

0.1.1.3

PATENTE DE INVENCION

=====
Case No.C-22130
=====

Memoria Descriptiva
sobre



"PROCEDIMIENTO PERFECCIONADO PARA FLOCULAR
PARTICULAS SOLIDAS".

Solicitante: NALCO CHEMICAL COMPANY, entidad norteamericana,
residentes en : 6216 West 66th Place, CHICAGO,
Estado de Illinois, EE.UU. de A.

El invento presente se refiere a substancias
copoliméricas que se emplean como aditivos floculantes.
En forma más específica, el invento se relaciona con
los copolímeros de sal de ácido acrílico-acrilamida de
5. diversos tipos que se emplean con gran utilidad en la



floculación de una amplia variedad de líquidos acuosos.

- Se ha descubierto que un determinado número de sustancias son de gran utilidad como activadores de la coagulación o floculación de sólidos en suspensión en un medio acuoso. Entre estas sustancias, una de las clases más logradas son los polímeros orgánicos de gran peso molecular. Dentro de esta clase un cierto número de materiales copoliméricos han resultado prometedores. No obstante, se ha descubierto que en muchos procedimientos especiales de coagulación, es necesario el empleo de un copolímero específicamente adecuado. Es decir, para obtener los mejores resultados, se debe usar un copolímero de un determinado carácter químico, tal como el sintetizado de una determinada proporción fija de un monómero con respecto al otro. Estas sustancias copoliméricas, a pesar de ser útiles para una o unas pocas aplicaciones, a menudo producen efectos mínimos en la floculación de otros sistemas acuosos diferentes.
- Supondría una ventaja indudable en el oficio si se descubriera una sola clase de materiales copoliméricos que mostraran actividad en una amplia variedad de líquidos acuosos que precisaran la purificación o separación de sólidos en suspensión. De manera específica, si se ideara algún medio para poder predecir la forma de elegir los copolímeros específicos que caen dentro del amplio espectro de una clase copolimérica, mediante la cual se consigue la eficacia óptima de coagulación en el líquido acuoso así tratado, se conseguiría un avance considerable en
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



el arte de la coagulación. Es decir, si se ideara algún modo de conseguir la actividad óptima de coagulación entre las numerosas clases de aguas acuosas que se han de tratar, eligiendo un copolímero específico de entre una clase de copolímeros genéricos, tal concepto constituiría un instrumento de gran utilidad en el campo de coagulación.

5. Por consiguiente, uno de los fines del invento es proporcionar materiales copoliméricos y su modo de empleo como agentes floculantes.

10. Un objeto más específico de este invento es proporcionar un número de copolímeros de sal de ácido acrílico-acrilamida que se pueden usar para el tratamiento de una gran variedad de líquidos acuosos, cuya selección del aditivo copolimérico particular depende del líquido particular que haya de tratarse.

15. Aún más, otro objeto del invento es proporcionar copolímeros de sal de ácido acrílico-acrilamida que se puedan usar en un sin fin de aplicaciones de coagulación con resultados óptimos mediante la selección debida del copolímero particular que sea más eficaz para la aplicación específica.

20. Otros fines del invento irán apareciendo en el transcurso de la descripción.

25. De acuerdo con el invento, se ha descubierto un nuevo grupo de substancias copoliméricas que poseen una utilidad notable como floculantes en una amplia variedad de líquidos acuosos. En forma específica, se ha descubierto que los copolímeros de sal de ácido acrílico-acrilamida se pueden emplear con utilidad

30.



- para coagular o flocular los sólidos que se hallan en suspensión en líquidos acuosos impuros, por lo que se consigue una separación óptima de la fase líquida de las partículas sólidas en suspensión. No obstante, y lo que es más importante, se ha determinado que se pueden coagular eficazmente líquidos acuosos específicos solamente mediante el uso de copolímeros de un peso molecular de requisito, medido en términos de viscosidad de las soluciones acuosas, que posean proporciones específicas de grupos de carboxilato con respecto a grupos de amidas. Es decir, las clases particulares de líquidos acuosos solamente se coagulan eficazmente mediante ciertos grupos de copolímeros que tengan ciertas proporciones de un contenido monómero de partida de sales ácidas acrílicas con respecto a la acrilamida, así como una escala definida de pesos moleculares. Los copolímeros que no caen dentro de estos límites de pesos moleculares y proporciones de monómero específico muestran una deficiente actividad coagulante con respecto al líquido acuoso específico en tratamiento, y con frecuencia son completamente ineficaces.
- Para comprender mejor el invento se debe tomar como referencia la figura 1. El gráfico contenido en la figura 1 se ha dibujado trazando la curva de viscosidad del 1% de soluciones acuosas de copolímeros, medido en términos de centipoises en la ordenada, contra el porcentaje molar de acrilato de sodio en el copolímero acrilamida-acrilato en la abscisa. Las áreas que se hallan en el gráfico dentro de la designación A, B, C, D y E definen las 5 clases de sustancias
- 5.
 - 10.
 - 15.
 - 20.
 - 25.
 - 30.



copoliméricas, según se distinguen en particular por medio de los términos de la ordenada y la abcisa del gráfico. Los grupos específicos de líquidos acuosos se designan como:

5. GRUPO I -

Agua turbia.

Agua dura.

Lechadas de mineral de uranio.

Lechadas de mineral de cobre.

