

Datos Experimentales Adicionales

Impacto de la bentonita sobre la floculación utilizando Omysed

I. Materiales

I.1. Muestra de sedimento

La muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" ha sido suministrada el 19 de marzo de 2015 por RWE Power AG.

Se mide el contenido de sólidos totales (TS, por sus siglas en inglés), el pH, la conductividad y la carga (Tabla 1).

La muestra proporcionada tiene un contenido de TS del 27.9% después de homogeneización con agitación mecánica. La muestra se diluye hasta un 2.5% de contenido de sólidos para evaluar el desempeño de la floculación. La muestra suministrada es marrón, casi negra, de consistencia muy fina y aceitosa (Figura 1).

Tabla 1: Caracterización de la muestra de lodo "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" de RWE Power AG (Alemania).

Muestra	Wasserhaltung 6, Becken 2
Nombre del laboratorio	20150320-WH6-Be2-500mm
TS inicial (%)	24.2
pH	7.1
Conductividad (mS/cm)	225
Carga (mVal/g)	22.3 (aniónico)



Figura 1: Muestra “Wasserhaltung 6, Becken 2” de RWE Power AG (Alemania)

I.2. Muestras de filosilicato

Se proporcionan cuatro muestras de bentonita. La composición mineralógica de estas muestras se investiga por DRX (Tabla 2).

Tres muestras (Bentonita C2, Bentonil XR y Tixotón) muestran una concentración de arcilla de “Montmorillonita/Beidelita” entre 66 y 84%. La muestra de Terrana muestra una concentración de arcilla de “Montmorillonita/Beidelita” del 12%.

Tabla 2: Caracterización mineralógica de los filosilicatos utilizados para las pruebas de floculación.

No.	Nombre de las muestras	Tipo de mineral	Composición de Mineral Principal (%)		
			Montmorillonita /Beidelita	Vermiculita	Cuarzo
1	Bentonita C2	Na-bentonita	70	0	16

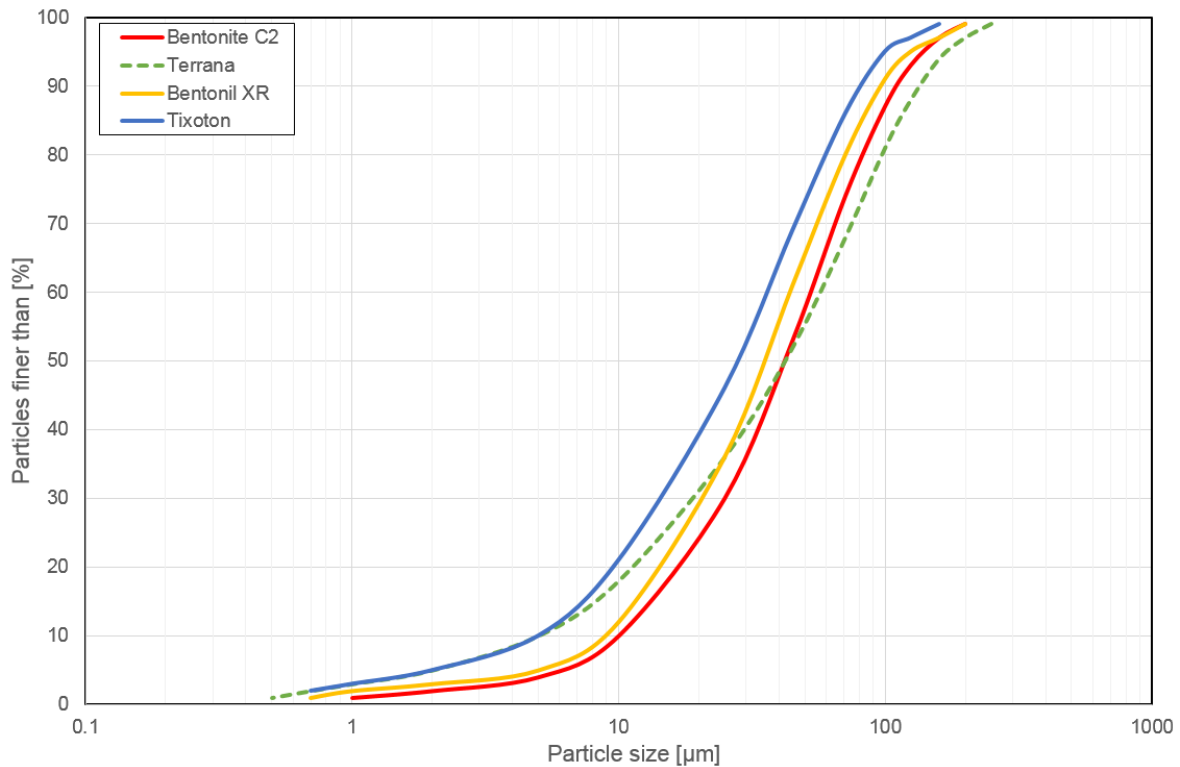
2	Terrana	Arcilla	12	39	14
3	Bentonil XR	Na-bentonita	84	0	5
4	Tixotón	Na-bentonita	66	0	15

