(19) OFICINA ESPAÑOLA DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

(11) Número de publicación: **2 646 563**

(51) Int. CI.:

B01D 21/01 (2006.01)
C02F 1/56 (2006.01)
C02F 1/52 (2006.01)
C01F 7/14 (2006.01)
C01F 7/06 (2006.01)
C08J 3/02 (2006.01)
B01F 3/08 (2006.01)

(12) TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA T3

(86) Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **25.01.2006 PCT/US2006/002310**

(87) Fecha y número de publicación internacional: **08.09.2006 WO06093588**

(96) Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **25.01.2006 E 06733811 (1)**

(97) Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.08.2017 EP 1850938**

(54) Título: **Emulsiones de agua en aceite en agua de polímeros hidroxamatados y métodos para utilizar las mismas**

(30) Prioridad:

25.02.2005 US 656474 P

(45) Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
14.12.2017

(73) Titular/es:

CYTEC TECHNOLOGY CORP. (100.0%)
300 DELAWARE AVENUE, SUITE 903
WILMINGTON, DELAWARE 19801, US

(72) Inventor/es:

BALLENTINE, FRANKLYN, A. y
LEWELLYN, MORRIS

(74) Agente/Representante:

LEHMANN NOVO, María Isabel

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

Emulsiones de agua en aceite en agua de polímeros hidroxamatados y métodos para utilizar las mismas

Campo de la invención

La presente invención se refiere a métodos para flocular sólidos de proceso en corrientes de procesos industriales. Los métodos de la presente invención encuentran uso en procesos industriales tales como el proceso de Bayer para la recuperación de alúmina a partir de mineral de bauxita.

Antecedentes de la invención

Los procesos industriales que utilizan medios líquidos con mayor frecuencia emplean técnicas de separación sólidos-líquidos. En el caso de los sistemas acuosos, los floculantes se utilizan a menudo para mejorar el proceso de separación. Estos procesos se practican en diversas industrias, tales como en la separación de sólidos minerales de sistemas acuosos, en la producción de pulpa y papel y para el tratamiento de desechos de papel, así como para el tratamiento de desechos industriales y municipales. Actualmente, los floculantes se fabrican y venden como formas de polvo sólido que son difíciles de disolver, o como formas líquidas que son más fáciles de manipular y utilizar. Las formas líquidas incluyen emulsiones de agua en aceite de polímeros solubles en agua. Estos se han utilizado durante muchas décadas en muchas aplicaciones industriales diversas. Sin embargo, estas formas de producto adolecen de varios inconvenientes. Uno de los problemas de utilizar la forma de producto de agua-en-aceite se produce cuando se topa con bajas temperaturas (por debajo del punto de congelación de la emulsión). A menudo, la emulsión de agua en aceite se invertirá durante el proceso de descongelación formando geles insolubles que hacen inutilizable al producto. Disoluciones acuosas de polímeros solubles en agua también tienden a congelarse cuando se exponen a bajas temperaturas, lo que las hace inadecuadas para climas adversos. Las formas de emulsión de agua-en-aceite también adolecen de la necesidad de pre-diluirlas en un medio acuoso antes de su uso, aumentando así el costo de los tanques de almacenamiento y los equipos de disolución especializados. Cuando el proceso es un proceso de Bayer, el paso de pre-dilución produce un problema adicional ya que agrega agua al proceso que requiere la adición de sosa cáustica adicional para mantener la alcalinidad del sistema.

Por lo tanto, existe la necesidad de formas mejoradas de productos floculantes que puedan utilizarse en procesos industriales para superar estos inconvenientes.

El proceso de Bayer se utiliza casi universalmente para fabricar alúmina a partir de bauxita. En este proceso, el mineral de bauxita en bruto se calienta primero con una disolución de sosa cáustica a temperaturas en el intervalo de 140 a 250°C. Esto da como resultado la disolución (digestión) de la mayoría de los minerales portadores de aluminio, especialmente la alúmina trihidrato $Al(OH)_3$ (gibbsita) y alúmina monohidrato bohemita, para dar una disolución sobresaturada de aluminato de sodio (líquido fértil). Las concentraciones resultantes de materiales disueltos son muy altas, con concentraciones de hidróxido de sodio superiores a 150 gramos/litro y alúmina disuelta superior a 120 g/l. Todos los sólidos no disueltos, generalmente óxidos de hierro que se conocen como lodos rojos, se separan físicamente de la disolución de aluminato. Típicamente, se utiliza un floculante polimérico para potenciar la sedimentación y eliminación de las partículas sólidas finas. Los sólidos suspendidos residuales se separan mediante una etapa de filtración. La disolución o líquido transparente filtrado se enfría y se siembra con alúmina trihidrato para precipitar una parte de la alúmina disuelta. Después de la precipitación de alúmina, este líquido empobrecido o agotado se recalienta y se reutiliza para disolver más bauxita reciente.