10. Lechadas de hidróxido de aluminio.

Lechadas de óxido de hierro.

Lechadas de potasa.

Lechadas de Caolín.

Lechadas de estaño.

15. Lechadas de borax.

Aguas cloacales de tintorería.

Desperdicios del pulido del cristal.

Lechadas de residuos de Fábricas de acero.

GRUPO II -

20. Lechadas de taconita.

Lechadas de residuos de fábricas de aceros.

Lechadas del carbón.

Lechadas de sílice.

Lechadas de hidróxido de aluminio.

25. GRUPO III -

Lechadas del carbón.

Lechadas del carbono.

Lechadas de magnesia.

Lechadas de sílice.

30. Soluciones de azúcar impuras.

3.150

- 6 -



Soluciones salobres.

Soluciones cáusticas.

GRUPO IV -

Lechadas de magnesia.

5. Lechadas de carbón.

Aguas residuales cloacales.

Soluciones de azúcar impuras.

Lechadas de caolín.

GRUPO V -

10. Lechadas de caolín.

Se ha descubierto con gran sorpresa que solamente cier-

tas combinaciones de tratamientos de líquidos acuosos

específicos con composiciones copoliméricas específi-

cas dan adecuados resultados de coagulación por los

15. que se consigue un método práctico de separación de

los sólidos en suspensión de la fase líquida. De mane-

ra más específica, se ha averiguado que los líquidos

acuosos listados como Grupo I pueden coagularse con

eficacia solamente con los copolímeros que caen dentro

20. del área designada como área A por la que quedan defi-

nidos. De manera similar, las combinaciones listadas a

continuación de grupos de líquidos acuosos y clases de

copolímeros, según quedan definidos por determinadas

áreas del gráfico, dan con mucho los mejores resulta-

25. dos de coagulación: Grupo II - Area B; Grupo III -

Area C; Grupo IV - Area D; y Grupo V - Area E.

El invento presente tiene un gran mérito por-

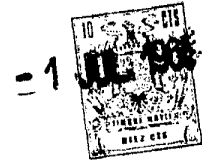
que ahora se puede predecir con exactitud, después de

saber qué líquido acuoso se va a tratar, qué copolíme-

30. ros en términos de peso molecular y qué proporciones



- respectivas de monómero de sal ácida acrílica con respecto a acrilamida se deben emplear como auxiliares del tratamiento en la coagulación del líquido impuro. En unos cuantos casos, el líquido específico
5. se puede coagular útil y eficazmente mediante composiciones copoliméricas que caen dentro de más de un área del gráfico. Por ejemplo, se ha comprobado que las lechadas de hidróxido de aluminio se coagulan más eficazmente mediante copolímeros que caen dentro de
10. las dos Areas A y B. De forma similar, las lechadas de caolín pueden coagularse mediante copolímeros que caen dentro de cada una de las Areas A, E y D.
- Para realizar el invento, una vez se ha establecido qué tipo particular de agua se va a tratar,
15. solamente es necesario escoger un copolímero específico como coagulante, que tenga el peso molecular de requisito y las proporciones de monómero según caigan dentro de una o más de las áreas designadas en el gráfico de la figura 1. Se trata entonces el líquido acuoso (por procedimientos ordinarios de coagulación) con
20. un material que caiga dentro del área apropiada que define sus características físicas y químicas. En general, el agua con impurezas que se está tratando se mezcla con una solución acuosa diluída del coagulante copolimérico orgánico que activa la aglomeración de
25. las partículas en suspensión hasta que se forma un flóculo o grumo visible. Este flóculo se separa entonces de la fase acuosa por medios normales y corrientes como filtración, sedimentación, centrifugación, etc. El material floculento sólido resultante, después
- 30.



- de su separación de la fase acuosa en suspensión, se podrá tirar o, en algunos casos, se podrá utilizar si el componente separado tiene alguna aplicación. Para conseguir la coagulación deseada, es necesario añadir al menos una cantidad coagulante del copolímero elegido. En general, los mejores resultados se consiguen mediante la adición al líquido acuoso impuro específico en tratamiento de una composición coagulante copolimérica en cantidades que oscilen de 0,1 ppm. (partes por millón) a aproximadamente 3.000 ppm. Es preferible emplear mejor de aproximadamente 1 ppm. a alrededor de 1.000 ppm. del aditivo coagulante.
- 5.
- 10.

- El término "floculación" define el proceso de la aglomeración de partículas sólidas en suspensión en líquido acuoso por el que se consiguen mayores masas sólidas que se pueden separar convenientemente de los líquidos acuosos en tratamiento.
- 15.

- Los líquidos acuosos expuestos en la figura 2 son soluciones líquidas o lechadas muy conocidas que precisan poca elaboración adicional. No obstante, en algunos casos es necesaria una explicación adicional. Específicamente, el término "agua turbia" se emplea para definir un líquido acuoso que contiene menos del 0,1% de sólidos en suspensión. Estos sólidos son predominantemente inorgánicos por naturaleza y pueden estar presentes en líquidos acuosos impuros en cantidades tan bajas como el 0,0015% por peso de la suspensión. Asimismo, por el término "agua dura" se entiende el agua que contiene constitutivos de dureza y normalmente iones de calcio y magnesio. Estas aguas se definen
- 20.
- 25.
- 30.



