

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 609 402**

51 Int. Cl.:

C08F 261/04 (2006.01)

B09B 3/00 (2006.01)

C01B 11/00 (2006.01)

C02F 1/56 (2006.01)

C08F 263/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **30.05.2014** **E 14305816 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **14.12.2016** **EP 2949405**

54 Título: **Método para el tratamiento de suspensiones de partículas sólidas en agua mediante el uso de polímeros en peine**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
20.04.2017

73 Titular/es:

S.P.C.M. SA (100.0%)
ZAC de Milieux
42160 Andrézieux Bouthéon, FR

72 Inventor/es:

FAVERO, CÉDRICK y
TIIZZOTTI, MORGAN

74 Agente/Representante:

ISERN JARA, Jorge

ES 2 609 402 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

Método para el tratamiento de suspensiones de partículas sólidas en agua mediante el uso de polímeros en peine

5 Campo de la invención

La invención se refiere a un método para el tratamiento de una suspensión de partículas sólidas en agua, tales como residuos minerales. Este método incluye la etapa de poner en contacto la suspensión de partículas sólidas en agua con un polímero específico soluble en agua. El método consiste en la adición de dicho polímero específico a un
10 espesante que contiene los residuos que se van a tratar, y/o durante el transporte de dicha suspensión a un área de deposición para su desaguado y solidificación, o a los residuos que se van a tratar seguido de un tratamiento mecánico, tal como una centrifugación, una prensa de tornillo y una filtración.

15 Antecedentes de la invención

La invención se refiere a un método para el tratamiento de suspensiones de partículas sólidas en agua. De forma más precisa, la invención se refiere a un método para el tratamiento de una suspensión de partículas sólidas en agua con un polímero soluble en agua que tiene una estructura en peine y una composición específica.

20 Las suspensiones de partículas sólidas en agua incluyen todos los tipos de lodos, residuos o materiales de desecho. Las suspensiones pueden ser el resultado de procesos de menas minerales. Por ejemplo, son lodos o residuos industriales y todos los productos de lavado y de desecho de minas resultantes de la explotación de minas, tales como, por ejemplo, minas de carbón, minas de diamantes, minas de fosfato, minas de metales (alúmina, platino, hierro, oro, cobre, plata, etc.). Las suspensiones también pueden ser el resultado de la perforación del barro o de los
25 residuos derivados del tratamiento de arena petrolífera. Estas suspensiones de partículas sólidas comprenden generalmente partículas orgánicas y/o minerales tales como, por ejemplo, arcillas, sedimentos, arena, óxidos metálicos, aceite, etc., mezclados con agua.

30 El tratamiento de dichos residuos y de otros materiales de desecho se ha convertido en un problema técnico, medioambiental y de política pública.

Es una práctica habitual el uso de polímeros sintéticos o naturales, tales como coagulantes y floculantes, para la separación de los sólidos del líquido.

35 Durante mucho tiempo, e incluso actualmente, los lodos minerales producidos mediante métodos de tratamiento físicos o químicos de menas eran almacenados en la superficie en lagos, estanques, presas o diques de retención en una forma semilíquida. Estos grandes volúmenes de lodo almacenado crean por lo tanto un riesgo real, especialmente si se rompe el dique.

40 Dado que las soluciones de almacenamiento tradicionales son obviamente peligrosas, se han emitido más y más normativas nacionales para prohibir el abandono de estas zonas. Las normas también obligan a la rehabilitación de dichos sitios, es decir, al tratamiento y la consolidación, o requieren estrictas autorizaciones más y más difíciles de conseguir.

45 La mejora de los tratamientos químicos y mecánicos de residuos y de lodos es por lo tanto un importante reto que necesita ser abordado.

50 En las pasadas décadas se realizaron varios intentos para aumentar la tasa de sedimentación de los residuos con objeto de reciclar de forma eficaz el agua y reducir el volumen de los estanques de residuos. Los principales tratamientos físicos incluyen centrifugación, filtración, electroforesis y electrocoagulación.

55 Por otro lado, están surgiendo métodos químicos. Éstos incluyen procesos que implican la adición de productos químicos, tales como silicato de sodio, floculantes orgánicos, coagulantes inorgánicos, agentes oxidantes y reductores y más recientemente, dióxido de carbono.

En los años 1979-1980, Alstom Atlantique y SNF (Patente de EE.UU. N° 4.347.140) desarrollaron un sistema de floculación multietapa (superfloculación) diseñado específicamente para el tratamiento de lagos de arcillas procedentes de la producción de fosfato en Florida.

60 El tratamiento de las suspensiones se estudió de forma continua en 1986 según el método descrito en el documento CA 1.273.888, después en 1994 en el documento WO 96/05146, en 2000 en el documento CA 2.407.869 y en 2004 en el documento CA 1.515.581.

65 En el documento CA 2 682 542, el proceso implica la adición de polímeros modificados mediante una copolimerización y/o una ramificación. Los polímeros que tienen grupos hidrófobos, que también han sido estudiados, mostraron una cierta mejora.

