este acondicionamiento se caracteriza por una simplificación de empleo, permitiendo al mismo tiempo una mejora de los rendimientos de filtración.

En efecto, según la presente invención, se encontró de manera sorprendente que la asociación de un compuesto mineral particular con un polímero orgánico particular en una composición permite una utilización para el tratamiento de los lodos, y más concretamente para el acondicionamiento de los lodos, en particular, urbanos e industriales, antes de que éstos se sometieran a una operación de deshidratación mecánica, es decir, una composición que es por una parte estable y homogénea para facilitar su almacenamiento y su utilización y que permite por otra parte reducir los costes de empleo, obteniendo al mismo tiempo un elevado rendimiento de filtración. La composición según la invención permite, en particular, por lo tanto, aumentar la sequedad (contenido en materia seca) de la torta obtenida durante la etapa de separación mecánica sólido/líquido.

En el sentido de la invención, un coagulante es un compuesto que permite desestabilizar los constituyentes presentes en un agua o lodo dado y por lo tanto la formación de microflocs, al contrario de un floculante que permite aglomerar en agregados las partículas formadas durante la desestabilización.

Durante la coagulación por un coagulante catiónico, es decir, cargado positivamente, se va a producir un fenómeno de equilibrado de las cargas de las partículas en el lodo (cargado negativamente). En efecto, de manera general, las partículas en el lodo que llevan una carga negativa van a ver sus cargas ser contrapesadas por las cargas positivas de los coagulantes catiónicos. Los coagulantes catiónicos van a interaccionar con varias partículas del lodo y a formar así microflocs.

La presente invención tiene, por lo tanto, por objeto composiciones que incluyen a la vez cal y al menos un polímero, también denominado coagulante, orgánico catiónico a base de sales de dialildialquilamonio para el acondicionamiento de los lodos antes de su deshidratación.

Las composiciones según la invención se fabrican previamente y se suministran en forma de una mezcla homogénea y estable de dicho al menos coagulante y de cal, antes de ser introducidas simultáneamente para el acondicionamiento de los lodos.

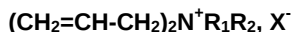
Tal fabricación industrial previa de las composiciones según la invención se hace posible gracias a la buena estabilidad en el tiempo de la mezcla, en forma de polvo o líquido; las composiciones pueden, por lo tanto, ser almacenadas durante varias semanas antes de su utilización, sin riesgo de alteración de su eficacia para el acondicionamiento de los lodos, tal como aparecen más abajo en los ejemplos 3,4 y 6.

5 Tal como se indica más arriba, la adición de cal genera un pH elevado que provoca, en la mayoría de los casos, la inactivación o la destrucción por hidrólisis alcalina de los polímeros orgánicos durante una utilización mixta. Además, la presencia conjunta de cal y polímero orgánico puede conducir a un consumo de este último para flocular la cal, lo que es inútil y hace que el polímero se vuelva indisponible (véase ejemplo 1). El experto en la técnica no es incitado, por lo tanto, a utilizar este tipo de polímero conjuntamente a la cal, en particular bajo la forma de una verdadera
10 composición (mezcla), para atenuar las deficiencias del estado de la técnica anterior para el acondicionamiento de los lodos.

Además nada hace pensar que una simple asociación que comprende a la vez cal y al menos un coagulante orgánico para el acondicionamiento de los lodos pueda ser suficiente, a la salida de la etapa de deshidratación mecánica, para obtener flocs resistentes y un grado de sequedad superior al realizado por el empleo de los
15 procedimientos clásicos y de permitir economías energéticas y/o en agentes de acondicionamiento (coagulante, cal), tal como se muestra en el ejemplo 5.

Ventajosamente, dicho coagulante orgánico catiónico presenta una carga catiónica superior o igual a 4, preferentemente superior o igual a 4,5 y en particular superior o igual a 5 meq/g, siendo la carga catiónica ventajosamente inferior o igual a 10, preferentemente inferior o igual a 9 meq/g, en particular inferior o igual a 7,5
20 meq/g.

