

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 718 610**

51 Int. Cl.:

**C01F 7/06** (2006.01)

**B03D 3/06** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **20.03.2008 PCT/US2008/057676**

87 Fecha y número de publicación internacional: **30.10.2008 WO08130766**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **20.03.2008 E 08732581 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **02.01.2019 EP 2139812**

54 Título: **Uso de polímeros que contienen silicio para mejorar la floculación de lodos rojos en el proceso Bayer**

30 Prioridad:

**20.04.2007 US 912981 P**

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

**03.07.2019**

73 Titular/es:

**CYTEC TECHNOLOGY CORP. (100.0%)  
300 Delaware Avenue  
Wilmington, Delaware 19801, US**

72 Inventor/es:

**DAI, QI;  
SPITZER, DONALD, PAUL;  
HEITNER, HOWARD, I. y  
CHEN, H-L, TONY**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 718 610 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

Uso de polímeros que contienen silicio para mejorar la floculación de lodos rojos en el proceso Bayer

## 5 Campo de la invención

La presente invención se refiere a la eliminación de sólidos suspendidos a partir de corrientes del proceso de alumina Bayer mediante la puesta en contacto de las corrientes con polímeros que contienen Si.

## 10 Antecedentes

La bauxita es la materia prima básica para casi todos los compuestos de alumina fabricados. En el transcurso de la producción de compuestos de aluminio, la mayor parte de la bauxita se refina dando hidróxido de aluminio mediante el proceso Bayer. El proceso Bayer implica la lixiviación en caliente de bauxita con una solución de NaOH en recipientes a presión para obtener soluciones de aluminato de sodio sobresaturadas a partir de las que se precipita  $\text{Al}(\text{OH})_3$  mediante siembra. Las refinerías del proceso Bayer comparten seis etapas de proceso comunes: extracción de bauxita; preparación de materias primas; digestión de bauxita; separación, lavado, eliminación de residuos de bauxita insolubles; precipitación con hidróxido de aluminio (trihidratado) y calcinaciones para dar alumina anhidra. El proceso de separación de sólidos residuales de bauxita a partir del licor verde sobresaturado cerca de su punto de ebullición se conoce como "clarificación".

En la etapa de clarificación, las partículas sólidas más gruesas generalmente se eliminan con un ciclón de "trampa de arena". Para separar las partículas sólidas más finas del licor, la suspensión se alimenta normalmente al pozo central de un sedimentador de lodos en el que se trata con una composición floculante que puede estar basada en una diversidad de agentes floculantes que incluyen almidón, harina, polímero de sal de poliacrilato, copolímero de sal de acrilato/acrilamida y/o polímeros hidrosolubles que contienen grupos de ácido hidroxámico o grupos de sal hidroxámica colgantes. Cuando los lodos sedimentan, la solución de aluminato de sodio clarificada, denominada licor verde, desborda un rebosadero en la parte superior del tanque de sedimentación de lodos y se hace pasar a las etapas del proceso subsiguientes. La solución de aluminato de sodio generalmente se enfría para mejorar la sobresaturación y después se siembra, por ejemplo con semilla de gibbsita fina de ciclos anteriores para iniciar la precipitación del producto final deseado  $\text{Al}(\text{OH})_3$ .

Los sólidos sedimentados procedentes del procedimiento de floculación, conocidos como lodos rojos, se extraen del fondo del sedimentador de lodos y se hacen pasar a través de un circuito de lavado a contracorriente para la recuperación de aluminato de sodio y sosa. El licor de aluminato que desborda el sedimentador aún puede contener cantidades significativas de sólidos suspendidos. Este licor generalmente se clarifica aún más mediante filtración para dar un filtrado que contiene un nivel muy bajo de sólidos suspendidos. Dependiendo del nivel de silicatos presentes en la bauxita, los lodos rojos y/o el licor de aluminato pueden contener aluminosilicatos de sodio. Los aluminosilicatos de sodio disueltos pueden precipitarse para formar escamas. Los aluminosilicatos de sodio insolubles, también conocidos como productos de desilicación (DSP), pueden permanecer en suspensión en los lodos rojos y/o el licor de aluminato.

La alumina en forma relativamente pura se precipita desde el filtrado en forma de cristales de trihidrato de alumina. La fase líquida restante se devuelve a la etapa de digestión inicial y, después de reconstituirla con material cáustico adicional, se emplea como material digestivo de mineral adicional.

Los sólidos suspendidos se separan preferentemente a una velocidad relativamente rápida si el proceso Bayer general es eficaz. La eliminación eficaz de sólidos suspendidos a partir de corrientes del proceso Bayer ha supuesto un gran desafío durante muchos años. Entre los procedimientos para acelerar la separación de sólidos suspendidos a partir de corrientes del proceso, así como para proporcionar una separación más limpia de los constituyentes, se encuentran los divulgados en la patente de Estados Unidos N° 3.390.959, que emplea poliacrilatos como floculantes, y la patente de Estados Unidos N° 3.681.012, que utiliza combinaciones de poliacrilatos y almidón en los circuitos de recuperación de alumina Bayer. La patente de Estados Unidos N° 4.083.925 divulga el uso de poliacrilamida dentro del sedimentador de lodos. La patente de Estados Unidos N° 4.678.585 enseña que diferentes etapas en el circuito de recuperación de alumina Bayer se tratan ventajosamente con diferentes composiciones floculantes. La patente de Estados Unidos N° 4.767.540 describe un proceso para eliminar sólidos suspendidos a partir de corrientes del proceso de alumina Bayer mediante la puesta en contacto y el mezclado de una corriente del proceso Bayer con polímeros hidroxamatados. Los polímeros hidroxamatados pueden emplearse con poliacrilato aniónico. La patente de Estados Unidos N° 5.516.435 y la patente de Estados Unidos N° 5.539.046 usan mezclas de emulsiones de polímeros hidroxamatados con emulsiones de poliacrilato para eliminar sólidos suspendidos de las corrientes del proceso de alumina Bayer. Otros polímeros descritos para el tratamiento de lodos rojos en el proceso Bayer incluyen polímeros que contienen ácido fosfónico (patente de Estados Unidos N° 5.534.235), polímeros de emulsión continua de acrilato de metilo en agua (patente de Estados Unidos N° 6.036.869) y polímeros que contienen ácido salicílico (patente de Estados Unidos N° 6.527.959).

65

Se han divulgado polímeros que contienen silicio para la clarificación del agua. Por ejemplo, la patente de Estados Unidos N° 3.779.912 usa aminometilfosfonatos que contienen silicio para flocular sólidos suspendidos en agua. Se divulgan copolímeros de haluro de dialidimetilamonio y un viniltrialcoxisilano como coagulantes que se utilizan en la demulsificación de aguas residuales oleosas (patente de Estados Unidos N° 5.560.832), la deshidratación de suspensiones minerales (patente de Estados Unidos N° 5.597.475) y la clarificación de aguas residuales (patente de Estados Unidos N° 5.679.261). La patente de Estados Unidos N° 6.605.674 divulga el uso de viniltrialcoxisilanos como agentes reticulantes para modificar la estructura de polímeros hidrosolubles no iónicos, catiónicos y aniónicos y el uso de polímeros estructuralmente modificados como agentes floculantes. Ninguna de las patentes de polímeros que contienen silicio mencionadas anteriormente se refiere al tratamiento de sólidos suspendidos a partir de las corrientes del proceso Bayer.

Se ha divulgado el uso de polímeros que contienen silicio para controlar la formación de escamas de aluminosilicato, véase la patente de Estados Unidos N° 6.814.873 y las publicaciones de patente de Estados Unidos N° 2004/0162406 A1, 2005/0010008 A2 y 2005/0274926 A2. Estas publicaciones describen procedimientos para utilizar los polímeros que contienen silicio para inhibir que los aluminosilicatos disueltos (tales como el aluminosilicato de sodio) se depositen en las superficies para formar escamas, pero no para la floculación de DSP.

La patente de Estados Unidos N° 4.593.068 divulga una composición de curado que comprende (A) un poliéter que presenta al menos un grupo reactivo que contiene silicio en la molécula y (B) un polímero seleccionado del grupo de un polímero de acrilato y/o un polímero de metacrilato; y en el que el grupo que contiene silicio está unido al esqueleto de poliéter mediante una cadena de alquilo  $\text{CH}_2$ .

Se ha descubierto ahora que se puede obtener una floculación considerablemente mejorada de sólidos suspendidos, especialmente DSP, a partir de las corrientes del proceso Bayer añadiendo y mezclando eficazmente un polímero que contiene silicio en la corriente del proceso Bayer solo o posteriormente a, seguido de o conjuntamente con, un floculante convencional. Este tratamiento es particularmente eficaz en el tratamiento de sólidos residuales de bauxita que contienen altas concentraciones de silicatos y aluminosilicatos de sodio en comparación con los procesos del estado de la técnica, tal como se ejemplifican en las patentes mencionadas anteriormente. Dichas reducciones en sólidos suspendidos pueden reducir significativamente la necesidad de filtración. Dado que los sólidos suspendidos pueden contener impurezas indeseables, las reducciones en los sólidos suspendidos logradas mediante la puesta en práctica de la presente invención también pueden dar como resultado una pureza mejorada del producto de alúmina resultante.

#### Sumario

La presente invención proporciona el uso de composiciones floculantes y procesos asociados para la reducción de sólidos suspendidos a partir de una corriente de proceso del proceso de alúmina Bayer. Los procesos implican poner en contacto una corriente del proceso Bayer con un polímero que contiene silicio y/o una composición floculante para flocular los sólidos suspendidos en las corrientes del proceso Bayer. En formas de realización preferidas, los polímeros que contienen silicio y las composiciones floculantes descritas en el presente documento son particularmente útiles para flocular DSP suspendido en corrientes del proceso Bayer. La corriente del proceso Bayer que puede ponerse en contacto ventajosamente con los polímeros que contienen silicio y/o las composiciones floculantes según la presente invención puede ser cualquier porción de la alimentación, por ejemplo, alimentación del sedimentador, desbordamiento del sedimentador, descarga de la purga o desde el circuito de precipitación (es decir, recuperación) de alúmina. La corriente del proceso Bayer que se pone en contacto con el polímero también se puede alimentar a una lavadora de lodos en el tren de lavado.

Una forma de realización proporciona el uso de una composición floculante, que comprende un floculante polimérico que contiene silicio para un DSP y un floculante polimérico aniónico para lodos rojos del proceso Bayer. La relación en peso de la cantidad del floculante polimérico que contiene silicio con respecto a la cantidad del floculante polimérico aniónico en dicha composición floculante puede encontrarse en el intervalo de aproximadamente 100:1 a aproximadamente 1:10, por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 1:2, tal como aproximadamente 1:1. Otra forma de realización proporciona un procedimiento de floculación, que comprende mezclar dicha composición floculante con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz como para flocular al menos una porción de sólidos suspendidos en la misma, seleccionándose los sólidos suspendidos del grupo que consiste en lodos rojos, DSP y mezclas de los mismos.