A pesar de los grandes avances a lo largo de los últimos 10 años, todavía existe una necesidad de desarrollar polímeros que puedan mejorar la velocidad y la cantidad de agua liberada desde los residuos. También se aspira a la mejora de las características físicas del lodo producido.

5 Sumario de la invención

La presente invención aborda las necesidades anteriores proporcionando un proceso para la mejora del tratamiento de suspensiones de partículas sólidas en agua gracias a polímeros específicos solubles en agua.

10 Consecuentemente, la invención proporciona un método para el tratamiento de una suspensión de partículas sólidas en agua, que incluye poner en contacto dicha suspensión con un polímero soluble en agua. Debido a su síntesis, el polímero tiene una estructura en peine y una composición específica.

15 Según la invención, sorprendentemente se averiguó que el uso de estos polímeros mejora significativamente el rendimiento de los tratamientos de los residuos, tales como:

- la concentración de residuo en un espesante, o
- la fase de desaguado y las etapas de secado y de solidificación de las suspensiones de las partículas sólidas en agua, o
- 20 - el tratamiento mecánico de los residuos tratados.

El uso de estos polímeros aumenta el drenaje, la liberación de agua y el desaguado general de los residuos. También mejora la resistencia a la floculación y la claridad del fluido liberado (también denominado licor) que permite la reutilización del agua clarificada y la hace disponible inmediatamente para su recirculación en la planta. La suspensión tratada solidifica mucho más rápido, lo que da como resultado unas propiedades mejoradas del lodo seco.

25 Descripción detallada de la invención

30 La invención se refiere a un método para el tratamiento de una suspensión acuosa de partículas sólidas, en el que se añade al menos un polímero soluble en agua a la suspensión, y en el que dicho polímero se obtiene mediante la polimerización de:

- al menos un monómero no iónico;
- 35 - opcionalmente al menos un monómero aniónico y/o al menos uno catiónico;
- en presencia de entre un 0,05 y un 10 % en peso, de al menos un (preferentemente uno) agente de transferencia de radicales libres multifuncional, estando relacionado dicho porcentaje en peso con la cantidad total de monómeros.

40 Más específicamente, la invención se refiere a un método para el tratamiento de una suspensión acuosa de partículas sólidas, que comprende las siguientes etapas:

- la preparación de un polímero soluble en agua mediante la polimerización de:
 - 45 ○ al menos un monómero no iónico;
 - opcionalmente al menos un monómero aniónico y/o al menos uno catiónico;
 - en presencia de entre un 0,05 % y un 10 % en peso, de al menos un (preferentemente uno) agente de transferencia de radicales libres multifuncional, estando relacionado dicho porcentaje en peso con la cantidad total de monómeros;
- la adición de dicho polímero soluble en agua a la suspensión acuosa de partículas sólidas.

50 El agente de transferencia de radicales libres multifuncional es un polímero que tiene un peso molecular de entre 2.000 g/mol y 500.000 g/mol.

55 Se ha averiguado que dicho polímero permite el tratamiento más eficaz de suspensiones de sólidos. De forma más precisa, la estructura específica del polímero y su composición química, da lugar a un abanico de polímeros que son muy eficaces como agentes de floculación que son capaces de tratar suspensiones acuosas de partículas sólidas. La estructura del polímero es el resultado de las condiciones de polimerización del (los) monómero(s), y especialmente de la presencia de un agente de transferencia de radicales libres multifuncional.

60 El agente de transferencia de radicales libres multifuncional es un polímero que tiene una pluralidad de funciones químicas capaces de transferir varios radicales libres durante la polimerización del (los) monómero(s). El agente de transferencia de radicales libres multifuncional es preferentemente soluble en agua, con objeto de que reaccione con el (los) monómero(s) y las cadenas poliméricas en formación o ya formadas.

Ventajosamente, el agente de transferencia de radicales libres multifuncional tiene un peso molecular comprendido entre 10.000 y 500.000 g/mol, más preferentemente entre 50.000 y 500.000 g/mol, incluso más preferentemente entre 80.000 y 500.000 g/mol, y muy preferentemente entre 100.000 y 500.000 g/mol.

5 Según una realización preferida, la cantidad de agente de transferencia de radicales libres multifuncional está comprendida entre el 0,1 % y el 6 % en peso, más preferentemente entre el 1 % y el 4 % en peso en comparación con el peso total del (los) monómero(s).

10 Según otra realización preferida, el agente de transferencia de radicales libres multifuncional puede seleccionarse entre el grupo que consiste en una poliamina, un alcohol polivinílico, un copolímero de alcohol polivinílico, un polímero basado en acetato de vinilo hidrolizado, un copolímero basado en acetato de vinilo hidrolizado, un politol, una poli éter imina, un ácido policarboxílico, sales de un ácido policarboxílico y un polialdehído.

15 El agente de transferencia de radicales libres multifuncional se selecciona preferentemente entre el grupo que consiste en un alcohol polivinílico, un copolímero de alcohol polivinílico, un polímero basado en acetato de vinilo hidrolizado y un copolímero basado en acetato de vinilo hidrolizado.

