

Señor Director

NUEVAS CREACIONES

Superintendencia de Industria y Comercio

E. S. D.



RL

Trámite: 011 Evento: 378 Actuación: 523

Referencia: Expediente 14.105.098

Asunto: Solicitud de patente para: "CONCENTRACIÓN DE SUSPENSIONES".

Solicitante: BASF SE

Fecha de solicitud: 15 de mayo de 2014

RESPUESTA A PRIMER EXAMEN DE PATENTABILIDAD

LUZ CLEMENCIA DE PÁEZ, identificada como aparece al pie de mi firma, en mi condición de apoderada de la sociedad solicitante de la patente de la referencia, doy respuesta al Oficio 13529, notificado por fijación en lista el 17 de noviembre de 2015.

I. MODIFICACIONES AL PLIEGO REIVINDICATORIO

1. En respuesta al examen de patentabilidad el solicitante decide aportar un nuevo capítulo reivindicatorio conformado por 6 reivindicaciones en las que se han incluido las siguientes modificaciones:

1.1. Se ha introducido en la reivindicación 1 que la concentración de (C2) se encuentra por encima de 20,000 ppm.

1.2. Se ha limitado la definición del componente activador, del componente supresor, del extintor de radicales y del agente secuestrante en la reivindicación 1.

1.3. Igualmente, se incluyeron en la reivindicación 1 las características técnicas previamente divulgadas en las reivindicaciones 2 y 15.

"EXCELENCIA LEGAL EN UN MUNDO SIN FRONTERAS"

BOGOTÁ - Edificio Suki - Carrera 4 No. 72 - 35 - Código Postal 110221 - Tel. (57-1) 347 3511 - Fax (57-1) 211 8650 - Fax in U.S.A: (1-305) 675 7743 - COLOMBIA
MEDELLÍN - San Fernando Plaza - Carrera 43 A No. 1 - 50 - Torre Protección Oficina 952 - Código Postal 050021 - Tel: (57-4) 520 4760 / (57-4) 326 0769 / (57) 317 365 8663 / (57) 310 532 2385 - COLOMBIA
BARRANQUILLA - Calle 64 No. 50-20 - Oficina 201 - Código Postal 080032 - Barrio El Prado - Tel. (57-5) 3 51 64 40 - COLOMBIA

www.cavelier.com
cavelier@cavelier.com

1.4. Se eliminaron las reivindicaciones 2, 4 a 7, 9, 10, 14 y 15. Consecuentemente, todas las objeciones realizadas a las mismas deben verse superadas.

1.5. Se eliminó la expresión "al menos" de la totalidad del pliego reivindicatorio. Por consiguiente la objeción hacia dicho término debe verse superada

2. Igualmente se han incluido las siguientes modificaciones al capítulo descriptivo:

2.1. Se corrigió la traducción en la descripción del sistema de agente, aclarando que el agente de control comprende iia) por lo menos un componente activador y iib) por lo menos un componente supresor.

2.2. Se corrigió la traducción de la descripción de las ventajas encontradas por los inventores, especificando ahora que: *"Los inventores han encontrado que usando el sistema de agente de la invención que emplea una combinación de un agente oxidante y un agente de control, se puede alcanzar un control más cuantitativo y cualitativo de la acción de los agentes."*

2.3. Se corrigió la traducción de la prueba de sedimentación, de manera que ahora es claro que *"Si, sin embargo, la velocidad de sedimentación se reduce en comparación con la prueba de control, entonces la prueba debe repetirse con una dosis más baja de agente oxidante..."*

2.4. Se corrigió la traducción de la oración previamente encontrada en la página 42, líneas 21 a 22, ahora quedando claro que *"El floculante provoca la floculación por formación de puentes de los sólidos y aumenta la velocidad a la que los sólidos se depositan para formar un lecho"*. Así queda claro que el floculante incrementa la floculación por formación de puentes, lo que va de acuerdo a lo esperado por la persona versada en la materia.

2.5. La traducción del término "yield stress" que antes se encontraba como "esfuerzo de rendimiento", "tensión de fluencia" y "rendimiento estrés" ha sido unificado como "esfuerzo de fluencia". De manera similar, el término "shear reate" que antes aparecía

como "velocidad de esfuerzo cortante" y "velocidad de deformación" se unificó como "velocidad de cizallamiento".

2.6. Se ha corregido la traducción de la expresión "baffled feedwell" que previamente se había traducido como "pozo de alimentación suspendido", siendo ahora "pozo con deflectores".

2.7. Se han modificado los ejemplos 1.3 y 1.4, aclarando que se agrega una solución de sulfato de hierro (II) a 20% p/v, para obtener 10 ppm de iones metálicos de hierro (II) disueltos en la suspensión. La persona versada en la materia entendería que la adición de sulfato de cobre no generaría iones de hierro (II) y que ha habido un error tipográfico en la descripción. Además, los encabezados de los ejemplos 1.3 y 1.4 son claros en cuanto mencionan que el activador es hierro (II) y que el resultado de la adición de la solución de sulfato es proporcionar los iones metálicos de hierro (II). La persona versada en la materia inmediatamente se daría cuenta que se quería mencionar que la solución adicionada era una solución de sulfato de hierro (II) y no una de peróxido de hidrógeno (ejemplo 1.3 original) o de sulfato de cobre (ejemplo 1.4 original).

2.8. Se ha corregido la traducción del ejemplo 2.2, de manera que ahora es claro que el polímero empleado en el mismo fue acrilato de sodio de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico/acrilamida 30/70.

Teniendo en cuenta lo anterior, se deben dar por superadas todas las objeciones relacionadas con la claridad del capítulo descriptivo, en particular teniendo en cuenta que se han realizado todas las modificaciones requeridas por el Señor Examinador.

Estas modificaciones se ajustan al artículo 34 de la Decisión 486 de 2000 y no constituyen una ampliación de la protección que correspondería a la divulgación contenida en la solicitud inicial.

A pesar de eliminar materia del pliego reivindicatorio originalmente presentado, mi representada no renuncia a la protección que pueda obtener sobre dicha materia y se reserva el derecho de presentar una solicitud divisional que la contenga durante el trámite de la presente solicitud.

II. EN CUANTO A LA SUPUESTA FALTA DE CLARIDAD

1. Con respecto a la expresión “una dosis inferior a”, en la reivindicación 1, con respecto al agente oxidante tiene como fin guiar a la persona versada en la materia al hecho de que la cantidad de agente oxidante aplicado a la suspensión debe ser insuficiente para traer efectos de deterioro en la tasa de asentamiento. Sin embargo, mediante la adición del activador a las capas de sólidos asentadas, la presencia del activador aumentaría el efecto del agente oxidante en la capa asentada, que es precisamente donde este efecto es deseado. La persona versada en la materia se daría cuenta que la misma cantidad de agente oxidante que estaría por debajo de la cantidad efectiva, siempre dependerá del agente oxidante que sea utilizado en particular. Además, la persona versada en la materia sería capaz de determinar por medio de experimentación rutinaria la cantidad exacta del agente de oxidación en particular que cuando se adiciona a la suspensión sería suficiente para traer cualquier efecto adverso en la tasa de asentamiento. Por consiguiente, este término no le resta claridad al pliego reivindicatorio y debe ser aceptado.

2. El término “una dosis suficiente”, mencionada en la reivindicación 1, con respecto al componente supresor, tiene la función de guiar a la persona versada en la materia a que la cantidad del supresor debe ser suficiente para llevar a una reducción en la concentración del compuesto activador. El propósito de lo anterior es con respecto a la concentración de activador siendo tan elevada (por encima de 20,000 ppm) que a esta concentración el activador no tendría un efecto beneficioso en el agente oxidante. La persona versada en la materia entendería de esto que la cantidad del componente supresor, en primer lugar dependería del compuesto particular empleado como supresor y del activador particular. Además, la persona versada en la materia entendería que para reducir la concentración del compuesto activador para que esté por debajo de 20,000 ppm, la cantidad de compuesto supresor puede determinarse mediante experimentación científica. Por consiguiente, esta expresión debe ser aceptada, teniendo en cuenta que no le resta claridad al pliego reivindicatorio al ser del todo interpretable por la persona medianamente versada en la materia.

3. El término "por encima" es utilizado en la reivindicación 1 con respecto a la concentración del activador. La reivindicación antes de ser modificada utilizaba esta expresión para especificar que el activador se encuentra por encima de la concentración efectiva o del rango de concentraciones (C1) que incrementaría la actividad del agente oxidante. Esto se ha definido de manera más precisa para especificar que esta concentración particular o rango de concentraciones (C1) se encuentra por debajo de 20,000. La persona versada en la materia entendería que lo anterior quiere decir que la concentración del componente activador, cuando se encuentra por encima de 20,000ppm, no lograría el aumento de la actividad del agente oxidante. Además, la persona versada entendería que en este escenario, para que el componente activador aumente la actividad del agente oxidante, la concentración del activador debe reducirse mediante la adición del componente supresor hasta que la concentración esté por debajo de una concentración de 20,000ppm. Por consiguiente, el término objetado no le resta claridad a la reivindicación 1.

La reivindicación 1 se ha modificado precisamente para definir que el activador se encuentra en una concentración (C2) que no incrementaría la actividad del agente oxidante por estar específicamente por encima de los 20,000ppm. La reivindicación ya especifica que esta concentración (C2) se encuentra por encima de la concentración efectiva o rango de concentraciones (C1). Por consiguiente, en otras palabras, la concentración efectiva o rango de concentraciones (C1) es una concentración que se encuentra por debajo de la concentración (C2) y consecuentemente es una concentración o rango de concentraciones que no se encuentra por encima de los 20,000ppm.

Como se ha demostrado, la concentración C2 correspondiente a la concentración del activador que se encuentra por encima de la concentración efectiva para aumentar la actividad de los agentes oxidantes, se encuentra precisamente definida por encima de los 20,000ppm. Como se ha explicado previamente, sólo las altas concentraciones del activador (por encima de 20,000ppm en este caso), las cuales no son efectivas para aumentar la actividad del agente oxidante. Todas las concentraciones de activador por debajo de C2 serían útiles para aumentar el efecto del agente oxidante.

Así pues, es del todo claro que en las partes 3 y 4 de la reivindicación 1, el activador se encuentra presente en la suspensión en esta alta concentración inefectiva C2.

En la parte 4, el supresor es adicionado a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se sedimenten, a una dosis suficiente para reducir la concentración del activador a la "concentración efectiva" C1 (no por encima de 20,000ppm). Como en el caso de la parte 3, las partículas sólidas floculadas se sedimentan para formar una capa asentada de sólidos en el medio acuoso. Esta segunda capa de sólidos en el medio acuoso es todavía parte de la misma suspensión. El agente oxidante se adiciona a la capa asentada, la cual comprende el activador y la ahora efectiva concentración C1 (no por encima de 20,000ppm) con la consecuencia de que el activador interactuará con el agente oxidante para aumentar su actividad.

4. La reivindicación 1 se ha modificado para incluir que el componente activador del agente de control se puede seleccionar entre iones de hierro (II), hierro (III), hierro (IV) y cobre (II). Así pues, ahora la persona versada en la materia no tiene duda acerca de la categoría específica de los compuestos reivindicados. Como se ha especificado el término "activador" con una definición precisa e inequívoca, la objeción has el mismo debe darse por superada.

5. De manera similar, se modificó la reivindicación 1 para definir el componente supresor de manera que se selecciona del grupo que consiste de a) extintor de radicales, b) agente secuestrante y c) sales de metales que promueven la formación de especies colaterales y desactivadas (complejos), cuyas sales metálicas se seleccionan entre sales de magnesio (II) y manganeso (II). Adicionalmente se definió el extintor de radicales como bisulfito de sodio. Similarmente, se definió el agente secuestrante de acuerdo con las definiciones en las páginas 20 y 21 de la presente solicitud. Como el supresor se encuentra ahora definido precisamente por la sustancia específica, la persona versada en la materia no tendría duda alguna acerca de su significado exacto. El término "supresor" se encuentra ahora definido inequívocamente en la reivindicación 1 y no carece de claridad.

6. La expresión "concentración efectiva" en la reivindicación 1 se utiliza para caracterizar la concentración de activador que incrementaría la actividad del agente oxidante. El activador se ha definido como uno o más iones de hierro (II), (III), (IV) y cobre (II). Se explica en la solicitud que los iones respectivos tienden a interactuar con el agente oxidante para generar más rápidamente radicales reactivos apropiados, acelerando el

efecto del agente oxidante. Sin embargo, como también divulga la solicitud, el las circunstancias en las que un activador es cualquiera de los iones listados y presentan una alta concentración, por encima de 20,000ppm por ejemplo, esta alta concentración del activador no activaría el agente oxidante. Por consiguiente, es esencial darse cuenta que es sólo a estas altas concentraciones que los iones activadores mencionados no interactuarán con el agente oxidante. La persona versada en la materia entendería que es sólo cuando el activador se encuentra en altas concentraciones que no habrá interacción del activador con el agente oxidante. Por consiguiente, la persona versada en la materia entendería que la concentración de los iones activadores por debajo de este punto, entonces llevaría a una interacción con el agente oxidante. Por consiguiente la expresión objetada es del todo clara y su restricción llevaría a una limitación indebida del alcance de la solicitud.