El líquido de aluminato de sodio clarificado se siembra con cristales de alúmina trihidrato para inducir la precipitación de alúmina en forma de alúmina trihidrato, $Al(OH)_3$. Las partículas o cristales de alúmina trihidrato se separan a continuación del líquido cáustico concentrado. Los cristales de alúmina trihidrato generalmente se separan del líquido en el que se forman mediante sedimentación y/o filtración. Las partículas gruesas se sedimentan fácilmente, pero las partículas finas se sedimentan lentamente, lo que resulta en pérdidas de rendimiento. Las partículas finas también pueden tamponar los filtros. Las partículas finas de alúmina trihidrato que no se sedimentan fácilmente, se reciclan con mayor frecuencia para volver a la digestión con el líquido agotado. La alúmina trihidrato no recuperada se vuelve a redistribuir y reprecipitar en un segundo ciclo a través del proceso Bayer, consumiendo energía innecesariamente y reduciendo la capacidad de extracción de alúmina a partir del líquido agotado. Por lo tanto, es altamente deseable sedimentar la mayor cantidad de trihidrato posible a fin de limitar las consecuencias adversas de estos problemas.

La patente canadiense Nº 825,234, octubre de 1969, utiliza dextrano, sulfato de dextrano y combinaciones de los mismos que contienen sales aniónicas para mejorar la floculación y filtración del trihidrato de alúmina a partir de soluciones alcalinas de los mismos. La patente de EE.UU. Nº 5.041.269, agosto de 1991, Moody et al., utiliza un

floculante para la recuperación de cristales de alúmina trihidrato, que comprende una combinación de dextrano, o determinados otros polisacáridos, junto con un polímero floculante aniónico que incluye monómero acrílico.

Sin embargo, el dextrano ha demostrado ser un floculante pobre para los cristales de trihidrato, lo que da como resultado escasas claridades de los sobrenadantes.

La patente de EE.UU. 4767540 describe el uso de polímeros hidroxamatados para flocular sólidos en suspensión en el proceso de Bayer.

La solicitud de patente australiana AU-B-46114/93 describe el uso de determinados polímeros hidroxamatados para la clarificación de sólidos hidratos en el proceso Bayer.

El documento US 6.608.137 describe emulsiones de agua en aceite de polímeros hidroxamatados. Estos polímeros deben primero disolverse y prediluirse en un medio acuoso (a menudo un líquido del proceso Bayer) antes de que puedan añadirse al líquido del proceso Bayer para ser sedimentados/clarificados.

El documento EP 0 314 855 A describe un método para sedimentar los sólidos suspendidos de una corriente de proceso industrial de Bayer que contiene sólidos en suspensión, que comprende la etapa de añadir a la corriente un polímero soluble en agua. Se observa una floculación y sedimentación rápidas de sólidos en suspensión. Se puede agregar una emulsión de agua en aceite del polímero soluble en agua.

Por lo tanto, es un objetivo de esta invención proporcionar nuevas composiciones de materia de alto rendimiento, dispersiones de agua en aceite en agua de polímeros solubles en agua, que se puedan añadir directamente en corrientes de procesos industriales tales como vapores del proceso Bayer sin pre-dilución, eliminando así la necesidad de costosos recipientes de almacenamiento y equipos de bombeo y dilución asociados. Las emulsiones de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado de la presente invención exhiben también una estabilidad al almacenamiento potenciada frente a la solución de la técnica anterior y polímeros en emulsión de agua en aceite, particularmente se someten a extremos de baja temperatura.

Es también un objeto de la presente invención proporcionar un proceso Bayer más efectivo en el que se mejore la floculación, sedimentación, clarificación y separación de sólidos del proceso Bayer, incluyendo alúmina trihidrato y sólidos de lodo rojo de las corrientes del proceso añadiendo a la corriente del proceso un agua emulsión de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado.

Estos y otros objetos de la presente invención se describen en detalle a continuación.