Otra forma de realización proporciona un procedimiento de floculación, que comprende mezclar un floculante polimérico que contiene silicio con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz como para flocular de esta forma al menos una porción de un DSP suspendido en la misma; y separando al menos una porción del DSP floculado así formado.

Otra forma de realización proporciona el uso de un polímero que contiene silicio soluble en agua o dispersable en agua que comprende un grupo que contiene silicio unido al mismo, en el que el polímero que contiene silicio está configurado de forma que el grupo que contiene silicio mejora la capacidad del polímero que contiene silicio para flocular un DSP suspendido. En una forma de realización, el grupo que contiene silicio es  $-\text{Si}(\text{OR})_3$ , en el que R es

Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> o NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. En otra forma de realización, la cantidad del grupo que contiene silicio en el polímero que contiene silicio es de al menos aproximadamente el 5% en peso. Otra forma de realización proporciona un procedimiento de floculación, que comprende mezclar dicho polímero que contiene silicio con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz como para flocular al menos una porción de sólidos suspendidos en el mismo, seleccionándose los sólidos suspendidos del grupo que consiste en lodos rojos, DSP, y mezclas de los mismos.

Otra forma de realización proporciona el uso de un polímero soluble en agua o dispersable en agua que contiene un grupo que contiene silicio unido al mismo. Otra forma de realización proporciona un procedimiento de floculación, que comprende mezclar dicho polímero que contiene silicio hidroxamatoado con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz como para flocular al menos una porción de sólidos suspendidos en el mismo, seleccionándose los sólidos suspendidos del grupo que consiste en lodos rojos, DSP, y mezclas de los mismos.

Estas y otras formas de realización se describen con mayor detalle a continuación.

#### Descripción detallada

La descripción y los ejemplos siguientes ilustran formas de realización preferidas de la presente invención en detalle. Los expertos en la técnica reconocerán que existen numerosas variaciones y modificaciones de la presente invención que están abarcadas por su alcance. En consecuencia, no se debe considerar que la descripción de las formas de realización preferidas limita el alcance de la presente invención.

Se ha encontrado ahora que diversos polímeros que contienen silicio son útiles como floculantes para sólidos del proceso Bayer suspendidos, particularmente aquellos que contienen DSP suspendido. Los ejemplos de polímeros que contienen silicio útiles en los procedimientos de floculación descritos en el presente documento (por ejemplo, como floculantes para DSP) incluyen los descritos en la patente de Estados Unidos N° 6.814.873 y las publicaciones de patente de Estados Unidos N° 2004/0162406 A1, 2005/0010008 A2 y 2005/0274926 A2, y particularmente para el propósito de describir floculantes de polímeros que contienen silicio y procedimientos para producirlos. Otros ejemplos de floculantes poliméricos que contienen silicio para DSP se describen en el presente documento. Los expertos en la técnica pueden utilizar experimentación rutinaria en vista de la guía proporcionada en el presente documento para identificar otros floculantes poliméricos que contienen silicio útiles en los procedimientos descritos en el presente documento, por ejemplo, como floculantes para DSP.

Una forma de realización proporciona un polímero que contiene silicio soluble en agua o dispersable en agua que comprende un grupo que contiene silicio unido al mismo, en el que el polímero que contiene silicio está configurado de forma que el grupo que contiene silicio mejora la capacidad del polímero que contiene silicio para flocular un DSP suspendido.

Una forma de realización proporciona el uso de un polímero que contiene silicio soluble en agua o dispersable en agua, por ejemplo un polímero que contiene uno o varios grupos colgantes que contienen silicio, tales como un silano. En una forma de realización, el polímero que contiene silicio es un floculante para un DSP, por ejemplo, está configurado de forma que el grupo o los grupos que contienen silicio mejoran la capacidad del polímero que contiene silicio para flocular un DSP suspendido. El polímero que contiene silicio se puede incluir en una composición floculante. En una forma de realización, la composición floculante empleada contiene un polímero aniónico, tal como un floculante polimérico aniónico para lodos rojos del proceso Bayer. A continuación se describen varios polímeros que contienen silicio, composiciones de polímeros y procedimientos para utilizarlos.

Los ejemplos de polímeros que contienen silicio incluyen aquellos que tienen grupos silano colgantes, por ejemplo, grupos colgantes que contienen silicio de la Fórmula (I) unidos a los mismos:



en la que cada R es independientemente hidrógeno, alquilo C<sub>1-20</sub>, alquenilo C<sub>1-20</sub>, arilo C<sub>6-12</sub>, arilquilo C<sub>7-20</sub>, un ión metálico del grupo I, un ión metálico del grupo II, o NR'<sub>4</sub><sup>+</sup>; en el que cada R' es independientemente hidrógeno, alquilo C<sub>1-20</sub>, alquenilo C<sub>1-20</sub>, arilo C<sub>6-12</sub> y arilquilo C<sub>7-20</sub>; y en el que R y R' están cada uno independientemente no sustituidos, hidrox-sustituidos, o beta-hidrox-sustituidos. Los ejemplos de grupos R incluyen grupos alquilo inferior, por ejemplo, grupos alquilo C<sub>1-6</sub> y grupos alquilo C<sub>1-3</sub>; fenilo, bencilo, Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup> y NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. La cantidad de grupo que contiene silicio en el polímero que contiene silicio puede variar en un intervalo relativamente amplio, y el polímero puede configurarse para proporcionar una floculación mejorada de sólidos.

La experimentación rutinaria de la que informa la guía proporcionada en el presente documento puede utilizarse para seleccionar un polímero que contiene silicio que sea eficaz para una aplicación particular, por ejemplo mediante la selección de un esqueleto polimérico, el peso molecular, el grupo que contiene silicio y una cantidad del mismo para fabricar un polímero que sea eficaz para flocular DSP. Por ejemplo, la experimentación rutinaria de la que informa la guía proporcionada en el presente documento puede utilizarse para configurar el polímero de forma que el grupo o los grupos que contienen silicio aumenten la capacidad del polímero que contiene silicio para flocular un DSP suspendido. Las cantidades adecuadas de grupos que contienen silicio en el polímero que contiene silicio

pueden variar, dependiendo del tipo de polímero y la aplicación. Por ejemplo, en una forma de realización, el polímero que contiene silicio contiene al menos aproximadamente el 1% en peso de grupos  $-\text{Si}(\text{OR})_3$ , por ejemplo, al menos aproximadamente el 5% en peso de grupos  $-\text{Si}(\text{OR})_3$ . La experimentación rutinaria de la que informa la guía proporcionada en el presente documento puede utilizarse para seleccionar un polímero que tenga un peso molecular apropiado. Por ejemplo, el peso molecular del polímero que contiene silicio puede variar en un amplio intervalo, por ejemplo de aproximadamente 1.000 a aproximadamente 15 millones, y con frecuencia es aproximadamente 10.000 o superior, o aproximadamente 100.000 o superior, por ejemplo se encuentra en el intervalo de aproximadamente 10.000 a aproximadamente 10 millones, tal como se describen en el presente documento, son el peso promedio determinado mediante cromatografía de exclusión por tamaño de alta presión (detección por dispersión de luz) a menos que se indique lo contrario.

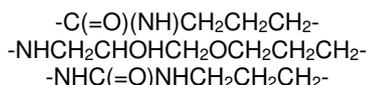
En algunas formas de realización, el grupo  $-\text{Si}(\text{OR})_3$  es un grupo trimetoxisilano ( $\text{R} = \text{metilo}$ ) o un grupo trietoxisilano ( $\text{R} = \text{etilo}$ ). También se pueden emplear ventajosamente otros grupos alquilo como  $\text{R}$  en los grupos colgantes de Fórmula (I). El término "alquilo", tal como se usa en el presente documento, es un término amplio y se utiliza en su sentido ordinario, incluyendo, sin limitación, para referirse a un hidrocarburo alifático de cadena lineal o ramificado, no cíclico o cíclico, insaturado o saturado que contiene uno, dos, tres, cuatro, cinco, seis, siete, ocho, nueve o diez átomos de carbono, mientras que el término "alquilo inferior" tiene el mismo significado que alquilo pero contiene uno, dos, tres, cuatro, cinco o seis átomos de carbono. Los grupos alquilo de cadena lineal saturados representativos incluyen metilo, etilo, n-propilo, n-butilo, n-pentilo, n-hexilo y similares. Los ejemplos de grupos alquilo saturados ramificados incluyen isopropilo, sec-butilo, isobutilo, terc-butilo, isopentilo y similares. Los grupos alquilo cíclicos saturados representativos incluyen ciclopentilo, ciclohexilo, cicloheptilo, ciclooctilo, nonilo, decilo, undecilo, dodecilo,  $-\text{CH}_2$ -ciclopropilo,  $-\text{CH}_2$ -ciclobutilo,  $-\text{CH}_2$ -ciclopentilo,  $-\text{CH}_2$ -ciclohexilo y similares. Los grupos alquilo cíclicos insaturados representativos incluyen ciclopentenilo y ciclohexenilo y similares. Los grupos alquilo cíclicos también pueden denominarse "anillos homocíclicos" e incluyen anillos di- y poli-homocíclicos, tales como la decalina y el adamantano. Los grupos alquilo insaturados contienen al menos un enlace doble o triple entre átomos de carbono adyacentes (denominados "alqueno" o "alquino", respectivamente). Los grupos alqueno de cadena lineal y ramificados representativos incluyen etileno, propileno, 1-butenilo, 2-butenilo, isobutileno, 1-pentenilo, 2-pentenilo, 3-metil-1-butenilo, 2-metil-2-butenilo, 2,3-dimetil-2-butenilo y similares. Los grupos alquino de cadena lineal y ramificados representativos incluyen acetileno, propino, 1-butinilo, 2-butinilo, 1-pentinilo, 2-pentinilo, 3-metil-1-butinilo y similares. Aunque generalmente se prefieren grupos alquilo no sustituidos, también se pueden emplear ventajosamente grupos alquilo sustituidos.

En determinadas formas de realización,  $\text{R}$  puede ser o incluir un grupo arilo. El término "arilo", tal como se usa en el presente documento, es un término amplio y se utiliza en su sentido ordinario, incluyendo, sin limitación, para referirse a un resto carbocíclico aromático tal como fenilo o naftilo, así como restos arilalquilo y alquilarilo. El término "arilalquilo", tal como se usa en el presente documento, es un término amplio y se usa en su sentido ordinario, incluyendo, sin limitación, para referirse a un alquilo que tiene al menos un átomo de hidrógeno de alquilo reemplazado por un resto arilo, tales como bencilo,  $-\text{CH}_2(1 \text{ o } 2\text{-naftilo})$ ,  $-(\text{CH}_2)_2\text{fenilo}$ ,  $-(\text{CH}_2)_3\text{fenilo}$ ,  $-\text{CH}(\text{fenilo})_2$  y similares. El término "alquilarilo", tal como se usa en el presente documento, es un término amplio y se usa en su sentido ordinario, incluyendo, sin limitación, para referirse a un arilo que tiene al menos un átomo de hidrógeno de arilo reemplazado por un resto alquilo. Los grupos arilo particularmente preferidos incluyen grupos arilo  $\text{C}_{6-12}$  y aralquilo  $\text{C}_{7-20}$ .