20 En una realización preferida en particular, el agente de transferencia de radicales libres multifuncional es un polímero basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado o un copolímero basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado. Este polímero y este copolímero comprenden funciones del acetato de vinilo y funciones del alcohol vinílico debido al acetato de vinilo parcialmente hidrolizado.

25 La hidrólisis parcial del acetato de polivinilo (PVAc) da como resultado la formación de un alcohol polivinílico (PVOH). Más específicamente, el PVAc es transesterificado, principalmente con metanol (metanolisis), con objeto de proporcionar PVOH y acetato de metilo. La hidrólisis del PVAc también puede llevarse a cabo mediante una hidrólisis ácida o mediante una hidrólisis básica, haciendo posible así la producción de polímeros con una tacticidad más o menos aleatoria.

30 El porcentaje de hidrólisis del acetato de polivinilo se corresponde con el número de moles de acetato de vinilo que han sido hidrolizados (es decir, el número de unidades de acetato que han sido sustituidas por una unidad -OH) dividido por la suma del número de moles del acetato de vinilo hidrolizado más el número de moles del acetato de vinilo no hidrolizado. Dependiendo del grado/porcentaje de hidrólisis, el polímero resultante comprende, junto con su cadena macromolecular, una cierta proporción de funciones alcohol y de funciones éster.

35 Según una realización preferida, el grado de hidrólisis del polímero o del copolímero basado en acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado varía entre el 60 % y el 99 %, preferentemente entre el 80 % y el 95 %.

40 Según una realización preferida, el anterior agente de transferencia de radicales libres multifuncional preferido comprende otros monómeros iónicos y/o no iónicos, y por lo tanto forma un copolímero. En la práctica, los comonómeros son añadidos durante la polimerización del monómero de acetato de vinilo.

El monómero no iónico puede elegirse entre el grupo que consiste en acrilamida; N-isopropilacrilamida; N,N-dimetilacrilamida; N-vinilformamida; y N-vinilpirrolidona. Un monómero no iónico preferido es acrilamida.

45 El monómero catiónico puede elegirse entre la lista que comprende acrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado (ADAME); metacrilato de dimetilaminoetilo cuaternizado (MADAME); cloruro de dimetildialilamonio (DADMAC); cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC); y cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC).

50 El monómero aniónico puede elegirse entre la lista que comprende ácido acrílico; ácido metacrílico; ácido itacónico; ácido crotónico; ácido maleico; ácido fumárico; monómeros de un ácido fuerte que tiene, por ejemplo, una función de tipo ácido sulfónico o ácido fosfónico, tales como ácido 2-acrilamido-2-metilpropansulfónico, ácido vinilsulfónico, ácido vinilfosfónico, ácido alilsulfónico, ácido alilfosfónico o ácido estirensulfónico; y las sales solubles en agua de los mismos. Las sales solubles en agua de los anteriores monómeros aniónicos son sales de un metal alcalino, de un metal alcalinotérreo y de amonio.

55 El agente de transferencia de radicales libres multifuncional es más preferentemente un copolímero iónico basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado, comprendiendo dicho copolímero iónico:

- 60 - entre 1 y 40 mol % de al menos un monómero aniónico, preferentemente menos de 10 mol %, más preferentemente menos de 10 mol % con respecto a la cantidad total de monómeros;
- opcionalmente al menos un monómero no iónico presente a entre 0 y 10 mol %, más preferentemente menos de 5 mol %, con respecto a la cantidad total de monómeros.

65 Como ya se ha dicho, el polímero soluble en agua usado en el método según la presente invención se obtiene en presencia de un agente de transferencia de radicales libres multifuncional (a entre un 0,05 y un 10 % en peso), tras

la polimerización de los monómeros no iónicos, y opcionalmente de los monómeros aniónicos y/o catiónicos que se describen a continuación.

5 Los monómeros no iónicos se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en acrilamida; metacrilamida; N-mono derivados de acrilamida; N-mono derivados de metacrilamida; N,N derivados de acrilamida; N,N derivados de metacrilamida; ésteres acrílicos; y ésteres metacrílicos.

El monómero no iónico más preferido es acrilamida.

10 Los monómeros aniónicos se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en monómeros que tienen una función carboxílica; sales de monómeros que tienen una función carboxílica; monómeros que tienen una función ácido sulfónico; sales de monómeros que tienen una función ácido sulfónico; monómeros que tienen una función ácido fosfónico; y sales de monómeros que tienen una función ácido fosfónico. Estos incluyen, por ejemplo, ácido acrílico, ácido acrilamida terc-butil sulfónico, ácido metacrílico, ácido maleico, ácido itacónico; y hemiésteres de los mismos.

15 Los monómeros aniónicos más preferidos son ácido acrílico, ácido acrilamida terc-butil sulfónico (ATBS), y las sales de los mismos.

