

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 941 733**

51 Int. Cl.:

D21C 5/02 (2008.01)

D21B 1/32 (2008.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.12.2018 PCT/FI2018/050922**

87 Fecha y número de publicación internacional: **20.06.2019 WO19115882**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2018 E 18829420 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.02.2023 EP 3724395**

54 Título: **Método para el tratamiento de alimentación acuosa mediante flotación de gas disuelto**

30 Prioridad:

15.12.2017 FI 20176122

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

25.05.2023

73 Titular/es:

KEMIRA OYJ (100.0%)

Energiakatu 4

00180 Helsinki, FI

72 Inventor/es:

HIETANIEMI, MATTI;

VÄLIMÄKI, JYRI;

LIKANDER, JOONAS y

CARCELLER, ROSA

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 941 733 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Método para el tratamiento de alimentación acuosa mediante flotación de gas disuelto

La presente invención se refiere a un método para tratar la alimentación acuosa procedente de la manufacturación de pulpa, papel, cartón, pulpa de fibra reciclada o similares mediante flotación de gas disuelto, especialmente flotación de aire disuelto (DAF, por sus siglas en inglés), según el preámbulo de la reivindicación independiente adjunta.

La flotación de gas disuelto se usa para clarificar diversas alimentaciones acuosas de los procedimientos de fabricación de pulpa, papel y cartón. Pueden añadirse floculantes a la alimentación acuosa que hay que tratar para flocular el material sólido en forma de partículas suspendido presente en la alimentación antes de que la alimentación se introduzca en un estanque de flotación. En el procedimiento normal de flotación de gas disuelto, el agua de dispersión que contiene gas disuelto se introduce junto con la alimentación acuosa en el estanque de flotación. Cuando el agua de dispersión entra en el estanque de flotación, el gas disuelto se libera en forma de pequeñas burbujas. Los flóculos se ponen en contacto con las pequeñas burbujas de aire, por lo que las burbujas de aire se adhieren a los flóculos formados. Las burbujas hacen que los flóculos floten en la superficie, donde se forma una capa flotante o islas flotantes de lodo superficial, que pueden eliminarse de la superficie, por ejemplo, con un raspador o a través de una salida de rebose. El agua clarificada generalmente se elimina de la parte inferior del estanque. Normalmente, una parte del agua clarificada se separa y se usa como agua de dispersión, después de que se haya disuelto el gas en ella.

Convencionalmente, se han usado floculantes de poliácridamida de alto peso molecular para flocular el material particular sólido suspendido en la alimentación antes de su entrada en el estanque de flotación. Debido a una mayor conciencia y regulaciones ambientales, los procedimientos industriales, como los procedimientos de fabricación de pulpa y papel, se han vuelto cada vez más cerrados, lo que significa que usan menos agua dulce. Esto da como resultado una mayor conductividad o fuerza iónica total, es decir, concentración de sal, en las aguas de procedimiento. Al mismo tiempo, se ha aumentado el uso de fibra reciclada como fuente de fibra en la fabricación de papel, lo que proporciona una carga sustancial de sustancias disueltas y coloidales, los denominados desechos aniónicos, a las aguas de procedimiento. Tanto la elevada conductividad como la elevada carga de sustancias disueltas y coloidales tienden a interferir con el rendimiento de los polímeros floculantes convencionales. En consecuencia, existe la necesidad de un nuevo método eficaz que pueda usarse para la eliminación de material sólido en suspensión en un procedimiento de flotación de gas disuelto (DAF).

En el documento US 6,019,904 se describe un método para clarificar agua cargada de tinta obtenida del reciclado de papel mediante el tratamiento del agua con un polímero de dispersión hidrófilo. El polímero de dispersión hidrófilo es un copolímero de un monómero catiónico de haluro de amonio dialil-N, N-disustituido y (met)acrilamida.