Aunque generalmente se prefieren los grupos alquilo o arilo no sustituidos, en determinadas formas de realización se pueden emplear ventajosamente grupos alquilo o arilo sustituidos. El término "sustituido", tal como se usa en el presente documento, es un término amplio y se usa en su sentido ordinario, incluyendo, sin limitación, para referirse a cualquiera de los grupos anteriores (por ejemplo, alquilo, arilo) en los que al menos un átomo de hidrógeno está reemplazado por un sustituyente. En el caso de un sustituyente ceto (" $-\text{C}(=\text{O})-$ ") se reemplazan dos átomos de hidrógeno. Cuando están sustituidos, los "sustituyentes", en el contexto de la forma de realización preferida, incluyen halógeno, hidroxilo, ciano, nitro, sulfonamida, carboxamida, carboxilo, éter, carbonilo, amino, alquilamino, dialquilamino, alcoxi, alquiltio, haloalquilo y similares. Alternativamente, uno o más de los átomos de carbono del grupo  $\text{R}$  pueden estar sustituidos con un heteroátomo, por ejemplo, nitrógeno, oxígeno o azufre.

En algunas formas de realización, el grupo que contiene silicio incluye uno o más grupos hidroxilo, por ejemplo un grupo beta-hidroxilo, como sustituyentes. Por ejemplo, en algunas formas de realización, el polímero que contiene silicio incluye uno o más grupos hidroxamato ( $-\text{CONH}(\text{OH})$ ). Cualquiera de los polímeros que contienen silicio descritos en el presente documento puede estar hidroxamatoado. Por ejemplo, una forma de realización proporciona un polímero que contiene silicio hidrosoluble hidroxamatoado hidrodispersable que o un grupo que comprende silicio unido al mismo.

El grupo o los grupos colgantes que contienen silicio pueden unirse directamente a un átomo (por ejemplo, un átomo de carbono) del esqueleto del polímero que contiene silicio, o al esqueleto del polímero a través de un grupo enlazador adecuado; incluidas cadenas de alquilo  $\text{C}_{1-6}$  lineales completamente saturadas, así como cadenas de alquilo con enlaces éter (por ejemplo, grupos enlazadores alcoxi o poli(alcoxi)) o cadenas de alquilo con enlaces amida y sustituyentes hidroxilo, elegidos de entre:



5 Los grupos que contienen silicio colgantes se incluyen en, o se unen al, esqueleto de polímero y/o cualquier porción adecuada del polímero (por ejemplo, como un grupo terminal, en una porción injertada o cadena lateral, o similar). En determinadas formas de realización, puede ser deseable incluir otros grupos colgantes además del grupo colgante del grupo que contiene silicio. Los ejemplos de otros grupos colgantes incluyen grupos carboxilato tales como  $\text{-C(=O)O}^-$  o  $\text{-C(=O)OH}$ , grupos amida tales como  $\text{-C(=O)NH}_2$ , grupos hidroxamados tales como  $\text{-C(=O)NHO}^-$ , y grupos amino tales como  $\text{-NH}_2$ . También se pueden emplear otros grupos colgantes, como apreciará un experto en la técnica.

15 En algunas formas de realización, el esqueleto polimérico comprende unidades recurrentes de etileno sustituidas, por ejemplo,  $\text{-[CH}_2\text{C(R}^x\text{)H]-}$ , en las que  $\text{R}^x$  comprende un grupo silano con o sin un grupo enlazador tal como se describe en otra parte en el presente documento, u otro sustituyente colgante. Se puede emplear una única clase de grupo enlazador, o pueden emplearse combinaciones de grupos enlazadores. En determinadas formas de realización, los átomos de hidrógeno adicionales de la unidad recurrente de etileno pueden estar sustituidos con un grupo silano colgante o algún otro grupo colgante.

20 Los polímeros que contienen silicio descritos en el presente documento se pueden producir de diversas formas. Véase, por ejemplo, la patente de Estados Unidos 6.814.873 y las publicaciones de patente de Estados Unidos N° 2004/0162406; 2005/0010008 y 2005/0274926, y particularmente para el propósito de describir polímeros que contienen silicio y procedimientos para producirlos. Por ejemplo, en algunas formas de realización se pueden producir mediante polimerización de un monómero que contiene el grupo  $\text{-Si(OR)}_3$  de Fórmula (I), o mediante la copolimerización de dicho monómero con uno o más comonómeros. Los monómeros de silano adecuados incluyen, pero sin limitación, viniltrióxosilano, viniltrimetoxisilano, aliltrióxosilano, butenil-trióxosilano,  $\gamma$ -N-acrilamidopropiltrióxosilano, p-trióxosililestireno, ácido 2-(metil-trimetoxisilil)acrílico, 2-(metiltrimetoxisilil)-1,4-butadieno, N-trióxosililpropil-maleimida y otros productos de reacción de anhídrido maleico y otros anhídridos insaturados con compuestos amino que contienen un grupo  $\text{-Si(OR)}_3$ . Los monómeros o las unidades recurrentes resultantes pueden hidrolizarse por medio de una base acuosa, ya sea antes o después de la polimerización. Los comonómeros adecuados incluyen, pero sin limitación, acetato de vinilo, acrilonitrilo, estireno, ácido acrílico y sus ésteres, acrilamida y acrilamidas sustituidas, tales como el ácido acrilamidometilpropanosulfónico. Los copolímeros también pueden ser copolímeros de injerto, tales como ácido poliacrílico-g-poli(viniltrióxosilano) o poli(acetato de vinilo-co-ácido crotónico)-g-poli(viniltrióxosilano). Estos polímeros pueden producirse en una diversidad de disolventes, tales como acetona, tetrahidrofurano, tolueno, xileno y similares. En algunos casos, el polímero es soluble en el disolvente de reacción y puede recuperarse convenientemente eliminando el disolvente mediante destilación por arrastre o, si el polímero no es soluble en el disolvente de reacción, el producto puede recuperarse convenientemente por filtración; no obstante, se puede emplear cualquier procedimiento de recuperación adecuado.

35 Los iniciadores adecuados incluyen 2,2'-azobis-(2,4-dimetilvaleronitrilo) y 2,2'-azobisisobutironitrilo, peróxido de benzoílo, hidroperóxido de cumeno y similares.

45 En algunas formas de realización, los polímeros que contienen silicio descritos en el presente documento pueden producirse haciendo reaccionar un compuesto que contiene un grupo  $\text{-Si(OR)}_3$ , así como un grupo reactivo que pueda reaccionar o bien con un grupo colgante o bien con un átomo del esqueleto de un polímero existente. Las poliaminas se pueden hacer reaccionar con una diversidad de compuestos que contienen uno o más grupos  $\text{-Si(OR)}_3$  para dar polímeros que pueden utilizarse en las formas de realización preferidas. El grupo reactivo puede ser un grupo haluro de alquilo, tal como cloropropilo, bromoetilo, clorometilo, bromoundecilo u otro grupo adecuado. El compuesto que contiene uno o más grupos  $\text{-Si(OR)}_3$  pueden contener una funcionalidad epoxi tal como glicidoxipropilo, 1,2-epoxiamilo, 1,2-epoxidecilo o 3,4-epoxiciclo-hexiletilo. El grupo reactivo también puede ser una combinación de un grupo hidroxilo y un haluro, tal como 3-cloro-2-hidroxipropilo. El resto reactivo también puede contener un grupo isocianato, tal como isocianatopropilo o isocianatometilo, que reacciona formando un enlace urea. Además, se pueden utilizar silanos que contienen grupos anhídrido, tales como anhídrido trióxosililpropilsuccínico. Las reacciones pueden llevarse a cabo sin disolvente o en un disolvente adecuado. Además, pueden añadirse otros grupos funcionales tales como grupos alquilo haciendo reaccionar otros grupos amino o átomos de nitrógeno del polímero con haluros de alquilo, epóxido o isocianatos. Las poliaminas pueden producirse mediante una diversidad de procedimientos. Por ejemplo, pueden prepararse mediante una polimerización con apertura de anillo de aziridina o compuestos similares. También pueden prepararse mediante reacciones de condensación de aminas como amoniaco, metilamina, dimetilamina, etilendiamina o similares con compuestos reactivos tales como 1,2-dicloroetano, epiclorhidrina, epibromohidrina o compuestos similares.

60 Los polímeros que contienen grupos anhídrido se pueden hacer reaccionar con una diversidad de compuestos que contienen silicio (por ejemplo, que contienen uno o más grupos  $\text{-Si(OR)}_3$ ) para producir formas de realización de los polímeros que contienen silicio descritos en el presente documento. Los polímeros de partida adecuados incluyen homopolímero de anhídrido maleico y copolímeros de anhídrido maleico con monómeros tales como estireno, etileno, metilviniléter y similares. El polímero de partida también puede ser un copolímero de injerto tal como poli(1,4-

butadieno)-g-anhídrido maleico o polietileno-g-anhídrido maleico, o similares. Otros monómeros de anhídrido adecuados incluyen anhídridos itacónicos y citracónicos. Los compuestos de silano reactivos adecuados incluyen, pero sin limitación,  $\gamma$ -aminopropiltrióxidosilano, bis( $\gamma$ -trióxidosililpropil)amina, N-fenil- $\gamma$ -aminopropiltrióxidosilano, p-aminofeniltrióxidosilano, 3-(m-aminofenoxipropil)-trióxidosilano,  $\gamma$ -aminobutiltrióxidosilano y similares. Se pueden añadir otros grupos funcionales al polímero haciéndolo reaccionar con aminas, alcoholes y otros compuestos.

Los polímeros que contienen grupos hidroxilo se pueden hacer reaccionar con una funcionalidad epoxi, tal como glicidoxipropiltrióxidosilano. Los ejemplos de polímeros que contienen grupos hidroxilo incluyen polisacáridos tales como almidón e hidroxietilcelulosa.

En una forma de realización, el polímero que contiene silicio se selecciona del grupo que consiste en una polietilenimina que contiene silicio, un copolímero de vinil-trióxidosilano, un copolímero de ácido acrílico y trióxidosililpropilacrilamida, un copolímero de ácido acrílico y trióxivinilsilano, un polisacárido que contiene silicio (por ejemplo un almidón que contiene silicio o una celulosa tal como hidroxietilcelulosa que contiene silicio), un copolímero de estireno/anhídrido maleico que contiene silicio, un copolímero de anhídrido maleico/alquilviniléter que contiene silicio (por ejemplo, un copolímero de anhídrido maleico/metilviniléter que contiene silicio), y mezclas de los mismos.