La granulometría de las muestras secas se analiza también utilizando un Malvern 3000 (Tabla 3) y muestra el mismo rango de distribución de tamaños de partícula con d_{50} entre 28 – 42 mm y un corte superior (d_{98}) entre 132 – 211 mm.

Tabla 3: Granulometría de las muestras utilizadas durante los ensayos de floculación.

No.	Nombre de las muestras	Tipo de mineral	Granulometría (mm)	
			Media d_{50}	Corte Superior d_{98}
1	Bentonita C2	Na-bentonita	42.3	177
2	Terrana	Arcilla	41.7	211
3	Bentonil XR	Na-bentonita	35.4	163
4	Tixotón	Na-	27.9	132

		bentonita		
--	--	-----------	--	--



Partículas más finas que (%) Tamaño de partícula [μm]

Gráfico 1: Distribución del tamaño de partícula de los filosilicatos usados durante los ensayos de floculación

La carga de los filosilicatos se mide por valoración utilizando un detector de carga de partículas (PCD). Las tres muestras de Bentonita C2, Bentonil XR y Tixotón muestran una carga aniónica mayor entre 1030 - 1317 mVal/g, mientras que la muestra de Terrana muestra sólo una carga aniónica baja de 227 mVal /g (Tabla 4)

Tabla 4: Carga de los filosilicatos utilizados durante los ensayos de floculación.

No.	Nombre de las muestras	Carga (mVal/g)
1	Bentonita C2	1317±67 (aniónico)
2	Terrana	226±15 (aniónico)
3	Bentonil XR	1147±82 (aniónico)
4	Tixotón	1030±56 (aniónico)

I.3. Carbonato de calcio (Omyased) tratado superficialmente

Se prepara un carbonato de calcio tratado superficialmente que comprende un recubrimiento y se diluye hasta un 10% de TS con agua desionizada para las pruebas de laboratorio de floculación. La distribución del tamaño de partícula se mide en el sitio utilizando el método Sedigraph estándar (Tabla 5).

Tabla 5: Distribución del tamaño de partícula de Omyased.

	Sedigraph estándar					
	<1mm (%)	<2mm (%)	<5mm (%)	d ₅₀ (mm)	d ₉₈ (mm)	SAA (m ² /g)
Omyased	43.3	79.5	97.9	1.15	5.24	37.3

El carbonato de calcio utilizado para la preparación del carbonato de calcio tratado superficialmente es un carbonato de calcio modificado en superficie (MCC) y el revestimiento catiónico se proporciona mediante la dosificación de Catiofast BP al 1.8%, con base en el peso de carbonato de calcio. Se investiga la repartición de la carga catiónica dentro de la superficie del carbonato de calcio o dentro de la fase acuosa de la suspensión de Omyased (Tabla 6). La

distribución de carga sobre la superficie de carbonato de calcio se calcula consecuentemente (Tabla 7).