En el documento EP 0 522 334 se describe un método para tratar aguas residuales BCTMP/CTMP que comprende la adición de un coagulante catiónico soluble en agua que tiene un peso molecular menor que 15 000 000 y un floculante de alto peso molecular seleccionado entre polímeros no iónicos, polímeros catiónicos de baja carga y monómeros aniónicos de baja carga.

En el documento US 5,454,955 se describe un método para el tratamiento de aguas residuales para un procedimiento de destintado de papel, donde se añade un coagulante de polímero catiónico soluble en agua al agua residual y después de la adición del coagulante se añade un polímero aniónico soluble en agua en una cantidad eficaz.

En el documento WO 93/02966 se describe la deshidratación de suspensiones acuosas, donde la suspensión se flocula mediante un floculante catiónico y el material floculado se agrega mediante un material coloidal aniónico mezclado con la suspensión floculada.

Un objeto de esta invención es minimizar o incluso eliminar las desventajas existentes en la técnica anterior.

Un objeto también es proporcionar un método que sea eficaz también en el tratamiento de alimentación acuosa de un procesamiento industrial de material fibroso de origen celulósico, tal como la manufacturación de pulpa, papel, cartón, pulpa de fibra reciclada o similares, donde la alimentación acuosa tiene conductividad elevada y/o demanda catiónica elevada que refleja la cantidad de sustancias disueltas y coloidales en la alimentación acuosa.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un método que proporcione flóculos estables de larga duración.

Otro objeto de esta invención es proporcionar un método que proporcione agua clarificada con baja concentración de material sólido en forma de partículas suspendido y baja turbidez. Estos objetos se logran con la invención que tiene las características que se presentan a continuación en la parte de caracterización de la reivindicación independiente. Algunas realizaciones preferibles se describen en las reivindicaciones dependientes.

Las realizaciones mencionadas en este texto se refieren, en su caso, a todos los aspectos de la invención, incluso si esto no siempre se menciona por separado.

El método según la presente invención se define en la presente reivindicación 1.

Ahora se ha descubierto sorprendentemente que en una flotación de gas disuelto se pueden obtener mejoras

inesperadas en el tratamiento de alimentación acuosa cuando se usa un floculante que comprende una composición polimérica específica para flocular material sólido en forma de partículas suspendido. El floculante que comprende la composición polimérica específica interacciona con éxito y flocula el material sólido en forma de partículas suspendido, que incluye posiblemente al menos una parte de las partículas coloidales aniónicas, y produce flóculos que son estructuralmente estables y de larga duración. Se supone, sin pretender estar ligado a una teoría, que el primer polímero de la composición polimérica, que tiene una densidad de carga más alta que el segundo polímero, interacciona con las partículas coloidales aniónicas y/o las sustancias aniónicas disueltas, anclando así la composición polimérica que comprende cadenas de polímero entrelazadas físicamente del primer y segundo polímero a estas sustancias. La conductividad elevada y/o la demanda catiónica elevada de la alimentación acuosa generalmente ejercen una fuerza de compresión sobre las cadenas poliméricas cargadas catiónicamente, pero como la carga catiónica de la composición polimérica, y especialmente su segundo polímero, es solo modesta, las cadenas poliméricas entrelazadas físicamente están menos comprimidas, y quedan más extendidas. Esto puede permitir una floculación eficaz del material sólido en forma de partículas suspendido con el segundo polímero de la composición polimérica. De esta manera, la capacidad de floculación de la composición polimérica, incluida la extensión de las cadenas poliméricas entrelazadas y la capacidad de los polímeros individuales para formar enlaces iónicos y participar en interacciones electrostáticas, no se agota por la demanda catiónica y/o la conductividad elevadas, sino que es preservado para el material sólido en forma de partículas suspendido y puede formar fuertes flóculos.