En una forma de realización, el polímero que contiene silicio comprende unidades recurrentes, comprendiendo las unidades recurrentes una primera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^1\text{)H]-}$  y una segunda unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^2\text{)H]-}$ , en las que  $\text{R}^1$  es  $-\text{C(=O)O}^-$ , y en las que  $\text{R}^2$  es  $-\text{C(=O)NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si(O)}_3$ . En una forma de realización, la cantidad de la primera unidad recurrente es al menos aproximadamente el 90%, por ejemplo, al menos aproximadamente el 96%, en número basado en el número total de unidades recurrentes en el polímero.

En una forma de realización, el polímero que contiene silicio comprende unidades recurrentes, comprendiendo las unidades recurrentes una primera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^1\text{)H]-}$ , una segunda unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^2\text{)H]-}$ , una tercera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^3\text{)H]-}$ , una cuarta unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^4\text{)H]-}$  y una quinta unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^5\text{)H]-}$ , en las que  $\text{R}^1$  es  $\text{C(=O)NH}_2$ , en las que  $\text{R}^2$  es  $-\text{C(=O)O}^-$ , en las que  $\text{R}^3$  es  $-\text{C(=O)NHO}^-$ , en las que  $\text{R}^4$  es  $\text{NHCH}_2\text{CH(OH)CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si(O)}_3$  y en la que  $\text{R}^5$  es  $-\text{NH}_2$ . En una forma de realización, el polímero que contiene silicio comprende hasta aproximadamente el 50% en número de la primera unidad recurrente, hasta aproximadamente el 90% en número de la segunda unidad recurrente, de aproximadamente el 1% a aproximadamente el 60% en número de la tercera unidad recurrente, de aproximadamente el 1% a aproximadamente el 30% en número de la cuarta unidad recurrente y de aproximadamente el 1% a aproximadamente el 30% en número de la quinta unidad recurrente. En una forma de realización, la primera unidad recurrente y la segunda unidad recurrente juntas comprenden de aproximadamente el 80% a aproximadamente el 85% en número de las unidades recurrentes, la tercera unidad recurrente comprende de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 15% en número de las unidades recurrentes, y la cuarta y quinta unidades recurrentes comprenden el resto de las unidades recurrentes.

En una forma de realización, el polímero que contiene silicio comprende unidades recurrentes, comprendiendo las unidades recurrentes una primera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^1\text{)H]-}$ , una segunda unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^2\text{)H]-}$ , una tercera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^3\text{)H]-}$ , una cuarta unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^4\text{)H]-}$  y una quinta unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^5\text{)H]-}$ , en la que  $\text{R}^1$  es  $\text{C(=O)NH}_2$ , en la que  $\text{R}^2$  es  $-\text{C(=O)O}^-$ , en la que  $\text{R}^3$  es  $-\text{C(=O)NHO}^-$ , en la que  $\text{R}^4$  es  $-\text{NHC(=O)NHCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si(O)}_3$  y en la que  $\text{R}^5$  es  $-\text{NH}_2$ . En una forma de realización, la primera unidad recurrente y la segunda unidad recurrente juntas comprenden de aproximadamente el 65% a aproximadamente el 70% en número de unidades recurrentes, la tercera unidad recurrente comprende de aproximadamente el 20 a aproximadamente el 30% en número de las unidades recurrentes, y la cuarta y la quinta unidad recurrente comprende el resto de las unidades recurrentes.

En una forma de realización, el polímero que contiene silicio comprende unidades recurrentes, comprendiendo las unidades recurrentes una primera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^1\text{)H]-}$ , una segunda unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^2\text{)H]-}$ , una tercera unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^3\text{)H]-}$ , una cuarta unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^4\text{)H]-}$  y una quinta unidad recurrente que tiene una estructura  $-\text{[CH}_2\text{C(R}^5\text{)H]-}$ , en las que  $\text{R}^1$  es  $\text{C(=O)NH}_2$ , en las que  $\text{R}^2$  es  $-\text{C(=O)O}^-$ , en las que  $\text{R}^3$  es  $-\text{C(=O)NHO}^-$ , en las que  $\text{R}^4$  es  $-\text{NHCH}_2\text{CH(OH)CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_2\text{CH}_2\text{Si(O)}_3$  y en las que  $\text{R}^5$  es  $-\text{NH}_2$ . En una forma de realización, la primera unidad recurrente y la segunda unidad recurrente juntas comprenden de aproximadamente el 80% a aproximadamente el 85% en número de unidades recurrentes, la tercera unidad recurrente comprende de aproximadamente el 5% a aproximadamente el 15% en número de las unidades recurrentes, y la cuarta y quinta unidades recurrentes comprenden el resto de las unidades recurrentes.

Las composiciones floculantes y los procedimientos para utilizarlas descritos en el presente documento pueden incluir cualquier floculante o combinación de floculantes adecuados. Por ejemplo, una forma de realización proporciona el uso de una composición floculante, que comprende un floculante polimérico que contiene silicio tal

como se describe en el presente documento (por ejemplo, un floculante polimérico que contiene silicio para un DSP) y un floculante polimérico para lodos rojos del proceso Bayer. En una forma de realización, el floculante polimérico utilizado para los lodos rojos del proceso Bayer puede ser un floculante polimérico aniónico. En una forma de realización, la relación en peso de la cantidad del floculante polimérico que contiene silicio con respecto a la cantidad del floculante polimérico aniónico presente en la composición floculante se encuentra en el intervalo de aproximadamente 100:1 a aproximadamente 1:10, por ejemplo, en el intervalo de aproximadamente 10:1 a aproximadamente 1:2, tal como aproximadamente 1:1.

Los floculantes poliméricos útiles en el proceso Bayer incluyen polímeros aniónicos que los expertos en la técnica saben que son útiles como floculantes poliméricos para lodos rojos del proceso Bayer. Los ejemplos de floculantes poliméricos aniónicos útiles incluyen homopolímeros de ácido acrílico o acrilatos; copolímeros de monómeros de ácido acrílico o acrilato; homopolímeros de ácido metacrílico o metacrilatos; copolímeros de monómeros de ácido metacrílico o metacrilato; poliacrilamidas, sales de metales alcalinos, metales alcalinotérreos o amonio de dichos ácidos; polímeros que contienen grupos de ácido hidroxámico o de sal hidroxámica; o una combinación de cualquiera de los anteriores. En una forma de realización, el floculante polimérico aniónico es un polímero hidroxamatado, por ejemplo, una poliacrilamida hidroxamatada. La cantidad de unidades recurrentes aniónicas en el polímero aniónico puede variar en un amplio intervalo. Por ejemplo, en una forma de realización, el floculante polimérico aniónico comprende al menos aproximadamente el 50% de unidades recurrentes aniónicas. Los pesos moleculares medios en peso de los floculantes poliméricos aniónicos son normalmente de aproximadamente 1.000 o superiores, por ejemplo, de aproximadamente 10.000 o superiores; de aproximadamente 100.000 o superiores; de aproximadamente 1.000.000 o superiores, o de aproximadamente 5.000.000 o superiores. En algunas formas de realización, los pesos moleculares son de 30.000.000 o inferiores. Los expertos en la técnica apreciarán que lo anterior proporciona descripciones de intervalos entre cada uno de los valores establecidos, y por lo tanto entenderá, por ejemplo, que el floculante polimérico aniónico puede tener un peso molecular promedio en peso de aproximadamente 5.000.000 a aproximadamente 30.000.000.

Otros tipos de floculantes empleados comúnmente en el proceso Bayer incluyen floculantes no iónicos como el almidón (por ejemplo, pregelatinizado, de maíz o patata), polisacáridos, alginatos, dextrano o harina. Aunque se prefieren particularmente floculantes aniónicos para su uso en el proceso Bayer, los floculantes catiónicos, no iónicos o anfóteros seleccionados también se pueden emplear ventajosamente en cantidades adecuadas, como apreciará un experto en la técnica.

Las composiciones floculantes, incluidas las que contienen un floculante polimérico que contiene silicio tal como se describe en el presente documento (por ejemplo, un floculante polimérico que contiene silicio para un DSP) y/o un floculante polimérico para lodos rojos del proceso Bayer, pueden concentrarse o diluirse (por ejemplo, en agua), y pueden incluir ingredientes adicionales. Los expertos en la técnica apreciarán que los sitios del proceso Bayer a menudo están ubicados lejos de los fabricantes de floculantes y, por lo tanto, a menudo es deseable transportar la composición de floculante al sitio del proceso Bayer en una forma relativamente concentrada a fin de minimizar los costos de envío. La composición floculante concentrada puede diluirse entonces convenientemente en un medio acuoso en el sitio para formar una composición floculante diluida, en el momento o aproximadamente en el momento en que se va a utilizar. El medio acuoso con el que se diluye la composición floculante concentrada puede ser agua en una forma relativamente pura, agua reciclada de diversas fuentes o una corriente del proceso Bayer acuosa.

En vista de lo anterior, los expertos en la técnica apreciarán que una composición floculante, que incluye las que contienen un floculante polimérico que contiene silicio tal como se describe en el presente documento (por ejemplo, un floculante polimérico que contiene silicio para un DSP) y/o un floculante polimérico para lodos rojos del proceso Bayer se puede formar durante la fabricación (por ejemplo, en una forma relativamente concentrada) y/o antes de su uso, por ejemplo, mediante el mezclado en el sitio con un medio acuoso, y que puede contener componentes adicionales. Los ejemplos de componentes adicionales incluyen agua, sales, estabilizantes y agentes de ajuste del pH, así como ingredientes tales como DSP y lodos rojos del proceso Bayer. El DSP puede comprender, por ejemplo, un silicato de aluminio y sodio. En una forma de realización, al menos una porción del DSP está suspendida en la composición floculante. La concentración de cualquier floculante polimérico particular en una composición floculante puede variar en un intervalo amplio, por ejemplo, de aproximadamente 0,1 partes por millón a aproximadamente el 100% (por ejemplo, una forma muy concentrada que contiene poco o nada de agua). Para composiciones floculantes relativamente diluidas, los ejemplos de concentraciones adecuadas del floculante polimérico aniónico en la composición floculante incluyen cantidades en el intervalo de aproximadamente 0,1 partes por millón a aproximadamente 1.000 partes por millón, y los ejemplos de concentraciones adecuadas del floculante polimérico que contiene silicio en la composición floculante incluyen cantidades en el intervalo de aproximadamente una parte por millón a aproximadamente 500 partes por millón. Para composiciones floculantes que contengan múltiples componentes floculantes poliméricos, incluidas las que contienen un floculante polimérico que contiene silicio tal como se describe en el presente documento (por ejemplo, un floculante polimérico que contiene silicio para un DSP) y un floculante polimérico para lodos rojos del proceso Bayer, se apreciará que los componentes se pueden combinar en o cerca del momento de fabricación o envío, o combinarse en o cerca del momento de su utilización, por ejemplo, en un sitio en la proximidad de una corriente Bayer.