7. Con relación al término “floculante polimérico orgánico”, el mismo se ha definido como polímeros específicos, mediante la inclusión de las características previamente reportadas en la reivindicación 15. Por consiguiente, se debe dar por superada la objeción hacia el mismo.

8. Con respecto al “sistema de agente”, el mismo se encuentra caracterizado por comprender (i) un agente oxidante y (ii) un agente de control. Estos dos agentes han sido claramente definidos en la reivindicación 1, por lo que es claro para la persona versada en la materia cuál es la composición del sistema de agente. Por consiguiente, se debe dar por superada la objeción hacia la expresión mencionada.

9. Los términos “polímero no iónico o aniónico”, “polímero natural” y “sintético” se han eliminado de las reivindicaciones, por lo que la objeción hacia los mismos debe verse superada.

10. Con respecto a los términos “partículas minerales”, “mineral”, y “arenas minerales”, se desea aclarar que son expresiones muy bien conocidas y aceptables para la persona versada en la materia de las industrias mineras, tales como la industria del carbón, la industria de las arenas minerales, la industria del aluminio, la industria de la extracción de diamante, entre otras. La persona versada en la materia en el campo técnico

relevante no tendría duda alguna con respecto a lo que estos términos significan. Consecuentemente amablemente se pide a su despacho dar por superada la objeción.

III. ESTADO DE LA TÉCNICA

Su despacho ha determinado como estado de la técnica más cercano a la invención:

1. D1, titulado "Concentration of suspensions", correspondiente a la solicitud de patente WO2011/125047. Esta anterioridad divulga un proceso mejorado de floculación para la concentración de suspensiones, en donde los sólidos floculados pueden decantarse para formar un lecho en el cual se puede lograr la obtención de altos contenidos de sólidos o de esfuerzos cortantes de fluencia reducidos.

IV. EN CUANTO A LA SUPUESTA FALTA DE NIVEL INVENTIVO

1. D1 describe un proceso de concentración de suspensiones de partículas sólidas mediante sedimentación por gravedad en un recipiente, que comprende los pasos de adicionar al menos un floculante orgánico polimérico a la suspensión para formar una suspensión de sólidos floculados que se asientan para formar un lecho de sólidos consolidados y luego la introducción de una cantidad efectiva de un agente en el lecho de sólidos consolidados o en los sólidos floculados que se están asentando. El agente se selecciona entre un grupo que consiste en agentes de radicales libres y agentes oxidantes, y el agente es introducido por uno de seis medios mecánicos. (Resumen)

2. El Examinador se refiere a D1, página 8, líneas 27 y 28, con respecto a la antigua reivindicación 4 de la solicitud, refiriéndose a los componentes activadores específicos (iones hierro (II), hierro (III), hierro (IV) y cobre (II)) que se encuentran ahora incluidos en la nueva reivindicación 1. Sin embargo, se debe tener en cuenta que esta segmento de D1 meramente menciona agentes de radicales libres apropiados incluyen compuestos químicos seleccionados de un grupo de consiste en sulfato de amonio ferroso y nitrato de amonio cérico. Los compuestos ferrosos serían obviamente hierro (II). Sin embargo, en este caso el contexto en el que el sulfato de amonio ferroso es usado es como el agente de D1. Por consiguiente, en este caso, el sulfato de amonio ferroso sería utilizado en D1 en lugar del agente oxidante y no en conjunto con el agente oxidante.

3. Aunque D1 describe que un floculante polimérico orgánico y una agente son aplicados a la suspensión y que el agente puede ser un agente oxidante, D1 no describe la utilización de un agente oxidante en conjunto con el agente de control. En los cuatro aspectos de la reivindicación 1 de la presente solicitud, el agente de control debe comprender un agente activador. Específicamente, el componente activador debe ser uno de iones hierro (II), hierro (III), hierro (IV) o cobre (II). D1 no menciona la utilización de ninguno de estos iones en conjunto con un agente oxidante. Además, el tercer y el cuarto aspecto de la reivindicación 1, requieren la utilización adicional de un componente supresor, como también de iones de hierro (II), hierro (III), hierro (IV) o cobre (II). Adicionalmente, el componente supresor debe ser cualquiera de los químicos específicos que se mencionan en la nueva reivindicación 1.

4. En resumen, D1 difiere de la reivindicación 1, en cuanto a que D1 no menciona ni sugiere la aplicación de iones de hierro (II), hierro (III), hierro (IV) o cobre (II) en conjunto con el agente oxidante.

5. Tradicionalmente, en proceso de separación de sólidos en líquido, particularmente en aquellos de para suspensiones de material mineral, se emplean recipientes agitados convencionales de separación, usualmente conocidos como clarificadores/espesantes gravimétricos. La suspensión es típicamente floculada mediante la adición de un agente floculante y los sólidos floculados se asientan en la base del recipiente para formar un lecho, mientras que el líquido separado fluye desde la cima del recipiente como un rebosadero, usualmente hacia un segundo recipiente que lo recolecta para, por ejemplo, un tratamiento posterior. La capa de sólido fluye desde el fondo del recipiente y puede ser bombeado para su posterior tratamiento o para su disposición. Sin embargo, el factor limitante de dicha separación sólido-líquido es el esfuerzo de fluencia de la capa de sólidos sedimentados. Típicamente, si el nivel de sólidos de la capa asentada es muy alto, entonces el esfuerzo de fluencia puede ser tan alto que los rastrillos en el recipiente de sedimentación no pueden operar y la capa asentada no puede ser bombeada desde el recipiente utilizando equipos convencionales. Consecuentemente, dichas operaciones de separación tenderían a operar manteniendo los sólidos a su más alto nivel para alcanzar un esfuerzo de fluencia factible para la operación del equipo.

6. D1 aborda este requisito mediante la utilización de un agente, tal como un agente oxidante, después de la adición de un floculante polimérico orgánico, ya sea a los sólidos floculados que están asentándose o al lecho consolidado de sólidos. D1 puede aumentar el contenido de sólidos de los sólidos consolidados para un esfuerzo de fluencia dado o reducir el esfuerzo de fluencia para un contenido de sólidos determinado. Sin embargo, ensayos han mostrado que cuando el agente es aplicado a los sólidos que se están asentando cuando el agente es un agente oxidante, se puede interrumpir la sedimentación de los sólidos floculados. Sin embargo, incluso cuando el agente, por ejemplo un agente oxidante, es adicionado al lecho consolidado, es difícil controlar el proceso mediante la adición de sólo un agente oxidante y después puede no ser siempre posible alcanzar una reducción deseada del esfuerzo de fluencia para un contenido de sólidos dado o un aumento suficiente deseado en sólidos para un esfuerzo de fluencia dado.

7. El problema técnico objetivo abordado por la presente solicitud es controlar el proceso de manera más consistente para que la cantidad aumentada de agente oxidante puede ser evitada o para que el contenido de sólidos/esfuerzo de fluencia puedan ser controlados de manera más consistente.

8. La presente invención soluciona este problema utilizando el agente oxidante en conjunto con un agente de control que debe al menos contener un componente activador que es cualquiera de iones de hierro (II), hierro (III), hierro (IV) o cobre (II).

9. Los cuatro aspectos de D1 requieren:

9.1. En la parte (1), que el agente oxidante sea adicionado a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado, pero en una dosis por debajo de la cual perjudica la velocidad de sedimentación y el componente activador es adicionado a la capa asentada; O

9.1. En la parte (2), que el componente activador sea adicionado a la suspensión antes de que los sólidos floculados se hayan asentado y el agente oxidante es adicionado a la capa asentada de sólidos; O

9.2. En la parte (3), que el agente oxidante sea adicionado a la suspensión antes de que las partículas floculadas se hayan asentado en una dosis por debajo de la cual perjudicaría la velocidad de sedimentación, y el componente activador está presente en la suspensión en concentración (C2), la cual se encuentra por encima de los 20,000ppm, y no incrementaría la actividad del agente oxidante, y esta concentración (C2) está por encima de la concentración o rango de concentraciones (C1) que incrementaría la actividad del agente oxidante ; y que el componente supresor sea adicionado a la capa asentada de sólidos en una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a la concentración efectiva o dentro del rango de concentraciones efectivas (C1); O

9.3. En la parte (4), que el componente activador esté presente en la suspensión en una concentración (C2), la cual se encuentra por encima de los 20,000ppm y la cual no aumenta la actividad del agente oxidante y cuya concentración (C2) se encuentra por encima de la concentración o del rango de concentraciones (C1) que aumentaría la actividad del agente oxidante; y el componente supresor es adicionado a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado en una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a la concentración efectiva o entre del rango de concentraciones efectivas (C1); y el agente oxidante es adicionado a la capa asentada de sólidos.

10. Por consiguiente, en las partes (1) y (3) el agente oxidante es adicionado a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado. En el caso de la parte (1), el componente activador es adicionado a la capa asentada de sólidos. En el caso de la parte (3) el activador ya se encuentra presente en la suspensión, aunque a una concentración por encima de los 20,000 ppm.

11. Por consiguiente, en las partes (2) y (4) el agente oxidante se adiciona a la capa asentada de sólidos (después de que las partículas sólidas floculadas se han asentado). En el caso de la parte (2), el componente activador es adicionado a la suspensión antes de que los sólidos floculados se hayan asentado. En el caso de la parte (4) el componente activador ya se encuentra presenta en la suspensión, aunque en una concentración mayor a los 20,000 ppm.

12. Los inventores han descubierto que mediante la utilización de este sistema de agente especial, que involucra los agentes oxidantes y agentes de control específicamente mencionados en la presente solicitud, proporcionados de acuerdo con los cuatro aspectos anteriormente mencionados y definidos en la reivindicación 1, el proceso de concentrar la suspensión de sólidos con una reducción deseada en el esfuerzo de fluencia para un contenido de sólidos dado o un aumento deseado en el contenido de sólidos para un esfuerzo de fluencia dado, puede ser alcanzado con mucha más consistencia.

13. El sistema ingenioso desarrollado por los inventores para controlar el esfuerzo de fluencia y el contenido de sólidos de manera consistente no fue contemplado en D1. Por consiguiente, la persona versada en la materia, con el objetivo de mejorar el proceso de D1 para sobrepasar el problema de **controlar el proceso de manera más consistente**, para prevenir la utilización de una cantidad aumentada de agente oxidante/ para que el esfuerzo de fluencia pueda ser **controlado con mayor consistencia**, no tendría expectativa de que el proceso pueda ser modificado de tal manera utilizando los **agentes de control específicamente definidos**, en conjunto con el agente oxidante como proporciona la presente invención para superar este inconveniente. Consecuentemente, la materia reivindicada actualmente no resulta obvia en vista de D1.

14. Por consiguiente, la presente invención tal como se encuentra definida en la reivindicación 1 y sus reivindicaciones dependientes sí tiene nivel inventivo.

V. PETICIÓN

1. Puesto que se ha dado respuesta a todas las objeciones formuladas por la Dirección de Nuevas Creaciones, se solicita proceder al otorgamiento de la solicitud de patente.

2. De manera subsidiaria, y en caso de que la Dirección de Nuevas Creaciones tenga observaciones adicionales a la patentabilidad del invento, solicito emitir un nuevo requerimiento en el marco del artículo 45 de la Decisión 486 de 2000.