Según la presente invención, el uso del floculante que comprende la composición polimérica específica puede proporcionar mejores tamaño de flóculo, estabilidad de flóculo y/o densidad de torta de lodo. Especialmente, la mejor estabilidad del copo es un rasgo ventajoso en la flotación de gas disuelto, donde puede llevar varios minutos transportar los copos formados a través del estanque de flotación hasta la superficie. Una vez que los flóculos llegan a la superficie forman un lodo superficial que no debe disolverse ni disgregarse de vuelta a la fase acuosa del estanque de flotación. Una mayor densidad del lodo superficial, es decir, un menor contenido de agua en el lodo superficial, puede mejorar los resultados del raspado del lodo superficial.

En el presente contexto, el término «material sólido en forma de partículas» comprende diferentes partículas sólidas orgánicas e inorgánicas presentes en la alimentación acuosa. La alimentación acuosa puede contener, por ejemplo, material de fibra, tal como material de fibra larga y/o material de fibra corta, y/o partículas minerales inorgánicas. El material de fibra es material de fibra celulósica procedente de fuentes madereras o no madereras, preferiblemente de fuentes madereras. El material de fibra larga denota la fracción de fibra, que se retiene en la pantalla de alambre de metal de malla 100, y el material de fibra corta o fragmentos de fibra denota la fracción de fibra que impregna la pantalla de alambre de metal de malla 100. Mientras que el material de fibra larga es más fácil de flocular, no se requiere una alta proporción de material de fibra larga. Se puede obtener una floculación eficaz mediante la composición polimérica específica incluso cuando la alimentación acuosa comprende menos del 20 % en peso, incluso menos del 10 % en peso, de material de fibra larga, calculado a partir del contenido de sólidos en suspensión de la alimentación acuosa. Además, la alimentación acuosa puede comprender partículas minerales inorgánicas y puede tener un valor de contenido de cenizas en el intervalo del 20 % al 90 %, preferiblemente del 20 % al 85 %, calculado a partir de sólidos. El valor del contenido de cenizas se determina usando la norma ISO 1762, temperatura 525 °C. Las partículas de minerales inorgánicos en la alimentación acuosa, así como en el lodo de la superficie, normalmente se originan a partir de materiales de relleno y de revestimiento usados en la fabricación de papel y cartón. El material sólido en forma de partículas puede incluir además partículas coloidales, que tienen al menos una dimensión entre 1 nm y 1 µm, así como microfloculos, obtenidos por interacción entre el material disuelto y los coagulantes. En algunas realizaciones, el contenido de sólidos de la alimentación acuosa puede estar en el intervalo de 50 mg/l a 5000 mg/l, preferiblemente de 150 mg/l a 4000 mg/l.

En el presente contexto, el término «estabilidad de los flóculos» significa que se mantiene el tamaño de los flóculos y/o que se inhibe la reducción del tamaño de los flóculos en función del tiempo. Por ejemplo, el cambio en el tamaño de los flóculos entre 1 min y 5 min después de la adición del floculante puede ser menor que el 20 %. El tamaño de los flóculos se puede medir, por ejemplo, mediante una medición de reflectancia de haz focalizado (FBRM, por sus siglas en inglés) usando un mezclador tipo DDJ a 52 rad/s (500 rpm). Como se ha señalado, la estabilidad de los flóculos es especialmente beneficiosa en la flotación de gas disuelto, donde el tiempo de paso/retención de los flóculos puede ser de varios minutos, a veces de hasta 6 minutos o más. Los flóculos formados preferiblemente mantienen su tamaño cuando avanzan a través del estanque de flotación sobre su superficie. El mantenimiento de un tamaño de flóculo adecuado durante todo el procedimiento de flotación mejora la flotación, lo que facilita una mayor capacidad de alimentación y un tiempo de paso más corto. Los flóculos formados también resisten preferiblemente fuerzas mecánicas, por ejemplo, durante la eliminación de la capa flotante o islas de flóculos. El uso de la composición polimérica descrita proporciona mejoras inesperadas, especialmente en la estabilidad de los flóculos.