- mejor en términos de contenido de metal alcalino
térreo. En general, estas aguas duras contienen al
menos 100 ppm. de metales alcalino-térreos, expre-
sados como carbonato cálcico, y pueden contener tan-
5. to como 1500 ppm. Normalmente se usa el coagulante
juntamente con el procedimiento de ablandamiento por
el método cal-sosa. En dicho procedimiento, los com-
ponentes de la dureza del agua como calcio y magnesio
se tratan con cal o cal-sodada para formar carbonatos
10. de calcio y magnesio insolubles o hidróxidos que se
solidifican o hacen compactos por medio de los coagu-
lantes y poderse separar posteriormente. Asimismo,
por el término "soluciones impuras de azúcar" se en-
tienden las soluciones acuosas que contienen azúcares
15. disueltos e impurezas en suspensión insolubles en agua.
El uso del término "lechadas de carbón" comprende los
líquidos acuosos que contienen partículas de carbón
en suspensión, así como los líquidos acuosos que ade-
más de carbón contienen otras materias en suspensión
20. como arcilla, sílice, etc., que se pueden encontrar
en el agua resultante del lavado del carbón. "Las aguas
residuales cloacales" comprenden las aguas residuales
urbanas y aguas negras así como las residuales indus-
triales. Por último, el término "soluciones salobres"
25. se emplea para denominar las soluciones saladas de
cloruro de calcio y sus mezclas que además contienen
impurezas en suspensión.

- No se comprende con exactitud por qué deter-
minados líquidos acuoso específicos requieren un tra-
30. tamiento a base de copolímeros de unos límites especí-

31110



- ficos de peso molecular y un límite de proporciones de monómero de sal ácida acrílica con respecto al monómero de acrilamida. Es sabido que aquellos polímeros que contienen una gran mayoría de grupos de amida tienen una tendencia a serpentear, mientras que aquellos polímeros que contienen cantidades en aumento de grupos de carboxilato tienden a extenderse en una cadena más lineal. Se cree que, dependiendo del tipo de partículas suspendidas en el líquido acuoso,
5. se consigue una coagulación más eficaz con polímeros de unos límites de peso molecular de requisito, y una proporción de grupos de amida con respecto a los grupos de carboxilato. En general se cree que aquellos polímeros que tienen una mayor proporción de grupos de amida tienden a adherirse con mayor tenacidad a las partículas sólidas que los polímeros correspondientes que tienen un número mayor de grupos de carboxilato. Determinadas partículas sólidas en suspensión requieren polímeros que contienen una mayor concentración de amida para poder adherirse. En otras situaciones, es esencial una cadena lineal larga para coagular de manera más eficaz las partículas específicas en suspensión. De esta manera, son necesarios más grupos de carboxilato en la médula del polímero.
10. Ocurre la misma circunstancia con respecto a los límites de pesos moleculares. En algunas circunstancias un polímero de peso molecular relativamente bajo da mejores resultados, mientras que el tratamiento de otras partículas en suspensión es necesario un polímero de peso molecular alto. Se comprende, natural-
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



mente , que el invento no queda constreñido por la teoría anterior que únicamente se ha citado para un mejor entendimiento del mecanismo del procedimiento de este invento.

5. Al objeto de preparar un copolímero que se ajuste a la medida de las necesidades particulares del líquido acuoso en tratamiento, es necesario solamente ajustar al principio de la polimerización la proporción de monómero y llevar a cabo dicha reacción hasta conseguir el grado de peso molecular necesario. Los copolímeros del invento que caen entre las Areas A y E pueden elaborarse por procedimientos normales y corrientes. En general, se lleva a cabo una polimerización tipo solución. En sus aspectos más amplios, dichos procedimientos se pueden desarrollar disolviendo monómero de acrilamida y ácido acrílico en las proporciones adecuadas que se deseen y neutralizando posteriormente el ácido acrílico presente en la solución con las cantidades necesarias de base que puede ser cáustica. La sal de ácido acrílico se forma entonces in situ. Por el contrario, la sal de ácido acrílico puede formarse fuera del recipiente de la acción y añadirse simplemente al monómero de acrilamida en forma de sal. Las sales preferidas de acrilato comprenden las sales de metal alcalino de ácido acrílico y la sal de acrilato amónico. Los monómeros de sal de ácido acrílico más preferidos como materiales de partida son el acrilato de sodio y el acrilato amónico. De ellos el más preferible es el acrilato de sodio. Después de la solubilización de la proporción apropiada
- 10.
- 15.
- 20.
- 25.
- 30.



de monómero, se efectúa entonces la copolimerización por medios ordinarios.

- Se ha determinado que el mismo fenómeno de necesitar copolímeros específicos dependiendo del líquido en tratamiento ocurre tanto si la sal de acrilato es sal sódica como si es otra sal de monómero de ácido acrílico. Es decir, los productos copoliméricos formados por monómero de sal de ácido acrílico soluble en agua y monómero de acrilamida son más eficaces en la actividad de coagulación si se calculan en una medida específica, basados en la proporción de monómero y peso molecular, para el tratamiento de cualquiera de los Grupos I a V por adición de copolímeros definidos por las Areas A a E respectivamente. Aunque el gráfico particular de la Figura 1 se define en términos de proporción de acrilamida a acrilato sódico, las mismas áreas relacionadas con el tratamiento de los mismos grupos I, II, III, IV y V, tienen el mismo valor si el acrilato sódico es cualquier monómero de sal de ácido acrílico.