Ventajosamente, dicho polímero a base de sales de dialildialquil amonio es un polímero a base de compuestos de fórmula general:



En la cual:

25 X representa un halogenuro u otro contra-ión de carga negativa,

R1 y R2 representan independientemente, uno del otro, un átomo de hidrógeno o una cadena alquilo en C₁ a C₁₀.

En una forma de realización ventajosa, dicho polímero es un polímero a base de cloruro de dialil dimetil amonio, también denominado DADMAC.

30 Dicho polímero lineal o ramificado a base de sales de dialildialquil amonio puede ser un copolímero y comprender uno o varios otros monómeros elegidos del grupo constituido de los monómeros no iónicos, tales como la acrilamida, la metacrilamida, la N-vinil pirrolidona, el vinilacetato, el alcohol vinílico, los ésteres acrilato, el alcohol alílico, la N-vinil acetamida o la N-vinilformamida, y de los monómeros catiónicos tales como el dialquilaminoalquil (met) acrilato, el dialquilaminoalquil (met) acrilamida, sus sales de amonio cuaternario o sus sales de ácidos tales como, por ejemplo, el acrilato de dimetilaminoetilo (ADAME), de metacrilato de dimetilaminoetilo (MADAME), cuaternizados o
35 salificados, de cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC) y de cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC).

En una variante según la invención, dicho coagulante orgánico catiónico incluye, en asociación con cargas catiónicas, cargas aniónicas llevadas por monómeros aniónicos, tales como, por ejemplo, el ácido (met) acrílico, el ácido acrilamidometilpropano sulfónico, el ácido itacónico, el anhídrido maleico, el ácido maleico, el ácido vinil-sulfónico, el ácido metalil sulfónico y sus sales. De esta forma, dicho coagulante orgánico puede ser de naturaleza muy ligeramente anfótera.

40 Este polímero no requiere el desarrollo de procedimiento de polimerización particular. Se puede obtener por todas las técnicas de polimerización bien conocidas por el experto en la técnica: polimerización en gel, polimerización por precipitación, polimerización en emulsión (acuosa o inversa) seguida o no de una etapa de destilación, de polimerización en suspensión, de polimerización en solución, yendo estas polimerizaciones seguidas o no de una etapa que permite aislar una forma seca del (co)polímero por todos tipos de medios bien conocidos por el experto en la técnica.

De manera ventajosa, en la composición según la invención, dicho coagulante orgánico catiónico está presente en una cantidad que va de 5 a 80 g (expresada en materia activa, a saber en polímero) y más preferencialmente de 10 a 65 g para 1 kg de cal (expresados en equivalente de cal apagada Ca(OH)₂).
50

El tamaño de las partículas de cal no es crítico. Serán en general de tamaño mayoritariamente (más del 90%) superior a 0,5 µm y mayoritariamente inferior a 2 mm, o incluso 1 mm, preferentemente inferiores a 500 µm.

Se entiende por cal viva, una materia sólida mineral cuya composición química es principalmente óxido de calcio