El aumento de la densidad de los flóculos, que puede medirse por el espesor del lodo superficial después de que los flóculos hayan subido a la superficie, puede proporcionar una alta consistencia del lodo superficial.

En el presente contexto, el término «desechos aniónicos» se entiende como material aniónico disuelto o coloidal presente en la fase acuosa de la alimentación acuosa. Los desechos aniónicos pueden comprender diversas sales de ácidos grasos y resinas, hemicelulosas y sus subproductos de oxidación, derivados de lignina y/o aditivos aniónicos de papel roto o reciclado, como dispersantes y/o partículas de látex aniónico. La cantidad de material aniónico disuelto y coloidal, es decir, desechos aniónicos, en la alimentación acuosa se refleja en la demanda catiónica de la

alimentación acuosa, medida por titulación de Mütek. La presente invención es especialmente adecuada para alimentaciones acuosas, que tienen una demanda catiónica elevada. La alimentación acuosa puede tener un valor de demanda catiónica en el intervalo de 20 $\mu\text{eq/l}$ a 3000 $\mu\text{eq/l}$, preferiblemente 200 $\mu\text{eq/l}$ a 3000 $\mu\text{eq/l}$, más preferiblemente 100 $\mu\text{eq/l}$ a 2000 $\mu\text{eq/l}$, aún más preferiblemente 400 $\mu\text{eq/l}$ a 1500 $\mu\text{eq/l}$, a veces incluso más preferiblemente 500 $\mu\text{eq/l}$ a 1500 $\mu\text{eq/l}$, medido por titulación de Mütek.

La alimentación acuosa puede obtenerse a partir de cualquier procedimiento industrial, donde se trate o procese material fibroso, como fibras, de origen celulósico. Ejemplos típicos de tales procedimientos son la fabricación de pulpa, papel, cartón o tisú, o varios procedimientos en los que se procesan materiales de fibra reciclados, como la eliminación de pulpa o el destintado. La alimentación acuosa que hay que tratar por el presente método puede comprender agua de procedimiento en circulación procedente de dicho procedimiento industrial, o un efluente, es decir, aguas residuales, de dicho procedimiento industrial. La alimentación acuosa del procesamiento industrial de material fibroso de origen celulósico puede comprender material sólido en forma de partículas en suspensión, que preferiblemente comprende partículas minerales inorgánicas, fibras y/o fibrillas celulósicas, y opcionalmente también desechos aniónicos, suspendidos en una fase acuosa. La alimentación acuosa que entra en el estanque de flotación puede comprender material sólido en forma de partículas en suspensión en una cantidad total menor que 6000 mg/l, preferiblemente (50-5000) mg/l, más preferiblemente (150-4000) mg/l.

Según una realización la flotación de gas disuelto comprende al menos los siguientes pasos:

- (a) obtener agua de dispersión disolviendo gas comprimido en agua de dispersión,
- (b) obtener la alimentación acuosa a partir de un procesamiento industrial de material fibroso de origen celulósico, en donde la alimentación acuosa comprende una fase acuosa y material sólido en forma de partículas, como fibras y/o fragmentos de fibra suspendidos en la fase acuosa,
- (c) introducir un floculante en el agua de alimentación y/o dispersión acuosa,
- (d) flocular material sólido en forma de partículas suspendido en flóculos a través de la interacción del floculante y el material sólido en forma de partículas suspendido,
- (e) introducir la alimentación acuosa y el agua de dispersión en un estanque de flotación, y disminuir la presión del gas disuelto en el agua de dispersión, por lo que el gas se libera en forma de burbujas de gas,
- (f) permitir que las burbujas de gas interaccionen con los flóculos e induzcan su flotación, formando así lodos superficiales en la superficie o en la parte superior del agua clarificada,
- (g) separar al menos parte del lodo superficial formado del agua clarificada mediante la eliminación al menos parcial del lodo superficial del estanque, y
- (h) retirar el agua clarificada del estanque y preferiblemente usar una parte del agua clarificada para obtener agua de dispersión en el paso (a).