- Se pueden formar composiciones copoliméricas representativas que caigan dentro de las Areas A a E, como se mencionó anteriormente, mediante una amplia variedad de técnicas diferentes de polimerización. Los ejemplos siguientes ilustran la preparación de un copolímero representativo que caiga dentro de cada una de las áreas del gráfico de la figura 1.

EJEMPLO I -

- Este ejemplo ilustra la preparación de un copolímero que comprende 95 moles % de acrilamida y



5 moles % de sal de sodio de ácido acrílico. El producto copolímero cae dentro del Area A del gráfico. Las composiciones que caen dentro de este área se emplean para coagular los líquidos acuosos del Grupo I.

5. Se añadieron 448 gramos de ácido acrílico a 13,138 Kg. de agua blanda. Se disolvió completamente el monómero ácido en el agua y se neutralizó entonces con 516 gramos de una solución de hidróxido de sodio al 50% hasta alcanzar un pH de 7,0-8,5. La neutralización se llevó a cabo en una temperatura de la solución por bajo de 35°C. Se disolvieron entonces en la anterior solución de monómero 8,607 Kg. de acrilamida calentando la solución con vapor a 25°C. Entonces se ajustó el pH de la solución a 8,5. Finalmente se añadieron 81 cc. de una solución al 1% de persulfato de potasio a la solución del monómero, y se mezclaron completamente. También se añadieron y mezclaron en la solución de la reacción 324 cc de una solución al 1% de metabisulfito de sodio.
- 10.
- 15.
20. Entonces se añadió la solución anterior del monómero en un reactor que contenía 57,757 kgs. de tolueno y 1,970 kgs. de emulsor no iónico de monooleato de sorbitan. Se calentó la mezcla de la reacción a 70°C y se cubrió entonces con nitrógeno después de haberse purgado el aire atmosférico. La reacción de la polimerización en sí se llevó a cabo a 70-75°C y se dejó que continuara hasta que cesó el exotérmico. Veinte minutos después de que cesara la reacción exotérmica, se añadieron 18 gramos de catalizador de azobisisobutironitrilo disueltos en tolueno a la mezcla de la reac-
- 25.
- 30.



- ción a 70°C. Se continuó la purga por nitrógeno hasta completar una segunda reacción exotérmica. Esto tuvo lugar aproximadamente 30 minutos después de haber añadido el catalizador de azobisisobutironitrilo. Por
5. último, se quitó el agua por destilación azeotrópica y se sacó el producto sólido del reactor que, después de lavado, estuvo dispuesto para su utilización. Una solución al 1% de este producto tenía una viscosidad de 1600 cps. Ocurrió una casi completa reacción, puesto
10. que al final de la reacción había presente menos del 1,5% de concentración del monómero sin reaccionar.

EJEMPLO II -

- Este ejemplo ilustra una preparación típica de un copolímero de los que caen dentro del Area B.
15. Las composiciones de este tipo son útiles para coagular los miembros acuosos del Grupo II. El producto copolimérico contenía 85 moles % de acrilamida y 15 moles % de sal de sodio de ácido acrílico.

- Se disolvieron 27 partes de ácido acrílico
20. en 72 partes de agua. Se añadieron 56 partes por peso de una solución de hidróxido de sodio al 50% a la solución de ácido acrílico a una temperatura inferior a 35°C. El pH de la solución en este punto fue aproximadamente de 7-9. Entonces se añadieron a la solución
25. 153 partes por peso de acrilamida y se mezclaron hasta disolverse completamente a una temperatura de 20-30°C. Se añadieron 72 partes adicionales de agua y se ajustó el pH del monómero a aproximadamente 8,5. Se disolvieron y calentaron a 70°C en el mismo recipiente
30. de la reacción 575.0 partes por peso de tolueno



- y 19,6 partes por peso de monooleato de sorbitan. Se añadieron 7,3 partes de una solución acuosa al 1% de persulfato de potasio a la solución del monómero con agitación. A esto siguió la adición de 3,2 partes de una solución al 1% de metabisulfito de sodio. Se añadió la solución del monómero que contenía el citado sistema de catalizador redox, a la solución de tolueno y la temperatura aumentó a 75°C. Se purgó la atmósfera existente sobre el recipiente de la reacción con nitrógeno y entonces tuvo lugar una reacción exotérmica.
5. Después de que cesara la reacción exotérmica, se enfrió la mezcla a 63°C. Mientras se hallaba todavía bajo la acción de la purga por nitrógeno, se añadió a la mezcla de la reacción 15,6 partes de una solución al 1,15% de azobisisobutironitrilo en tolueno. Se continuó la purga por nitrógeno a 63°C, hasta que se completó otra reacción exotérmica. Esta segunda reacción exotérmica se completó aproximadamente 30 minutos después de su iniciación. Se extrajo entonces el agua del recipiente por destilación mediante un procedimiento de destilación azeotrópica y se aisló el producto por filtración. Una solución al 1% de copolímero resultante tenía una viscosidad de 4200 cps.
- 10.
- 15.
- 20.

EJEMPLO III -

25. Este ejemplo ilustra la preparación de un copolímero representativo de los que caen dentro del área del gráfico definida como Area C. El copolímero particular se componía de 30 moles % de monómero de acrilato de sodio y 70 moles % de acrilamida y tipifica un producto utilizado para coagular líquidos del
- 30.