Descripción detallada de la Invención

De acuerdo con la invención, se proporciona un método mejorado para la floculación y separación de sólidos de una corriente del proceso industrial de acuerdo con la reivindicación 1. Cuando la corriente del proceso es una corriente del proceso Bayer, los sólidos consisten como lodo rojo (residuo) o sólidos de alúmina trihidrato (producto). La emulsión o dispersión de agua en aceite en agua del polímero soluble en agua se agrega en una cantidad efectiva para mejorar la clarificación de dicha corriente del proceso, reduciendo la cantidad de sólidos en suspensión presentes en el sobrenadante. Cuando el proceso es una corriente del proceso Bayer, el floculante preferido es una emulsión de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado, pero puede incluir otros floculantes tales como polímeros de ácido acrílico. La composición de una emulsión de agua en aceite en agua de un polímero soluble en agua puede comprender una fase continua acuosa o acuosa de una disolución acuosa de sal soluble en agua. Preferiblemente, la emulsión de agua en aceite en agua de un polímero soluble en agua es una emulsión de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado. La fase discontinua es una emulsión de agua en aceite de un polímero soluble en agua, preferiblemente un polímero hidroxamatado soluble en agua. Los términos emulsión, microemulsión o dispersión se utilizan como sinónimos para indicar que el polímero está presente en forma de partículas pequeñas o gotitas dispersas en una fase oleosa continua de la emulsión de aceite en agua. El tamaño de partícula puede oscilar entre 0,01 micras y 50 micras y puede estar en forma de una microemulsión o microdispersión. Las partículas también pueden contener poco o algo de agua que oscila entre 0 - 90%, siendo el resto polímero. Preferiblemente, el intervalo de tamaño de partícula es de 0,05 a 10 micras. Las emulsiones hidroxamatadas de agua en aceite en agua de la presente invención se pueden preparar mezclando una emulsión o dispersión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado con agua o una disolución acuosa de sal soluble en agua. La sal soluble en agua puede ser cualquier sal que evite que el polímero se disuelva. Preferiblemente, la sal es una sal que contiene aluminio o calcio.

Los polímeros hidroxamatados son bien conocidos por los expertos en la técnica y se describen específicamente, al igual que los métodos para su producción, en la Solicitud de Patente del Reino Unido 2171127 y las Patentes de

EE.UU. Nºs 3.345.344; 4.480.067; 4,532,046; 4,536,296 y 4.587.306, 4767540 y 6.608.137. Generalmente, estos polímeros hidroxamatados pueden producirse haciendo reaccionar un grupo reactivo colgante, en disolución, con una hidroxilamina o su sal a una temperatura que oscila entre aproximadamente 50 C y 100 C. De aproximadamente 1-90% de los grupos reactivos colgantes disponibles del polímero puede ser reemplazado por grupos hidroxámicos de acuerdo con dichos procedimientos.

Las emulsiones de agua en aceite en agua de polímeros de esta invención se pueden preparar añadiendo a una disolución acuosa de sal soluble en agua una emulsión de agua en aceite de un polímero, lo más preferiblemente un polímero hidroxamatado. Preferiblemente, el orden de adición puede invertirse, es decir, la disolución acuosa de sal soluble en agua se puede agregar a la emulsión de agua en aceite de un polímero que es lo más preferiblemente un polímero hidroxamatado. Alternativamente, el orden de adición puede invertirse, es decir, la disolución acuosa de sal soluble en agua puede añadirse a la emulsión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado. Preferiblemente, el polímero es un polímero hidroxamatado cuando el sustrato a tratar es una corriente del proceso Bayer. Métodos de preparación de la emulsión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado se describen en el documento US 6.608.137 que se incorpora aquí como referencia. Generalmente, se prepara un polímero de cadena principal formando una emulsión de agua en aceite de un monómero soluble en agua tal como acrilamida, dispersando la fase de monómero dentro de una fase oleosa y tensioactiva y realizando la polimerización en ausencia de oxígeno mediante técnicas de polimerización convencionales, p. ej., mediante la adición de iniciadores redox, térmicos, p. ej., azo o mediante la aplicación de irradiación UV en presencia de iniciadores UV. La cadena principal polimérica se hace reaccionar a continuación con hidroxilamina para formar el polímero hidroxamatado. La concentración de polímero hidroxamatado presente en la emulsión de agua en aceite de polímero hidroxamatado puede oscilar entre 1-60%, habitualmente en el intervalo de 10-30%. La concentración de sal presente en la disolución acuosa debe ser tal que impida la disolución de la dispersión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado. Un intervalo preferido para la concentración de sal soluble en agua es de 0,1 - 10%, basado en la emulsión de agua en aceite en agua. Lo más preferiblemente, el intervalo es 1-5%. Sales solubles en agua adecuadas incluyen aluminato de sodio, sulfato de aluminio, cloruro sódico, cloruro de potasio y similares. Se prefieren sales de aluminio. La relación de emulsión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado a disolución acuosa de sal soluble en agua que se utiliza para preparar la dispersión de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado puede oscilar entre 1:99 y 99:1, preferiblemente entre 10:90 y 90:10, lo más preferiblemente 20-50%.