En la dispersión de flotación de gas disuelto, el agua se puede obtener disolviendo gas comprimido, preferiblemente aire, en agua. Cuando se introduce agua de dispersión en un estanque de flotación, la presión del gas disuelto en el agua de dispersión disminuye repentinamente, por lo que el gas disuelto se libera del agua de dispersión en forma de burbujas de gas. El agua de dispersión puede, por ejemplo, alimentarse al estanque de flotación a través de un dispositivo de caída de presión, como boquillas de caída de presión o similares. Según una realización, el volumen de flujo del agua de dispersión es de aproximadamente el (5-10) % en volumen del volumen de alimentación total que entra en el estanque de flotación de la flotación de gas disuelto.

La alimentación acuosa se puede introducir en el estanque de flotación simultáneamente con el agua de dispersión, ya sea simultáneamente y por separado, o simultáneamente como una alimentación. En el primer caso, el estanque de flotación tiene conexiones de alimentación separadas para la alimentación acuosa y el agua de dispersión, y en el segundo caso, el agua de dispersión y la alimentación acuosa se encuentran, preferiblemente de forma inmediata, antes del estanque de flotación y se introducen en el estanque de flotación como una sola alimentación a través de una conexión de alimentación única.

Según una realización de la invención, el gas se disuelve en la alimentación acuosa, que, por tanto, también funciona como agua de dispersión. En esta realización, el floculante se introduce preferiblemente en la alimentación acuosa antes de disolver el gas.

El floculante, que comprende la composición polimérica como se definió anteriormente y en otras partes de este texto, puede introducirse en la alimentación acuosa antes de la entrada de la alimentación al estanque de flotación a través de la conexión de alimentación. Alternativamente, el floculante se introduce en el agua de dispersión o tanto en la alimentación acuosa como en el agua de dispersión antes de su entrada en el estanque de flotación. Cuando el floculante se introduce en la alimentación acuosa se puede introducir o añadir a la alimentación acuosa en un intervalo de 0 s a 10 min, preferiblemente 1 s a 10 min, más preferiblemente 1 s a 60 s, antes de la entrada de la alimentación

acuosa al estanque de flotación, por lo que los flóculos se forman en la alimentación acuosa. Alternativamente, cuando se añade el floculante al agua de dispersión, los flóculos se forman principalmente cuando el agua de dispersión y la alimentación acuosa entran en contacto entre sí, por ejemplo, inmediatamente antes o después de su entrada en el estanque de flotación.

- 5 Se puede añadir floculante a la alimentación acuosa y/o al agua de dispersión de forma continua o periódica. En caso de que se añada floculante tanto a la alimentación acuosa como al agua de dispersión, es posible añadir floculante continuamente en un flujo y periódicamente en el otro flujo.

10 En general, el floculante que comprende la composición polimérica flocula el material sólido suspendido presente en la alimentación acuosa, como fibras, fibrillas, partículas inorgánicas y/o desechos aniónicos, y proporciona un tamaño de flóculo y una estabilidad óptimos para la flotación. Por tanto, los flóculos muestran una buena velocidad de ascenso en el estanque de flotación y no se rompen fácilmente, incluso bajo fuerzas de cizallamiento o estrés mecánico, como una mezcla vigorosa o durante la eliminación del lodo superficial.

La composición polimérica, que se usa como floculante, normalmente se diluye o se disuelve en agua antes de la introducción en el agua de alimentación y/o dispersión acuosa.