VI. ANEXOS

1. Nuevo pliego reivindicatorio conformado por 6 reivindicaciones; y
2. Nuevo capítulo descriptivo.

Señor Director,


LUZ CLEMENCIA DE PÁEZ

C.C. 35.456.344 de Usaquén

T.P.A. No. 23.555

REIVINDICACIONES

1.- Un proceso de concentración de una suspensión de partículas sólidas en un medio acuoso que comprende introducir en la suspensión un floculante polimérico orgánico seleccionado entre el grupo que consiste del homopolímero de acrilato de sodio, el homopolímero de acrilamida y copolímeros de acrilamida y acrilato de sodio y la adición de un sistema de agente, en el que las partículas sólidas en la suspensión se flocula por la acción de un floculante polimérico orgánico y partículas sólidas floculadas así formadas se depositan para formar una capa asentada de sólidos en el medio acuoso, en el que el sistema de agente comprende:

i) un agente oxidante seleccionado entre el agente oxidante de percloritos, hipocloratos, perbromatos, hipobromitos, peryodatos, hipoyoditos, perboratos, percarbonatos, persulfatos, peracetatos, ozono y peróxidos.;

ii) un agente de control, en el que el agente de control está compuesto de iia) un componente activador y/o iib) un componente supresor, en el que un componente activador aumenta la actividad del agente oxidante y el componente supresor disminuye la concentración del componente activador, en donde el componente activador de un agente de control se selecciona del grupo que consiste de hierro (II) (Fe^{2+}), iones de hierro (III) (Fe^{3+}), iones de hierro (IV) (Fe^{4+}) y iones de cobre (II) (Cu^{2+}), en donde el componente supresor de un agente de control se selecciona del grupo que consiste en a) extintor de radicales, b) agente secuestrante y c) sales de metales que promueven la formación de especies colaterales y desactivadas (complejos), cuyas sales metálicas se seleccionan entre sales de magnesio (II) y manganeso (II), en donde el extintor de radicales es bisulfito de sodio, en donde el agente secuestrante se selecciona del grupo que consiste en ácido etilendiamina tetra acético o sales del mismo, etilendiamina, ácido dietilentriaminopentaacético o sales del mismo, ácido hidroxietiliden difosfónico o sus sales, ácido nitrilotriacético o sales del mismo, ácido trimetileno amino fosfónico o sales del mismo, ácido metileno etilendiamino tetra fosfónico o sales del mismo, ácido dietilentriamina penta metileno fosfónico o sales del mismo, ácido 2-fosfonobutano-1,2,4-tricarboxílico o sales del mismo, ácido 2-hidroxi fosfono carboxílico o sales del mismo, (bis (hexametilen -triamino- ácido penta (fosfónico de metileno)) o sales del mismo, en el que

1) un agente oxidante se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se han asentado en una dosis inferior a la que perjudicará la velocidad de sedimentación y un componente activador se añade en la capa asentada de sólidos; o

2) un componente activador se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se han asentado y un agente oxidante se añade en la capa asentada de sólidos; o

3) un agente oxidante se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se han asentado en una dosis inferior a la que perjudicará la velocidad de sedimentación; un componente activador está presente en suspensión a la concentración (C2) que no aumentará la actividad del agente oxidante y que la concentración (C2) está por arriba de la concentración o rango de concentraciones (C1) eficaces que aumentan la actividad del agente oxidante; cuya concentración (C2) está por encima de 20,000 ppm y un componente supresor se añade en la capa asentada de sólidos a una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a la concentración eficaz o dentro de la gama de concentraciones (C1); o

4) un componente activador está presente en suspensión a la concentración (C2) que no aumentará la actividad del agente oxidante y que la concentración (C2) está por arriba de la concentración o rango de concentraciones (C1) eficaz que aumenta la actividad del agente oxidante; cuya concentración (C2) está por encima de 20,000 ppm y un componente de supresor se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se han asentado en una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a la concentración eficaz o dentro de la gama de concentraciones (C1); y un agente oxidante se añade en la capa asentada de sólidos.

2.- Un proceso de acuerdo con la reivindicación 1 o la reivindicación 2, en donde el agente oxidante es agua de ozono o peróxido de hidrógeno.

3.- Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, que es un proceso de sedimentación, que se lleva a cabo en un recipiente de sedimentación, preferiblemente un clarificador gravimétrico.

4.- Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la capa de sólidos en suspensión en el medio acuoso forma una corriente de fondo que se transfiere a continuación, ya sea a un área de disposición o a una operación de procesamiento de minerales.

5.- Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la suspensión de partículas sólidas comprende partículas minerales.

6.- Un proceso de acuerdo con cualquier reivindicación precedente, en donde la suspensión de partículas sólidas se deriva de mineral o las operaciones de procesamiento de energía y/o sustratos de relaves y se selecciona del grupo que consiste de bauxita, metales de base, metales preciosos, sólidos de hierro que contiene, sólidos de níquel que contienen residuos de carbón, arenas minerales, arenas petrolíferas, caolín, diamantes y uranio que contiene sólidos.

CONCENTRACIÓN DE SUSPENSIONES

La presente invención se refiere a un proceso de espesamiento mejorado en el que las suspensiones acuosas de sólidos están floculadas y se asientan para formar una suspensión más concentrada. La mejora de la invención se refiere a un nuevo sistema de agente que proporciona un mejor control de la reología y/o el esfuerzo de fluencia y/o contenido de sólidos de la suspensión más concentrada.

Se sabe que para concentrar suspensiones de sólidos en líquidos acuosos mediante el uso de floculantes da como resultado la floculación de los sólidos lo que facilita la separación de sólidos del líquido. En muchos procesos de los sólidos floculados se depositan para formar un lecho por sedimentación. En otros procesos de separación se puede facilitar por la deshidratación mecánica o espesamiento mecánico, por ejemplo en la presión de filtración, centrifugación, espesantes de banda y prensas de cinta.

Los tipos de floculantes agregados a la suspensión dependerán a menudo del sustrato. Las suspensiones generalmente tienden a ser floculadas por polímeros de alto peso molecular. Ejemplos de esto se describen en el documento WO-A-931 852 y US 3,975,496 que se refieren a la floculación de suspensiones de minerales, tales como barro rojo. Otras descripciones de floculantes poliméricas de alto peso molecular incluyen US 6447687, WO-A-0216495 y WO-A- 02083258 que se tratan de la floculación de lodos de aguas residuales. También se conoce a veces la adición de otros aditivos químicos con el fin de condicionar la suspensión. Por ejemplo, las suspensiones pueden ser coaguladas primero por un coagulante polimérico de alta densidad de carga tales como poliDADMAC o coagulantes inorgánicos que incluyen cloruro férrico.

Otros aditivos también se utilizan en el acondicionamiento de suspensiones. Por ejemplo a veces se añaden peróxidos a las suspensiones, tales como lodos de aguas residuales u otras suspensiones que contienen material orgánico con el fin de eliminar agentes reductores y también para reducir los olores, la formación de gas o prevenir la putrefacción. En general, los peróxidos o agentes oxidantes se pueden añadir con el fin de eliminar las sustancias perjudiciales o no deseadas u otros materiales contenidos en la suspensión. Generalmente la cantidad de peróxidos u otros agentes oxidantes añadidos sólo sería suficiente para eliminar las sustancias y materiales no deseados y, en general peróxidos u otros agentes oxidantes se incluyen en cantidades relativamente pequeñas de tal manera que ninguno o muy pocos de los peróxidos u otros agentes oxidantes seguirán permaneciendo.

Los ejemplos de la adición de peróxidos de los lodos residuales se describen en JP56150481. Los peróxidos o agentes oxidantes también pueden añadirse a otras suspensiones por razones similares, incluyendo el tratamiento de material de dragado para eliminar los contaminantes como se describe en US 2003 121863 y JP 101 091 00. El documento JP 11156397 describe un proceso para flocular lodo usando polímeros no iónicos y aniónicos en el que el lodo ha sido pretratado con un agente oxidante.

El documento US 6733674 describe un procedimiento de deshidratación de lodos mediante la adición de una cantidad efectiva de una o más enzimas celulolíticas y uno o más oxidantes y uno o más agentes de floculación para formar una mezcla en agua que se coagula y flocula seguido de la separación de los sólidos del agua.

Los ejemplos parecen indicar un tiempo significativo transcurrido entre la adición oxidante y floculación. Las enzimas parecen estar presentes con el fin de degradar el material contenido en el lodo.

Las suspensiones se concentran con frecuencia en un recipiente espesante por gravedad. Un flujo continuo de la suspensión se alimenta típicamente en el espesante y se trata con un floculante. Así, los sólidos floculados se asentaron para formar un lecho de flujo subyacente sólido y un sobrenadante de flujos líquidos acuosos hacia arriba y se retira por lo general del recipiente espesante a través de un perímetro en la superficie del agua. Normalmente, el recipiente de espesante tiene una base cónica de tal manera que el flujo subyacente se puede retirar fácilmente desde el centro de la base. Además un rastrillo giratorio ayuda a la eliminación de los sólidos del flujo subyacente. Un proceso típico para la concentración de suspensiones en un espesante por gravedad se describe en US4226714.

Varias suspensiones se pueden concentrar en espesantes de gravedad, incluyendo suspensiones de sólidos orgánicos, tales como aguas de desecho, aguas residuales y lodos residuales. También es un lugar común para espesar o desaguar suspensiones minerales mediante espesantes de gravedad.

En una operación típica de proceso de minerales, los residuos sólidos se separan de los sólidos que contienen valores de minerales en un procedimiento acuoso. La suspensión acuosa de sólidos de desecho a menudo contiene arcillas y otros minerales, y que normalmente se conocen como relaves. Estos sólidos se concentran a menudo por un proceso de floculación en un espesante y se depositan para formar un lecho. En general es conveniente eliminar la mayor cantidad de agua de los sólidos o el lecho con el fin de dar una corriente de fondo de mayor densidad y recuperar un máximo del agua de

proceso. Es habitual bombear el flujo subyacente a un área de espera superficie, a menudo denominado como un pozo de relaves o presa, o, alternativamente, el flujo subyacente puede ser deshidratado mecánicamente adicionalmente, por ejemplo, mediante filtración a vacío, filtración a presión o centrifugación.

El documento US 5685900 describe un proceso de floculación selectiva para el beneficio de un caolín de tamaño de partícula fino brillante bajo a fin de reducir un mayor brillo de la arcilla de caolín. El proceso implica una etapa de clasificación para recuperar la fracción de caolín en donde las partículas constituyen por lo menos 90 % en peso por debajo 0.5 μ m. La fracción recuperada se somete después a una etapa de blanqueo para blanquear parcialmente decolorantes orgánicos. La suspensión resultante se flocula selectivamente usando una poliacrilamida aniónica de alto peso molecular o copolímero de acrilato acrilamida. Esta etapa de floculación forma una fase sobrenadante que está altamente concentrada con óxido de titanio contaminante y una fase de arcilla floculada que está desprovista de óxido de titanio que contiene los decolorantes. Los flóculos se tratan entonces con ozono gaseoso con el fin de oxidar los compuestos orgánicos decolorantes restantes y también destruir el polímero floculante con el fin de restaurar el caolín a un estado disperso. Se dice que esto se consigue haciendo pasar los sólidos floculados a través de un paso de ozonización, preferiblemente usando una bomba de alto esfuerzo cortante.

Las descripciones similares se hacen en el documento WO 2004 071 989 y US 2006 0131243.

El documento WO 2005 021129 da a conocer el control de la condición de una suspensión de partículas sólidas dentro de un líquido que incluye la aplicación de 1 o más estímulos a la suspensión. En esta descripción el acondicionamiento es preferiblemente reversible y consiste en la floculación y/o coagulación en donde las fuerzas internas de partículas pueden ser atractivas o repelidas entre las partículas sólidas en el líquido. El estímulo puede ser uno o más aditivos químicos y puede ser por ejemplo un polielectrolito sensible a estímulos que puede ser absorbido en la superficie de las partículas en suspensión en cantidad suficiente para crear repulsión estérica o electrostática entre las partículas. En un caso, un polielectrolito puede ser sustancialmente insoluble a valores de pH en los que sustancialmente no es cargado para de este modo efectuar la floculación de la suspensión. También se describen los polielectrolitos que son sensibles a un estímulo de temperatura. También hace referencia a un método de control de la consolidación de un lecho de partículas sólidas dentro de un

líquido mediante la aplicación de uno o más estímulos al lecho. Cada efecto de estímulo reversible acondicionado operable entre un estado inicial, que prevalece antes de dicho acondicionamiento, la aplicación de uno o más estímulos y un estado condicionado resultante de dichos uno o más estímulos. Los procesos descritos logran mejoras en determinadas actividades de separación de líquidos y sólidos.

El documento JP 11-46541 describe un polímero hidrófilo sensible a la temperatura añadido a una suspensión de partículas por debajo de una temperatura de transición después de lo cual se forman flóculos mediante la absorción y entrelazamiento de partículas como un floculante convencional. La mezcla se calienta por arriba de la temperatura de transición y el polímero absorbido se convierte en hidrofóbico y las partículas en suspensión se vuelven hidrofóbicas y forman flóculos por interacción hidrofóbica. La presión externa apropiada se aplica en este momento y las partículas se vuelven a alinear fácilmente y el agua entre las partículas es expulsada por la hidrofobicidad de las partículas.

El documento JP 2001 232104 describe un proceso similar al documento JP 11-46541 pero utilizando floculantes sensibles a la temperatura mejorados que son de polímero sensible a la temperatura iónica en lugar de polímeros no iónicos que se absorben en partículas en suspensión y cuando el polímero se vuelve hidrofóbico a temperaturas superiores al punto de transición hay fuertes capas de hidratos en torno a los grupos iónicos pero se evita la adhesión de la capa hidratada entre los polímeros mediante interacción hidrofóbica.