Se puede utilizar cualquier emulsión de agua en aceite de polímero hidroxámico. Los polímeros hidroxámicos, o polímeros hidroxamatados, son bien conocidos en la técnica y pueden prepararse mediante derivatización post-polimerización a partir de polímeros que contienen grupos reactivos colgantes tales como grupos colgantes de éster, amida, anhídrido y nitrilo y similares mediante la reacción de los mismos con hidroxilamina o su sal a una temperatura dentro del intervalo de aproximadamente 20 grados C a aproximadamente 100 grados C durante varias horas. Monómeros adecuados para la preparación de polímeros precursores incluyen acrilamida y ésteres de ácido (met)acrílico tal como acrilato de metilo. De aproximadamente 1 a aproximadamente 90 por ciento en moles de los grupos reactivos colgantes disponibles del polímero precursor pueden reemplazarse por grupos hidroxámicos de acuerdo con tales procedimientos. Una derivatización post-polimerización de este tipo puede llevarse a cabo en forma de emulsión o dispersión de agua en aceite tal como se describe en el documento US 6.608.137. El peso molecular del polímero hidroxamatado puede oscilar entre 1000 y 50 x 10^6. El polímero hidroxamatado preferiblemente tiene un peso molecular medio ponderal de al menos aproximadamente 0,1 millones, preferiblemente con una IV de aproximadamente 0,5 a aproximadamente 40 dl/g cuando se mide en NaCl M a 30 grados C.

El grado de hidroxamatación puede variar de aproximadamente 1 a aproximadamente 90 por ciento en moles, y preferiblemente está en el intervalo de aproximadamente 5 a aproximadamente 75 por ciento en moles, y lo más preferiblemente de aproximadamente 10 a aproximadamente 50 por ciento en moles.

El polímero hidroxamatado en la realización preferida es predominantemente aniónico, aunque también puede contener unidades no iónicas o catiónicas. Unidades monoméricas aniónicas distintas de las unidades monoméricas hidroxámicas pueden incorporarse en el polímero y son generalmente ácidos carboxílicos o ácidos sulfónicos y normalmente derivan de ácidos (met)acrílicos, sulfoalquilacrilamidas tales como 2-sulfopropilacrilamida o ácido acrilamidodimetilpropilsulfónico.

Los polímeros utilizados en la presente invención se emplean añadiéndolos directamente a la corriente del proceso como emulsión de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado o en forma de disoluciones acuosas prediluidas. La corriente del proceso puede ser cualquier corriente de proceso industrial a partir de la cual los sólidos deben separarse. Estos procesos pueden incluir procesos de beneficio mineral como los utilizados en la extracción de alúmina, fosfato y otros minerales industriales, cobre, zinc, plomo y metales preciosos, en la producción de pulpa y papel, para el tratamiento de desechos de papel, al igual que para el tratamiento de desechos industriales y municipales. Preferiblemente, la corriente de proceso es un vapor del proceso Bayer, p. ej., una que contiene sólidos

lodo rojo o alúmina trihidrato. La emulsión de agua en aceite en agua de un polímero hidroxamatado se agrega a la corriente de proceso que contiene lodo rojo o sólidos de alúmina trihidrato en una cantidad al menos suficiente para sedimentar dichos sólidos en suspensión. Generalmente, para obtener mejores resultados, se debe emplear al menos aproximadamente 0,1 mg del polímero hidroxamatado, por litro de la corriente del proceso. Más preferiblemente, se agrega al menos 1,0 mg del polímero hidroxamatado. Se entiende que pueden emplearse cantidades superiores a las recién señaladas, sin apartarse del alcance de la invención, aunque generalmente se alcanza un punto en el que cantidades adicionales de polímero hidroxamatado no mejoran la tasa de separación sobre las velocidades máximas ya logradas. Por lo tanto, no es rentable utilizar cantidades excesivas cuando se alcanza este punto.

La adición de la emulsión de agua en aceite en agua de polímero hidroxamatado mejora la claridad del sobrenadante, reduciendo de ese modo la cantidad de sólidos suspendidos que típicamente son muy finos. La mejora de la claridad del sobrenadante minimiza las pérdidas de trihidrato de alúmina y mejora la filtración del sobrenadante al reducir el taponamiento del filtro, o elimina la necesidad de filtración.

También se cree que el coadyuvante de clarificación del polímero hidroxamatado mejorará la separación de líquido de alúmina-lejía cáustica en un filtro de vacío formando una torta de filtración más porosa.

Cuando la corriente de proceso es una corriente de lodo rojo, se alcanzan velocidades de sedimentación y claridades de sobrenadante superiores en comparación con los polímeros de la técnica anterior. Además, se ha encontrado, sorprendentemente, que las emulsiones de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua de la presente invención son floculantes más eficaces para tratar lodos rojos que están contaminados con minerales que contienen silicio, conocidos comúnmente como productos de desilicación o DSP.