15 En el estanque de flotación, se permite que las burbujas de gas interaccionen con los flóculos formados e induzcan su flotación, creando así un lodo superficial en la superficie o en la parte superior del agua clarificada. Las burbujas de gas pueden adherirse a los flóculos formados y provocar su flotación, es decir, su ascenso a la superficie de la fase acuosa presente en el estanque de flotación. La fase acuosa se aclara simultáneamente. Los flóculos flotantes forman lodos superficiales, que pueden estar en forma de una capa flotante continua o no continua de lodo o que pueden estar
20 en forma de islas flotantes separadas de lodo. Los lodos superficiales se pueden descargar o eliminar de la parte superior del estanque de flotación, es decir, de la superficie de la fase líquida acuosa clarificada en el estanque. Un flujo de agua clarificada, es decir, filtrado clarificado, puede eliminarse de la parte inferior del estanque de flotación. Preferiblemente, una parte del agua clarificada se usa para obtener agua de dispersión. Esto significa que una parte del agua clarificada se separa del caudal de agua clarificada que se elimina del estanque de flotación; el gas comprimido se disuelve en la
25 parte separada del agua clarificada y se recircula al estanque de flotación como agua de dispersión.

El floculante que comprende la composición polimérica proporciona flóculos con buena estabilidad y capacidad de flotación, lo que mejora la calidad del agua clarificada. Según una realización preferible, el agua clarificada tiene >70 %, preferiblemente >80 %, más preferiblemente >90 %, menor consistencia de material sólido en forma de partículas que la alimentación acuosa no tratada que entra en el estanque de flotación. Es más, o alternativamente, el agua clarificada
30 puede tener un valor de turbidez de como máximo 2000 NTU, preferiblemente <200 NTU, más preferiblemente <50 NTU, por ejemplo (1–30) NTU, reflejando estos valores de turbidez la efectividad de la composición polimérica para disminuir también el contenido de sustancia coloidal.

La conductividad de la alimentación acuosa que entra en el estanque de flotación puede estar en el intervalo de 0.2 mS/cm a 10 mS/cm, preferiblemente 0.5 mS/cm a 5.0 mS/cm, más preferiblemente 1.0 mS/cm a 4.0 mS/cm. El pH de la alimentación acuosa puede estar en el intervalo de 4 a 9.5, preferiblemente de 4 a 8. El pH de la fase acuosa en el estanque de flotación puede estar en el intervalo de 4 a 9.5, preferiblemente de 6.0 a 8.5, más preferiblemente de 7 a 8.5, aún más preferiblemente de 7 a 8. El procedimiento de flotación de gas disuelto se puede mejorar en pH ácidos a neutros, pero el consumo de floculante normalmente aumenta cuando el pH de la alimentación acuosa es superior a 8, y normalmente se observa un aumento aún mayor cuando el pH sube a más de 9. Sin embargo, la
40 composición polimérica, que se usa en la presente invención como floculante, es menos vulnerable a valores de pH elevados y/o conductividad elevada. Se ha observado que en comparación con los floculantes convencionales el aumento de su consumo es modesto a niveles elevados de pH y/o conductividad. El uso del presente floculante con la composición polimérica específica permite, por tanto, la formación de flóculos estables incluso si la alimentación acuosa muestra niveles elevados de demanda catiónica y/o conductividad.

45 La composición polimérica, que es adecuada para su uso como floculante o como parte del floculante en el presente método, comprende un primer polímero sintético catiónico y un segundo polímero, que es un copolímero de (met)acrilamida, estando polimerizado el segundo polímero en presencia del primer polímero sintético catiónico. Preferiblemente, la polimerización del segundo polímero en presencia del primer polímero da como resultado un entrelazamiento físico tridimensional de las cadenas poliméricas del primer y segundo polímero. Los polímeros primero
50 y segundo se vuelven inseparables entre sí sin romper las cadenas del polímero. Se ha observado que el uso de este tipo de composición polimérica mejora la formación de flóculos y la estabilidad. La composición polimérica proporciona también flóculos que tienen un tamaño óptimo, lo que significa que son lo suficientemente grandes para ser eliminados fácilmente como lodos superficiales y lo suficientemente pequeños para elevarse de manera eficaz a través del estanque de flotación en la superficie con la ayuda de burbujas de aire adheridas. Se supone, sin pretender estar
55 ligado a ninguna teoría, que el entrelazamiento de las cadenas poliméricas del primer y segundo polímero mejoran la estructura de los polímeros, especialmente en un entorno con alta conductividad. El segundo polímero puede permanecer estirado y formar flóculos del tamaño deseado.