El documento Bertini, V. et. al. Ciencia y Tecnología de Partículas (1991), 9 (3-4), 191-9 describe el uso de polímeros multifuncionales para la floculación a pH controlado de minerales de titanio. Los polímeros son copolímeros de vinilo radicales que contienen funciones de catecol y unidades de ácido acrílico. Los polímeros pueden cambiar el efecto de floculación a dispersión o inerte y viceversa cambiando el pH.

Los floculantes sensibles al pH o temperatura en principio proporcionan control sobre el estado de floculación de una suspensión. Sin embargo, la elección del floculante tendría que ser apropiada para la suspensión particular, o en el lecho que ha de ser floculado y al mismo tiempo ser sensible a un estímulo particular para llevar a cabo el acondicionamiento de forma reversible accionable. En algunos casos, puede ser difícil encontrar la elección correcta de floculante.

Frecuentemente algo de agua quedará atrapada en los sólidos floculados y esta agua a menudo es difícil de liberar y, por lo tanto, mantener en el lecho. Mientras

que de pH y temperatura floclantes de respuesta puede ayudar con este problema a menudo es difícil de lograr la floclación satisfactoria en una amplia gama de sustratos.

En los procesos que implican espesantes de gravedad es conveniente operar de tal manera que el lecho tenga los índices más sólidos posibles susceptibles de ser removido del espesante como un desbordamiento. Normalmente, el factor limitante es la capacidad del rastrillo en el espesante para mover los sólidos sedimentados. Por consiguiente, sería conveniente proporcionar un proceso que aumenta la tasa de separación de los sólidos de la suspensión y la retirada del flujo subyacente.

El documento WO 2007 082797 describe un proceso de concentración de una suspensión acuosa de partículas sólidas mediante la adición de floclante polimérico orgánico a la suspensión con el fin de formar sólidos floclados. Los sólidos floclados se asientan para convertirse en una suspensión más concentrada. Un agente seleccionado de cualquiera de los agentes de radicales libres, agentes oxidantes, enzimas y la radiación se aplica a la suspensión antes de o sustancialmente de manera simultánea del floclante polimérico orgánico y/o el floclante polimérico orgánico y agentes se agregan ambos a la suspensión en el mismo recipiente. El proceso produce una reducción significativa en el esfuerzo de fluencia de la suspensión concentrada o permite un aumento significativo en el contenido de sólidos de la suspensión concentrada para un esfuerzo de fluencia dado.

Sin embargo, a pesar de los enormes beneficios que ha alcanzado este proceso, se ha encontrado que en ciertos casos la capa de sólidos en la suspensión más concentrada no siempre puede alcanzar la reducción deseada del esfuerzo de fluencia para un contenido de sólidos dado o aumento deseado de sólidos para una dada el esfuerzo de fluencia.

Es un objetivo de la presente invención mejorar aún más sobre este proceso.

La presente invención se refiere a un proceso de concentración de una suspensión de partículas sólidas en un medio acuoso que comprende introducir en la suspensión por lo menos un floclante polimérico orgánico y la adición de un sistema de agente, en donde las partículas sólidas en la suspensión están flocladas por la acción de por lo menos un floclante polimérico orgánico y las partículas sólidas así formadas flocladas se depositan para formar una capa asentada de sólidos en el medio acuoso, en donde el sistema de agente comprende:

- i) por lo menos un agente oxidante;
- ii) por lo menos un agente de control,

en donde el por lo menos un agente de control consiste de iia) por lo menos un componente activador y/o iib) por lo menos un componente supresor, en donde por lo menos un componente activador aumenta la actividad del agente oxidante y el componente supresor disminuye la concentración del componente activador, en donde

1) por lo menos un agente oxidante se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se han asentado en una dosis inferior a la que perjudicará la velocidad de sedimentación y por lo menos un componente activador se añade en la capa asentada de sólidos; o

2) por lo menos un componente activador se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado y por lo menos un agente oxidante se añade en la capa asentada de sólidos; o

3) por lo menos un agente oxidante se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado en una dosis inferior a la que perjudicará la velocidad de sedimentación; por lo menos un componente activador está presente en suspensión a una concentración (C2) que no aumentará la actividad del agente oxidante y que la concentración de (C2) está por arriba de la concentración o rango de concentraciones (C1) que podrían aumentar la actividad del agente oxidante; y por lo menos un componente supresor se añade en la capa asentada de sólidos a una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a la concentración eficaz o dentro de la gama de concentraciones (C1); o

4) por lo menos un componente activador está presente en suspensión a una concentración (C2) que no aumentará la actividad del agente oxidante y que la concentración (C2) está por arriba de la concentración o rango de concentraciones (C1) que podría aumentar la actividad del agente oxidante; y por lo menos un componente supresor se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado en una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a la concentración efectiva o dentro de la gama de concentraciones (C1); y se añade por lo menos un agente oxidante.

En la Figura 1 el diagrama representa un recipiente de espesante gravimétrico estándar que comprende los siguientes componentes: tubos de alimentación de suspensión (1) que transporta la suspensión (14) en el pozo de alimentación (3) del recipiente (13); y el floculante polimérico orgánico (12) se añade a través de línea de alimentación de floculante (2); el pozo de alimentación (3) está indicado como un pozo de alimentación con deflectores; una alta concentración de la solución de sólidos floculados

(11) se muestra en el pozo de alimentación con deflectores; la zona de clarificación (4) se indica en donde los sólidos floculados se asientan y se separan de fluido acuoso; arriba de la capa indicada como la zona de clarificación de una capa se indica mostrando una concentración reducida de la solución de sólidos floculados; por arriba de esta capa de una concentración reducida de sólidos floculados se muestra un fluido acuoso esencialmente con bajo contenido en sólidos que fluye sobre el canal de sobreflujo (6); por debajo de la zona de clarificación (4) un lecho consolidado de sólidos (5), que forma la capa asentada de sólidos (15) que forma el lecho consolidado, se indica en el extremo inferior del recipiente; el lecho consolidado de sólidos forma un flujo subyacente (21) que se alimenta desde el recipiente a través de un conducto (22) en la base del recipiente; una bomba de flujo subyacente (7) está presente para ayudar a la eliminación del flujo subyacente del recipiente; un puente (8) está presente para permitir el acceso al pozo de alimentación y rastrillos (10) y el mecanismo de accionamiento de inclinación (9). El agente oxidante o agente de control se puede introducir a través de uno o más conductos (16) que entran a través de la parte superior del recipiente; o a través de una o más aberturas o conductos (17) en las paredes laterales del recipiente; o una o más aberturas o conductos (18) en la base del recipiente; o una o más aberturas o conductos (19) en la línea de alimentación de transmitir el lecho de sólidos consolidadas desde la base del recipiente, por ejemplo, entre la base del recipiente y una bomba; o a través de uno o más aspersores (20).

Se ha encontrado que la invención proporciona un proceso más eficaz y/o un uso más eficiente del agente oxidante. Además, se ha encontrado que la invención proporciona un control más conveniente de la reología del material de consolidación durante el proceso de concentración de la suspensión acuosa. Se cree que esta mejora es como resultado de la aplicación de sistema de agente aplicado tanto la adición de agente oxidante y también la aplicación del agente de control.

Sin limitarse a la teoría, se cree que la naturaleza heterogénea del medio ambiente químico en las suspensiones acuosas podría interferir con el efecto del agente oxidante. En algunos casos esto puede conducir a una reducción en el efecto oxidante, reduciendo de este modo la disgregación de la red floculada en la capa de la suspensión más concentrada, o en otros casos una aceleración de la fuente de oxidante, que puede conducir a la formación inadecuada de la red floculada. Los inventores han encontrado que usando el sistema de agente de la invención que emplea una combinación de un

agente oxidante y un agente de control, se puede alcanzar un control más cuantitativo y cualitativo de la acción de los agentes.

Al parecer, la acción del agente oxidante en los sólidos floculados da lugar a la suspensión acuosa concentrada que puede ser, por ejemplo, un lecho de sólidos consolidados que parecen tener un estado alterado en comparación con el lecho de sólidos consolidados que no han sido así tratados por el sistema de agente. Parecería que la interacción química entre el floculante y los sólidos se puede alterar de forma permanente como resultado de la acción del sistema de agente. También parece que la estructura floculada puede ser disminuida o colapsada en una medida tal que los sólidos ocupan un volumen más pequeño. También encontramos que se trata de una suspensión acuosa más concentrada que se forma por la acción del agente que puede tener características de flujo mejoradas. Es evidente que el esfuerzo de fluencia de esta suspensión acuosa más concentrada se puede reducir significativamente para un contenido de sólidos dado. Además, es posible aumentar el contenido de sólidos para cualquier valor de esfuerzo de fluencia dado.

Adecuadamente, el agente oxidante puede ser seleccionado de percloratos, hipocloritos, perbromatos, hipobromitos, peryodatos, hipoyoditos, perboratos, percarbonatos, persulfatos, peracetatos, ozono y peróxidos. El uso de peróxidos, ozono, hipocloritos, peracetatos, perboratos, persulfatos y percarbonato se han encontrado para ser particularmente efectivo para propósitos de oxidación.

Los agentes oxidantes preferidos para su uso en la presente invención son peróxidos y ozono. Un peróxido particularmente preferido es peróxido de hidrógeno. Adecuadamente, el peróxido de hidrógeno será en una solución acuosa que contiene peróxido de hidrógeno de por lo menos 1 % en peso, típicamente por lo menos 5 % y a menudo por lo menos 10 % y a menudo por lo menos 20 %, preferiblemente por lo menos 30 % tanto como 50 o 60 % o más. Cuando se utiliza ozono, se prefiere que esto es en la forma de agua de ozono. Típicamente, el agua de ozono tendría una concentración de por lo menos 0.1 ppm y habitualmente por lo menos 1 ppm. La concentración puede ser de hasta 1000 ppm, pero los resultados generalmente son eficaces obtenido a concentraciones más bajas, como las de hasta 500 ppm o incluso hasta 100 ppm. A menudo, la concentración estará en el intervalo de entre 5 ppm y 50 ppm, por ejemplo, entre 10 ppm y 40 ppm, especialmente entre 20 ppm y 30 ppm.

La cantidad de por lo menos un agente oxidante variará de acuerdo con las condiciones específicas del proceso, el tipo de sustrato y floculante. El agente oxidante

preferiblemente debe ser introducido a una dosis en una cantidad de por lo menos 1 ppm basado en el peso de agente en el volumen de la suspensión acuosa. El agente oxidante puede ser eficaz en niveles bajos, por ejemplo entre 1 y 10 ppm. Generalmente se añade el agente en una cantidad de por lo menos 100 ppm y en algunos casos puede ser por lo menos 1000 ppm basado en el volumen de la primera suspensión. En algunos casos, puede ser conveniente añadir niveles significativamente mayores de agente oxidante, por ejemplo tanto como 40,000 o 50,000 ppm o más. Las dosis eficaces generalmente estarán en el rango de entre 150 y 20,000 ppm, especialmente entre 1,000 y 15,000 ppm.

Cuando el agente de control comprende por lo menos un componente activador, el componente activador puede ser cualquier entidad que aumenta la actividad del agente oxidante. El componente activador dentro del alcance de la presente invención también incluye materiales que son ya sea precursores de, o pueden ser convertidos en, materiales que aumentan la actividad del agente oxidante. Normalmente, el componente activador puede interactuar con el agente oxidante para formar agentes oxidantes. Adecuadamente, la formación de estos radicales oxidantes será a un ritmo más rápido y/o proporcionará un aumento de la concentración de radicales oxidantes que el agente oxidante se habría formado si no se hubiera agregado el componente activador.

Las dosis típicas de componente activador pueden variar desde 0.1 ppm basado en el peso de activador en el volumen de la suspensión acuosa de sólidos. Preferiblemente, el componente activador debe ser introducido a una dosis en una cantidad de por lo menos 1 ppm o por lo menos 10 ppm. El componente activador puede ser eficaz en niveles bajos, por ejemplo, entre 1 y 10 ppm. Alternativamente, el componente activador adecuado puede ser eficaz a niveles de por ejemplo entre 10 y 100 ppm. En otros casos, el componente activador se puede añadir en una cantidad de por lo menos 100 ppm y en algunos casos puede ser por lo menos 1,000 ppm basado en el volumen de la suspensión acuosa. En algunos casos, puede ser conveniente añadir niveles significativamente más altos de la componente activador, por ejemplo tanto como 40,000 o 50,000 ppm o más. Las dosis eficaces generalmente estarán en el rango de entre 150 y 20,000 ppm, especialmente entre 1,000 y 15,000 ppm.