3. 20. 30



Grupo III.

5. Se disolvieron 27 partes por peso de ácido acrílico en 72 partes por peso de agua y se enfrió la mezcla a una temperatura menor de 35°C. Se mantuvo la temperatura de dicha solución mientras se llevó a cabo la neutralización con hidróxido de sodio. Se necesitaron 30 partes por peso de una solución al 50% de hidróxido de sodio para realizar esta operación. Se alcanzó un pH de 7-9 de la solución después de la neutralización.
10. Entonces se añadieron 63 partes por peso de acrilamida a la solución anterior y se mezclaron hasta su disolución a una temperatura de la solución de 20-30°C. Se añadieron 33 partes adicionales de agua por peso y se ajustó el pH de la solución del monómero a 8,5. Se añadieron con agitación 0,8 partes de una solución al 1% de persulfato de potasio a la solución del monómero. A esto siguió la adición de 3,2 partes de una solución al 1% de metabisulfito de sodio. Dentro del mismo recipiente de la reacción se añadieron 575.0 partes por peso de tolueno y 19,6 partes por peso de monooleato de sorbitan como emulsor no iónico. Se añadió a la solución de tolueno la solución del monómero y la temperatura aumentó a 75°C.
15. Se purgó el recipiente de la reacción con nitrógeno y se inició una reacción exotérmica. Después de que cesara la reacción exotérmica, se enfrió la mezcla a 63°C y se añadió catalizador adicional. Específicamente se añadieron 15,6 partes de una solución al 1,15% de azobisisobutironitrilo en solución de tolueno
- 20.
- 25.
- 30.



a la mezcla de la reacción. Se continuó la purga por nitrógeno y se mantuvo la temperatura a 63°C hasta que se completó otra reacción exotérmica (aproximadamente 30 minutos después de la iniciación). Después de que tuviera lugar la segunda reacción exotérmica, se destiló el agua por destilación azeotrópica y se aisló el producto sólido por filtración. Una solución al 1% de la composición copolimérica final tenía una viscosidad de 22.500 cps.

10. EJEMPLO IV. -

Este ejemplo ilustra la preparación de un copolímero típico que cae dentro del Area D del gráfico. El producto del copolímero se deberá usar para coagular aquellos líquidos acuosos que caen dentro del Grupo IV. El producto del copolímero se componía de 52 moles % de acrilamida y 48 moles % de sal de sodio de ácido acrílico.

Se elaboró una solución de monómero como sigue:

20. Se añadieron 106.29 kg. de agua blanda a 2,174 kg. de ácido acrílico. Se añadieron entonces 12,973 kgs. de una solución al 50% de hidróxido de sodio a la solución de ácido acrílico mientras que se mantenía la temperatura de la solución por debajo de 95°C con enfriamiento exterior por agua para evitar una polimerización y un enlace de cadenas prematuros. Cuando el pH de la solución alcanzó el vapor de 7-8, se añadieron 12,23 kg. de acrilamida a la solución del monómero y se disolvieron por calor al vapor a 86°C. Por último, se ajustó el pH de la solu-

514039

- 18 -



- ción del monómero a 8,5 con una solución adicional de hidróxido de sodio. Se añadieron 23,52 gramos de un catalizador, t-butilhidroperóxido, a 29,9°C y se dejaron mezclar durante 3-5 minutos. Se añadió la
5. citada solución del monómero al recipiente de la reacción que contenía 17,531 kgs. de tolueno y 1,409 Kgs. de monooleato de sorbitan como emulsor no iónico. Se calentó la mezcla de la reacción a 68,3°C y se purgó con nitrógeno. En este punto, se inició una reacción
10. exotérmica a aproximadamente 72,7°C de temperatura en la reacción. Se consideró que 30 minutos después de la iniciación de la reacción exotérmica, la reacción se había completado. Entonces se calentó la mezcla de la reacción con vapor a 190°C para destilar el agua por
15. destilación azeotrópica. Entonces se enfrió el reactor, se separó el tolueno, y se extrajo el copolímero. Una solución al 1% del producto copolimérico tenía una viscosidad de 23.000 cps.

EJEMPLO V -

20. En este ejemplo se preparó un producto copolimérico que tenía una composición típica comprendida dentro del área E de la curva. Los copolímeros de este tipo se emplean con mayor eficacia para coagular líquidos del Grupo V. El producto contenía 95 moles %
25. de sal de ácido acrílico y 5 moles % de acrilamida.
- Se añadieron 5,164 kgs. de ácido acrílico a 7,882 kgs. de agua y entonces se neutralizó con 5,594 kgs. de una solución al 50% de hidróxido de sodio hasta que se alcanzó un pH de 8.3. Se llevó a cabo la neutralización a una temperatura inferior a 30°C. Entonces
- 30.



- se añadieron 0,271 kgs. de acrilamida y se completó la composición de la solución añadiendo 0,125 kgs. de persulfato de potasio y 0,498 de bisulfito de sodio. Entonces se añadió la solución del monómero a un
5. recipiente de reacción que contenía 45,30 kgs. de tolueno y 1,54 kgs. de un emulsor no iónico. La reacción de la polimerización se desarrolló a una temperatura que oscilaba entre 70°C y 100°C, aproximadamente. Al final de la reacción, se extrajo el agua mediante
10. destilación azeotrópica y se recobró el producto sólido. Una solución al 1% del producto tenía una viscosidad de 30.500 cps.