Los Ejemplos 1 a 21, 41 y 42 representan una técnica que es útil para comprender la invención.

Ejemplo Comparativo A

Superfloc® HF80 es una emulsión de agua en aceite, disponible comercialmente, que contiene polímero que tiene aproximadamente 60% en moles de grupos hidroxamato. Es fabricada por Cytec Industries Inc. de Garret Mountain, NJ.

Ejemplos 1-6 Preparación de emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua

Seis (6) muestras de emulsiones de polímero de agua en aceite en agua hidroxamatadas estables se preparan utilizando el siguiente procedimiento. Las concentraciones de los componentes en cada una de las seis muestras se muestran en la Tabla 1. Aluminato de sodio trihidrato ($Na_2O.Al_2O_3.3H_2O$) en polvo e hidróxido sódico se disuelven en agua desionizada. A continuación se añade rápidamente Superfloc® HF80 a una disolución agitada vigorosamente del aluminato de sodio e hidróxido sódico para formar emulsiones de agua en aceite en agua de polímero hidroxilado.

Tabla 1

Ejemplo	Partes 100% Na2O.Al2O3.3 H2O	% de Na2O.Al2O3.3H2O en formulación	Partes 100 % NaOH	% NaOH en formulación	Partes de agua desionizada	Ejemplo de Partes A	% Ejemplo A en la formulación	pH final de la formulación	Viscosidad a granel (cps)
1	10	3,3	1,2	0.4	228,8	60	20	12,4	58
2	10	3,3	0,6	0,2	229,4	60	20	12,3	1880
3	10	3,3	0,6	0,2	139,4	150	50	12,4	705
4	10	3,3	1,8	0,6	138,2	150	50	12,4	1072
5	10	3,3	1,2	0,4	183,8	105	35	12,3	902
6	6	2	1,2	0,4	142,8	150	50	-	No medido

EJEMPLOS 7- 15 Preparación de emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua

Se preparan emulsiones estables de agua en aceite en agua de polímeros hidroxamatados utilizando el siguiente procedimiento. Una disolución de 250 gramos/litro de sulfato de aluminio hidrato ($Al_2(SO_4)_3.18H_2O$) e hidróxido sódico al 100% se disuelven en agua desionizada. El Ejemplo A se agrega luego rápidamente a la disolución de sulfato de aluminio cáustico vigorosamente agitada. La Tabla 2 enumera varias formulaciones de agua en aceite en agua que se preparan por este procedimiento.

Tabla 2

Ejemplo	Partes 250g/l Sulfato de Aluminio	Partes $Al_2(SO_4)_3.18H_2O$ en formulación	% $Al_2(SO_4)_3.18H_2O$ en formula-ción	Partes de NaOH en formulación	% NaOH en formulación	Partes de agua desionizada	Ejemplo de partes A en formulación	% Ejemplo A en la formu-lación	pH final de la formula-ción	Viscosidad a granel (cps)
7	24	6	2	1,8	0,6	169,2	105	35	11,9	1040
8	40	10	3,3	1,8	0,6	108,2	150	50	11,4	762
9	40	10	3,3	1,2	0,4	153,8	105	35	10,8	765
10	40	10	3,3	0,6	0,2	199,4	60	20	9,6	117
11	40	10	3,3	1,8	0,6	198,2	60	20	10,3	32
12	24	6	2	1,2	0,4	214,8	60	20	11,1	45
13	24	6	2	1,2	0,4	124,8	150	50	11,8	1145
14	24	6	2	1,2	0,4	169,8	105	35	11,5	835
15	40	10	3,3	0,6	0,2	109,4	150	50	11	840

Ejemplo 16 Preparación de una emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua

Se prepara una emulsión polimérica hidroxamatada de agua en aceite en agua estable utilizando el siguiente procedimiento. Se añaden ciento cincuenta (150) partes de una disolución de sulfato de aluminio con agitación vigorosa y a una velocidad constante de 30 a 40 minutos a 150 partes del Ejemplo A. La disolución de sulfato de aluminio se prepara utilizando 18,6 partes de sulfato de aluminio hidrato ($Al_2(SO_4)_3.14H_2O$) al 48% y 131,4 partes de agua desionizada. La concentración del Ejemplo A en el producto final es 50%, y la concentración de $Al_2(SO_4)_3.14H_2O$ es 2.97%. La viscosidad a granel del producto final es 780 cps y el pH es 10.1. Este ejemplo demuestra que la fase acuosa se puede añadir a la emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite para producir una emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua estable.