Preferiblemente, el componente activador de por lo menos un agente de control se selecciona entre el grupo que consiste en iones de hierro (II) (Fe^{2+}) (iones ferrosos), iones de hierro (III) (Fe^{3+}) (iones férricos), iones de hierro (IV) (Fe^{4+}) (iones ferrilo) y iones de cobre (II) (Cu^{2+}) (iones cúpricos). Típicamente, los iones de hierro (II), hierro (III), hierro (IV) o cobre (II) se pueden emplear en forma de las sales adecuadas de

los iones respectivos. Tales sales pueden ser, por ejemplo de sulfato de hierro (II) nitrato de hierro (II), fosfato de hierro (II), cloruro de hierro (II), sulfato de hierro (III), nitrato de hierro (III), fosfato de hierro (III), cloruro de hierro (III), sulfato de hierro (IV), nitrato de hierro (IV), fosfato de hierro (IV), cloruro de hierro (IV), sulfato de cobre (II), nitrato de cobre (II), fosfato de cobre(II), cloruro de cobre (II). Los iones respectivos tienden a interactuar con el agente oxidante para generar más rápidamente radicales reactivos adecuados acelerando así el efecto del agente oxidante. Por ejemplo los iones de hierro (II) y iones de cobre (II) tienden a interactuar con peróxidos para promover la rápida formación del radical hidroperoxilo ($\bullet\text{OOH}$) y el radical hidroxilo ($\bullet\text{OH}$) que es un agente oxidante muy potente.

Puede ser conveniente utilizar una combinación de diferentes componentes activadores completos o una combinación de compuestos que liberan componentes activadores adecuados. Por ejemplo un compuesto en un alto estado de oxidación puede ser utilizado en combinación con cobre (I) que contienen compuestos para generar los compuestos de cobre (II). Por ejemplo, el cloruro férrico se puede utilizar en combinación con cloruro de cobre (I) generando de este modo cloruro ferroso y cloruro cúprico. Tales compuestos que pueden ser precursores de componentes activadores o que pueden convertirse en componentes activadoras también pueden ser considerados como componentes activadores en el sentido de la presente invención.

Cuando por lo menos un agente de control comprende por lo menos un componente supresor, el componente supresor puede ser cualquier entidad material u otro que reduce la concentración del componente de por lo menos un activador. Adecuadamente, el componente supresor puede incluir material seleccionado de por lo menos uno del grupo que consiste de:

- a) extintor de los radicales,
- b) agente secuestrante; y
- c) sales de metales que promueven la formación de especies (complejos) colaterales y desactivadas.

Los extintores de radicales tienden a ser compuestos químicos que eliminan radicales desde el entorno en el que existen. Adecuadamente, los extintores de radicales incluyen compuestos, tales como bisulfito de sodio. Extintores de radicales tienden a reducir la cantidad de radicales libres, por ejemplo del componente activador y de este modo reducir el efecto del componente activador.

Los agentes secuestrantes pueden incluir cualquier compuesto que es capaz de quelar o secuestrar los componentes activados, por ejemplo iones metálicos. Los agentes secuestrantes adecuados incluyen EDTA (ácido etilendiamina tetra acético o sales del mismo, por ejemplo la sal de tetra sodio); etilendiamina; DTPA (ácido dietilentriaminopentaacético o sales del mismo, por ejemplo la sal de penta sodio); HEDPA (ácidos hidroxietiliden difosfónico o sus sales, por ejemplo la sal de tetra sodio); NIL (ácido nitrilotriacético o sales del mismo, por ejemplo la sal de tri sodio); ATMP (ácido trimetileno amino fosfónico o sales del mismo, por ejemplo la sal de hexa sodio); EDTMPA (ácido metileno etilendiamino tetra fosfónico o sales del mismo, por ejemplo la sal de octa sodio); DTPMPA (ácido dietilentriamina penta metileno fosfónico o sales del mismo, por ejemplo la sal de deca sodio); PBTCA (ácido 2-fosfonobutano-1,2,4-tricarboxílico o sales del mismo, por ejemplo la sal de penta sodio); éster fosfato de alcohol polihídrico; ácido 2-hidroxi fosfono carboxílico o sales del mismo, por ejemplo la sal disódica; y BHMTMPA (bis (hexametilen -triamino- ácido penta (fosfónico de metileno)) o sales del mismo, por ejemplo la sal de deca sodio).

Las sales metálicas que promueven la formación colateral y se desactiva (complejos) de especies de sales de magnesio (II) y manganeso (II).

Las sales metálicas tales como sales de magnesio (II) y manganeso (II) incluyen, por ejemplo, sulfato de magnesio (II), nitrato de magnesio (II), fosfato de magnesio (II), cloruro de magnesio (II), sulfato de manganeso (II), nitrato de manganeso (II), fosfato de manganeso (II), cloruro de manganeso (II). Estos compuestos sirven para reducir el poder oxidante del agente oxidante.

El documento WO2011/125047 da a conocer métodos en los que los agentes pueden ser introducidos en la suspensión.

El sistema de agente de acuerdo con la presente invención se puede introducir en forma análoga a cualquiera de los medios de introducción descrita en esta solicitud.

De acuerdo con la presente invención se define de acuerdo con la reivindicación 1 los medios con los que por lo menos un agente y por lo menos un agente de control de oxidantes se introducen respectivamente en el lecho de sólidos consolidadas o los sólidos floculados que se están asentando pueden incluir una o una multiplicidad de aberturas en las paredes laterales del recipiente a la que puede ser introducido el agente. En lugar de o además de las aberturas en las paredes laterales del recipiente puede ser conveniente incluir conductos que pasan a través de las paredes

laterales del recipiente y penetrar en el lecho de sólidos consolidados y/o sólidos floculados de la sedimentación. También puede ser conveniente que los medios incluyen una o más aberturas o conductos en la base del recipiente a través del cual se introducen, respectivamente, por lo menos un agente oxidante y un único agente de control. Tales medios pueden extenderse en el lecho de sólidos consolidados y/o los sólidos floculados de sedimentación. También puede ser conveniente que los medios incluyen uno o más conductos que entran a través de la parte superior del recipiente, que los conductos puedan extenderse en el lecho de sólidos consolidadas y/o la sedimentación de sólidos floculados. Dichos uno o más conductos pueden entrar y correr por la pared interna y la base del recipiente o, alternativamente, pueden ser colocados de tal manera que entran en cualquier punto de la parte superior del recipiente. También puede ser conveniente que tales conductos que corren junto a otros componentes utilizados en el recipiente, por ejemplo los rastrillos.

Un medio particularmente adecuado para introducir por lo menos un agente oxidante o por lo menos un agente de control es uno o más rastrillos para transportar el agente. Adecuadamente, uno o más rastrillos serían huecos o de otra manera pueden comprender un conducto que permite el paso del agente oxidante o agente de control respectivo. Hemos encontrado que esto significa que es particularmente efectivo en la introducción del agente oxidante respectivo o agente de control en el lecho de sólidos consolidados. Además, la acción de los rastrillos de liberar el agente a medida que avanzan a lo largo del lecho de sólidos consolidados se ha encontrado que es una forma particularmente efectiva de distribuir de manera eficiente el agente oxidante respectivo al agente de control de todo el lecho de sólidos consolidados sin alterar adversamente o de re-dispersar cualquiera de los sólidos.

Otro medio por el cual el agente oxidante respectivo o agente de control se puede introducir en el lecho de sólidos consolidados o de sedimentación de sólidos floculados incluye uno o más aspersores. Los aspersores parecen permitir una distribución fina del agente oxidante respectivo o agente de control, ya que se introduce en el lecho de sólidos consolidados o sólidos floculados asentados. También puede ser conveniente que uno o más aspersores sean utilizados junto con los otros medios para introducir el agente oxidante o agente de control respectivo, por ejemplo usando aspersores en combinación con conductos que penetran en el lecho de sólidos consolidados o la sedimentación de sólidos floculados.

De acuerdo con los primero y tercero aspectos de esta invención, por lo menos un agente oxidante se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado. Por lo que en ambos aspectos el agente oxidante se puede añadir a la suspensión de sólidos floculadas a medida que se están asentando, por ejemplo en la alimentación de pozo que contiene los sólidos floculados. A este respecto, por lo menos un agente oxidante se puede añadir a esta sedimentación de sólidos floculados en cualquier etapa antes de los sólidos que forman una capa asentada. El agente oxidante se puede añadir simultáneamente con el floculante, durante la formación de los sólidos floculadas o después de que se han formado. El agente oxidante se puede añadir antes de la adición del floculante. Sin embargo, en este caso, generalmente es conveniente que el agente oxidante no sea agregado de manera significativa antes de la adición de floculante para reducir al mínimo el riesgo de que el agente oxidante se consuma o degrade antes de haber tenido un efecto. Por ejemplo, el agente oxidante se puede añadir a la suspensión en el mismo recipiente que el floculante o puede ser añadido a la línea de alimentación que transporta la suspensión de sólidos. En general, el agente oxidante se puede añadir no más de 10 min antes de la adición del floculante. A menudo, el agente oxidante se puede añadir dentro de 7 a 0 min de la adición del floculante, por ejemplo, entre 5 y 0 min, típicamente menos de 2 min.

En estos dos aspectos de la invención, por lo menos un agente oxidante se puede añadir a la suspensión en el uso de cualquiera de los medios mencionados, siempre que esos medios suministra el agente oxidante en la suspensión de los sólidos floculados que forman una capa asentada. Típicamente, tales medios pueden incluir la adición a través de aberturas en la pared del recipiente, además de a través de conductos que entran a través del lado del recipiente, entran a través de la parte superior del recipiente y/o junto con otros componentes del recipiente, y/o adición a través aspersores colocados en la suspensión.

En los primero y tercero aspectos de la invención se añade por lo menos un agente oxidante a una dosis inferior a la que perjudicará la velocidad de sedimentación de los sólidos floculados. Esta dosis puede ser fácilmente establecida a través de una prueba de rutina en donde una muestra de la suspensión de sólidos se trata con el floculante en ausencia de por lo menos un agente oxidante y el tiempo que se registra para la línea (línea de lodo) separando la sedimentación sólidos y líquidos sobrenadante para pasar entre dos puntos fijos para proporcionar una velocidad de sedimentación, por ejemplo, medido en cm/min (prueba de control); la prueba se repetiría entonces utilizando la

misma muestra de la suspensión de sólidos tratados con el mismo floculante a la misma dosis, excepto la adición de por lo menos un agente oxidante. Si la velocidad de sedimentación es modificada en relación a la prueba de control, entonces se puede usar la dosis de agente oxidante. Si, sin embargo, la velocidad de sedimentación se reduce en comparación con la prueba de control, entonces la prueba debe repetirse con una dosis más baja de agente oxidante hasta que la velocidad de sedimentación no sea inferior a la prueba de control. La dosis exacta de agente oxidante puede variar dependiendo del agente oxidante particular, y posiblemente también el tipo y la dosis de floculante y la suspensión. Sin embargo, una dosis adecuada de por lo menos un agente oxidante útil es de acuerdo con las dosis mencionadas especificadas anteriormente.

En el primer aspecto de la invención, el agente de control contiene por lo menos un componente activador tal como se define en el presente documento que debe añadirse en la capa asentada de sólidos. El componente activador puede añadirse utilizando cualquiera de los medios antes mencionados siempre que el activador se entrega a la capa consolidada de sólidos. Por ejemplo, el activador puede ser alimentado en la capa asentada de sólidos floculados contenidos en un recipiente a través de aberturas en la base o las paredes laterales de dicho recipiente. Alternativamente, el activador podría ser alimentado en la capa asentada a través de conductos que entran a través de la base, paredes laterales, la parte superior de dicho recipiente, o conductos que corren junto a los componentes del recipiente. En algunos casos, puede ser conveniente que el activador se introduce en la capa asentada a través de aspersores que entran en dicha capa asentada. En otros casos, puede ser conveniente que el activador se introduzca en la capa asentada mediante rastrillos.

En el tercer aspecto de la invención por lo menos un componente activador está presente en la suspensión, pero a una concentración (C2) que no aumentará la actividad del agente oxidante y que está por arriba de la concentración o rango de concentraciones (C1) eficaz que haría aumentar la actividad del agente oxidante. La concentración de componente activador contenido en la suspensión puede ser determinada a través de análisis de rutina. Por lo general este tipo de análisis de rutina incluye técnicas de espectrofotometría convencionales. Esto incluye, por ejemplo, la absorción atómica (AA) o inducida por plasma acoplado espectroscopia de emisión atómica (ICP).

Típicamente el activador puede haberse disuelto en el agua presente en la suspensión a alta concentración. Típicamente, el activador puede haber sido derivado de

agua de proceso, por ejemplo, reciclado de agua de proceso usado en la formación de la suspensión. Alternativamente, el activador puede haber sido derivado de la componente de sólidos de la suspensión. El activador puede ser por ejemplo iones de hierro (II), hierro (III), hierro (IV), y/o cobre (II) presentes en la suspensión a alta concentración, por ejemplo por arriba de 20,000 ppm o 1 %, por ejemplo por lo menos 2 % durante por lo menos 3 %, por ejemplo de hasta 10 % o superior. En tales circunstancias, esta alta concentración de activador no se activará el agente oxidante, especialmente en el caso del ozono, peróxido, u otros compuestos peroxi.