Tabla 6: Distribución de carga catiónica entre la superficie del carbonato de calcio y la fase acuosa de la suspensión para Omyased.

	Carga catiónica (mVal/g)	Distribución de carga
Suspensión total	173.5	100%
Fase acuosa	67.4	38.8%
Superficie de carbonato de calcio	106.1	61.2%

Tabla 7: Distribución de carga catiónica en la superficie del carbonato de calcio.

	Catiofast BP
Dosificado, con base en el peso del carbonato de calcio	1.8%
Estimado sobre la superficie de carbonato de calcio, con base en la distribución de la carga	1.1%
Distribución en la superficie de carbonato de calcio (mg/m ²)	0.3

II. Preparación de la muestra y procedimiento de floculación

II.1. Preparación de la muestra

La muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" se mezcla primero completamente con un dispositivo de mezclado mecánico y luego se tamiza a través de una malla de 500 μm . La muestra de sedimento se diluye con agua desionizada.

II. 2. Procedimiento de floculación (MWT05)

El objetivo de las pruebas de laboratorio consiste en evaluar la floculación y sedimentación de las muestras de sedimento utilizando Omyased y filosilicato. El Omyased se diluye hasta 10% TS con agua desionizada.

Se evalúa una dosificación constante de Omyased, por sólidos totales de lodo, como $\text{kg}_{\text{seco}}/\text{t}_{\text{TS}}$, en una muestra de sedimento diluida, mientras que los filosilicatos se dosifican, ya sea un solo filosilicato a diferentes concentraciones o varios filosilicatos a la misma concentración.

La muestra de sedimento tratada se mezcla durante 2 minutos a 300 rpm después de haber dosificado la cantidad requerida de Omyased en la muestra de lodo. La floculación se evalúa observando la floculación del lodo durante 20 minutos de tiempo de sedimentación. La turbidez, respectivamente la claridad del sobrenadante, se evalúa a tiempo para evaluar la disminución de la turbidez con el tiempo.

III. Resultados de las pruebas de floculación

III.1. Pruebas de floculación con carbonato de calcio (Omyased) tratado superficialmente

La prueba se realiza utilizando la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" que se tamiza a través de una malla de 500 μm y luego se diluye hasta $\sim 2.5\%$ TS como ya se ha indicado anteriormente.

El contenido exacto de TS se mide y se utiliza para los cálculos de la dosis de Omyased. La dosis de Omyased se elige de acuerdo con las pruebas de laboratorio anteriores que muestran buenas propiedades de floculación de la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a $\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / \text{t}_{\text{TS}}$ de Omyased (Tabla 8).

Se puede observar bajo estas condiciones de prueba que una floculación tiene lugar cuando se usa $\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / \text{t}_{\text{TS}}$ de Omyased, pero se proporciona un sobrenadante bastante turbio. Después de 20 minutos de tiempo de sedimentación se puede observar que el lodo floculado se estabilizó a sólo $\sim 40\%$ del volumen inicial.

Tabla 8: Pruebas de laboratorio de floculación MWT05 de la muestra tamizada "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a 2.5% TS usando Omyased solo en diferentes dosis.

Dosis	20 minutos de tiempo de sedimentación	
Omyased (ppm)	En blanco	500
Filosilicato (ppm)		0
Omyased ($\text{kg}_{\text{seco}} / \text{t}_{\text{sed}}$)		19.6
Filosilicato ($\text{kg}_{\text{seco}} / \text{t}_{\text{sed}}$)		0

Omyased solo



III.2. Pruebas de floculación con filosilicato solo

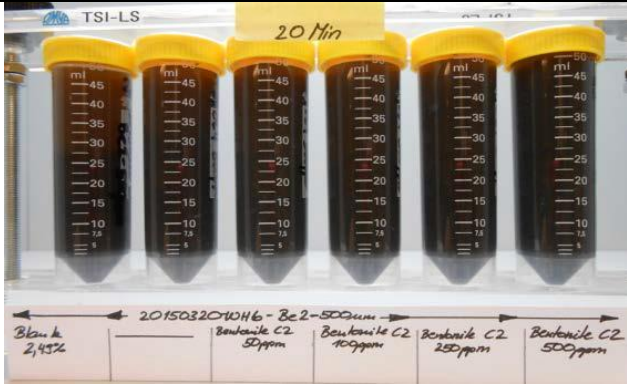
La prueba se realiza utilizando la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" que se tamiza a través de una malla de 500 mm y luego se diluye hasta ~ 2.5% TS como ya se ha indicado anteriormente.