20 Generalmente, cualquiera de las sales de los monómeros mencionadas anteriormente son sales alcalinas, sales alcalinotérricas o sales de amonio.

25 Los monómeros catiónicos se seleccionan preferentemente entre el grupo que consiste en acrilato de dimetilaminoetilo (DMAEA) cuaternizado o salificado; metacrilato de dimetilaminoetilo (DMAEMA) cuaternizado o salificado; cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC); cloruro de acrilamidopropiltrimetilamonio (APTAC); cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio (MAPTAC).

30 Otros monómeros que pueden usarse en la preparación del (co)polímero soluble en agua incluyen, por ejemplo, N-vinil pirrolidona (NVP) y acrilomorfolina (ACMO).

35 También pueden usarse monómeros que tienen un carácter hidrófobo en la preparación del polímero soluble en agua usado en el método de la invención. Preferentemente se seleccionan del grupo que consiste en ésteres del ácido (met)acrílico que tienen una cadena de alquilo, de arilalquilo o etoxilada; derivados de (met)acrilamida que tiene una cadena de alquilo, de arilalquilo o de dialquilo; derivados de alilo catiónicos; derivados de (met)acrililo hidrófobos aniónicos o catiónicos; y monómeros aniónicos o catiónicos derivados de (met)acrilamida portadores de una cadena hidrófoba.

40 Cuando se usa un monómero que tiene un carácter hidrófobo para la preparación del polímero soluble en agua, su cantidad varía entre el 0,001 y 1 mol % en comparación con la cantidad total de monómeros.

El polímero soluble en agua usado en el método de la presente invención puede ser catiónico, anfótero o aniónico, pero preferentemente es aniónico. El polímero soluble en agua tiene una anionicidad que varía preferentemente entre 10 y 55 mol %, y más preferentemente entre 20 y 50 mol %.

45 En una realización preferida, el polímero soluble en agua tiene una cantidad de monómeros no iónicos de al menos 30 mol %, preferentemente de al menos 45 mol %.

50 El peso molecular del (co)polímero soluble en agua está comprendido preferentemente entre 5 y 40 millones de g/mol, y más preferentemente entre 7 y 20 millones de g/mol.

El (co)polímero soluble en agua está estructurado gracias a la presencia del agente de transferencia de radicales libres multifuncional. La estructura es una estructura en peine, con cadenas laterales en el lado del esqueleto del agente de transferencia de radicales libres multifuncional (figura 1).

55 El polímero soluble en agua también puede estar ramificado. La ramificación puede llevarse a cabo preferentemente durante la polimerización de los monómeros, en presencia de un agente de ramificación/reticulación, y posiblemente un agente de transferencia distinto al agente de transferencia de radicales libres multifuncional. Una lista no exhaustiva de agentes de ramificación/reticulación incluye: metilbisacrilamida (MBA); diacrilato de etilenglicol; dimetacrilato de polietilenglicol; acrilato de viniloxietilo; metacrilato de viniloxietilo; trialilamina, glioxal; compuestos de tipo glicidil éter tales como etilenglicol diglicidil éter; y compuestos que tienen al menos una función epoxi.

60 La cantidad de agente de ramificación/reticulación en la mezcla de monómeros es menor del 1 % en peso con respecto al contenido en monómeros.

65 El método de polimerización puede llevarse a cabo según cualquier técnica de polimerización bien conocida por una persona experta en la materia: polimerización en solución, polimerización en suspensión, polimerización en gel,

polimerización por precipitación, polimerización en emulsión (acuosa o inversa) seguida o no por una etapa de secado por pulverización, polimerización en suspensión, polimerización micelar seguida o no por una etapa de precipitación. Es posible una post-hidrólisis del polímero de la invención. La post-hidrólisis consiste en hacer reaccionar el grupo funcional hidrolizable con una base.

5 Es esencial que el agente de transferencia de radicales libres multifuncional sea añadido antes o durante la polimerización. Según una realización preferida, se añade a los monómeros antes de iniciar la polimerización.

10 Se sabe que el método de polimerización da lugar a diferentes polímeros. Por ejemplo, el peso molecular o el grado de linealidad puede variar, siendo todos los ingredientes iguales (naturaleza de los monómeros, proporción de monómeros, etc.).

15 También se sabe que la polimerización por precipitación da lugar al uso de un solvente que no es deseado durante la etapa de producción, transporte y uso del polímero, por consideraciones de seguridad y medioambientales. También se ha averiguado que los polímeros obtenidos mediante este método de polimerización son menos eficaces que los polímeros obtenidos mediante otro método de polimerización, siendo iguales todos los ingredientes (naturaleza de los monómeros, proporción de monómeros, etc.).

20 Los métodos de polimerización más preferidos son la polimerización en emulsión y la polimerización en gel.

La polimerización es generalmente una polimerización con radicales libres, preferentemente mediante una polimerización en emulsión inversa o una polimerización en gel. En la polimerización con radicales libres incluimos una polimerización con radicales libres mediante iniciadores de U.V. azoicos, redox o térmicos, y también técnicas de polimerización radicalica controlada (CRP) o técnicas de polimerización con molde.