- CaO. La cal viva es obtenida comúnmente por cocción de caliza, principalmente constituida por CaCO_3 , en la cual pueden subsistir algún porcentaje en la cal. La cal viva puede también contener impurezas tales como óxido de magnesio MgO , la sílice SiO_2 , los silicatos o también la alúmina Al_2O_3 , o incluso a un agente retardador de hidratación, a la altura de algún porcentaje. Se entiende que las impurezas se expresan bajo las formas antes citadas pero pueden en realidad aparecer bajo fases diferentes.
- Se entiende por cal apagada o cal hidratada, un conjunto de partículas sólidas, principalmente en forma de hidróxido de calcio Ca(OH)_2 , obtenido por "extinción", a veces denominada "hidratación", de cal viva con agua. Esta cal apagada puede obviamente contener las impurezas antes citadas, procedentes de la cal viva.
- La cal apagada se puede presentar bajo forma pulverulenta o en forma de suspensión.
- Se entiende por leche de cal, una suspensión acuosa, fabricada al principio de cal viva o de cal hidratada. Las formas de realización líquida de la composición según la invención se realizan al principio de leches de cal.
- Tal como se menciona anteriormente, el coagulante orgánico catiónico utilizado puede ser también ramificado e incluso reticulado preferentemente durante (y/o eventualmente después de) la polimerización, en presencia de un agente ramificante y eventualmente de un agente de transferencia.
- Se indican otras formas de realización de la composición según la invención en las reivindicaciones anexadas.
- La invención tiene también por objeto una utilización de la composición antedicha para el acondicionamiento de lodos.
- Además, la invención se refiere a una utilización de la composición citada anteriormente para el pre-encalado de los lodos.
- Se entiende por pre-encalado la adición de compuesto cálcico a un lodo antes de la deshidratación.
- Se indican otras formas de realización de la utilización según la invención en las reivindicaciones anexadas.
- La invención se refiere también a un procedimiento de deshidratación de lodos, que incluye:
- una adición de una composición tal como se describe anteriormente, a lodos, en particular, urbanos o industriales a tratar, antes de la deshidratación de este último,
 - un acondicionamiento de dicho lodo al cual se ha añadido dicha composición,
 - una separación sólido/líquido del lodo acondicionado y
 - una recogida del sólido procedente de dicha separación.
- Especialmente, según la invención, dicha filtración se realiza por medio de un filtro de bandas, de un filtro prensa o de un decantador centrífugo, preferentemente un filtro prensa.
- Generalmente, la sequedad del sólido resultante de la deshidratación está comprendida en la meseta que va de 10% a 80%, en particular, de 10% a 50%, en particular entre 20% y 50% en peso.
- En general, la composición según la invención se añade al lodo con una dosificación que corresponde a tasas de encalado (expresado en Ca(OH)_2) de 5% a 100%, en particular de 10% a 80%, en particular, de 15% a 60% con respecto a la materia seca del lodo.
- Otras formas de realización del procedimiento según la invención se indica en las reivindicaciones anexadas.
- Otras características, detalles y ventajas de la invención resultarán de la descripción dada a continuación, con carácter no limitativo y haciendo referencia a los ejemplos.
- Los coagulantes orgánicos catiónicos según la invención utilizados son de peso molecular medio ponderal inferior a 5 millones g/mol y superior o igual a 20.000 g/mol, preferentemente de peso molecular medio ponderal inferior a 3 millones g/mol y superior o igual a 50.000 g/mol.
- Preferentemente, los coagulantes orgánicos en el sentido de la invención presentan una carga catiónica superior o igual a 4 meq/g, en particular, a 4,5 meq/g, ventajosamente superior o igual a 5 meq/g e inferior o igual a 10, preferentemente inferior o igual a 9 meq/g, en particular inferior o igual a 7,5 meq/g
- Estas características de los "coagulantes" los distinguen de los polímeros orgánicos catiónicos, a menudo cualificados de "floculantes" y que poseen pesos moleculares medio ponderales a menudo ampliamente superiores a 5 millones g/mol y que se denominan de larga cadena. Su cadena denominada larga les permite tener un puente con otras moléculas, lo que les confiere su carácter floculante.

Del mismo modo, estas características de los “coagulantes” los distinguen de los polímeros orgánicos dispersantes que presentan generalmente una carga aniónica (en cualquier caso durante una utilización en asociación con la cal) y que tienen por objeto permitir la dispersión de una sustancia o de una partícula en el seno de un líquido en el cual no es soluble. La naturaleza dispersante principalmente se debe a la repulsión entre cargas llevadas por el dispersante (negativa) y las partículas de lodo (también negativa) que impide cualquier aglomeración y mantiene la dispersión entre partículas.

Debido a su naturaleza, los coagulantes permiten una desestabilización de las partículas (coloides) en suspensión neutralizando su carga (anulación del potencial ZETA) en comparación con los floculantes que forman verdaderos puentes entre partículas para realizar flocs, a saber aglomerados de partículas desestabilizadas.

EJEMPLO 1

Formulación de composición poli-DADMAC/cal según la invención frente a otras asociaciones de polímeros y de cal

Se comparan tres familias de polímeros. En cada familia se determina el polímero más potente que se debe emplear. Se preparan formulaciones por integración bajo agitación de los polímeros ensayados, a unas suspensiones de cal formuladas a 300 g/dm³. Para cada formulación de las dosificaciones de 5% se realizaron, dosificaciones expresadas en porcentaje de materia activa de polímero con respecto al equivalente en forma de óxido CaO contenido en la suspensión de cal.