Como filosilicato se utiliza una muestra de bentonita C2 sola. El filosilicato se añade a diferentes dosis entre ~ 2 - 20 kg_{seco}/ t_{TS} (Tabla 9).

Se puede observar que el uso de bentonita C2 sola no proporciona ninguna floculación en absoluto, en todas las dosificaciones ensayadas. Después de 20 minutos de tiempo de sedimentación, no se ha producido ninguna floculación, sin ningún tipo de sedimentación tampoco.

Tabla 9: Pruebas de laboratorio de floculación MWT05 de la muestra tamizada "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a 2.5% TS utilizando filosilicato solo en diferentes dosis.)

Dosis	20 minutos de tiempo de sedimentación	
Omyased (ppm)		0

Filosilicato (ppm)	En blanco	0	50	100	250	500
Omyased ($\text{kg}_{\text{seco}}/\text{t}_{\text{sed}}$)		0				
Filosilicato ($\text{kg}_{\text{seco}}/\text{t}_{\text{sed}}$)		0	2.0	3.9	9.8	19.6
Filosilicato solo						

III.3. Pruebas de floculación con Omyased y filosilicato

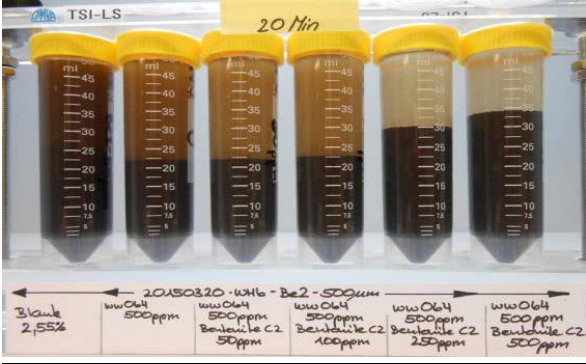
La prueba se realiza utilizando la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" que se tamiza a través de una malla de 500 μm y luego se diluye hasta $\sim 2.5\%$ TS como ya se ha indicado anteriormente.

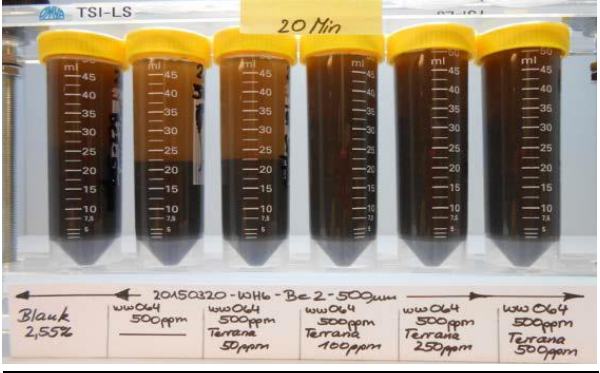
El contenido de TS exacto se mide y se utiliza para los cálculos de las dosis de Omyased/filosilicato, añadidas simultáneamente. La dosis de Omyased se elige de acuerdo con las pruebas de laboratorio anteriores que muestran buenas propiedades de floculación de la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*", a $\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}}/\text{t}_{\text{TS}}$ de Omyased (Tabla 10).

En las condiciones de prueba se puede observar que la adición de los filosilicatos Bentonil XR, Tixotón o Bentonita C2 proporciona sobrenadantes más claros de la muestra de sedimento, en donde la adición de Terrana no

proporciona ninguna mejora con respecto a la calidad de los sobrenadantes obtenidos después de la floculación o el volumen final de los lodos floculados.