El primer polímero sintético catiónico puede obtenerse por polimerización por radicales o polimerización por condensación. Puede ser un polímero lineal o ramificado.

El primer polímero sintético catiónico se puede preparar en un reactor de polimerización polimerizando monómeros adecuados. Una vez completada la reacción de polimerización, el primer polímero sintético catiónico está preferiblemente exento de grupos polimerizables reactivos, tales como dobles enlaces carbono-carbono, en su estructura. En una realización preferible, los monómeros del segundo polímero, cuando se polimerizan en presencia del primer polímero, reaccionan entre sí y no forman enlaces covalentes con el primer polímero, que está presente como matriz de polimerización. Los enlaces covalentes entre el primer y el segundo polímero no son un requisito para proporcionar la estructura tridimensional a la composición polimérica, ya que el primer y el segundo polímero están entrelazados físicamente y sus cadenas poliméricas están inseparablemente entrelazadas entre sí.

El primer polímero sintético catiónico es soluble en agua, y preferiblemente su estructura está exenta de grupos hidrofóbicos.

El primer polímero sintético catiónico puede tener un peso molecular medio ponderal en el intervalo de 1000 g/mol a 500 000 g/mol. Preferiblemente, el primer polímero sintético catiónico puede tener un peso molecular promedio ponderal $PM < 500\ 000$ g/mol, preferiblemente $<100\ 000$ g/mol, más preferiblemente $<50\ 000$ g/mol, incluso más preferiblemente $<20\ 000$ g/mol. Según una realización de la invención, el primer polímero sintético catiónico puede tener un peso molecular promedio ponderal, PM, en el intervalo de 1000 g/mol a 250 000 g/mol, preferiblemente de 1500 g/mol a 100 000 g/mol, más preferiblemente de 1500 g/mol a 50 000 g/mol, incluso más preferiblemente de 2000 g/mol a 20 000 g/mol. Se ha observado que el primer polímero sintético catiónico es más eficaz en la interacción, por ejemplo, con desechos aniónicos, cuando el peso molecular promedio ponderal del primer polímero es bajo. Se cree que cuando el primer polímero tiene un peso molecular bajo, se ve menos afectado por las fuerzas de compresión provocadas por una conductividad y/o demanda catiónica elevadas, incluso cuando tiene una carga catiónica alta. El peso molecular promedio ponderal se determina usando cromatografía de exclusión por tamaño (SEC, por sus siglas en inglés), tal como cromatografía de permeación en gel, usando procedimientos bien conocidos por los expertos y basados en la calibración con patrones de poli(óxido de etileno).

El primer polímero sintético catiónico normalmente puede tener una densidad de carga de al menos 1.0 meq/g en seco, medido a pH 2.8. Según una realización preferible, el primer polímero sintético catiónico puede tener una densidad de carga en el intervalo de 1 meq/g a 12 meq/g en seco, preferiblemente de 1 meq/g a 8 meq/g en seco, más preferiblemente de 1.3 meq/g a 8 meq/g en seco, incluso más preferiblemente de 5 meq/g a 7 meq/g en seco, a veces incluso de 7 meq/g a 8 meq/g en seco, medido a pH 2.8. En algunas realizaciones, la densidad de carga puede ser de 1.5 meq/g a 6.5 meq/g en seco. La densidad de carga del primer polímero sintético catiónico se puede calcular teóricamente cuando se conoce la cantidad de unidades estructurales que llevan carga catiónica en la polimerización.