25 Como ya se ha mencionado, la invención se refiere a un método para el tratamiento de suspensiones de partículas sólidas en agua. Implica la mezcla de la suspensión con el polímero soluble en agua de la invención.

30 Dicho tratamiento puede llevarse a cabo en un espesante, que es un área de soporte en la que las partículas pueden sedimentar en el fondo. Según una realización específica, el polímero se añade al tubo que transporta la suspensión a un espesante.

35 Según otra realización específica, el polímero se añade a un espesante que ya contiene la suspensión acuosa de partículas sólidas que se va a tratar. En una operación de procesamiento mineral típico, los residuos a menudo se concentran mediante un proceso de floculación en un espesante para dar un flujo inferior de mayor densidad, y para recuperar parte del agua del proceso.

La adición de polímero mejora la concentración del flujo inferior y aumenta la calidad del licor.

40 Según otra realización específica, el polímero soluble en agua se añade a la suspensión de partículas sólidas en agua durante el transporte de dicha suspensión a un área de deposición. Preferiblemente, el polímero se añade a la tubería que transporta dicha suspensión a un área de deposición en la que la suspensión tratada es dispersada para su desaguado y solidificación. Algunos ejemplos de dichos tratamientos incluyen un secado en banco y en celda profunda (desaguado acelerado). Otro ejemplo de dicho tratamiento es el proceso en lecho fino que consiste en la dispersión de una suspensión tratada fluidificada sobre el suelo en una capa fina.

Según otra realización específica, el polímero soluble en agua se añade a la suspensión y después está seguido por un tratamiento mecánico, tal como una centrifugación, una prensa de tornillo o una filtración.

50 El polímero soluble en agua puede ser añadido simultáneamente en una fase diferente del tratamiento de la suspensión, es decir, por ejemplo, en el tubo que transporta la suspensión a un espesante y en el flujo inferior del espesante.

55 El polímero puede ser añadido en forma líquida o en forma sólida. El polímero puede ser añadido en forma de una emulsión (de agua en aceite), de una solución, de un polvo o de una dispersión del polímero en aceite. El polímero se añade preferentemente en una solución acuosa.

Cuando el polímero está en una forma sólida, puede ser disuelto parcial o totalmente en agua con la unidad de corte polimérico (PSU) divulgada en el documento WO 2008/107492.

60 Según otra realización específica, el polímero soluble en agua se añade a la suspensión junto con otro polímero, sintético o natural. Estos al menos dos polímeros, pueden añadirse simultáneamente o por separado. El otro polímero puede ser soluble en agua o hinchable en agua. Puede ser un dispersante, un coagulante o un floculante.

65 Según otra realización específica, el polímero soluble en agua se añade a la suspensión junto con una sal, tal como sales de calcio y/o de magnesio. El polímero y la sal pueden ser añadidos simultáneamente o por separado. Las

sales pueden ser inorgánicas u orgánicas. Algunas sales adecuadas incluyen cloruro de calcio, acetato de calcio, sulfato de calcio, nitrato de calcio, hidróxido de calcio, carbonato de calcio, cloruro de magnesio, acetato de magnesio, sulfato de magnesio, nitrato de magnesio, hidróxido de magnesio, carbonato de magnesio, formiato de calcio, gluconato de calcio, propionato de calcio, fosfato de tricalcio y succinato de calcio.

5 Según la invención, la dosis total de polímero añadido es de entre 50 y 5.000 g por tonelada de sólidos secos de suspensión, preferentemente entre 250 y 2.000 g/t, y más preferentemente entre 500 y 1.500 g/t, dependiendo de la naturaleza y de la composición de los residuos que se van a tratar.

10 Según la invención, el método de uso del polímero descrito en la invención permite el tratamiento más eficaz de suspensiones de partículas sólidas, y más preferentemente de material mineral.

15 Las suspensiones de partículas sólidas en agua incluyen todos los tipos de lodos, residuos o materiales de desecho. Las suspensiones pueden ser el resultado de procesos de menas minerales. Pueden consistir, por ejemplo, en lodos o residuos industriales y todos los productos de lavado y de desecho de minas resultantes de la explotación de minas, tales como, por ejemplo, minas de carbón, minas de diamantes, minas de fosfato, minas de metales (alúmina, platino, hierro, oro, cobre, plata, etc.). Las suspensiones también pueden ser el resultado de la perforación del barro o de los residuos derivados del tratamiento de arena petrolífera. Estas suspensiones comprenden generalmente partículas orgánicas y/o minerales tales como, por ejemplo, arcillas, sedimentos, arena, óxidos metálicos, aceite, etc..., mezclados con agua.

20 Generalmente, las suspensiones de partículas sólidas se concentran, y contienen entre un 5 % y un 60 % en peso de sólidos, preferentemente entre un 20 y un 50 % en peso de sólidos, en comparación con el peso total de dichas suspensiones.