Tabla 10: Pruebas de laboratorio de floculación MWT05 de la muestra tamizada "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a 2.5% TS usando Omyased (~ 20 kg_{seco}/ t_{TS}) y diferentes dosis de filosilicato.

Dosis		20 minutos de tiempo de sedimentación				
Omyased (ppm)	En blanco	500				
Filosilicato (ppm)		0	50	100	250	500
Omyased (kg _{seco} / t _{sed})		19.6				
Filosilicato (kg _{seco} / t _{sed})		0	2.0	3.9	9.8	19.6
Omyased	Bentonita C2					

	Terrana	 TSI-LS 20 Min Blank 2,55% wwo 0,64 500ppm 20150320-WH6-Be 2-500µm wwo 0,64 500ppm Terrana 50ppm wwo 0,64 500ppm Terrana 100ppm wwo 0,64 500ppm Terrana 250ppm wwo 0,64 500ppm Terrana 500ppm
	Bentonil XR	 TSI-LS 20 Min Blank 2,55% wwo 0,64 500ppm 20150320-WH6-Be 2-500µm wwo 0,64 500ppm Bentonil XR 50ppm wwo 0,64 500ppm Bentonil XR 100ppm wwo 0,64 500ppm Bentonil XR 250ppm wwo 0,64 500ppm Bentonil XR 500ppm
	Tixotón	 TSI-LS 20 Min Blank 2,55% wwo 0,64 500ppm 20150320-WH6-Be 2-500µm wwo 0,64 500ppm Tixotón 50ppm wwo 0,64 500ppm Tixotón 100ppm wwo 0,64 500ppm Tixotón 250ppm wwo 0,64 500ppm Tixotón 500ppm

III.4. Pruebas de floculación con carbonato de calcio que no ha sido tratado superficialmente y filosilicato.

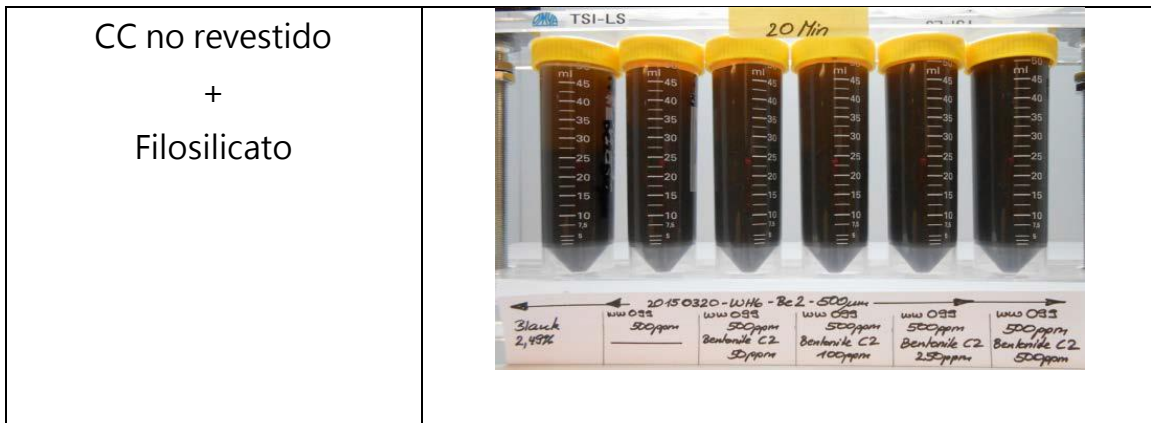
La prueba se realiza utilizando la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" que se tamiza a través de una malla de 500 mm y luego se diluye hasta ~ 2.5% TS como ya se ha indicado anteriormente.