Los floculantes poliméricos y las composiciones floculantes descritos en el presente documento son útiles como floculantes. Por ejemplo, una forma de realización proporciona un procedimiento de floculación que comprende mezclar un floculante polimérico que contiene silicio y/o una composición floculante tal como se describe en el presente documento con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz como para flocular al menos una porción de sólidos suspendidos en la misma. En una forma de realización, los sólidos suspendidos incluyen uno o más de lodos rojos y/o DSP. Otra forma de realización proporciona un procedimiento de floculación, que comprende mezclar un floculante polimérico que contiene silicio con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz como para flocular de esta forma al menos una porción de un producto de desilicación suspendido en la misma; y separar al menos una porción del producto de desilicación floculado formado de esta forma.

Una forma de realización proporciona un procedimiento para reducir el nivel de sólidos suspendidos en una corriente del proceso Bayer, por lo que un polímero con el grupo colgante o grupo terminal que contiene  $-\text{Si}(\text{OR})_3$  (en el que R es H, un grupo alquilo, Na, K o  $\text{NH}_4$ ) se añade solo, después de, seguido de, o en asociación con, un floculante convencional para flocular eficazmente los sólidos suspendidos de forma que puedan separarse convenientemente de la corriente del proceso. La cantidad de reducción en el contenido de sólidos suspendidos se puede medir y comparar con los controles, que generalmente comprenden muestras de proceso de alúmina del estado de la técnica. Las cantidades de polímero(s) floculante(s) eficaz(es) para flocular un tipo particular de sólidos en una corriente del proceso Bayer particular pueden determinarse mediante experimentación rutinaria de la que informa la guía proporcionada en el presente documento. La cantidad de floculante a menudo se encuentra en el intervalo de aproximadamente 0,01 lb a aproximadamente 40 lb de floculante por tonelada de sólidos (base seca), por ejemplo, en diversos intervalos de aproximadamente 0,1, 0,2, 0,3, 0,4, 0,5, 0,6, 0,7, 0,8 o 0,9 lb a aproximadamente 15, 20, 25, 30 o 35 lb. Los expertos en la técnica apreciarán que lo anterior proporciona descripciones de los intervalos entre cada uno de los valores establecidos y, por lo tanto, entenderán, por ejemplo, que el floculante polimérico se puede utilizar en una cantidad en el intervalos de aproximadamente 1 lb a aproximadamente 10 lb de floculante por tonelada de sólidos (base seca).

En una forma de realización, la corriente del proceso Bayer comprende DSP suspendido, por ejemplo, de aproximadamente 0,02 gramos por litro hasta aproximadamente 200 gramos por litro de DSP suspendido. Tal como se ilustra en los ejemplos a continuación, en algunas formas de realización los floculantes poliméricos y las composiciones floculantes descritas en el presente documento son particularmente útiles para flocular DSP suspendido en corrientes del proceso Bayer.

En el contexto de la operación de una planta comercial, los floculantes poliméricos y/o las composiciones floculantes se pueden añadir a la alimentación del sedimentador, al igual que los floculantes aniónicos descritos anteriormente. Alternativamente, los polímeros pueden añadirse al desbordamiento del sedimentador primario o a la descarga de la purga de los digestores. Los polímeros también se pueden utilizar en el sedimento de lodos en el circuito de lavado de lodos. Los polímeros, solos o en combinación con otros procesos químicos de procesos, también pueden añadirse ventajosamente en otros puntos de la operación de la planta comercial.

## Ejemplos

### Procedimiento de ensayo

Se produce un licor de Bayer sintético añadiendo 256 g de aluminato de sodio, 66 g de hidróxido de sodio y 40 g de carbonato de sodio al agua para producir un total de 1000 ml y se calienta a 100 °C

Se produce un DSP calentando caolín en solución de hidróxido de sodio a 150 °C, seguido de filtración, lavado y secado para recuperar el DSP seco. Los sólidos de lodos rojos se obtienen de la suspensión de lodos que normalmente se descarga a los desechos en una planta Bayer en operación. Estos lodos se lavan sin la solución de aluminato de sodio diluida asociada, se secan y se muelen.

Para los ensayos de sedimentación, se dispersa un DSP solo o una mezcla de DSP y sólidos de lodos rojos en el licor anterior, generalmente para dar una suspensión que contiene aproximadamente 40 g/l de sólidos suspendidos. El reactivo diluido se mezcla en una suspensión contenida en un tubo graduado, utilizando un émbolo perforado, y el tiempo para sedimentar una distancia fija se mide de forma que se pueda calcular una velocidad de sedimentación para los sólidos floculados. Además, después de cinco minutos, se toma una muestra del licor sobrenadante y se filtra; los sólidos recogidos en el filtro se lavan y se secan para dar una medida de la claridad del sobrenadante.

### Ejemplo 1 - Reactivo A

Se mezclan 81,4 g de una polietilenimina exenta de agua con 18,6 g de glicidoxipropiltrimetoxisilano y la mezcla se calienta a 60 °C durante 16 horas. Se mezclan 50 g del gel friable resultante con 5 g de NaOH y agua hasta un total de 250 g y se calientan a 90 °C para producir una solución al 20%. Se analiza la eficacia del Reactivo A en la mejora de la floculación cuando se emplea en combinación con los floculantes disponibles en el mercado. Los floculantes comerciales analizados incluyen Superfloc HX-400, un floculante a base de hidroxamato basado en poliácridamida, y Superfloc 1227, un floculante de poliácridato de amonio, ambos disponibles en Cytec Industries Inc. de West

Paterson, Nueva Jersey, Estados Unidos. Se utiliza polietilenimina sin reaccionar como control. Como demuestran los datos presentados en la tabla 1, el Reactivo A en combinación con el floculante aumentó significativamente la velocidad de sedimentación en mezclas de DSP y lodos rojos de 30/70 y 40/60 en comparación con floculante solo o floculante en combinación con control de polietilenimina. También se observa una mejora significativa en la claridad para la combinación de Reactivo A y floculante. El Reactivo A también es eficaz para flocular DSP incluso sin floculante comercial añadido.

Tabla 1.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
1	100% de DSP	PEI <sup>a</sup>	100	Sin floculación <sup>b</sup>	--
2	100% de DSP	A	100	9	--
3	30/70 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>c</sup>	10	6,5	3,58
4	" "	PEI <sup>a</sup> /HX-400 <sup>c</sup>	100/10	Demasiado turbia	3,88
5	" "	A/HX-400 <sup>c</sup>	100/10	10	0,50
6	" "	SF1227 <sup>d</sup>	3,3	Demasiado turbia	10,3
7	" "	PEI <sup>a</sup> /SF1227 <sup>d</sup>	100/3,3	Demasiado turbia	5,27
8	" "	A/SF1227 <sup>d</sup>	100/3,3	18	0,77
9	40/60 de DSP/lodos rojos	PEI <sup>a</sup> /HX-400 <sup>c</sup>	100/10	7	2,70
10	" "	A/HX-400 <sup>c</sup>	100/10	9,4	0,43
11	" "	PEI <sup>a</sup> /SF1227 <sup>d</sup>	100/3,3	Demasiado turbia	3,99
12	" "	A/SF1227 <sup>d</sup>	100/3,3	20	0,62

<sup>a</sup>Polietilenimina utilizada como material de partida para el Reactivo A: ejemplo comparativo.

<sup>b</sup>Sin floculación

<sup>c</sup>Floculante Superfloc HX-400

<sup>d</sup>Floculante Superfloc 1227

### 10 Ejemplo 2 - Reactivo B

Se mezclan 32 g de acrilamida, 82,8 g de agua y 11,1 g de NaOH al 50%, se añaden 8 g de viniltrióxido de silano y 0,4 g de AIBN (azobisisobutironitrilo) en 12 ml de etanol y la mezcla se calienta a 80 °C durante 16 horas. Se mezclan 20 g de la mezcla de reacción con 5,4 g de NaOH al 50% y 4,6 g de agua y se calienta a 90 °C para producir una solución al 20%. El producto es el Reactivo B. A una dosis de 200 ppm, se encuentra que el Reactivo B flocula DSP suspendido

### Ejemplo 3 - Reactivo C

Una suspensión de 9 g de almidón perla (National Starch and Chemical Co, Bridgewater, Nueva Jersey, Estados Unidos) se mezcla con 2 g de glicidoxipropiltrimetoxisilano y se agita a temperatura ambiente durante 16 horas. El producto de reacción se seca parcialmente a 50 °C, después se calienta a 95 °C en 20 g/l de NaOH acuoso para producir una solución al 3%. El producto es el Reactivo C. Como demuestran los datos presentados en la tabla 2, el Reactivo C muestra significativamente mayores velocidades de sedimentación para DSP o lodos rojos suspendidos en comparación con el almidón perla no funcionalizado, lo que indica que el Reactivo C es un agente floculante eficaz por sí mismo. El Reactivo C es aún más eficaz en la floculación de mezclas de DSP/lodos rojos suspendidas (10/70, 20/80 y 40/60). También se observa buena claridad para lodos rojos y mezclas de DSP/lodos rojos tratados con Reactivo C.

Tabla 2.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
13	100% de DSP	almidón <sup>a</sup>	100	Sin floculación <sup>b</sup>	--
14	100% de DSP	C	100	7	--
15	100% de lodos rojos	C	200	5,1	0,66
16	10/90 de DSP/lodos rojos	C	200	4,6	0,60
17	20/80 de DSP/lodos rojos	C	200	3,3	0,68
18	40/60 de DSP/lodos rojos	C	200	1,5	0,67

## ES 2 718 610 T3

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
				2,1	0,88

<sup>a</sup>Almidón perla utilizado como material de partida para el Reactivo C: ejemplo comparativo.

<sup>b</sup>Floculante Superfloc HX-400

Como demuestran los datos presentados en la tabla 3, el Reactivo C aumenta significativamente la velocidad de sedimentación de lodos rojos y mejora sustancialmente la claridad cuando se emplea en combinación con Superfloc HX-400

5

Tabla 3.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
19	100% de lodos rojos	HX-400 <sup>b</sup>	10	24	0,56
20	100% de lodos rojos	C/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	27	0,30
21	10/90 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>b</sup>	10	18	1,40
22	10/90 de DSP/lodos rojos	C/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	18	0,34
23	20/80 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>b</sup>	10	12,7	1,82
24	20/80 de DSP/lodos rojos	C/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	10,8	0,45
25	30/70 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>b</sup>	10	8,0	2,7
26	30/70 de DSP/lodos rojos	C/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	8,3	0,49
27	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>b</sup>	10	5,1	3,36
28	40/60 de DSP/lodos rojos	C/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	4,9	0,85

<sup>b</sup>Floculante Superfloc HX-400

Como demuestran los datos presentados en la tabla 4, el Reactivo C mejora la floculación de las mezclas de DSP/lodos rojos (10/70, 20/80 y 40/60) cuando se emplea en combinación con Superfloc 1227. La claridad también mejora sustancialmente cuando el Reactivo C se emplea en combinación con Superfloc 1227.