- Los ejemplos siguientes ilustran la eficacia del invento, y en particular la importancia que tiene la proporción de sal de ácido acrílico con respecto a la acrilamida en composiciones copoliméricas para conseguir la coagulación más eficaz en un líquido acuoso particular que se haya de tratar. En cada caso, se nota que ciertos copolímeros que tienen las proporciones
15. adecuadas de precursores de monómero y peso molecular necesario coagulan con mayor eficacia una solución de una lechada acuosa específica.
- 20.

EJEMPLO VI -

- El ejemplo siguiente se halla relacionado con la sedimentación de una lechada de carbón. La
25. Tabla I ilustra el hecho de que una coagulación aceptable se consigue solamente con composiciones copoliméricas que se hallen comprendidas en las Areas B, C y D. En el ensayo, se trataron 250 mililitros de
30. lechada de carbón con diversas dosis de copolímeros

34030

- 20 -



- de varias clases y se midió el volumen sobrenadante después de 1,5 minutos de tiempo de sedimentación. Además de tomar la medida correspondiente al volumen sobrenadante, se inspeccionó también de una manera visual el carácter del supernadante y se valuó su claridad. Los resultados se dan a continuación:

TABLA I.

CONTENIDO DE ACRILATO DE SODIO.

Dosis	1%	5%	15%	30%	40%	50%	60%	99%	
	0,014	27E	-	-	103sc	73sc	68sc	62c	7E
	0,014	20	-	-	85	66	62	60	10
	0,028	78E	-	-	158mc	128mc	96c	90c	8E
	0,028	76E	-	-	148mc	-	101c	92mc	4E
15.	0,028	72E	112E	122sc	120sc	-	172mc	-	-
	0,028	102sc	172sc	182sc	182sc		202sc	-	-

E = sobrenadante espeso

sc = semiclaro

c = claro

20. mc = muy claro

EJEMPLO VII -

- En este ejemplo se coagularon finos de óxido de hierro con diversos copolímeros en una serie de jornadas. La Tabla II establece los tiempos necesarios para que los sólidos sedimentaran en un 20% del volumen original.

514059



TABLA II.

PORCENTAJE MOLAR DE ACRILATO DE SODIO

	5%	15%	30%	50%	95%
5.	32 seg.	55 seg.	156 seg.	208 seg.	124 seg.

De lo anterior se desprende que las lechadas de óxido de hierro coagulan más eficazmente mediante copolímeros del tipo comprendido dentro del Area A.

EJEMPLO VIII -

10. Se coagularon aguas residuales cloacales mediante diversas composiciones copoliméricas y entonces se determinó el tamaño del flóculo. Los resultados se dan en la Tabla III. En cada caso la dosis fue de 0,5 ppm. de copolímero.

15. TABLA III.

	<u>% Acrilato de Sodio.</u>	<u>Tamaño del Flóculo.</u>
	1%	Mediano-pequeño
	5%	Mediano-pequeño
	30%	Mediano-pequeño
20.	50%	Mediano
	99%	Muy pequeño

Los residuos cloacales se coagulan, por lo tanto, de manera más eficaz con copolímeros comprendidos en el Area D de la figura 1.

25. EJEMPLO IX -

En este experimento, se trataron muestras de una lechada del 5% de sólidos de caolín con un grupo de copolímeros de contenido distinto de acrilato de



- sodio, y se filtraron posteriormente. La eficacia de coagulación se determinó comparando el tiempo necesario para volver a filtrar el filtrado a través de un filtro de torta de caolín. Los copolímeros comprendidos en las Areas A, D y E mostraron una actividad superior en la coagulación de lechadas de caolín.

5.

EJEMPLO X -

- Se llevaron a cabo ensayos de sedimentación de lechadas de uranio, según el método expuesto en el Ejemplo VI. Los resultados se indican en la Tabla siguiente:

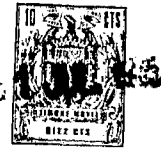
TABLA V.

	% Acrilato de sodio.	6 gramos/ton.	95 gramos/ton	126 gramos/ton
15.	1	108c	127c	139c
	5	120sc	138c	147c
	15	45E	48E	51E
	30	38E	38E	38E
	60	42E	42E	47E
20.	99	71E	81E	86E

Los resultados anteriores conducen al hecho de que los copolímeros comprendidos en el Area A muestran la más alta actividad de coagulación con respecto a las lechadas de uranio.

25. EJEMPLO XI -

Se trataron dos muestras de líquidos acuosos que contenían cobre en suspensión, con diversos copolímeros. Una muestra era una lechada de cobre mientras que la otra consistía en lamas de cobre. En el ensayo



5. se empleó un grupo de copolímeros que comprendía un 1% de acrilato de sodio, 5% de acrilato de sodio, 10% de acrilato de sodio, 20% de acrilato de sodio y 30% de acrilato de sodio. Con respecto a ambos líquidos con contenido de cobre, se obtuvieron con mucho los mejores resultados con los copolímeros del 1% de acrilato comprendidos en el Area A.

EJEMPLO XII -

10. En este Ejemplo, se sedimentó una lechada de potasa con un número determinado de copolímeros. A continuación se dan los volúmenes de sobrenadantes después de 10 minutos de tiempo de sedimentación en unidades de mililitros. Aquellos copolímeros comprendidos en el Area A mostraron la actividad más alta de coagulación.