25 El método según la invención es especialmente útil para el tratamiento de residuos resultantes de la extracción de arena petrolífera. El método es particularmente útil para el tratamiento de residuos finos, de residuos finos maduros (MFT), pero también puede usarse para el tratamiento de residuos recientes. Según una realización de la invención, la suspensión acuosa de partículas sólidas puede ser de residuos finos maduros resultantes de la extracción de arena petrolífera.

30 El tratamiento de los residuos de la arena petrolífera se ha convertido recientemente en un problema creciente en Canadá.

35 Los desechos de los residuos van a estanques de residuos o a espesantes para una gestión adicional del agua.

Los residuos de las arenas petrolíferas son suspensiones acuosas alcalinas que contienen betún residual no recuperado, sales, compuestos orgánicos solubles, arenas y arcillas. Los residuos se descargan en estanques de residuos para su almacenamiento.

40 Los estanques de residuos también están estrechamente regulados por el gobierno. Se necesitan entre dos y cuatro barriles de agua fresca por barril de petróleo producido mediante el método de minado superficial.

45 Después de que se haya descargado la suspensión de residuos en los estanques de residuos, los sólidos gruesos se segregan en forma de diques, mientras que la mayor parte del agua y de los sólidos finos permanecen en forma de suspensiones en el estanque de residuos. Después de dos o tres años se forma una capa de residuos finos maduros (MFT). Los MFT se consolidan muy lentamente. Se ha predicho que el proceso de sedimentación tarda prácticamente un siglo en completarse.

50 El uso del polímero descrito en la invención para el tratamiento de los MFT aumenta el rendimiento en términos de liberación neta de agua y potencia de rendimiento de los MFT tratados.

Obviamente, la siguiente figura y los ejemplos se proporcionan únicamente para ilustrar el sujeto en cuestión de la invención, que en modo alguno está restringido a los mismos.

55 Figuras

La Figura 1 se refiere a la preparación del polímero soluble en agua según la invención, en el que se polimerizan los monómeros M en presencia de un agente de transferencia de radicales libres multifuncional.

60 Ejemplos

Ejemplo 1 - Preparación del polímero (figura 1).

65 Se carga un reactor de 1,5 l equipado con un agitador mecánico, un termómetro y una entrada de nitrógeno, con 1.050 g de agua destilada, 317,14 g de acrilamida (AM), 132,86 g de ácido acrílico (AA) y X g de acetato de polivinilo

parcialmente hidrolizado (grado de hidrólisis 90 %). X se calcula según la siguiente fórmula: $X \text{ (g)} = [C] / 450$, en la que [C] es la concentración del acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado en función de los monómeros activos. [C] se expresa en ppm.

La mezcla resultante se homogeneiza y después se enfría, se neutraliza con hidróxido de sodio a pH = 7,6 - 7,7, y finalmente se desgasifica con una corriente de nitrógeno. A continuación se inicia la polimerización mediante el uso de un sistema redox (iniciador). El gel resultante obtenido después de la polimerización se muele a continuación y se seca en un horno de secado, de forma que se proporcione un polvo.

Los diferentes polímeros preparados según el método anterior están recogidos en la siguiente Tabla 1:

10

Polímero	[C] (ppm)	PM del acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado (g/mol)	Viscosidad UL (cps)
1	0	-	6,16
2	1.000	25.000-30.000	5,61
3	2.000	25.000-30.000	5,51
4	5.000	25.000-30.000	5,46
5	1.000	120.000- 130.000	5,76
6	2.000	120.000- 130.000	5,61
7	5.000	120.000- 130.000	5,46
8	10.000	120.000- 130.000	5,00
9	15.000	120.000- 130.000	5,10
10	20.000	120.000- 130.000	5,00
11	25.000	120.000- 130.000	5,30
12	30.000	120.000- 130.000	4,30
13	35.000	120.000- 130.000	4,40
14	40.000	120.000- 130.000	4,40
15	50.000	120.000- 130.000	5,05

Tabla 1: propiedades de los polímeros 1 a 15.

PM: peso molecular en g/mol.

Viscosidad UL: viscosidad de Brookfield con un módulo UL, 1 g/l en NaCl 1 M a 25 °C.

15

Ejemplo 2 - Floculación del lodo 1 (MFT 1)

Los polímeros 1-7 se agitan en agua del grifo con objeto de proporcionar soluciones acuosas que tienen una concentración del 0,4 % en peso del copolímero con respecto al peso total de la solución. Todas estas soluciones se agitan mecánicamente a 500 rpm hasta la completa solubilización de los polímeros y la obtención de soluciones claras y homogéneas.

20

Las pruebas de floculación se han llevado a cabo mediante el uso de residuos finos maduros (MFT) que tienen un contenido en sólidos del 33,7 % en peso.

25

Para cada prueba se añadió el volumen apropiado de la solución de polímero en 200 g de MFT y después la mezcla total se mezcló manualmente hasta que se observó una floculación y una liberación de agua.