En este tercer aspecto de la invención, la adición del componente supresor debe reducir la concentración del activador a una concentración (C1) que tiene un efecto activador sobre el agente oxidante. El componente supresor debe añadirse en la capa asentada de sólidos. El componente supresor se puede añadir usando cualquiera de los medios mencionados, siempre que el componente supresor se entrega a la capa consolidada de sólidos. Por ejemplo, el componente supresor podría ser alimentado en la capa asentada de sólidos floculados contenidos en un recipiente a través de aberturas en la base o las paredes laterales de dicho recipiente. Alternativamente, el componente supresor podría ser alimentado en la capa asentada a través de conductos que entran a través de la base, paredes laterales, la parte superior de dicho recipiente, o conductos que corren junto a los componentes del recipiente. En algunos casos puede ser conveniente que el componente supresor se introduce en la capa asentada a través de aspersores que entran en dicha capa asentada. En otros casos, puede ser conveniente que el componente supresor se introduce en la capa asentada a través de rastrillos.

Las dosis adecuadas del componente supresor variarán de acuerdo con la concentración (C2) de componente activador, el tipo y/o el volumen de la suspensión a tratar, el tipo de componente supresor utilizado para el tratamiento. Una dosis adecuada de componente supresor puede ser determinada por experimentación de rutina. Por lo general este tipo de análisis de rutina incluye técnicas de espectrofotometría convencionales. Esto incluye, por ejemplo, la absorción atómica (AA) o inducida por plasma acoplado espectroscopia de emisión atómica (ICP).

Las dosis adecuadas de componente supresor pueden ser por lo menos 0.1 ppm o 1 ppm. A menudo, la dosis sería de por lo menos 5 ppm e incluso por lo menos 10 ppm, por ejemplo, por lo menos 20 o 30 ppm. La dosis puede ser incluso mayor que 50 ppm o por lo menos 100 ppm, por ejemplo por lo menos 500 ppm. En algunos casos las dosis pueden ser de por lo menos 1000 ppm o 2000 ppm, por ejemplo, hasta 10,000 ppm

(1 %) o superior. Generalmente la dosis de supresor puede ser tan alta como 3 o 4 % o al 10 % o superior.

En el cuarto aspecto de la presente invención desactivado componente está presente en la suspensión a una concentración (C2) que no aumentará la actividad del agente oxidante y que la concentración está por arriba de la concentración o rango de concentraciones que aumentan la actividad del agente oxidante efectivo. En este aspecto el componente supresor se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se hayan asentado en una dosis suficiente para reducir la concentración del componente activador a una concentración efectiva que aumentará la actividad del agente oxidante. El componente supresor se puede añadir a la suspensión en el uso de cualquiera de los medios mencionados, siempre que esos medios entrega el componente supresor en la suspensión antes de los sólidos floculados que forman una capa asentada. Típicamente, tales medios pueden incluir la adición a través de aberturas en la pared del recipiente, además de a través de conductos que entran a través del lado del recipiente, entre a través de la parte superior del recipiente y/o junto con otros componentes del recipiente, y/o adición a través aspersores colocados en la suspensión.

En este aspecto de la invención, la concentración del componente activador y la dosis eficaz de supresor puede ser exactamente tal como se define en relación con el tercer aspecto de la invención.

En el cuarto aspecto de la invención, por lo menos un agente oxidante se añade en la capa asentada de sólidos. Por lo menos un agente oxidante debe ser añadido en la capa asentada de sólidos.

Por lo menos un agente oxidante se puede añadir usando cualquiera de los medios mencionados siempre y cuando el agente oxidante se entregue a la capa consolidada de sólidos. Por ejemplo, el agente oxidante puede ser alimentado en la capa asentada de sólidos floculados contenidos en un recipiente a través de aperturas en la base o las paredes laterales de dicho recipiente. Alternativamente, el agente oxidante puede ser alimentado en la capa asentada a través de conductos que entran a través de la base, paredes laterales, la parte superior de dicho recipiente, o conductos que corren junto a los componentes del recipiente. En algunos casos, puede ser conveniente que el agente oxidante sea introducido en la capa asentada a través de aspersores que entran en dicha capa asentada. En otros casos, puede ser conveniente que el agente oxidante se introduzca en la capa de resolverse mediante rastrillos.

De acuerdo con el segundo aspecto de esta invención, por lo menos un componente activador se añade a la suspensión antes de que las partículas sólidas floculadas se han asentado. Así, en este aspecto el componente activador puede añadirse a la suspensión de sólidos floculadas a medida que se están asentando, por ejemplo en la alimentación de pozo que contiene los sólidos floculados. A este respecto, por lo menos un componente activador puede añadirse a esta sedimentación de sólidos floculados en cualquier etapa antes de los sólidos que forman una capa asentada. El componente activador puede añadirse simultáneamente con el floculante, durante la formación de los sólidos floculadas o después de que se han formado. El componente activador puede añadirse antes de la adición del floculante. Por ejemplo, el componente activador puede añadirse a la suspensión en el mismo recipiente que el floculante o puede ser añadido a la línea de alimentación que transporta la suspensión de sólidos. En general, el componente activador puede añadirse no más de 10 min antes de la adición del floculante. A menudo, el componente activador se puede añadir dentro de 7 a 0 min de la adición de la floculación, por ejemplo, entre 5 y 0 min, típicamente menos de 2 min.

En este aspecto de la invención, por lo menos un componente activador puede añadirse a la suspensión en el uso de cualquiera de los medios antes mencionados siempre que dichos medios suministren el componente activador en la suspensión antes de los sólidos floculados que forman una capa asentada. Típicamente, tales medios pueden incluir la adición a través de aberturas en la pared del recipiente, además de a través de conductos que entran a través del lado del recipiente, entre a través de la parte superior del recipiente y/o junto con otros componentes del recipiente, y/o adición a través aspersores colocados en la suspensión.

En el segundo aspecto de la invención, por lo menos un componente activador se añade convenientemente en una dosis suficiente para aumentar la actividad del agente oxidante. La dosis exacta de componente activador variará dependiendo del componente activador en particular y también el agente oxidante particular, y posiblemente también el tipo y la dosis de floculante y la suspensión. Sin embargo, una dosis adecuada de por lo menos un componente activador es útil de acuerdo con las dosis mencionadas anteriormente especificados anteriormente.

En el segundo aspecto de la invención por lo menos un agente oxidante debe ser añadido en la capa asentada de sólidos. El agente oxidante se puede añadir usando cualquiera de los medios antes mencionados siempre que el agente oxidante sea distribuido a la capa consolidada de sólidos. Por ejemplo, el agente oxidante puede ser

alimentado en la capa asentada de sólidos floculados contenidos en un recipiente a través de aberturas en la base o las paredes laterales de dicho recipiente. Alternativamente, el agente oxidante puede ser alimentado en la capa asentada a través de conductos que entran a través de la base, paredes laterales, la parte superior de dicho recipiente, o conductos que corren junto a los componentes del recipiente. En algunos casos, puede ser conveniente que el agente oxidante se introduce en la capa asentada a través de aspersores que entran en dicha capa asentada. En otros casos, puede ser conveniente que el agente oxidante se introduce en la capa asentada mediante rastrillos.

Mediante el empleo de uno o más de los agentes de control que hemos encontrado inesperadamente que el proceso de concentración de la suspensión acuosa de partículas se puede controlar de manera más eficaz. Además, mediante el uso de una combinación adecuada de por lo menos un agente oxidante y uno o más agentes control el proceso de concentración de la suspensión puede ser controlado de manera más consistente.

Por ejemplo, para una reducción del contenido de sólidos determinado del límite elástico que se puede lograr de manera más consistente.

Además, para un esfuerzo de fluencia dado el proceso permite mayor contenido de sólidos de la suspensión concentrada a ser alcanzados de manera más consistente. La presente invención también tiene la ventaja de que en muchos casos menos agente oxidante puede tender a ser necesario.

Por lo tanto, en una forma preferida, el sistema de agente provoca una reducción en el esfuerzo de fluencia de una capa de sólidos formados a partir de la acción del floculante orgánico. Más preferiblemente, la capa de sólidos debe tener un esfuerzo de fluencia de por lo menos 5 % y a menudo por lo menos 10 % y adecuadamente por lo menos 20 % o por lo menos 30 % o incluso por lo menos 50 % y en algunos casos tanto como 70, 80 o 90 % o más por debajo del esfuerzo de fluencia de una capa de sólidos con un contenido de sólidos equivalente sin la adición del sistema de agente. Por lo tanto el sistema de agente trae convenientemente alrededor de una reducción en el esfuerzo de fluencia de la capa o lecho de sólidos consolidados que permite mayor contenido de sólidos que deben alcanzarse y un aumento de la eliminación del flujo subyacente. Preferiblemente, la reducción del esfuerzo de fluencia será de por lo menos 50 % por debajo del esfuerzo de fluencia de una capa de sólidos con un contenido de sólidos equivalente sin la adición del sistema de agente. Más preferiblemente, la reducción del

esfuerzo de fluencia será de por lo menos 60 o 70 % y con frecuencia por lo menos 80 o 90 %.

También hemos encontrado que el esfuerzo de fluencia se puede reducir por debajo del esfuerzo de fluencia de una capa de sólidos con un contenido de sólidos equivalente que no habían sido floculado y sin la adición del sistema de agente. Anteriormente se había producido un punto de vista generalmente aceptado que la sedimentación de sólidos en ausencia de floculación lograría el límite de elasticidad más bajo. Se creía generalmente que un proceso que implica la floculación siempre daría lugar a un esfuerzo de fluencia más alto que en la ausencia de la floculante porque el floculante tendería a mantener los sólidos sedimentados en una estructura que tendería a aumentar el esfuerzo de fluencia. El método de introducir el sistema de agente de acuerdo con la presente invención es particularmente eficaz para lograr este beneficio.

En una forma preferida del proceso de los sólidos se asientan floculados para formar un lecho y el agua se libera de la suspensión y en donde se ha encontrado que la introducción del sistema de agente en el lecho de sólidos consolidados por los medios de acuerdo con la presente invención aporta sobre un aumento en el agua liberada de la suspensión. En consecuencia, nos encontramos con que este aumento en el agua liberada también es acompañado por un incremento en los sólidos.

El procedimiento de la presente invención se ha encontrado para mejorar la concentración de una suspensión, por sedimentación por gravedad. En este sentido, se incrementa la tasa de consolidación de los sólidos separados.

Además, la fluidez o la movilidad de la fase concentrada, es decir, los sólidos asentados o sedimentados, se puede mejorar significativamente.

Se ha encontrado que la incorporación del sistema de agente en el proceso de floculación se ha traducido en una fase de compactación más rápida, y/o reducción de la viscosidad de la capa o lecho de sólidos por ejemplo, sedimento en contenidos de sólidos correspondientes de tal manera que un mayor contenido de sólidos se puede lograr sin exceder la viscosidad máxima que el equipo de llevar a cabo el proceso de eliminación que puede tolerar.

Se sabe que en los sólidos generales en suspensiones a menudo instalarse sin la adición de floculante.

El floculante provoca la floculación por formación de puentes de los sólidos y aumenta la velocidad a la que los sólidos se depositan para formar un lecho. Así, en las situaciones de espesamiento por gravedad convencionales, la mejora de la tasa de

asentamiento libre y compactación inicial se logra mediante el uso de floculantes y coagulantes poliméricos opcionalmente. En tal proceso las partículas sólidas individuales tienden a reunirse juntos para formar agregados que tienen una densidad más favorable relación de área a la superficie. Estos agregados pueden conformarse para formar un lecho compactado del cual se puede eliminar el agua aún más por la percolación ascendente. De esta manera el lecho aumenta progresivamente en contenido de sólidos durante un período extenso de tiempo hasta que se alcanza la concentración de sólidos deseada en el lecho y el material en el lecho se puede remover.

Desafortunadamente, en general, el esfuerzo de fluencia de los sólidos sedimentados floculados en los procesos convencionales tiende a ser significativamente mayor que los sólidos sedimentados en la ausencia del floculante. Esto tiende a hacer que el proceso de eliminación de rastrillar y bombeo progresivamente sea más difícil. Por otra parte, no sería práctico concentrar una suspensión en ausencia de floculante dado que esto tomaría un tiempo extremadamente largo, especialmente en un espesante gravimétrico que se basa en la sedimentación libre.