Ejemplo 17 Preparación de emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua

Se prepara una emulsión polimérica hidroxamatada de agua en aceite en agua estable utilizando el siguiente procedimiento. Ciento cincuenta (150) partes de una disolución al 2,2% de cloruro de calcio ($CaCl_2$) en agua DI se añaden con agitación vigorosa y a una velocidad constante a lo largo de 43 minutos, a 150 partes de Ejemplo A. La concentración del Ejemplo A en el producto final es 50%, y la concentración de $CaCl_2$ es 1,1%. El producto final, emulsión de polímero hidroxamatado estable de agua en aceite en agua tenía una viscosidad a granel de 10.750 cps y un pH de 10,1.

La solubilidad de emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua de los Ejemplos 8

EJEMPLO 18

El Ejemplo 15 se cicla térmicamente durante 4 ciclos desde la temperatura ambiente hasta una temperatura de entre -20°C y -30°C para simular ciclos de congelación a los que podría estar sometido el producto cuando se utiliza en climas extremos. Después de descongelar a temperatura ambiente, el producto se vuelve a mezclar para formar una emulsión estable de agua en aceite en agua de polímero hidroxamatado.

Ejemplos 19-21

La solubilidad de las emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua de los Ejemplos 8 y 15 se compara con la solubilidad del Ejemplo A en 150 g/l de hidróxido sódico en agua DI a 60ºC. Estas condiciones son similares a las condiciones encontradas en la alimentación de bandeja terciaria en una refinería de alúmina en la que alúmina trihidrato precipitada se flocula, se sedimenta y se separa del líquido. La acumulación de par/viscosidad de

la disolución se mide utilizando un motor de mezcladura capaz de aumentar el par para mantener la velocidad de agitación a medida que aumenta la viscosidad. La Tabla 3 muestra que el Ejemplo comparativo A (Ejemplo 20) no se disolvió en el líquido de alimentación de bandeja terciaria simulado, mientras que las emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua de la presente invención se disolvieron rápidamente (Ejemplos 19, 21). Por lo tanto, las emulsiones de polímeros hidroxamatados se puede agregar directamente al corriente del proceso Bayer sin el uso de una etapa de dilución adicional.

Tabla 3

Ejemplos	Muestra	Tiempo hasta el par máximo
19	Ejemplo 15	Par máximo en 50 segundos
20	Ejemplo A	Sin aumento de torque en 5 minutos
21	Ejemplo 8	Par máximo en 100 segundos

Ejemplo 22 – 29

El comportamiento de floculación del Ejemplo 1 se compara con el de dos floculantes de alúmina hidrato comerciales, dextrano y Ejemplo A, en alimentación de bandeja terciaria simulada tal como se muestra en la Tabla 4. La suspensión se prepara utilizando líquido agotado de una refinería de alúmina. El líquido agotado se satura con 74,8 g/l de alúmina en su punto de ebullición. La disolución se enfría luego y se mantiene a 70°C y luego se suspenden 34 g/l de alúmina en el líquido. Los floculantes se diluyen a una concentración de polímero de 0,01% para ayudar a administrar dosis muy bajas. A continuación, se trata una parte alícuota de 200 mililitros de la suspensión con los floculantes. El tiempo de sedimentación y la claridad del sobrenadante se miden en función de la dosis. La Tabla 1 muestra que emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua son floculantes trihidrato efectivos.

Tabla 4

Ejemplo	Polímero	Dosis de polímero (ppm)	Tiempo de sedimentación (s)	Claridad del sobrenadante (NTU)
Ejemplo 22	Ejemplo A	0,75	58	286
Ejemplo 23	Dextrano	0,75	160	> 1000
Ejemplo 24	Ejemplo 1	0,75	84	861
Ejemplo 25	Ejemplo A	1,5	37	236
Ejemplo 26	Dextrano	1,5	81	> 1000
Ejemplo 27	Ejemplo 1	1,5	62	388
Ejemplo 28	Dextrano	2,25	52	> 1000
Ejemplo 29	Ejemplo 1	2,25	55	271

Ejemplos 30 – 38

El comportamiento de floculación de las emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua, Ejemplos 11 y 15, se comparan con el de dos floculantes hidrato comerciales de la técnica anterior, dextrano y Ejemplo A, en alimentación de bandeja terciaria obtenida de una refinería de alúmina. La temperatura de la alimentación de la bandeja se mide a 70°C y tenía un contenido de lejía cáustica de 228 gramos/litro. Todos los floculantes se agregan a la bandeja terciaria sin pre-dilución. Los floculantes se agregan a 1 litro de suspensión de bandeja terciaria en una probeta graduada de 1 litro. El floculante y la suspensión se mezclan a fondo con 10 carrearas ascendentes y descendentes de un émbolo (disco perforado de diámetro ligeramente más pequeño que el de la probeta con una varilla de 1/8 pulgada unida al centro de una cara del disco). La interfaz del hidrato de sedimentación está sincronizada desde las graduaciones de 900 a 700 mililitros. La claridad del sobrenadante también se mide 1 minuto después de que se detuvo la mezcla. La Tabla 5 enumera los resultados de estos experimentos y demuestra que las emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua de la presente invención funcionan mucho mejor que los floculantes de la técnica anterior.