30

Los resultados mostrados en la Tabla 2 demuestran que el uso del acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado del ejemplo 1 como agente de transferencia de radicales libres multifuncional aumenta la liberación de agua desde el lodo floculado cuando se compara con la referencia (polímero 1).

35

Los polímeros preparados a partir de un acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado que tiene un peso molecular de 120.000-130.000 g/mol son más eficaces que los polímeros preparados a partir de un acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado que tiene un peso molecular de 25.000-30.000. Se obtienen unas mejoras significativas cuando [C] tiene aproximadamente 5.000 ppm de HPVOH que tiene un peso molecular de 120.000-130.000 g/mol (polímero 7).

Polímero	Dosis de polímero (g/tonelada seca)	Liberación de agua (ml)			NWR a las 24 h
		30 min	1 h	24 h	
1	1.128	18,55	20,89	23,56	4,56
2	1.128	23,01	27,47	32,24	13,24
3	1.128	23,73	27,90	32,51	13,51

Polímero	Dosis de polímero (g/tonelada seca)	Liberación de agua (ml)			NWR a las 24 h
		30 min	1 h	24 h	
4	1.128	23,14	27,51	32,32	13,32
5	1.128	23,92	28,69	32,77	13,77
6	1.128	24,37	29,32	32,50	13,50
7	1.128	26,91	32,24	36,39	17,39

Tabla 2 - Rendimientos de los polímeros 1 a 7 en términos de liberación neta de agua de los MFT 1.

NWR = liberación neta de agua. Se corresponde con la cantidad total de agua recuperada durante la prueba de floculación.

5

Ejemplo 3 - Floculación del lodo 2 (MFT 2)

Los polímeros 1-7 se agitan en agua del grifo con objeto de proporcionar soluciones acuosas que tienen una concentración del 0,4 % en peso del copolímero con respecto al peso total de la solución. Todas estas soluciones se agitan mecánicamente a 500 rpm hasta la completa solubilización de los polímeros y la obtención de soluciones claras y homogéneas.

10

Las pruebas de floculación se han llevado a cabo mediante el uso de residuos finos maduros (MFT) que tienen un contenido en sólidos del 35,1 % en peso.

15

Para cada prueba se añadió el volumen apropiado de la solución de polímero en 200 g de MFT y después la mezcla total se mezcló manualmente hasta que se observó una floculación y una liberación de agua.

Los resultados mostrados en la Tabla 3 demuestran que existe una dosis óptima del acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado y que impacta fuertemente sobre la floculación. En este caso en particular, el polímero 12, que contiene 30.000 ppm de acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado de alto peso molecular (120.000-130.000 g/mol), muestra las mejores propiedades de floculación.

20

Polímero	Dosis de polímero (g/tonelada seca)	Liberación de agua (ml)			NWR a las 24 h
		30 min	1 h	24 h	
1	1.009	12,45	15,46	19,55	2,55
7	1.009	12,09	16,28	21,11	4,11
8	1.009	12,31	14,82	20,04	3,04
9	1.009	11,93	15,26	21,77	4,77
10	1.009	16,95	19,83	25,58	8,58
11	1.009	18,82	22,08	27,15	10,15
12	1.009	23,76	27,79	32,80	15,80
13	1.009	18,23	22,06	27,66	10,66
14	1.009	17,33	22,02	26,96	9,96
15	1.009	16,91	19,05	23,99	6,99

Tabla 3: Rendimientos de los polímeros 1 y 7-15 en términos de liberación neta de agua de los MFT 2.

25

Ejemplo 4 - Pruebas de la mejora debida a la arquitectura macromolecular en peine del polímero soluble en agua.

La mezcla A es una mezcla de 2 polímeros lineales (un 97 % en peso del polímero 1 + un 3 % en peso de acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado de 120.000 - 130.000 g/mol). Tiene la misma composición química que el polímero 12, pero el polímero 12 ha sido preparado mediante la polimerización de acrilamida y ácido acrílico en presencia de acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado. El polímero 12 tiene por lo tanto una estructura en peine, mientras que el polímero 1 y el acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado son polímeros lineales.

30

La mezcla A se ha mezclado según el método descrito en el ejemplo 3 y se ha llevado a cabo con objeto de flocular el lodo 2 que tiene un contenido en sólidos del 35,1 % en peso.

35

Los resultados presentados en la Tabla 4 demuestran que es necesaria la adición del acetato de polivinilo parcialmente hidrolizado a los monómeros antes del inicio de la polimerización con objeto de iniciar la arquitectura macromolecular en peine. La mezcla de un floculante lineal (es decir, el polímero 1) y el acetato de polivinilo

parcialmente hidrolizado sin reaccionar muestra las mismas propiedades de desaguado que el floculante solo (polímero 1).

Polímero	Dosis de polímero (g/tonelada seca)	Liberación de agua (ml)			NWR a las 24 h
		30 min	1 h	24 h	
1	1.009	12,45	15,46	19,55	2,55
12	1.009	23,76	27,79	32,80	15,80
Mezcla A	1.009	10,52	14,55	20,34	3,34

Tabla 4: Rendimientos de los polímeros 1, 12, y de la mezcla A en términos de liberación neta de agua de los MFT

5

2.