10

Tabla 4.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
29	100% de lodos rojos	SF1227 <sup>c</sup>	3,3	Demasiado turbia	5,9
30	100% de lodos rojos	C/SF1227 <sup>c</sup>	25/3,3	Demasiado turbia	1,22
31	10/90 de DSP/lodos rojos	SF1227 <sup>c</sup>	3,3	Demasiado turbia	11,3
32	10/90 de DSP/lodos rojos	C/SF1227 <sup>c</sup>	25/3,3	22	1,10
33	20/80 de DSP/lodos rojos	SF1227 <sup>c</sup>	3,3	Demasiado turbia	11,6
34	20/80 de DSP/lodos rojos	C/SF1227 <sup>c</sup>	25/3,3	12,0	1,38
35	30/70 de DSP/lodos rojos	SF1227 <sup>c</sup>	3,3	Demasiado turbia	13,7
36	30/70 de DSP/lodos rojos	C/SF1227 <sup>c</sup>	25/3,3	9,0	1,33
37	40/60 de DSP/lodos rojos	SF1227 <sup>c</sup>	3,3	Demasiado turbia	17,2
38	40/60 de DSP/lodos rojos	C/SF1227 <sup>c</sup>	25/3,3	5,5	1,56

<sup>c</sup>Floculante Superfloc 1227

### 15 **Ejemplo 4 - Reactivo D**

Se mezclan 8 g de hidroxietilcelulosa seca con 2 g de glicidoxipropiltrimetoxisilano y se calientan a 100 °C durante 16 horas. Se mezclan 2 g del producto de reacción con 40 ml de una solución acuosa de 100 g/l de NaOH y se calientan a 95 °C para producir una solución al 5%. El producto es el Reactivo D.

20

A una dosis de 500 ppm, se observa que el Reactivo D flocula DSP suspendido. La hidroxietilcelulosa utilizada como material de partida (ejemplo comparativo) no produce floculación de DSP suspendido a la misma dosis de 500 ppm.

### 25 **Ejemplo 5a - Reactivo E**

25

Se produce un reactivo mediante un proceso similar al del Ejemplo 3. Una suspensión de 0,080 moles (12,96 g) de almidón perla, 0,015 moles (3,55 g) de glicidoxipropiltrimetoxisilano y 0,005 moles (0,36 g) de epoxibutano se mezcla a temperatura ambiente durante 16 horas. El producto de reacción se seca parcialmente, después se calienta en 20 g/l de NaOH acuoso a 95 °C para producir una solución al 3%. El producto es el Reactivo E.

**Ejemplo 5b - Reactivo F**

Se produce un reactivo mediante un proceso similar al del Ejemplo 5a, excepto que se utilizan 0,005 moles (0,92 g) de epoxidodecano en lugar de epoxibutano. El producto es el Reactivo F.

**Ejemplo 5c - Reactivo G**

Se produce un reactivo mediante un proceso similar al del Ejemplo 5a, excepto que se utilizan 0,005 moles (0,60 g) de óxido de estireno en lugar del epoxibutano. El producto es el Reactivo G.

**Ejemplo 5d - Reactivo H**

Se produce un reactivo mediante un proceso similar al del Ejemplo 5a, excepto que se utilizan 0,005 moles (1,49 g) de glicidilhexadeciléter en lugar del epoxibutano. El producto es el Reactivo H.

**Ejemplo 5e - Reactivo I**

Se produce un reactivo mediante un proceso similar al del Ejemplo 5a, excepto que se utilizan 0,005 moles (0,75 g) de glicidilfeniléter en lugar del epoxibutano. El producto es el Reactivo I.

La eficacia de los Reactivos E a I sin floculante añadido se analiza en una mezcla 40/60 de DSP/lodos rojos y muestra una velocidad de sedimentación y una claridad satisfactorias a una dosis de 200 ppm, como lo demuestran los datos de la tabla 5.

Tabla 5.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
39	40/60 de DSP/lodos rojos	E	200	2,3	0,77
40	40/60 de DSP/lodos rojos	F	200	2,3	0,63
41	40/60 de DSP/lodos rojos	G	200	3,3	0,38
42	40/60 de DSP/lodos rojos	H	200	2,9	0,82
43	40/60 de DSP/lodos rojos	I	200	3,3	0,49

Cuando se emplean en combinación con Superfloc HX-400, el Reactivo E y el Reactivo I mejoran la velocidad de sedimentación y la claridad en una mezcla 40/60 de DSP/lodos rojos, como demuestran los datos de la Tabla 6.

Tabla 6.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
44	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>a</sup>	10	Demasiado turbia	4,48
45	40/60 de DSP/lodos rojos	E/HX-400 <sup>a</sup>	25/10	6,5	0,47
46	40/60 de DSP/lodos rojos	E/HX-400 <sup>a</sup>	10/20	7,4	0,52
47	40/60 de DSP/lodos rojos	I/HX-400 <sup>a</sup>	25/10	5,7	0,82

<sup>a</sup>Floculante Superfloc HX-400

**Ejemplo 6 - Reactivo J**

Se produce una solución al 25% de N-trietoxisililpropilacrilamida haciendo reaccionar cloruro de acrililo con aminopropiltriethoxisilano en 2-butanona en presencia de trietilamina. El cloruro de amina resultante se elimina por filtración y la solución de monómero se utiliza sin purificación adicional. Se combinan 46,4 gramos de la solución de monómero con 57,0 g de ácido acrílico y 140 ml de 2-butanona. Se añaden 60 mg de iniciador por radicales libres Vazo® 65B (de E. I du Pont de Nemours and Company, Wilmington, Delaware, Estados Unidos) en 50 ml de 2-butanona. La mezcla se calienta a 50-60 °C durante tres horas. Se añaden 37,5 g de hidróxido de sodio en forma de una solución acuosa y la mezcla se calienta a 80 °C para eliminar por destilación la 2-butanona. El producto es una solución acuosa que contiene el 11,5% de polímero, denominado Reactivo J.

A una dosis de 100 ppm, se encuentra que el Reactivo J flocula una suspensión de DSP suspendido.

**Ejemplo 7 - Reactivo K**

5 Se produce un copolímero de ácido acrílico y trietoxivinilsilano de forma similar al Ejemplo 6. El polímero se denomina Reactivo K.

**Ejemplo 8 - Reactivos L y M**

10 Se disuelven 10,0 g de Gantrez AN 169 (un copolímero de metilviniléter-anhídrido maleico fabricado por International Specialty Products Inc de Wayne, Nueva Jersey, Estados Unidos) en 150 ml de acetona. Se añaden 1,42 g de aminopropiltrióxidosilano en 50 ml de acetona. La mezcla gelificó. Se diluyen 10,8 g de NaOH al 50% con 250 ml de agua y se calientan a 80 °C. El gel se añade a la solución de NaOH y la acetona se elimina por ebullición, dejando una solución acuosa que contiene el 70% de polímero, conocida como Reactivo L. Se produce un producto similar en dioxano en lugar de acetona. El polímero se denomina Reactivo M.

20 Como demuestran los datos presentados en la tabla 7, los Reactivos L y M muestran un aumento significativo en las velocidades de sedimentación para DSP suspendido en comparación con el control de Gantrez. El Reactivo M mejora significativamente la sedimentación cuando se usa en combinación con Superfloc HX-400 en una mezcla 40/60 de DSP/lodos rojos y cuando se usa en combinación con Superfloc 1227 en una mezcla 30/70 de DSP/lodos rojos.

Tabla 7.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
48	100% de DSP	L	100	4,0	--
49	100% de DSP	M	100	5,0	--
50	100% de DSP	Gantrez <sup>a</sup>	100	Sin floculante	--
51	30/70 de DSP/lodos rojos	M/HX-400 <sup>b</sup>	100/10	8,3	0,45
52	30/70 de DSP/lodos rojos	Gantrez <sup>a</sup> /HX-400 <sup>b</sup>	100/10	Demasiado turbia	5,53
53	30/70 de DSP/lodos rojos	M/SF1227 <sup>c</sup>	100/5	18	1,64
54	30/70 de DSP/lodos rojos	Gantrez <sup>a</sup> / SF1227 <sup>c</sup>	100/5	Demasiado turbia	10,75
55	40/60 de DSP/lodos rojos	M	200	3,0	0,72
56	40/60 de DSP/lodos rojos	M/HX-400 <sup>b</sup>	100/10	6,5	0,32
57	40/60 de DSP/lodos rojos	Gantrez <sup>a</sup> /HX-400 <sup>b</sup>	100/10	Demasiado turbia	6,83
58	40/60 de DSP/lodos rojos	M/SF1227 <sup>c</sup>	100/5	Demasiado turbia	1,30
59	40/60 de DSP/lodos rojos	Gantrez <sup>a</sup> / SF1227 <sup>c</sup>	100/5	Demasiado turbia	17,1

<sup>a</sup>Gantrez AN169 utilizado como material de partida para el Reactivo L y M

<sup>b</sup>Floculante Superfloc HX-400

<sup>c</sup>Floculante Superfloc 1227

25 **Ejemplo 9 - Reactivo N**

30 Se suspenden 10,0 g de Scripset 520 (un copolímero de estireno-anhídrido maleico fabricado por Hercules Inc., Wilmington, Delaware, Estados Unidos) en una mezcla de 40 g de dioxano y 80 g de tolueno. Se añaden 2,19 g de aminopropil-trietoxisilano en 10 g de tolueno. La mezcla se somete a reflujo durante 2 horas y después se enfría a temperatura ambiente. El polímero sólido se retira por filtración, se lava con hexano y se seca a 60 °C para producir el Reactivo N.

35 Como demuestran los datos presentados en la tabla 8, el Reactivo N muestra velocidades de sedimentación significativamente mayores cuando se usa en combinación con Superfloc HX-400 en una mezcla de 40/60 de DSP/lodos rojos. La claridad también se mejora significativamente.

Tabla 8.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
60	100% de DSP	N	100	5,7	--
61	40/60 de DSP/lodos rojos	N	200	4,8	0,50

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
62	40/60 de DSP/lodos rojos	N/HX-400 <sup>a</sup>	25/10	5,5	0,33
63	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>a</sup>	10	Demasiado turbia	4,48

<sup>a</sup>Floculante Superfloc HX-400

#### Ejemplo 10 - Reactivo O

5 Se suspenden 10,0 g de Gantrez AN 169 en una mezcla de 0,20 g de metanol, 4,0 g de tetrahidrofurano y 96,0 g de dioxano. Se añade una solución de 2,84 g de aminopropiltrióxosilano en 10 g de dioxano. La mezcla se somete a reflujo durante 2 horas y se enfría a temperatura ambiente. Una solución de 0,90 g de clorhidrato de hidroxilamina en 10 ml de metanol se mezcla con una solución de 0,75 g de metóxido de sodio al 95% en 20 ml de metanol. El sólido formado se deja sedimentar y la solución sobrenadante se añade a la mezcla de polímeros, que se agita durante 1 hora a temperatura ambiente. En reposo, la mezcla forma un gel friable que se suspende con hexano y se filtra. El polímero sólido se lava con hexano y se seca a 60 °C para proporcionar el Reactivo O.