Tabla 5 Ensayos de sedimentación de alúmina trihidrato

Ejemplo	Polímero	Dosis de polímero (ml)	Dosis de polímero (ppm)	Tiempo de sedimentación (s)	Claridad del sobrenadante (NTU)
Ejemplo 30	Dextrano	0,8	800	24	383
Ejemplo 31	Ejemplo 15	0,8	800	4	303
Ejemplo 32	Ejemplo 11	0,8	800	11	265
Ejemplo 33 (1)	Ejemplo 11	0,8	800	10	374
	Dextrano	0,4	400	20	300
Ejemplo 34	Ejemplo 15	0,4	400	3	323
Ejemplo 35	Ejemplo 11	0,4	400	13	287
Ejemplo 36	Ejemplo	0,4	400	93	650
Ejemplo 37	Comparativo A				
Ejemplo 38	Sin polímero	0	0	129	806

La floculación de lodo rojo obtenido de un digestor de una refinería de alúmina descargada con emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua (Ejemplos 11 y 15) se muestra en la Tabla 6. Los sólidos de descarga son 39,3 gramos/litro, la temperatura de descarga es > 100°C, la concentración de lejía cáustica es 204 gramos/litro y la relación de alúmina a lejía cáustica (A/C) es 0,675. Los Ejemplos 11 y 15 se añaden todos al flujo del proceso de descarga sin pre-dilución. Los floculantes se agregan a muestras de 1 litro de descarga del digestor en una probeta graduada de 1 litro. El floculante y la suspensión se mezclan a fondo con 5 o 10 carreras ascendentes y descendentes de un émbolo (disco perforado de diámetro ligeramente más pequeño que el de la probeta con una varilla de 1/8 pulgada unida al centro de una cara del disco). La interfaz del hidrato de sedimentación está sincronizada desde las graduaciones de 900 a 700 mililitros. La Tabla 6 demuestra que las emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua se pueden añadir directamente a una corriente del proceso Bayer que contiene sólidos de lodo rojo, sin la necesidad de una etapa de pre-dilución.

Tabla 6	Sedimentación de lodo rojo				
		Dosis de polímero		Sedimentación	
Ejemplo nº	Polímero	(ml)	(ppm)	Tiempo (s)	Velocidad (pies/h)
Ejemplo 39	Ejemplo 15	0,2	200	37,2	22,85
	Ejemplo 15	0,4	400	15,1	56,29
	Ejemplo 15	0,6	600	14,8	57,43
	Ejemplo 15	1	1000	5,8	146,55
Ejemplo 40	Ejemplo 11	0,2	200	22,4	37,95
	Ejemplo 11	0,4	400	15,9	53,46
	Ejemplo 11	0,6	600	11,1	76,58
	Ejemplo 11	1	1000	8,8	96,59

Ejemplo 41 Preparación de una emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua

Se preparó una emulsión polimérica hidroxamatada de agua en aceite en agua estable utilizando el siguiente procedimiento. 150 partes de sulfato de aluminio hidrato ($Al_2(SO_4)_3.14H_2O$) se disolvieron en 177,5 partes de agua DI. Esto se añadió con agitación vigorosa a 105 partes del Ejemplo A.

Ejemplo 42 Preparación de una emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua

Siguiendo el procedimiento del Ejemplo 42 se preparó una emulsión de polímero hidroxamatado de agua en aceite en agua estable a partir de una emulsión de agua en aceite de una emulsión de agua en aceite disponible comercialmente de una poliacrilamida hidroxamatada similar al Ejemplo A, excepto que el grado de hidroxamatación era aproximadamente 25% molar. Esto se designa Ejemplo Comparativo B.

Ejemplos 43-54 Ensayos de Floculación de Lodo Rojo.

La Tabla 7 muestra los resultados de los ensayos de sedimentación de lodos rojos que comparan el comportamiento de las emulsiones de polímeros hidroxamatados de agua en aceite en agua de los Ejemplos 42 y 43 de la presente invención con los de los productos de la técnica anterior. Los datos demuestran claramente que los polímeros de la presente invención proporcionan velocidades de sedimentación y claridades superiores (NTU inferiores).

Tabla 7.