Como carbonato de calcio, se utiliza un carbonato de calcio modificado en la superficie sin tratamiento superficial (CC no revestido) y como filosilicato se utiliza bentonita C2. El carbonato de calcio se utiliza a una dosis constante de $\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / t_{\text{TS}}$ para la prueba de floculación, en combinación con diferentes dosis de filosilicato entre $\sim 2 - 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / t_{\text{TS}}$ (Tabla 11).

Bajo estas condiciones de prueba se puede observar que el uso de carbonato de calcio sin tratamiento superficial (sin polímero catiónico) solo o en combinación con un filosilicato en diferentes dosificaciones no proporciona ninguna floculación en absoluto. Después de 20 minutos de tiempo de sedimentación no se ha producido ninguna floculación, sin ningún tipo de sedimentación tampoco.

Tabla 11: Pruebas de laboratorio de floculación MWT05 de la muestra tamizada "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a 2.5% TS utilizando carbonato de calcio que no ha sido tratado superficialmente ($\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / t_{\text{TS}}$) y diferentes dosis de filosilicato.

Dosis	20 minutos de tiempo de sedimentación					
CC no revestido (ppm)	En blanco	500				
Filosilicato (ppm)		0	50	100	250	500
CC no revestido (kg _{seco} /t _{sed})		19.6				
Filosilicato (kg _{seco} / t _{sed})		0	2.0	3.9	9.8	19.6



III.5. Secuencia de pruebas de floculación (primer carbonato de calcio tratado superficialmente y luego filosilicato)

La prueba se realiza utilizando la muestra de sedimento "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" que se tamiza a través de una malla de 500 mm, y luego se diluye hasta ~ 2,5% TS como ya se ha indicado anteriormente.

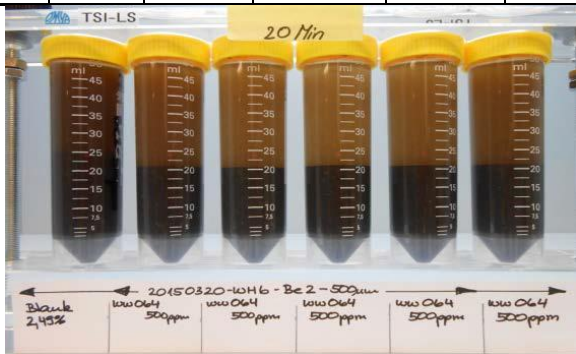
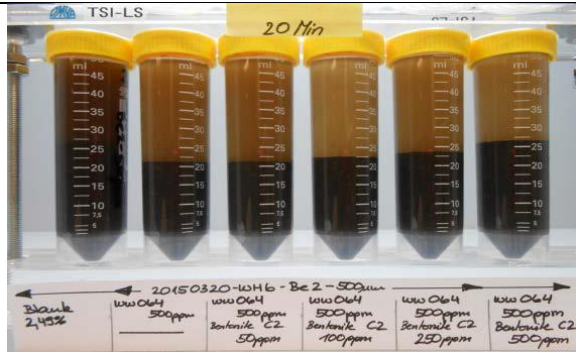
Omyased se utiliza como el carbonato de calcio tratado superficialmente y la bentonita C2 se utiliza como el filosilicato. Primero se añade Omyased a la muestra de sedimento en una dosis constante de ~ 20 kg_{seco} / t_{TS} y después se añade el filosilicato en diferentes dosis entre ~ 2 - 20 kg_{seco} / t_{TS} (Tabla 12).

Se puede observar que usando primero el carbonato de calcio tratado superficialmente y luego el filosilicato no proporciona ninguna mejora con respecto a la claridad de los sobrenadantes después de la floculación. La turbidez del sobrenadante sólo disminuye hasta 269 NTU para la dosis más alta de filosilicato para esta secuencia (primer carbonato de calcio tratado superficialmente y luego filosilicato).

El volumen del lodo floculado obtenido después de la dosis del filosilicato aumenta ligeramente de 40% del volumen inicial cuando se añade solamente

el carbonato de calcio tratado superficialmente a 55% del volumen inicial para la dosis más alta de filosilicato.