#### Ejemplo 11 - Reactivo P

15 Se suspenden 10,0 g de Gantrez AN 169 en una mezcla de 0,20 g de metanol, 4,0 g de tetrahidrofurano y 96,0 g de dioxano. Se añade una solución de 2,84 g de aminopropiltrióxosilano en 10 g de dioxano. La mezcla se somete a reflujo durante 2 horas y se enfría a temperatura ambiente. Se añaden 10 g de metanol y la mezcla se agita durante 1 hora. Se añaden 100 ml de hexano y el polímero sólido se retira por filtración, se lava con hexano y se seca a 60 °C para producir el Reactivo P.

20 Como demuestran los datos presentados en la tabla 9, los Reactivos O y P muestran velocidades de sedimentación significativamente mayores cuando se usan en combinación con Superfloc HX-400 en una mezcla 40/60 de DSP/lodos rojos. La claridad también se mejora significativamente.

Tabla 9.

25

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
64	40/60 de DSP/lodos rojos	O	200	2,3	0,53
65	40/60 de DSP/lodos rojos	Gantrez <sup>a</sup>	200	Sin floculante	--
66	40/60 de DSP/lodos rojos	O/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	9,0	0,20
67	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>b</sup>	10	12,0	0,61
68	40/60 de DSP/lodos rojos	PAG	200	1,1	1,25
69	40/60 de DSP/lodos rojos	P/HX-400 <sup>b</sup>	25/10	9,4	0,37

<sup>a</sup>Gantrez AN169 utilizado como material de partida para el Reactivo O

<sup>b</sup>Floculante Superfloc HX-400

#### Ejemplo 12 - Reactivo Q

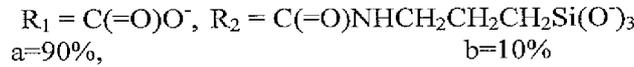
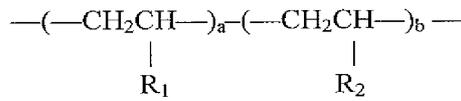
30 El monómero de silano N-(3-trietoxisilil)propilacrilamida se prepara de la forma siguiente: se disuelven 197,4 g de (3-aminopropil)trióxosilano y 89,9 g de trietilamina en 330 g de THF, se purgan con nitrógeno y se enfrían a 0 °C. Con mezclado, se añaden gota a gota 83,9 g de cloruro de acrilóilo. Después de la adición, la mezcla se calienta a 40 °C durante 2 horas. La mezcla se enfría a temperatura ambiente y la sal se retira por filtración. El disolvente THF se elimina con un evaporador rotatorio antes del uso.

35 Se añaden 11,5 g de agua desionizada y 10,8 g de una solución de hidróxido de sodio al 50% a una ampolla de 50 ml. Se añaden lentamente a la ampolla 6,45 g de ácido acrílico. La temperatura se mantiene inferior a 35 °C durante la adición de ácido acrílico con un baño de hielo. La solución se mezcla bien hasta que se disuelva todo el ácido acrílico y después se añaden 2,82 g del monómero de silano N-(3-trietoxisililo)propilacrilamida. La solución se mezcla bien hasta que todo el monómero de silano se disuelva. Se añaden 0,2 g de una solución acuosa al 16,75% de azobis(ácido 4-cianoalélico) (Wako V-501 disponible de Wako Chemicals USA, Inc. de Richmond, Virginia, Estados Unidos). La solución de monómero se purga con nitrógeno durante 30 minutos y se somete a un ciclo de congelación-evacuación-descongelación tres veces y se sella al vacío. Después de descongelar la solución, la ampolla se dispone en un baño a 65 °C y se lleva a cabo la polimerización durante 16 horas para producir el Reactivo Q. El polímero se descarga y se disuelve en una solución cáustica (hidróxido de sodio al 2%) para ensayos de rendimiento.

40

45

PA-silano – Estructura del Reactivo Q



Como demuestran los datos presentados en la tabla 10, el Reactivo Q muestra velocidades de sedimentación y una claridad significativamente mayores cuando se usa en combinación con Superfloc HX-400 en una mezcla 40/60 de DSP/lodos rojos

Tabla 10.

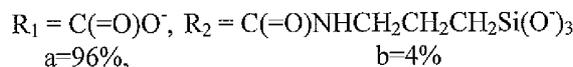
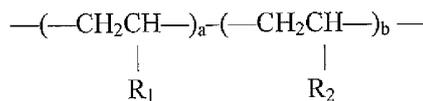
	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
70	40/60 de DSP/lodos rojos	Q/HX-400 <sup>a</sup>	50/15	5,5	1,58
71	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>a</sup>	15	Demasiado turbia	8,02

<sup>a</sup>Floculante Superfloc HX-400

**Ejemplo 13 - Reactivo R**

Se añaden 29,7 g de solución de hidróxido de potasio al 45% y 2,49 g de agua desionizada a un reactor. Después se añaden lentamente 15,68 g de ácido acrílico al reactor con agitación. La temperatura se mantiene inferior a 35 °C durante la adición de ácido acrílico con un baño de hielo. Después se añaden 2,55 g del monómero de silano N-(3-trietoxisilil)propilacrilamida, preparado en el Ejemplo 12. La solución se mezcla bien hasta que se disuelva todo el monómero de silano. La solución de monómero se purga con nitrógeno durante 30 minutos y se enfría a 0 °C. Se añaden 0,99 g de una solución acuosa al 1% de Wako V-501 y se continúa la purga de nitrógeno durante 15 minutos. Se cargan 0,08 g de una solución acuosa al 0,5% de persulfato de amonio, seguidos de 0,08 g de una solución acuosa al 0,5% de ácido hidroximetanosulfínico (sal monosódica dihidratada) y la solución se mezcla bien. Después de 30 minutos, el reactor se dispone en un baño a 75 °C y se lleva a cabo la polimerización durante 5 horas a 75 °C para producir el Reactivo R. El producto se disuelve en una solución cáustica (hidróxido de sodio al 2%) para ensayos de rendimiento.

PA-silano – Estructura del Reactivo R



Como demuestran los datos presentados en la tabla 11, el Reactivo R muestra velocidades de sedimentación y una claridad significativamente mayores cuando se usa en combinación con Superfloc HX-400 en una mezcla 30/70 de DSP/lodos rojos.

Tabla 11.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
72	30/70 de DSP/lodos rojos	R/HX-400 <sup>a</sup>	25/15	12,7	1,61
73	30/70 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>a</sup>	15	Demasiado turbia	6,01

<sup>a</sup>Floculante Superfloc HX-400

**Ejemplo 14**

El Reactivo R se somete a ensayos adicionales, proporcionando los datos presentados en la tabla 12. El Reactivo R a una dosis de 50 ppm muestra una velocidad de sedimentación similar a la de Superfloc HX-400 a 10 ppm, pero una claridad superior cuando se usa en combinación con Superfloc HX-400 a una dosis de 10 ppm en una mezcla



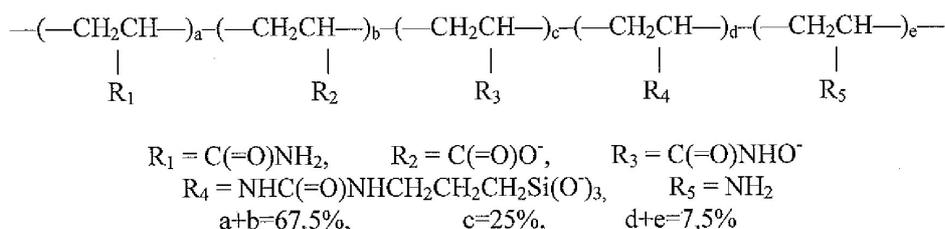
**Ejemplo 16 - Reactivo T**

Se prepara una emulsión del esqueleto polimérico de poli(ácido acrilamida-co-acrílico) en un proceso similar al descrito en el Ejemplo 15, excepto que la N-vinilformamida no está incluida en la fase acuosa. El producto en emulsión contiene el 32% de polímero real.

5 La solución de hidroxilamina que se va a cargar en la emulsión se prepara de la forma siguiente: Se cargan en un recipiente 9,17 g de sulfato de hidroxilamina y 35 g de agua desionizada y se agitan hasta que se disuelva todo el sulfato. Se añaden 0,88 g de tiosulfato de sodio anhidro y la solución se agita de nuevo hasta que todo el tiosulfato se disuelva. Con agitación, se añaden después gota a gota 17,25 g de solución de hidróxido de sodio al 50% para producir la solución de hidroxilamina. La temperatura de la solución se mantiene inferior a 30 °C durante la adición de hidróxido de sodio.

15 Se cargan 98,26 g de la emulsión del esqueleto polimérico en el reactor. Con agitación y manta de nitrógeno, se añaden 51,89 g de Exxsol D-80, seguidos de 3,4 g de Lumulse PEO2. Después, la emulsión se enfría a 0 °C. La emulsión se agita a 500 rpm mientras se añaden 10,62 g de hidróxido de sodio al 50%, seguidos de 20,48 g de solución de hipoclorito de sodio (11,5% de cloro disponible). La velocidad de agitación se reduce a 300 rpm después de 5 minutos y la emulsión se agita durante una hora. La velocidad de agitación se aumenta después a 500 rpm y se cargan 2,12 g de hidróxido de sodio al 50%, seguidos de 4,1 g de hipoclorito de sodio (11,5% de cloro disponible). Dos horas más tarde, se añaden 7,42 g de 3-aminopropiltrióxido de silano. La reacción se lleva a cabo durante 4 horas a 0 °C, 10 horas a temperatura ambiente y 4 horas a 40 °C. Cuando la mezcla de reacción se enfría a temperatura ambiente, la solución de hidroxilamina se carga a lo largo de un periodo de 5 minutos. La emulsión se agita a temperatura ambiente durante una hora y el producto se descarga. La solución acuosa del producto se prepara rompiendo la emulsión blanca en una solución de hidróxido de sodio al 2% que contiene SURFONIC N-95, produciendo el Reactivo T.

25 HX-silano – Estructura del Reactivo T



30 Como demuestran los datos presentados en la tabla 13, los Reactivos Q, S y T mejoran significativamente la velocidad de sedimentación y la claridad cuando se usan en combinación con Superfloc HX en una mezcla de 40/60 de DSP/lodos rojos.