Ejemplo		**Polímero**	**Dosis de polímero gramos/tonelada**	**Tasa de estabilización pies/hora**	**Claridad del sobrenadante (NTU)**
43	Comparativo	Ejemplo A	37,50	2,70	> 1000
44	Invención	Ejemplo 41	37,50	4,10	343,00
45	Comparativo	Ejemplo A	50,00	3,90	704,00
46	Invención	Ejemplo 41	50,00	6,50	222,00
47	Comparativo	Ejemplo A	62,50	4,70	504,00
48	Invención	Ejemplo 41	62,50	7,30	150,00
49	Comparativo	Ejemplo B	18,80	1,40	> 1000
50	Invención	Ejemplo 42	18,80	3,10	> 1000
51	Comparativo	Ejemplo B	25,00	6,70	> 1000
52	Invención	Ejemplo 42	25,00	8,10	878,00
53	Comparativo	Ejemplo B	37,50	12,90	858,00
54	Invención	Ejemplo 42	37,50	16,90	674,00

Ejemplos 55-58.

Se llevaron a cabo ensayos de sedimentación de lodo rojo similares a los Ejemplos 43 – 54, excepto que se añadió al líquido 7,5%, basado en sólidos de lodo rojo, de un producto de desilicación sintético (DSP) que se encuentra comúnmente como contaminante en los circuitos de lodo rojo en el proceso Bayer. Los datos demuestran claramente que los polímeros de la presente invención producen velocidades de sedimentación y claridades superiores (NTU inferiores) incluso cuando está presente DSP.

Tabla 8.

55	Comparativo	Ejemplo A	45,50	1,70	994,00
56	Invención	Ejemplo 41	45,50	3,90	260,00
57	Comparativo	Ejemplo B	27,30	3,40	> 1000
58	Invención	Ejemplo 42	27,30	4,60	> 1000

REIVINDICACIONES

1. Un método para la floculación y separación de sólidos suspendidos a partir de una corriente de un proceso industrial que contiene sólidos suspendidos, que comprende las etapas de:

añadir a la corriente un polímero soluble en agua en una cantidad efectiva para flocular los sólidos suspendidos;

y separar de la misma los sólidos floculados, en donde el polímero soluble en agua es un polímero en emulsión de agua en aceite en agua,

caracterizado por que

el polímero soluble en agua se añade a la corriente del proceso como un polímero en emulsión de agua en aceite en agua.

2. El método de la reivindicación 1, en el que el polímero es un polímero en emulsión de agua en aceite en agua hidroxamatado.

3. El método de la reivindicación 2, en el que el polímero hidroxamatado es un polímero de acrilamida.

4. El método de las reivindicaciones 1 a 3, en el que la corriente del proceso es una corriente del proceso Bayer.

5. El método de la reivindicación 4, en el que los sólidos suspendidos contienen alúmina trihidrato.

6. El método de la reivindicación 4, en el que los sólidos suspendidos contienen lodo rojo.

7. El método de las reivindicaciones 1 o 2, en el que la corriente del proceso es una corriente de un proceso industrial, de la que se necesitan separar los sólidos y en el que dichos procesos incluyen procesos de beneficio mineral utilizados en la extracción de alúmina, fosfato y otros minerales industriales, cobre, zinc, plomo y metales preciosos, o en el que dichos procesos consisten en la producción de pulpa y papel, para el tratamiento de desechos de papel, o el tratamiento de desechos industriales y municipales.

8. El método de las reivindicaciones 2 o 4, en el que el polímero es un polímero en emulsión de agua en aceite en agua y en el que una fase continua del polímero en emulsión de agua en aceite en agua hidroxamatado contiene una sal soluble en agua.

9. El método de la reivindicación 8, en el que la sal soluble en agua es una sal que contiene aluminio o calcio.

10. El método de las reivindicaciones 8 o 9, en el que la sal soluble en agua es aluminato de sodio, sulfato de aluminio, cloruro sódico o cloruro de potasio.

11. El método de las reivindicaciones 8 o 10, en el que la concentración de la sal soluble en agua es de 0,1 - 10%, basado en la emulsión de agua en aceite en agua.

12. El método de las reivindicaciones 8, 10 u 11, en el que la relación de emulsión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado a disolución acuosa de sal soluble en agua utilizada para preparar la dispersión de agua en aceite en agua del polímero hidroxamatado puede oscilar entre 1:99 y 99:1, preferiblemente entre 10:90 y 90:10, lo más preferiblemente 20-50%.

13. El método de la reivindicación 2, en el que la emulsión de agua en aceite en agua hidroxamatada se prepara mezclando una emulsión o dispersión de agua en aceite de un polímero hidroxamatado con agua o con una disolución acuosa de sal soluble en agua.