15.

TABLA VI.

CONTENIDO DE ACRILATO DE SODIO.

Dosis ppm	1%	3%	5%	7%	15%	30%
100	66	73	32	8	53	6
200	95	82	77	29	40	7
200	90	105	30	48	57	37

20.

EJEMPLO XIII -

25. Este ejemplo demuestra el tipo de copolímeros que se debieran usar para sedimentar lechadas de óxido de magnesio. Este experimento, realizado de manera similar al procedimiento de ensayo del Ejemplo VI, demostró que los copolímeros comprendidos en las



Areas C y D son los que se deben emplear para coagular lechadas de magnesia. Los volúmenes de sobrenadante se midieron después de dos tiempos de sedimentación. Los resultados son los siguientes:

5.

TABLA VII.Contenido de Acrilato de Sodio

<u>Tiempo de se- dimentación.</u>	<u>Dosis ppm.</u>	<u>1%</u>	<u>30%</u>	<u>50%</u>
3 minutos	20	Sin sedimentar	129E	192sc
10. 1,5 minutos	40	Sin sedimentar	55E	120sc

EJEMPLO XIV -

En este Ejemplo se determinó qué tipo de copolímeros son apropiados en especial para la sedimentación de suspensiones de sílice. En ensayos específicos, se coaguló con varias composiciones copoliméricas un 23% de sólidos de sílice en suspensión, en diversas dosis. Los volúmenes de sobrenadante después de añadir el coagulante se midieron cuando transcurrieron tres minutos de tiempo de sedimentación. Los resultados son como sigue:

20.

TABLA VIII.CONTENIDO DE ACRILATO DE SODIO.

<u>Dosis</u>	<u>3%</u>	<u>5%</u>	<u>7%</u>	<u>15%</u>	<u>30%</u>	<u>40%</u>	<u>50%</u>	<u>Tamaño de la sílice (malla)</u>
25. 4 ppm	156	163	161	177	172.	157	155	140
8 ppm	171	172	178	190	190	180	175	140
4 ppm	154	162	162	175	172	170	163	240
8 ppm	168	173	174	188	183	176	165	240



Lo anterior indica que las lechadas de sílice se coagulan con mayor eficacia con copolímeros comprendidos en las Areas B y C.

EJEMPLO XV -

5. En un ensayo en obra, se estudió la eficacia y clarificación de azúcar con un número determinado de copolímeros. Se obtuvieron resultados excelentes con copolímeros que comprendían un 30% de acrilato de sodio y un 60% de acrilato de sodio respectivamente. En un ensayo que se hizo utilizando un copolímero que contenía un 15% de acrilato de sodio, no se consiguieron resultados aceptables. En dos etapas siguientes en las que se utilizó copolímeros sintetizados con el 1% de acrilato de sodio y el 5% de acrilato de sodio respectivamente, se consiguieron resultados muy deficientes. Por lo anterior se desprende que las soluciones de azúcar impuras se deben tratar con copolímeros comprendidos en las Areas C y D.

EJEMPLO XVI -

20. En otra serie de ensayos dedicados a la clarificación de azúcar, se trató una mezcla de 250 ml de azúcar disuelta con varios copolímeros. Esta azúcar se había tratado anteriormente con ácido fosfórico y calcio para hacer descender las impurezas en suspensión. El papel del coagulante es ayudar a conseguir el propósito anterior. La Tabla IX muestra de nuevo que las soluciones de azúcar impuras coagulan mejor con los copolímeros comprendidos en las Areas C y D del gráfico de la Figura 1.
- 25.
30. El volumen del filtrado presente después de

31073



un minuto de filtración se da a continuación, de acuerdo con los ensayos llevados.

TABLA IX.

5.	Dosis ppm.	<u>CONTENIDO DE ACRILATO DE SODIO.</u>				
		<u>1%</u>	<u>5%</u>	<u>15%</u>	<u>30%</u>	<u>60%</u>
	10	26	29	24	48	44
	10	-	-	-	75	51

10. Se realizaron un gran número de ensayos con respecto a la coagulación de aguas de todos los tipos comprendidos en los Grupos I a V. En cada uno de los casos, se comprobó que los diversos líquidos comprendidos en estos grupos se debían tratar con copolímeros específicos que tuvieran las proporciones necesarias de sal de ácido acrílico con respecto a acrilamida y peso molecular, según se explicó anteriormente. Es decir, los líquidos del Grupo I se debían tratar con copolímeros comprendidos en el Area A del gráfico. Lo mismo se aplica con respecto al Grupo II y Area B, Grupo III y Area C, Grupo IV y Area D y Grupo V y Area E. Se comprobó que si no se empleaban los copolímeros adecuados, los resultados oscilaban de una completa ineficacia, es decir, no mostraban mejorar con respecto a un líquido sin tratar, a una coagulación mínima, aunque inaceptable desde el punto de vista de una eficacia práctica.
- 15.
- 20.
- 25.