Tabla 1

Tipo de polímero	Nombre comercial (forma)	Naturaleza	Peso molecular (g/mol)	Cationicidad (meq/g)	Dosificación (% en peso MA/CaO)
Floculante catiónico	EM 840 MBL (emulsión)	Copolímero acrilamida ADAME clorometilado	8 millones	4,73	5%
Floculante aniónico	EM 630 (emulsión)	Copolímero acrilamida acrilato de sodio	20 millones	NA	5%
Coagulante catiónico según la invención	FL4820 (emulsión)	Homopolímero de DADMAC	1 millón	6,2	5%

Para cada ensayo realizado, se tuvo en cuenta el aspecto de la formulación. Los resultados se presentan más abajo en la Tabla 2.

Tabla 2

Nº ensayo	1	2	3
Polímero orgánico	EM 840 MBL	EN 630	FL 4820
Tipo	Floculante catiónico	Floculante aniónico	Coagulante catiónico
Aspecto de la suspensión	Toma en masa/no utilizable	Toma en masa/no utilizable	Poca modificación del aspecto de la suspensión

Tal como se puede constatar, la composición coagulante catiónica tipo poli-DADMAC/leche de cal según la invención es la única combinación polímero/leche de cal que permite obtener una suspensión (no hay toma en masa).

EJEMPLO 2

Interés de una composición según la invención que incluye cal y poli-DADMAC/cal frente a otras asociaciones de polímeros y de cal

Los ensayos se realizan en una instalación de filtración piloto. La instalación comprende una cuba de preparación agitada de 200 dm³, una bomba de transferencia y cargamento así como un filtro prensa de tipo Netzsch compuesto de 11 platos para una superficie filtrante total de 1 m².

El lodo, procedente del tratamiento biológico, se ha sometido a un tratamiento previo de concentración sobre mesa de escurrido. La concentración en materia seca del lodo es de 50 g/dm³.

Se comparan tres familias de polímeros. En cada familia se determinan previamente el polímero más potente y la dosis preferencial que se debe emplear; la dosis se expresa en porcentaje en peso de materia activa (MA) con respecto al peso de materia seca de lodo (MS) (véase Tabla 3).

Tabla 3

Tipo de polímero	Nombre comercial (forma)	Naturaleza	Peso molecular (g/mol)	Cationicidad (meq/g)	Dosificación (% en peso MA/MS)
Floculante catiónico	EM 840 MBL (emulsión)	Copolímero acrilamida ADAME clorometilado	8 millones	4,73	0,7%
Floculante aniónico	EM 630 (emulsión)	Copolímero acrilamida acrilato de sodio	20 millones	NA	0,3%
Coagulante catiónico	TS45SH (polvo)	Homopolímero de DADMAC	1 millón	6,2	1,5%

Para los tres polímeros ensayados, se preparan 20 dm³ de una solución de polímero concentrada a 10g /dm³ en un recipiente agitado.

- 5 En una cuba de 200 dm³ agitada, se preparan 100 dm³ de lodo y se añade, bajo agitación la cantidad de cal apagada necesaria con el fin de obtener un porcentaje de tratamiento de 34%. La dosificación expresada representa en % la cantidad de reactivo en equivalente seco (en Ca(OH)₂) con respecto a la concentración en materia seca del lodo. Para los 2 primeros polímeros (ensayos 1 y 2), la cal se añade al lodo en forma de una leche de cal concentrada a 160 g/dm³. Después de la dispersión de la cal en el lodo, se añade la cantidad predeterminada de polímero haciendo referencia a las concentraciones ilustradas en la Tabla 3 de cada solución preparada de
- 10 polímero. Para el último polímero (ensayo n°3), la solución a 10 g/dm³ se incorpora a la leche de cal (concentrado a 160 g/dm³ como para los ensayos 1 y 2), con el fin de obtener una composición (suspensión) según la invención que se añade al lodo.