Tabla 13.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
77	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>a</sup>	10	5,1	6,32
78	40/60 de DSP/lodos rojos	S	10	7,7	2,04
79	40/60 de DSP/lodos rojos	T	10	3,4	3,92
80	40/60 de DSP/lodos rojos	Q	10	9,4	0,98
81	40/60 de DSP/lodos rojos	S/HX-400 <sup>a</sup>	10/10	9,4	1,82
82	40/60 de DSP/lodos rojos	T/HX-400 <sup>a</sup>	10/10	8,3	1,87
83	40/60 de DSP/lodos rojos	Q/HX-400 <sup>a</sup>	10/10	14,4	0,62

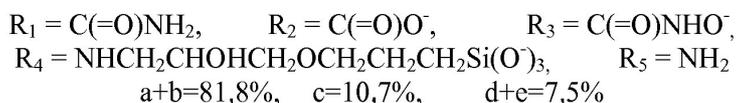
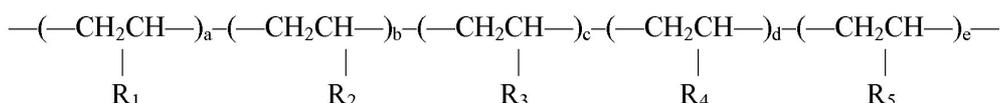
<sup>a</sup>Floculante Superfloc HX-400

35 **Ejemplo 17 - Reactivo U**

40 En este ejemplo se usa el esqueleto polimérico de poli(acrilamida-co-N-vinilformamida-co-acrílico) en emulsión sintetizado en el Ejemplo 15. La solución de hidroxilamina que se va a cargar en la emulsión se describe a continuación: se cargan 10,77 g de sulfato de hidroxilamina y 85,0 g de agua desionizada en un recipiente y se agitan hasta que se disuelva todo el sulfato. Con agitación, se añaden gota a gota 57,47 g de solución de hidróxido de sodio al 50% para producir la solución de hidroxilamina. La temperatura de la solución se mantiene inferior a 30 °C durante la adición de hidróxido de sodio. En este ejemplo, la solución de hidroxilamina no contenía tiosulfato de sodio.

5 Se cargan 115,16 g de la emulsión del esqueleto se carga en el reactor. Con agitación y con manta de nitrógeno, se añaden 63,37 g de Exxsol D-80, seguidos de 4,04 g de Lumulse PEO2. La emulsión se agita durante al menos 15 minutos. La solución de hidroxilamina se añade después a lo largo de un periodo de 5 minutos. La emulsión se agita a temperatura ambiente durante 16 horas y después a 55 °C durante dos horas. Después, la temperatura se reduce a 12 °C y se añaden 9,51 g de (3-glicidiloxipropil)trimetoxisilano a lo largo de un periodo de dos minutos. La reacción se mantiene a 40 °C durante 1 hora y después se enfría a temperatura ambiente. Se añaden 8,31 g de tiosulfato de sodio anhidro y la emulsión se agita durante una hora y se descarga. La solución acuosa del producto se prepara rompiendo la emulsión blanca en una solución de hidróxido de sodio al 2% que contiene SURFONIC N-95, produciendo el Reactivo U.

HX-silano – Estructura del Reactivo U



15 Como demuestran los datos presentados en la tabla 14, el Reactivo U muestra buenas velocidades de sedimentación y claridad en una mezcla 40/60 de DSP/lodos rojos.

Tabla 14.

	Sólidos suspendidos	Reactivo	Dosis (ppm)	Velocidad de sedimentación (m/h)	Claridad (g/l)
84	40/60 de DSP/lodos rojos	U	5	13,5	0,58
85	40/60 de DSP/lodos rojos	HX-400 <sup>a</sup>	5	24,0	0,64

<sup>a</sup>Floculante Superfloc HX-400

20 Todas las referencias citadas en el presente documento son útiles para la comprensión de la presente invención. En la medida en que las publicaciones y patentes o solicitudes de patente citadas en el presente documento contradigan la divulgación contenida en la memoria descriptiva, se pretende que la memoria descriptiva reemplace y/o prevalezca sobre cualquier material contradictorio.

25 La expresión "que comprende", tal como se usa en el presente documento, es sinónima de "que incluye", "que contiene" o "caracterizado por", y es inclusiva o abierta y no excluye elementos o etapas de procedimientos adicionales no mencionados.

30 A menos que se indique lo contrario, los parámetros numéricos establecidos en la memoria descriptiva pueden variar dependiendo de las propiedades deseadas que se desean obtener. Como mínimo, y no como un intento de limitar la aplicación de la doctrina de equivalentes al alcance de las reivindicaciones, cada parámetro numérico deberá interpretarse a la luz del número de dígitos significativos y enfoques de redondeo ordinarios.

35 La descripción anterior divulga varios procedimientos y materiales de la presente invención. La presente invención es susceptible a modificaciones en los procedimientos y materiales, así como a alteraciones en los procedimientos y equipos de fabricación. Dichas modificaciones resultarán evidentes para los expertos en la técnica a partir de una consideración de la presente divulgación o la puesta en práctica de la invención descrita en el presente documento. En consecuencia, no se pretende que la presente invención esté limitada a las formas de realización específicas descritas en el presente documento, sino que abarque todas las modificaciones y alternativas que se encuentren dentro del alcance de la invención tal como se materializa en las reivindicaciones adjuntas.

## REIVINDICACIONES

1. Uso para la floculación de aluminosilicatos de sodio insolubles y/o lodos rojos a partir de una corriente del proceso Bayer mediante el uso de una composición floculante que comprende un floculante polimérico que contiene silicio para aluminosilicatos de sodio insolubles y un floculante para lodos rojos del proceso Bayer seleccionados del grupo que consiste en floculantes aniónicos, floculantes catiónicos, floculantes no iónicos y floculantes anfóteros, seleccionándose los floculantes aniónicos del grupo que consiste en homopolímeros de ácido acrílico o acrilatos; copolímeros de monómeros de ácido acrílico o acrilato; homopolímeros de ácido metacrílico o metacrilatos; copolímeros de monómeros de ácido metacrílico o metacrilato; poliacrilamidas, sales de metal alcalino, metal alcalinotérreo o amonio de dichos ácidos; polímeros que contienen grupos de ácido hidroxámico o de sal hidroxámica; una combinación de cualquiera de los anteriores, y polímeros hidroxamatados aniónicos, y seleccionándose los floculantes no iónicos del grupo que consiste en almidón, polisacáridos, alginatos, dextrano y harina,
- 5  
10  
15 en el que el grupo silicio del polímero que contiene silicio está unido al esqueleto del polímero por medio de un grupo enlazador seleccionado del grupo que consiste en cadenas de alquilo C<sub>1-6</sub> lineal totalmente saturado, cadenas de alquilo con enlaces éter y los grupos.
- 20 -C(=O)(NH)CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -NHCH<sub>2</sub>CHOHCH<sub>2</sub>OCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-, -NHC(=O)NHCH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>-.
2. Uso según la reivindicación 1, en el que dicho floculante polimérico para lodos rojos del proceso Bayer es un floculante polimérico aniónico seleccionado del grupo que consiste en homopolímeros de ácido acrílico o acrilatos; copolímeros de monómeros de ácido acrílico o acrilato; homopolímeros de ácido metacrílico o metacrilatos; copolímeros de monómeros de ácido metacrílico o metacrilato; poliacrilamidas, sales de metal alcalino, metal alcalinotérreo o amonio de dichos ácidos; polímeros que contienen grupos de ácido hidroxámico o de sal hidroxámica; una combinación de cualquiera de los anteriores, y polímeros hidroxamatados aniónicos.
- 25  
30 3. Uso según la reivindicación 1 o 2, en el que el floculante polimérico que contiene silicio comprende una pluralidad de grupos -Si(OR)<sub>3</sub>, en los que R se selecciona independientemente del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo C<sub>1-20</sub>, alqueno C<sub>1-20</sub>, arilo C<sub>6-12</sub>, aralquilo C<sub>7-20</sub>, un ión metálico del grupo I, un ión metálico del grupo II y NR'<sub>4</sub><sup>+</sup>; seleccionándose R' independientemente del grupo que consiste en hidrógeno, alquilo C<sub>1-20</sub>, alqueno C<sub>1-20</sub>, arilo C<sub>6-12</sub> y aralquilo C<sub>7-20</sub>; y en el que R y R' están independientemente no sustituidos, hidroxí-sustituidos, o beta-hidroxí-sustituidos.
- 35 4. Uso según la reivindicación 3, en el que el floculante polimérico que contiene silicio se selecciona del grupo que consiste en una polietilenimina que contiene silicio, un copolímero de viniltrióxosilano, un copolímero de ácido acrílico y trióxosililpropilacrilamida, un polisacárido que contiene silicio, un copolímero de estireno/anhídrido maleico que contiene silicio, un copolímero de anhídrido maleico/alquil-vinil-éter que contiene silicio, y mezclas de los mismos.
- 40 5. Uso según la reivindicación 1 o 2, en el que el floculante polimérico que contiene silicio está hidroxamatoado.
6. Uso según la reivindicación 2, en el que el floculante polimérico aniónico es un polímero hidroxamatoado.
- 45 7. Uso según la reivindicación 2 o 6, en el que el floculante polimérico aniónico se selecciona del grupo que consiste en un poli(acrilato), un poli(acrilamida-co-acrilato) y mezclas de los mismos.
- 50 8. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 7, que comprende mezclar la composición floculante con una corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz para flocular al menos una porción de sólidos suspendidos en la misma, en el que los sólidos suspendidos se seleccionan del grupo que consiste en lodos rojos, un aluminosilicato de sodio insoluble, y mezclas de los mismos.
- 55 9. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que los sólidos suspendidos son un aluminosilicato de sodio insoluble, comprendiendo dicho uso:
- 60 - mezclar la composición floculante con la corriente del proceso Bayer en una cantidad eficaz para flocular de esta forma al menos una porción del aluminosilicato de sodio insoluble suspendido en la misma; y
- separar al menos una porción del aluminosilicato de sodio insoluble floculado así formado.
- 65 10. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 9, en el que el floculante polimérico para lodos rojos del proceso Bayer es un floculante polimérico aniónico y en el que la relación en peso de la cantidad del floculante polimérico que contiene silicio con respecto a la cantidad del floculante polimérico aniónico se encuentra en el intervalo de 100:1 a 1:10.
11. Uso según la reivindicación 10, en el que la relación en peso se encuentra en el intervalo de 10:1 a 1:2.

12. Uso según la reivindicación 10 u 11, en el que el floculante polimérico que contiene silicio comprende una pluralidad de grupos  $-\text{Si}(\text{OR})_3$ , y R se selecciona del grupo que consiste en  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$  y  $\text{NH}_4^+$ .
- 5 13. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 12, en el que el floculante polimérico aniónico tiene un peso molecular promedio en peso de 100.000 o superior, o de 1.000.000 o superior, o de 5.000.000 a 30.000.000.
- 10 14. Uso según una cualquiera de las reivindicaciones 10 a 13, en el que el floculante polimérico aniónico está presente en la composición floculante en una cantidad de 0,1 partes por millón a 1.000 partes por millón, o de 0,1 partes por millón a 500 partes por millón.