REIVINDICACIONES

1. Método para el tratamiento de una suspensión acuosa de partículas sólidas resultante de procesos de menas minerales, que comprende las siguientes etapas:

- la preparación de un polímero soluble en agua mediante la polimerización de:
 - o al menos un monómero no iónico;
 - o opcionalmente al menos un monómero aniónico y/o al menos uno catiónico;
 - o en presencia de entre un 0,05 % y un 10 % en peso de al menos un agente de transferencia de radicales libres multifuncional, estando relacionado dicho porcentaje en peso con la cantidad total de monómeros;
- la adición de dicho polímero soluble en agua a la suspensión acuosa de partículas sólidas;

en el que el agente de transferencia de radicales libres multifuncional es un polímero que tiene un peso molecular que varía entre 2.000 g/mol y 500.000 g/mol.

2. Método según la reivindicación 1, en el que el agente de transferencia de radicales libres multifuncional se selecciona entre el grupo que consiste en una poliamina; un alcohol polivinílico; un copolímero de alcohol polivinílico; un copolímero basado en acetato de vinilo hidrolizado; un politiol; una poliéter imina; un ácido policarboxílico; sales de un ácido policarboxílico; y un polialdehído.

3. Método según la reivindicación 1, en el que el agente de transferencia de radicales libres multifuncional se selecciona entre el grupo que consiste en un alcohol polivinílico; un copolímero de alcohol polivinílico; un polímero basado en acetato de vinilo hidrolizado; y un copolímero basado en acetato de vinilo hidrolizado.

4. Método según la reivindicación 1, en el que el agente de transferencia de radicales libres multifuncional es un polímero basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado o un copolímero basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado.

5. Método según la reivindicación 4, en el que el grado de hidrólisis del polímero o del copolímero basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado es de entre el 60 % y el 99 %.

6. Método según la reivindicación 1, en el que el agente de transferencia de radicales libres multifuncional es un copolímero iónico basado en acetato de vinilo parcialmente hidrolizado, comprendiendo dicho copolímero iónico:

- entre 1 y 40 mol % de al menos un monómero aniónico con respecto a la cantidad total de monómeros;
- opcionalmente al menos un monómero no iónico presente a entre 0 y 10 mol % con respecto a la cantidad total de monómeros.

7. Método según la reivindicación 1, en el que la cantidad del agente de transferencia de radicales libres multifuncional está comprendida entre el 0,1 % y el 6 % en peso, en comparación con el peso total de los monómeros.

8. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua es aniónico y tiene una anionicidad que varía entre 10 y 55 mol %.

9. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua contiene al menos 30 mol % de al menos un monómero no iónico.

10. Método según la reivindicación 1, en el que el monómero no iónico se selecciona entre el grupo que consiste en acrilamida; metacrilamida; N-mono derivados de acrilamida; N-mono derivados de metacrilamida; N,N derivados de acrilamida; N,N derivados de metacrilamida; ésteres acrílicos; y ésteres metacrílicos.

11. Método según la reivindicación 1, en el que el monómero aniónico se selecciona entre el grupo que consiste en monómeros que tienen una función carboxílica; sales de monómeros que tienen una función carboxílica; monómeros que tienen una función ácido sulfónico; sales de monómeros que tienen una función ácido sulfónico; monómeros que tienen una función ácido fosfónico; y sales de monómeros que tienen una función ácido fosfónico.

12. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero soluble en agua se obtiene mediante una polimerización en emulsión o una polimerización en gel.

13. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero se añade a un espesante que contiene la suspensión acuosa de partículas sólidas que se va a tratar.

14. Método según la reivindicación 1, en el que el polímero se añade a la suspensión acuosa de partículas sólidas durante el transporte de dicha suspensión a un área de deposición.

15. Método según la reivindicación 1, en el que la suspensión acuosa de partículas sólidas son residuos finos maduros resultantes de la extracción de arena petrolífera.

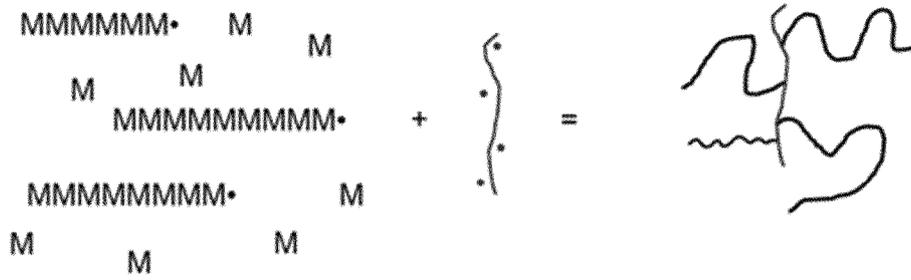


Fig. 1