- 15 Se comienza a continuación el ciclo de filtración. Este se considera como terminado cuando el caudal específico vuelve a ser inferior a 10 dm³/h/m² de superficie filtrante. El ciclo de filtración se detiene después de 2 horas de filtración en todos los casos si no se alcanza el caudal específico mínimo. Para cada uno de los polímeros ensayados, se tiene en cuenta la aptitud al deshilvanado de las tortas formadas. Se efectúa también una medida de sequedad (% materia seca) sobre las tortas retiradas después de 24 horas en la estufa a 105°C.

Los resultados se presentan más abajo en la Tabla 4.

Tabla 4

N° ensayo	1	2	3
Polímero orgánico	EM 840 MBL	EN 630	
			Composición leche de cal-TS 45 SH
Tipo	Floculante catiónico	Floculante aniónico	Coagulante catiónico
Sequedad de la torta (% MS)	27%	28%	31%
Deshilvanado	Torta pastosa	Torta pastosa	OK

- 20 Tal como se puede constatar, la composición coagulante catiónico tipo poli-DADMAC/leche de cal según la invención (ensayo 3) es la única combinación polímero/leche de cal que permite obtener una sequedad de torta de filtración optimizada así como buenas propiedades de deshilvanado.

EJEMPLO 3

Preparación de una composición pulverulenta y estabilidad a corto plazo

- 25 Se reproducen las condiciones operativas del ejemplo 2, pero solamente se utiliza el coagulante catiónico (TS45SH, tipo poli-DADMAC), en una dosificación de 2% en este ejemplo (en vez de 1,5% en el ejemplo 2).

Para los 2 ensayos de este ejemplo, se utiliza como componente mineral, una cal viva fina (< 90 µm), parcialmente apagada tal como se revela en la patente Europea EP 1.154.958, que se añade bajo forma pulverulenta y en una dosificación de 26% (de CaO p/r MS lodo, o sea la misma dosificación en equivalente Ca(OH)₂) que en el ejemplo 2).

- 30 Se ensayaron las variables siguientes de preparación e inyección:

- Ensayo 1: Mezcla del coagulante bajo forma seca y de la cal bajo forma pulverulenta luego inyección de la mezcla en la cuba de maduración,
- Ensayo 2: Mezcla del coagulante bajo forma seca y de la cal bajo forma pulverulenta, almacenamiento de la mezcla durante 48 horas luego inyección de la mezcla en la cuba de maduración

5 Los resultados de estos ensayos se presentan más abajo en la Tabla 5.

Tabla 5

N° ensayo	1	2
Sequedad de la torta (% MS)	35%	36%
Deshilvanado	OK	OK

Tal como se puede constatar, los 2 ensayos permiten obtener sequedades de tortas muy elevadas y un deshilvanado fácil. El ensayo 2 pone de manifiesto por otro lado que la composición pulverulenta lista para su empleo es estable durante al menos 48 h y conserva su eficacia para el acondicionamiento.

10 **EJEMPLO 4**

Estabilidad de la composición a largo plazo

El lodo, similar al del ejemplo 2, se acondiciona en el laboratorio por una composición pulverulenta según la invención que contiene un coagulante catiónico orgánico (poli-DADMAC) y cal, estando la composición bien sea recientemente formulada o bien sea utilizada después de un período de almacenamiento de 2 meses según su formulación.

El lodo se trata en una célula de filtración Faure que simula una filtración industrial sobre filtro prensa. El acondicionamiento se efectúa introduciendo 2,5 dm³ de lodo en la célula de filtración y la filtración se desarrolla durante 2 horas, observando una subida progresiva de la presión hasta 15 bares en 30 minutos luego un mantenimiento de la presión durante 1 hora a 15 bares. Se mide a continuación la materia seca en las tortas formadas después de 24 horas en la estufa a 105°C.

La composición pulverulenta según la invención se prepara de la siguiente manera. En un mezclador asincrónico (tipo Hobart), se introduce 1 kg de cal pulverulenta del tipo del ejemplo 3, luego 50 g de coagulante en polvo TS45SH. Todo ello se mezcla durante 10 minutos. Los resultados de los tratamientos se presentan en la Tabla 6.