En el proceso de acuerdo con la invención, se ha encontrado que se puede lograr una fase de compactación más rápida. Además se ha encontrado que el presente proceso tiende a dar lugar a una viscosidad significativamente reducida o esfuerzo de fluencia de la capa de sólidos o el lecho como resultado de un tratamiento por el agente. En particular, nos encontramos con que el esfuerzo de fluencia no es sólo más baja que el proceso equivalente en la ausencia del agente, pero el esfuerzo de fluencia puede ser tan baja como o inferior a sólidos asentados en la ausencia del floculante. En algunos casos, se encontró que el proceso da como resultado una capa o lecho de sólidos que tiene un esfuerzo de fluencia significativamente por debajo de la de los sólidos sedimentados en la ausencia de floculante. Esta propiedad inesperada de los sólidos sedimentados facilita la remoción fácil de una corriente de fondo de sólidos, mientras que al mismo tiempo, garantiza una rápida sedimentación de los sólidos. Además, se prefiere que el proceso se haga funcionar al permitir que el contenido de sólidos del lecho consolidado para incrementarlo significativamente más de lo que puede ser tolerado por el equipo en la ausencia del agente. En este sentido el lecho consolidado todavía puede hacerse funcionar a la máxima tensión de rendimiento para el equipo, pero en el cual el contenido de sólidos es significativamente mayor que el lecho en un proceso sin el agente.

El esfuerzo de fluencia de la capa de sólidos incluyendo el lecho sedimentado variará de acuerdo con el sustrato. Normalmente, el esfuerzo de fluencia

máximo de un lecho sedimentado que puede ser tolerado por un equipo convencional es generalmente no mayor de 250 Pa. Dentro de las capacidades de los equipos existentes no sería posible aumentar los sólidos mediante el proceso convencional, ya que el esfuerzo de fluencia sería demasiado alta. Se ha encontrado el proceso de la invención que emplea el agente para reducir el esfuerzo de fluencia de por lo menos 5 % y a menudo por lo menos 10 % y adecuadamente por lo menos 20 % o por lo menos 30 % o incluso por lo menos 50 % y en algunos casos como tanto como 70, 80 o 90 % o superior. Por otra parte el contenido de sólidos de la capa o de lecho producida de acuerdo con la invención se puede permitir que aumentar en por lo menos 1 % o incluso por lo menos 5 % y a veces más de 10 % sin sobrepasar la tensión máxima de rendimiento que puede ser tolerada por el equipo. En algunos casos, puede ser posible aumentar los sólidos hasta en un 15, 20, 25 o incluso 30 % o más en comparación con una capa o lecho que tiene la mismo esfuerzo de fluencia obtenido por el proceso equivalente pero en ausencia del agente.

El porcentaje en peso real de sólidos del flujo subyacente que se pueden lograr con un límite elástico aceptable varía depende considerablemente del constituyente y tamaño de partícula de los sólidos en suspensión, y también de la edad y la sofisticación del equipo de sedimentación. Puede ser tan bajo como alrededor de 12 % (típicamente fangos de fosfato de Florida), pero es generalmente entre alrededor de 20 % y 50 %.

El estrés de rendimiento se mide por reómetro Brookfield R/S SST en un laboratorio de la temperatura ambiente de 25°C con el programa de software RHEO V2.7 en un modo de Velocidad de cizallamiento Controlada. La rotación de un husillo de aspas (aspa 50_25 en recipiente de tamaño 3 a 1) en incrementos de 120 pasos iguales de 0.025 rpm genera una aplicación progresiva de una mayor Velocidad de cizallamiento.

El esfuerzo de fluencia se define como el esfuerzo cortante máximo antes de la aparición de esfuerzo cortante.

El esfuerzo de fluencia se calcula por regresión lineal de los 4 puntos de medición con Velocidad de cizallamiento > 0.1 1/s y el cálculo posterior de la intersección del eje de Tau (Pa) durante Velocidad de cizallamiento = 0.

La invención se puede aplicar a cualquier actividad de separación de líquidos y sólidos en donde los sólidos se separan de una suspensión por sedimentación por gravedad en un recipiente. Los procesos particularmente preferidos implican someter la suspensión a la floculación en un espesante gravimétrico. En tal proceso los sólidos

forman una capa compactada de sólidos concentrados, que en general será significativamente más alta que en la ausencia del agente.

La segunda suspensión acuosa resultante del proceso puede formar una corriente de fondo que normalmente se elimina del recipiente. En muchos casos la segunda suspensión acuosa forma una corriente de fondo que luego se transfiere a un área de disposición. Alternativamente, el flujo subyacente puede ser transferido a una etapa de procesamiento adicional, tal como filtración. La etapa de procesamiento adicional sería típicamente una etapa adicional de procesamiento de minerales, tales como filtración o extracción adicional de valores de minerales.

Como se indicó anteriormente la invención es aplicable en general a procesos de separación de sólidos de líquidos que implican sedimentación por gravedad en un recipiente. Por lo tanto, la suspensión puede comprender material orgánico incluyendo, por ejemplo, lodos de aguas residuales o de material celular a partir de procesos de fermentación. La suspensión también puede ser una suspensión de material celulósico, por ejemplo los lodos procedentes de procesos de fabricación de papel. Preferiblemente, la suspensión es una suspensión acuosa que comprende partículas minerales.

En un aspecto más preferido de la invención, el proceso implica el tratamiento de suspensiones acuosas resultantes de procesamiento de mineral extraído y otros desechos de la minería, por ejemplo de las industrias basadas en carbono tales como carbón y arenas bituminosas, que comprenden suspensiones de partículas minerales, especialmente arcillas. Así, en este aspecto preferido del proceso de la suspensión acuosa se deriva de minerales o de procesamiento de energía las operaciones y/o sustratos de relaves. Por operaciones de procesamiento de energía nos referimos a procesos preferiblemente en donde el sustrato implica la separación de materiales útiles como combustibles.

Un aspecto particularmente preferido del procedimiento implica suspensiones seleccionados de las operaciones de extracción y refinación del grupo que consiste de bauxita, metales base, metales preciosos, hierro, níquel, carbón, arenas minerales, arenas petrolíferas, caolín, diamantes y uranio.

Preferiblemente los sólidos en suspensión en la suspensión deben ser de por lo menos 90 % en peso mayor que 0.5 micras. Frecuentes las partículas en suspensión será de por lo menos 90 % en peso de por lo menos 0.75 micras y preferiblemente por lo menos 90 % en peso de por lo menos uno o dos micras. Típicamente las partículas en

suspensión pueden tener un tamaño de partícula de por lo menos 90 % en peso hasta 2 mm y por lo general por lo menos 90 % en peso dentro del intervalo por arriba de 0.5 micras a 2 mm. Preferiblemente las partículas suspendidas serán por lo menos 90 % en peso hasta 1 mm o más preferiblemente por lo menos 90 % en peso hasta 750 micras, especialmente por lo menos 90 % en peso dentro de la gama de entre uno o dos micras y uno o dos milímetros.

Las suspensiones a menudo contienen por lo menos 5 % en peso de partículas de sólidos en suspensión y pueden contener tanto como 30 % o superior. Preferiblemente suspensiones contendrán por lo menos 0.25 %, más preferiblemente por lo menos 0.5 %. Por lo general, las suspensiones contienen entre 1 % y 20 % en peso de sólidos en suspensión.

Las dosis adecuadas de floculante polimérico orgánico gama de 5 gramos a 10,000 gramos por tonelada de sólidos del material. En general, la dosis adecuada puede variar de acuerdo con el material particular y el material contenido en sólidos. Las dosis preferidas están en el rango de 10 a 3000 gramos por tonelada, especialmente entre 10 y 1000 gramos por tonelada, mientras que las dosis más preferidas están en el intervalo de 60 a 200 ó 400 gramos por tonelada.

La solución de polímero acuosa puede ser añadida en cualquier concentración adecuada. Puede ser conveniente emplear una solución relativamente concentrada, por ejemplo hasta 10 % o más, basado en el peso de polímero. Por lo general, aunque será conveniente añadir la solución de polímero a una concentración menor para minimizar los problemas resultantes de la alta viscosidad de la solución de polímero y para facilitar la distribución del polímero a lo largo de la suspensión. La solución de polímero se puede añadir a una concentración relativamente diluida, por ejemplo tan bajo como 0.01 % en peso de polímero. Típicamente, la solución de polímero normalmente será utilizada a una concentración entre 0.05 y 5 % en peso de polímero. Preferiblemente, la concentración de polímero será el rango de 0.1 % a 2 o 3 %. Más preferiblemente la concentración van desde 0.25 % a alrededor de 1 o 1.5 %. Alternativamente, el floculante polimérico orgánico se puede añadir a la suspensión en forma de partículas secas o bien como una emulsión de fase inversa o dispersión. Las partículas de polímero seco se disolverían en la suspensión acuosa y la emulsión de fase inversa o dispersión deben invertir directamente en la suspensión acuosa en la que el polímero sería entonces disuelto.

El proceso de acuerdo con la invención presenta mejores tasas de sedimentación. Se ha encontrado que la velocidad de sedimentación es entre 2 y 30 m/hora se puede lograr. Además encontramos que el proceso permite mayor que 99 % en peso de los sólidos en suspensión para ser retirados de una suspensión. Además, el proceso permite un aumento en las concentraciones de sedimentos sólidos de mayor que 10 % en peso en comparación con los procesos convencionales que funcionan en la ausencia del agente. Sedimentos Más preferiblemente reducido límite elástico es la obtención en comparación con los mejores procesos convencionales.

El floculante polimérico orgánico puede incluir polímeros de alto peso molecular que son catiónico, no iónico, aniónico o anfótero. Normalmente, si el polímero es sintético debería exhibir una viscosidad intrínseca de por lo menos 4 dl/g. Preferiblemente, sin embargo, el polímero tendrá significativamente mayor viscosidad intrínseca. Por ejemplo, la viscosidad intrínseca puede ser tan alta como 25 o 30 dl/g o superior. Típicamente, la viscosidad intrínseca será de por lo menos 7 y por lo general por lo menos 10 o 12 dl/g, y podría ser tan alta como 18 o 20 dl/g.

La viscosidad intrínseca de los polímeros se puede determinar preparando una solución acuosa del polímero (0.5-1 % p/p) basado en el contenido activo del polímero. 2 g de esta solución de polímero 0.5-1 % se diluye a 100 ml en un matraz volumétrico con 50 ml de solución de cloruro de sodio 2 M que está tamponada a pH 7.0 (usando 1.56 g de sodio de fosfato de dihidrógeno y 32.26 g de fosfato disódico de hidrógeno por litro de desionizada agua) y el conjunto se diluye hasta la marca de 100 ml con agua desionizada. La viscosidad intrínseca de los polímeros se mide usando un Número 1 viscosímetro de nivel suspendido a 25°C en solución salina reguladora 1M.

Alternativamente, el floculante polimérico orgánico puede ser un polímero natural o polímero semi natural. Los polímeros naturales o semi naturales típicos incluyen polisacáridos. Esto incluirá almidón catiónico, almidón aniónico, almidón anfótero, quitosano.

Una clase preferida de polímeros incluye, por ejemplo, polisacáridos tales como almidón, goma guar o dextrano, o un polímero semi-natural, tal como carboximetil celulosa o hidroxietil celulosa.

Una clase preferida de polímeros sintéticos incluye poliéteres tales como óxidos de polialquileno. Normalmente, son los polímeros con unidades repetitivas de oxi alquileno en la estructura del polímero. Óxidos de polialquileno particularmente adecuados incluyen óxidos de polietileno y óxidos de polipropileno. Generalmente estos

polímeros tendrán un peso molecular de por lo menos 500,000 y a menudo por lo menos de un millón. El peso molecular de los poliéteres puede ser tan alta como 15 millones de 20 millones o superior.

Otra clase preferida de polímeros sintéticos incluyen polímeros de adición de vinilo. Estos polímeros se forman a partir de un monómero soluble en agua etilénicamente insaturada o mezcla de monómeros.

El polímero soluble en agua puede ser catiónico, no iónico, anfótero o aniónico. Los polímeros se pueden formar a partir de cualquier monómeros solubles en agua adecuados. Típicamente los monómeros solubles en agua tienen una solubilidad en agua de por lo menos 5 g/100cc a 25°C. Polímeros aniónicos particularmente preferidos se forman a partir de monómeros seleccionados de ácido carboxílico etilénicamente insaturado y monómeros de ácido sulfónico, preferiblemente seleccionado entre ácido (met) acrílico, ácido alil sulfónico y ácido 2-acrilamido-2-metil propano sulfónico, y sus sales, opcionalmente en combinación con co- monómeros no iónicos, preferiblemente seleccionados de (met) acrilamida, ésteres de alquilo hidroxí de ácido (met) acrílico y N-vinilpirrolidona. Los polímeros especialmente preferidos incluyen el homopolímero de acrilato de sodio, el homopolímero de acrilamida y el copolímero de acrilato de sodio con acrilamida.