- N O T A -

30. Descrita suficientemente la naturaleza del invento, así como la manera de realizarlo en la prác-



- tica, debe hacerse constar que las disposiciones anteriormente indicadas son susceptibles de modificaciones de detalle en cuanto no alteren su principio fundamental. También se hace constar que el invento
5. corresponde a una solicitud de patente presentada en Norteamérica, con fecha 1 de Julio de 1964, bajo el N^o Ser 379.665, acogiéndose por tanto a los beneficios que conceden los Convenios Internacionales en vigor, siendo lo que constituye la esencia del referido invento y por lo que se solicita Patente de Invención
10. por 20 años en España: "Procedimiento perfeccionado para flocular partículas sólidas"; caracterizándose por lo siguiente:
- 1^a.- Procedimiento perfeccionado para flocular partículas sólidas en suspensión en líquidos acu-
15. sos para conseguir una separación óptima de las citadas partículas de los referidos líquidos, caracterizado por que comprende las etapas de tratar ciertos líquidos acuosos específicos que contienen sólidos en suspensión
20. del tipo definido en los Grupos: I - Agua turbia, agua dura, lechadas de mineral de uranio, lechadas de mineral de cobre, lechadas de hidróxido de aluminio, lechadas de óxido de hierro, lechadas de potasa, lechadas de caolín, lechadas de estaño, lechadas de borax, aguas cloacales de tintorería, desperdicios del pulido del
25. cristal y lechadas de residuos de fábricas de acero; II - Lechadas de taconita, lechadas de residuos de fábricas de aceros, lechadas del carbón, lechadas de sílice y lechadas de hidróxido de aluminio; III - Le-
30. chadas del carbón, lechadas del carbono, lechadas de



- magnesia, lechadas de sílice, soluciones de azucar impuras, soluciones salobres, y soluciones cáusticas;
- IV - Lechadas de magnesia, lechadas de carbón, aguas residuales cloacales, soluciones de azucar impuras y
5. lechadas de caolín y V - Lechadas de caolín, con composiciones coagulantes copoliméricas de sal de ácido acrílico-acrilamida definidas por las Areas A, B, C, D y E, por lo que dichos grupos respectivos de líquidos acuosos se tratan con, por lo menos, cantidades
10. coagulantes de las citadas composiciones copoliméricas respectivas en las combinaciones siguientes: I - A, II - B, III - C, IV - D y V - E; y la separación del agua de los sólidos coagulados resultantes.
- 2ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª,
15. caracterizado porque se tratan con la composición copolimérica de sal de ácido acrílico-acrilamida definida por el Area A los líquidos acuosos comprendidos en el Grupo I.
- 3ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª,
20. caracterizado porque se tratan con la composición copolimérica de sal de ácido acrílico-acrilamida definida por el Area B los líquidos acuosos comprendidos en el grupo II.
- 4ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª,
25. caracterizado porque se tratan con la composición copolimérica de sal de ácido acrílico-acrilamida definida por el Area C los líquidos acuosos comprendidos en el Grupo III.
- 5ª.- Procedimiento, según reivindicación 1ª,
30. caracterizado porque se tratan con la composición co-



polimérica de sal de ácido acrílico-acrilamida definida por el Area D los líquidos acuosos comprendidos en el Grupo IV.

5. 6ª.- Procedimiento, según la reivindicación 1ª, caracterizado porque se tratan con la composición copolimérica de sal de ácido acrílico-acrilamida definida por el Area E los líquidos acuosos comprendidos en el Grupo V.

10. 7ª.- Procedimiento perfeccionado para floccular partículas sólidas; tal y como queda substancialmente descrito en la presente Memoria e ilustrado en el dibujo adjunto.

Esta Memoria consta de veintinueve hojas, escritas a máquina por una sola cara.

Madrid, 1 JUL 1965

NALCO CHEMICAL COMPANY,

J. GOMEZ AC. EC. Y MODET
c. p. España 1

316070

ESCALA VARIABLE



Fig.1

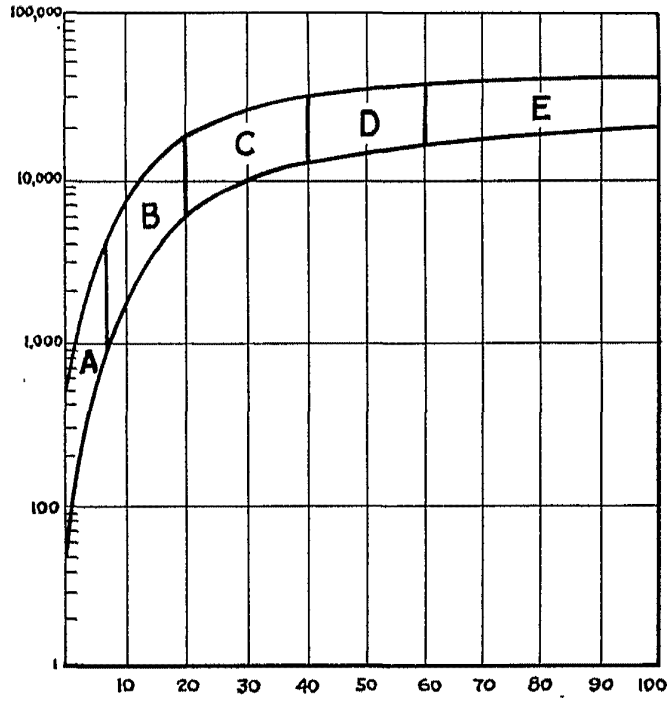


Fig.2

Madrid - 1 JUL 1965
J. GOMEZ GONZALEZ Y MODET
p. p. Firmado: J. Gomez Gonzalez