Tabla 6

N° ensayo	1	2
Forma de la composición	Pulverulenta	Pulverulenta
Almacenamiento de la composición según la invención	No	2 meses
Sequedad de la torta (% MS)	33%	32%
Deshilvanado	OK	OK

25 La Tabla 6 pone de manifiesto que el reactivo formulado incluso después de 2 meses de almacenamiento guarda una muy buena eficacia.

EJEMPLO 5

Comparación de los rendimientos de composiciones según la invención con respecto a una asociación de FeCl₃ y de cal.

30 Tres tipos de lodos

≈ Un lodo biológico

≈ Un lodo industrial y

≈ Un lodo biológico activo

Se acondicionan en laboratorio por medio:

35 - por una parte, de combinaciones optimizadas de FeCl₃ y de cal y,

- por otra parte de composiciones de poli-DADMAC y de cal, según la invención

Los lodos se acondicionan luego se filtran en una célula de filtración Faure, según el protocolo operativo descrito en el ejemplo 4.

- 5 Se calculan a continuación las cantidades de lodo producidas. En efecto, la limitación de los costes de explotación y de la eliminación de los lodos incita a producir la menor cantidad posible de lodo y a encontrar el mejor compromiso entre la sequedad final y las cantidades de reactivos de acondicionamiento a poner en juego.

En el lodo deshidratado, se encuentran la materia seca de producto que se debe tratar, el agua residual y los agentes de acondicionamiento.

- 10 Para comparar los resultados de distintos acondicionamientos, además de la sequedad, se pretenderá considerar la cantidad de lodos producidos. Se define, por lo tanto, la relación siguiente:

$Q = \text{Cantidad de lodo deshidratado} / \text{cantidad de materia seca inicialmente presente en el lodo que se debe tratar.}$

Los resultados se ilustran en la Tabla 7.

Tabla 7

Tipo de lodos	Lodo biológico		Lodo industrial		Lodo digerido	
	1	2	3	4	5	6
N° ensayo						
Acondicionamiento	FeCl ₃ y leche de cal	Composición poli-DADMAC y cal	FeCl ₃ y cal pulverulenta	Composición poli-DADMAC y leche de cal	FeCl ₃ y cal	Composición poli-DADMAC y cal
Forma de la composición		Suspensión		Pulverulenta		Suspensión
Dosificación de coagulante (% en peso)	8	1,5	8	1,5	5	1,0
Dosificación de cal (% en peso)	30	30	20	15	26	26
Sequedad obtenida (% MS)	35	36	46	47	35	37
Deshilvanado	OK	OK	OK	OK	OK	OK
Cantidad de lodo producido (Q)	3,9	3,7	2,9	2,6	3,7	3,4

- 15 Tal como se puede constatar, las composiciones según la invención muestran en todos los casos mejores rendimientos (véase ensayos 2, 4 y 6 con respecto a la combinación de FeCl₃ con cal - ensayos comparativos: 1, 3 y 5.

Las sequedades de las tortas son sistemáticamente superiores y se disminuye en gran medida la cantidad de coagulante que se debe emplear, del mismo modo, es a veces posible también disminuir la dosis de cal (tanto bajo forma pulverulenta como bajo forma de leche de cal).

- 20 Las cantidades de lodo producido se disminuyen (disminución de las dosis de reactivos + aumento de la sequedad), lo que obtiene una ventaja de explotación importante y disminuyen los costes de eliminación de los lodos.

EJEMPLO 6

Comparación de los resultados de la composición según la invención con respecto a una composición que contiene un floculante catiónico

- 25 Se somete un lodo digerido a tres tipos de acondicionamiento que se presentan más abajo en la Tabla 8.

Este lodo se filtra a continuación mediante una célula de filtración Faure, según un protocolo operativo idéntico al presentado en el ejemplo 4.

La composición pulverulenta de poli-DADMAC y de cal según la invención se prepara según un protocolo operativo idéntico al presentado en el ejemplo 4. La mezcla se almacena durante una semana antes de su utilización.

- 30 La composición según la invención de poli-DADMAC y de cal bajo forma líquida se obtiene de la siguiente manera. En un vaso de laboratorio agitado, se introduce 1 kg de leche de cal concentrada a 40% de materia seca, luego se añadieron 76,9 g de coagulante poli-DADMAC bajo forma líquida y concentrado a 20% de materia activa. Todo ello se mezcló durante 10 minutos luego se almacenó durante una semana. La suspensión formulada tiene una

concentración de 38,6% en cal. Después de 1 semana, la mezcla líquida se decantó un poco y conserva su carácter bombeable.