Los polímeros no iónicos preferidos se forman a partir de monómeros etilénicamente insaturados seleccionados a partir de (met) acrilamida, ésteres de alquilo hidroxí de ácido (met) acrílico y N-vinilpirrolidona.

Los polímeros catiónicos preferidos se forman a partir de monómeros etilénicamente insaturados seleccionados a partir de (met) acrilato dimetil amino etilo - cloruro de metilo, (DMAEA.MeCl) cuaternario, cloruro de dialil dimetil amonio (DADMAC), cloruro de trimetil amino propil (met) acrilamida (ATPAC) opcionalmente en combinación con co- monómeros no iónicos, preferiblemente seleccionados de (met) acrilamida, ésteres de hidroxí alquilo de ácido (met) acrílico y N-vinilpirrolidona.

En la invención, el polímero se puede formar por cualquier proceso de polimerización adecuado. Los polímeros se pueden preparar, por ejemplo, como polímeros de gel mediante polimerización en solución, polimerización en suspensión de agua-en-aceite o por polimerización en emulsión de agua-en-aceite. Cuando la preparación de polímeros de gel mediante polimerización en solución los iniciadores se introducen generalmente en la solución de monómero.

Opcionalmente un sistema iniciador térmico puede ser incluido. Típicamente un iniciador térmico incluiría cualquier compuesto iniciador adecuado que libere radicales a una temperatura elevada, por ejemplo, compuestos azoicos, tales como azo-bis-isobutironitrilo. La temperatura durante la polimerización debería elevarse a por lo menos 70°C, pero preferiblemente por debajo de 95°C. Alternativamente la polimerización se puede efectuar por irradiación (luz ultravioleta, energía de microondas, calor, etc.) opcionalmente también el uso de iniciadores de radiación adecuadas. Una vez que la polimerización es completa y el gel de polímero se ha dejado enfriar suficientemente el gel puede procesarse de una manera estándar por triturando primero el gel en pedazos más pequeños, secando al polímero sustancialmente deshidratado seguido por trituración a un polvo.

Tales geles de polímeros se pueden preparar por técnicas de polimerización adecuadas como se describió anteriormente, por ejemplo por irradiación. Los geles pueden ser cortados a un tamaño apropiado según sea necesario y después de la aplicación se mezcla con el material como partículas de polímero solubles en agua parcialmente hidratados.

Los polímeros pueden producirse como perlas mediante polimerización en suspensión o como una emulsión de agua-en-aceite o dispersión por polimerización en emulsión de agua-en-aceite, por ejemplo de acuerdo con un proceso definido por EP-A-150933, EP-A-102760 o documento EP-A-126528.

Alternativamente, el polímero soluble en agua se puede proporcionar como una dispersión en un medio acuoso. Esto puede ser por ejemplo una dispersión de partículas de polímero de por lo menos 20 micras en un medio acuoso que contiene un agente equilibrante como se da en el documento EP-A-170394. Esto puede por ejemplo también incluir dispersiones acuosas de partículas de polímero preparadas por la polimerización de monómeros acuosos en presencia de un medio acuoso que contiene polímeros de baja IV disueltos tales como cloruro de poli dialil dimetil amonio y opcionalmente otros materiales disueltos, por ejemplo electrolito y/o de múltiples compuestos hidroxílicos, como figuran en el documento WO -A-9831749 o WO -A-9831748.

La solución acuosa de polímero soluble en agua se obtiene típicamente disolviendo el polímero en agua o mediante la dilución de una solución más concentrada del polímero. Generalmente el polímero en partículas sólido, por ejemplo en forma de polvo o granos, se dispersa en agua y se deja disolver con agitación. Esto se puede

conseguir usando equipo de cobertura convencional. Convenientemente, la solución de polímero se puede preparar usando el Auto Wet Jet (marca registrada) suministrado por BASF. Alternativamente, el polímero puede ser suministrado en forma de una emulsión de fase inversa o dispersión que luego puede ser invertida en el agua.

Los siguientes ejemplos ilustran la invención.

Ejemplo 1

1) Influencia del Hierro II (agente activador) sobre el peróxido de hidrógeno (agente oxidante) en suspensión de arcilla China floculada

1.1) Control

0.9 l de 4 % p/v de arcilla china a pH 5 (pH natural de la arcilla china con agua desionizada) se colocó en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

5 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero constaba de copolímero de acrilato de sodio/acrilamida 30/70 de peso molecular de aproximadamente 15,000,000 y la agitación continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 minuto.

Después de 1 minuto, la suspensión se volvió a suspender por agitación continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el tiempo necesario para que la línea de lodo se asentara se registró entre las marcas de 700 ml y 500 ml. El régimen de asentamiento en cm/min se calcula a partir de esta cifra.

1.2) Sólo H_2O_2 (agente oxidante) 0.9 l de adición de 4 % p/v de arcilla china a pH 5 (pH natural de la arcilla china con agua desionizada) se colocaron en un en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

5 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero constaba de copolímero de acrilato de sodio/acrilamida 30/70 de peso molecular de aproximadamente 15,000,000 y la agitación continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 minuto.

Después de 1 minuto se resuspendió la suspensión y 0.3 ml de peróxido de hidrógeno 3 % v/v (H_2O_2 10 ppm en 0.9 l de suspensión) se añadió rápidamente y continuó la agitación durante 30 segundos. La agitación se dejó y el tiempo necesario para que la

línea de lodo se asentara se registró entre las marcas de 700 ml y 500 ml. El régimen de asentamiento en cm/min se calcula a partir de esta cifra.

1.3) Hierro (II) (activador) y luego adición de H_2O_2 (agente oxidante)

0.9 l de 4 % p/v de arcilla china a pH 5 (pH natural de la arcilla china con agua desionizada) se colocaron en un en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

5 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero consistió de copolímero de acrilato de sodio/acrilamida 30/70 de peso molecular de aproximadamente 15,000,000 y la agitación continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 minuto.

Después de 1 minuto se resuspendió la suspensión y 0.22 ml de una solución 20% p/v de sulfato de hierro (II) fueron adicionados y se mezcló por 30 segundos (para poder obtener 10ppm de iones metálicos de hierro (II) disueltos en la suspensión. En esta unión se agregó rápidamente 0.30 ml de Peróxido de hidrógeno 3% v/v (10 ppm H_2O_2 en 0.9 l de suspensión) y la agitación continuó durante 30 segundos adicionales. Después de que cesó la agitación y se tomó el tiempo necesario para que asentara la línea de lodo se registró entre las marcas de 700 ml y 500 ml. El régimen de asentamiento en cm/min se calcula a partir de esta cifra.

1.4) H_2O_2 (agente oxidante) y, a continuación adición de Hierro (II) (activador)

0.9 l de adición de arcilla china 4 % p/v a pH 5 (pH natural de la arcilla de China con agua desionizada) se colocó en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

5 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero consistió de copolímero de acrilato de sodio /acrilamida 30/70 de peso molecular de aproximadamente 15,000,000 y la agitación continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 minuto.

Después de 1 minuto se resuspendió la suspensión y 0.30 ml de 3 % v/v de peróxido de hidrógeno (10ppm H_2O_2 en 0.9 L de suspensión) se añadió y se agitó durante 30 segundos. En esta unión se disolvieron 0.22 ml de una solución de sulfato de hierro(II) al 20% p/v (con el fin de obtener 10ppm de iones de metales de hierro (II) disueltos en toda la suspensión) se añadió rápidamente y se continuó la agitación durante otros 30

segundos. Después de que la agitación se dejó y el tiempo necesario para que la línea de lodo se estableciera se registró entre las marcas de 700ml y 500 ml. La velocidad de liquidación de cm/min se calcula a partir de esta cifra.

Exp. No.	Descripción	Régimen de asentamiento (cm/min)
1.1	Control (solo floculante)	28.94
1.2	10 ppm H_2O_2 (Sin activador)	27.44
1.3	1) 10 ppm Fe(II), 2) 10 ppm H_2O_2	1.17
1.4	1) 10 ppm H_2O_2 , 2) 10 ppm Fe(II)	1.12

Ejemplo 2

2) Influencia de cobre II (agente activador) sobre peróxido de hidrógeno (agente oxidante) en suspensión de arcilla china floculada

2.1) Control 1 (sin activador)

0.9 l de 4 % p/v de arcilla china a pH 11.5 (se basificó mediante la adición de hidróxido de calcio) se colocó en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

8 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero consistió de copolímero de ácido 2-acrilamido -2-metilpropano sulfónico/acrilamida 30/70 que se añadió y se continuó la agitación durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 hora.

Después de este tiempo la suspensión se volvió a suspender por agitación que se continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el tiempo necesario para que la línea de lodo se asentara se registró entre las marcas 700ml y de 500 ml. La velocidad de liquidación en cm/min se calcula a partir de esta cifra.

2.2) Control 2 (con el activador)

226 mg de sulfato de cobre anhidro ($CuSO_4$) se añade en 0.9 l de arcilla china 4 % p/v a pH 11.5 (se basificó mediante la adición de hidróxido de calcio) con el fin de obtener 100ppm iones de metal de cobre (II) disuelto en toda la suspensión. Los

contenidos se colocaron en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

18 ml de una solución diluida (aproximadamente 0,05 % en agua desionizada) de un polímero que consistió en acrilato de sodio de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico/acrilamida 30/70 se añadió y se continuó la agitación durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 hora.

Después de este tiempo la suspensión se volvió a suspender por agitación se continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el tiempo necesario para que se registrara la línea de lodo se asentara entre el las marcas de 700ml y 500 ml. La velocidad de liquidación de cm/min se calcula a partir de esta cifra.

2.3) Sólo se adicionó H_2O_2 (agente oxidante)

0.9 L de arcilla china a 4 % p/v a pH 11.5 (se basificó mediante la adición de hidróxido de calcio) se colocó en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

Bajo agitación, se añadieron 3 ml de solución v/v de peróxido de hidrógeno al 3 % (100 ppm H_2O_2 en 0.9 L de suspensión) en la suspensión mixta seguido de la adición de 8 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero que consistió en copolímero de acrilato de sodio de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico/acrilamida 30/70. Los contenidos fueron agitados continuamente durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 hora.

Después de este tiempo la suspensión se volvió a suspender por agitación que continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el tiempo necesario para que se registrara la línea de lodo se asentara entre el las marcas de 700ml y 500 ml. La velocidad de liquidación de cm/min se calcula a partir de esta cifra.

2.4) Adición de cobre (II) (activador) y H_2O_2 (agente oxidante)

226 mg de sulfato de cobre anhidro ($CuSO_4$) se añade en 0.9 L de arcilla china 4 % p/v a pH 11.5 (basificó mediante la adición de calcio hidróxido) con el fin de obtener 100 ppm de iones de metales de cobre (II) disueltos en la suspensión de todo. Los contenidos se colocaron en un vaso alto de agitador de 1 L y se agitó a 200 rpm usando un agitador de compuerta mecánica.

Bajo agitación, se añadieron 3 ml de solución de peróxido de hidrógeno al 3 % v/v (100 ppm H_2O_2 en 0.9 L de suspensión) en la suspensión mixta seguido por la adición

de 18 ml de una solución diluida (aproximadamente 0.05 % en agua desionizada) de un polímero consistía en copolímero de acrilato de sodio de ácido 2-acrilamido-2-metilpropano sulfónico/acrilamida 30/70. Los contenidos fueron agitados continuamente durante 30 segundos. La agitación se dejó y el material floculado se dejó en reposo durante 1 hora.

Después de este tiempo la suspensión se volvió a suspender por agitación que continuó durante 30 segundos. La agitación se dejó y el tiempo necesario para que se registrara la línea de lodo se asentara entre el las marcas de 700ml y 500 ml. La velocidad de liquidación de cm/min se calcula a partir de esta cifra.

Exp. No.	Descripción	Régimen de asentamiento (cm/min)
2.1	Control 1 (solo floculante – sin activador)	16.20
2.2	Control 2 (solo floculante – con activador)	15.73
2.3	100 ppm H_2O_2 (Sin activador)	11.89
2.4	1) 100 ppm Cu(II); 2) 100 ppm H_2O_2	3.56

RESUMEN

Un proceso de concentración de una suspensión en partículas sólidas en un medio acuoso que comprende introducir en la suspensión floculante por lo menos un polímero orgánico y la adición de un sistema de agente, en donde las partículas sólidas en la suspensión están floculadas por la acción de por lo menos un floculante polimérico orgánico y partículas sólidas así formadas floculadas se depositan para formar una capa asentada de sólidos en suspensión en el medio acuoso, en donde el sistema de agente comprende: i) por lo menos un agente oxidante; ii) por lo menos un agente de control.