Tabla 12: Pruebas de laboratorio de floculación MWT05 de la muestra tamizada "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a 2.5% TS utilizando primero Omyased ($\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / t_{\text{TS}}$) y después diferentes dosis de filosilicato.

Dosis	20 minutos de tiempo de sedimentación					
Omyased (ppm)	En blanco	500				
Filosilicato (ppm)		0	50	100	250	500
Omyased (kg _{seco} / t _{sed})		19.6				
Filosilicato (kg _{seco} / t _{sed})		0	2.0	3.9	9.8	19.6
Primero Omyased solo						
Primero Omyased, después filosilicato						

Turbidez final (NTU)	N/A	419	384	269	308	269
Lodo floculado como proporción de volumen ($V_{\text{floc}}/V_{\text{inicial}}$)	N/A	40%	40%	44%	45%	50%

III.6. Pruebas de floculación Secuencia (primer filosilicato y luego carbonato de calcio tratado superficialmente)

La prueba se realizó de nuevo utilizando la muestra de sedimento tamizada *Wasserhaltung 6, Becken 2* que se diluye hasta ~ 2.5% de TS.

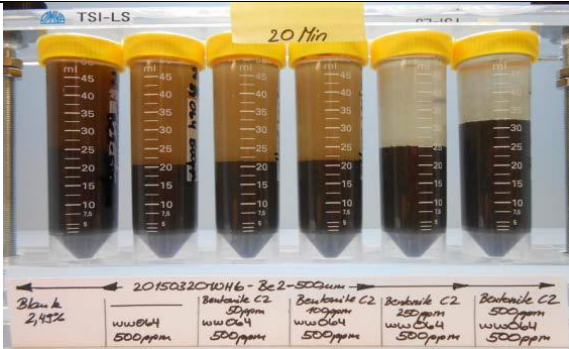
Omyased se utiliza como el carbonato de calcio tratado superficialmente y la bentonita C2 se utiliza como el filosilicato. Primero se añade el filosilicato a la muestra de sedimento en una dosis entre ~ 2 - 20 $\text{kg}_{\text{seco}} / \text{t}_{\text{TS}}$ y después se añade el Omyased en una dosis constante de ~ 20 $\text{kg}_{\text{seco}} / \text{t}_{\text{TS}}$ (Tabla 13).

Se puede observar la utilización de la siguiente secuencia de “primero filosilicato y después el carbonato de calcio tratado superficialmente” proporciona una mejora significativa con respecto a la claridad de los sobrenadantes después de la floculación, cuando se compara con la secuencia inversa (ver la prueba de floculación III.5). La turbidez del sobrenadante disminuyó hasta 77.8 NTU para la dosificación más alta de filosilicato para esta secuencia (primero filosilicato y posteriormente el carbonato de calcio tratado superficialmente), que es mucho menor que para la secuencia inversa (primero carbonato de calcio tratado superficialmente y luego filosilicato).

El volumen del lodo floculado obtenido después de la dosificación del filosilicato aumenta a un rango más alto, alcanzando el 60% del volumen inicial para la dosis más alta del filosilicato.

Tabla 13: Pruebas de laboratorio de floculación MWT05 de la muestra tamizada "*Wasserhaltung 6, Becken 2*" a 2.5% TS utilizando primero dosis diferentes de filosilicato y después Omyased ($\sim 20 \text{ kg}_{\text{seco}} / t_{\text{TS}}$).

Dosis	20 minutos de tiempo de sedimentación					
Omyased (ppm)	En blanco	500				
Filosilicato (ppm)		0	50	100	250	500
Omyased (kg _{seco} / t _{sed})		19.6				
Filosilicato (kg _{seco} / t _{sed})		0	2.0	3.9	9.8	19.6

Primero filosilicato solo	
Primero filosilicato, después Omyased	

Turbidez final (NTU)	N/A	396	341	332	115	77.8
Lodo floculado como proporción de volumen ($V_{\text{floc}}/V_{\text{inicial}}$)	N/A	40%	40%	44%	50%	60%