Los resultados se presentan en la Tabla 8.

Tabla 8

N° ensayo	1	2	3
Acondicionamiento	Floculante catiónico	Coagulante poli-DADMAC y cal	Coagulante poli-DADMAC y cal
Forma	Líquida	Pulverulenta	Líquida
Dosificación del agente de acondicionamiento (% en peso)	1%	20%	26%
Sequedad obtenida (% en peso MS)	19	30	37
Deshilvanado	Pastoso	OK	OK
Cantidad de lodo producido (Q)	5,4	4,2	3,4

5

Tal como se puede constatar, los ensayos realizados con las composiciones según la invención (poli-DADMAC y cal) permiten mejorar en gran parte los rendimientos de deshidratación así como el deshilvanado de la torta. Tanto la mezcla pulverulenta como la mezcla líquida muestran una buena estabilidad de formulación después de una semana. No se observa ninguna alteración de los rendimientos con respecto a una mezcla en recientemente realizada. Con respecto a un acondicionamiento orgánico, el par poli-DADMAC/cal permite una reducción de la cantidad de lodos producidos. Hay tanta cal y poli-DADMAC en el ensayo 2 como en el ensayo 3 ya que la dosificación se expresa en $\text{Ca}(\text{OH})_2$ en el ensayo 3

10

EJEMPLO 7

Interés en centrifugadora

15

Se somete un lodo biológico a dos tipos de acondicionamiento antes de la deshidratación en centrifugadora. El primer acondicionamiento comprende una adición de un floculante catiónico y de cal pulverulenta mientras que el segundo acondicionamiento incluye una adición de un floculante catiónico y de una composición pulverulenta según la invención que contiene poli-DADMAC y cal.

20

Para cada acondicionamiento se optimiza la dosis óptima de floculante y la cal pulverulenta utilizada es similar a la del ejemplo 3. La composición pulverulenta de poli-DADMAC y de cal es una mezcla pulverulenta preparada tal como se indica en el ejemplo 5.

25

Se añade al lodo, bien sea la cal (ensayo 1) o bien la composición según la invención, que contienen el poli-DADMAC y la cal (ensayo 2) y se mezcla antes de la adición del floculante catiónico. El lodo floculado se deshidrata según un procedimiento que simula una deshidratación en centrifugadora. Los resultados se presentan en la Tabla 9.

Tabla 9

N° ensayo	1	2
Dosificación de floculante (% en peso)	0,55	0,08
Reactivo añadido	Cal	(poli-DADMAC y cal)
Forma del reactivo	Pulverulenta	Pulverulenta
Cantidad de reactivo (% en peso)	30	30
Sequedad obtenida	36	35

Tal como se puede constatar, en asociación con un floculante, el reactivo formulado se permite obtener rendimientos de filtración similares a un acondicionamiento floculante/cal, pero la composición según la invención permite

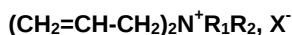
disminuir de 85% la dosis de floculante que se debe aplicar. La composición según la invención se puede, por lo tanto, emplear en combinación con otros agentes de acondicionamientos minerales u orgánicos.

Bien entendido que la presente invención no está en ninguna manera limitada a las formas de realizaciones descritas más arriba y que se pueden aportar muchas modificaciones sin salir del marco de las reivindicaciones anexadas.

5

REIVINDICACIONES

- 1.- Composición de acondicionamiento de lodos que incluyen un compuesto mineral y un compuesto orgánico, siendo dicho compuesto mineral cal, y siendo dicho compuesto orgánico elegido del grupo de los polímeros lineales o ramificados a base de sales de dialildialquil amonio, caracterizada porque dicho compuesto orgánico elegido del grupo de los polímeros lineales o ramificados a base de sales de dialildialquil amonio es un coagulante orgánico, catiónico, que presenta un peso molecular medio ponderal inferior o igual a 5 millones g/mol y superior o igual a 20.000 g/mol, presente en una cantidad que va de 3 g a 100 g para 1 kg de cal (expresados en equivalente de cal apagada $\text{Ca}(\text{OH})_2$), estando la composición bajo la forma de una mezcla homogénea y estable de cal y de dicho coagulante antes de ser introducida para el acondicionamiento de lodos, y porque dicha composición está:
- 5 a) bajo forma sólida, en la cual dicha cal es cal apagada y/o cal viva, ambos dos bajo forma pulverulenta, y dicho coagulante orgánico catiónico está también bajo forma sólida, o
- 10 b) en forma de una suspensión estable, en la cual dicha cal es cal apagada en forma de leche de cal, y forma con dicho coagulante orgánico dicha suspensión.
- 2.- Composición según la reivindicación 1, en la cual dicho coagulante orgánico catiónico presenta una carga catiónica superior o igual a 4 meq/g e inferior o igual a 10 meq/g, preferentemente superior o igual a 4,5 meq/g e inferior o igual a 9 meq/g y de manera más preferente superior o igual a 5 meq/g e inferior o igual a 7,5 meq/g.
- 15 3.- Composición según la reivindicación 1 ó 2, en la cual dicho polímero a base de sales de dialildialquil amonio es un polímero a base de compuestos de fórmula general:



- 20 En la cual:

X representa un halogenuro u otro contra-ión de carga negativa,

R_1 y R_2 representan independientemente uno del otro un átomo de hidrógeno o una cadena alquilo en C_1 a C_{10} .

- 4.- Composición según la reivindicación 3, en la cual dicho polímero es un polímero de cloruro de dialil dimetil amonio.
- 25 5.- Composición según una cualquiera las reivindicaciones 1 a 4, en la cual dicho polímero lineal o ramificado a base de sales de dialildialquil amonio es un copolímero e incluye uno o varios otros monómeros elegidos del grupo constituido de los monómeros no iónicos, tales como la acrilamida, la metacrilamida, la N-vinil pirrolidona, el vinilacetato, el alcohol vinílico, los ésteres acrilato, el alcohol alílico, la N vinil acetamida o la N-vinilformamida, de los monómeros catiónicos tales como el dialquilaminoalquil (met) acrilato, el dialquilaminoalquil (met) acrilamida, sus sales de amonio cuaternario o sus sales de ácidos, tales como, por ejemplo, el acrilato de dimetilaminoetilo (ADAME), del metacrilato de dimetilaminoetilo (MADAME), cuaternizados o salificados, del cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC) y del cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC).
- 30 6.- Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la cual dicho coagulante orgánico catiónico incluye, en asociación con cargas catiónicas y cargas aniónicas llevadas por monómeros aniónicos, tales como, por ejemplo, el ácido (met) acrílico, el ácido acrilamidometilpropano sulfónico, el ácido itacónico, el anhídrido maleico, el ácido maleico, el ácido vinil-sulfónico, el ácido metalil sulfónico y sus sales.
- 35 7.- Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la cual dicho coagulante orgánico catiónico está presente en una cantidad que va de 5 a 80 g y más preferentemente de 10 a 65 g para 1 kg de cal (expresados en equivalente de cal apagada $\text{Ca}(\text{OH})_2$).
- 40 8.- Utilización de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 para el acondicionamiento de lodos.
- 9.- Utilización de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8 para el pre-encalado de los lodos.
- 10.- Procedimiento de deshidratación de lodos, que incluye:
- 45 - una adición de una composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 a un lodo, en particular, urbano o industrial que se debe tratar antes de la deshidratación de este último,
- un acondicionamiento de dicho lodo al cual se añadió dicha composición,
- una filtración del lodo así acondicionado y una recogida del sólido procedente de dicha filtración.
- 11.- Procedimiento según la reivindicación 10, en la cual dicha filtración se realiza por medio de un filtro de bandas,

de un filtro prensa o de un decantador centrífugo y preferentemente de un filtro prensa.

12.- Procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 10 ú 11, en la cual la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7 se añade a una dosificación que corresponde a porcentajes de encalado (expresados en Ca(OH)_2) de 5 a 100%, en particular de 10 a 80%, en especial, de 15 a 60% con respecto a la materia seca del lodo.

5