Se ha observado inesperadamente que el bajo peso molecular promedio ponderal y una densidad de carga preferible de moderada a alta del primer polímero sintético catiónico mejora su interacción con las sustancias aniónicas perturbadoras que están presentes en la alimentación acuosa al estanque de flotación. Se supone, sin pretender estar ligados a la teoría, que el primer polímero sintético catiónico interacciona con el material aniónico particular pequeño, tal como desechos aniónicos, mientras que el segundo polímero es más activo en la formación de flóculos.

Según una realización de la invención, el primer polímero sintético catiónico se selecciona de poliaminas; homopolímeros de primer monómero catiónico, obtenidos por polimerización por radicales; copolímeros de acrilamida y un primer monómero catiónico, obtenidos por polimerización por radicales; o cualquier combinación de estos.

Según una realización, la composición polimérica puede comprender un primer polímero sintético catiónico en una cantidad del (0.5-35) % en peso, preferiblemente (1-15) % en peso, más preferiblemente (2-9) % en peso, incluso más preferiblemente (3-8) % en peso, calculada a partir del peso total de material polimérico seco de la composición polimérica.

El primer polímero sintético catiónico puede ser poliamina, que se selecciona de copolímeros de epiclorhidrina y dimetilamina, copolímeros de epiclorhidrina, dimetilamina y etilendiamina, y poliamidoaminas lineales o reticuladas. Dichos polímeros pueden obtenerse por polimerización por condensación. El peso molecular promedio ponderal de la poliamina puede ser (1000-300 000) g/mol, preferiblemente (1000-120 000) g/mol, preferiblemente (2000-20 000) g/mol. Las poliaminas pueden poseer una alta carga catiónica.

Según una realización, el primer polímero sintético catiónico se puede obtener por polimerización por radicales y ser un homopolímero del primer monómero catiónico. El primer monómero catiónico se puede seleccionar del grupo que consiste en acrilato de 2-(dimetilamino)etilo (ADAM), cloruro de [2-(acrililoilo)etil] trimetilamonio (ADAM-Cl), bencilcloruro-acrilato de 2-(dimetilamino)etilo, acrilato-dimetilsulfato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de 2-(dimetilamino)etilo (MADAM), cloruro de [2-(metacrililoilo)etil] trimetilamonio (MADAM-Cl), metacrilato-dimetilsulfato de 2-(dimetilamino)etilo, cloruro de [3-(acrililoilamino)propil] trimetilamonio (APTAC), cloruro de [3-(metacrililoilamino)propil] trimetilamonio (MAPTAC) y cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC). Para aquellos de los monómeros listados que contienen un nitrógeno cuaternario en su estructura, la cationicidad no depende del pH, lo cual es un rasgo preferible. Más preferiblemente, el primer monómero sintético catiónico para el homopolímero es cloruro de [3-(acrililoilamino)propil] trimetilamonio (APTAC), cloruro de [3-(metacrililoilamino)propil] trimetilamonio (MAPTAC) o cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC), porque estos monómeros proporcionan carga catiónica que no depende del pH. También son hidrolíticamente estables, de modo que se puede minimizar la pérdida de carga con

el tiempo debido a la hidrólisis. Incluso más preferiblemente, el primer monómero sintético catiónico es el cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC), porque es hidrolíticamente muy estable. Preferiblemente, la composición polimérica puede comprender homopolímero en una de las cantidades descritas anteriormente.

5 Según otra realización, el primer polímero sintético catiónico puede obtenerse por polimerización por radicales y ser un copolímero de acrilamida y un primer monómero catiónico según la lista anterior, o puede ser poli(N-vinilformamida) al menos parcialmente hidrolizada. Preferiblemente, el primer polímero sintético catiónico puede ser un copolímero de acrilamida y un primer monómero catiónico que es cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC). Preferiblemente, la composición polimérica puede comprender el copolímero en una de las cantidades descritas anteriormente.

10 Según una realización preferible de la invención, el primer polímero sintético catiónico se selecciona de poliaminas, preferiblemente de copolímeros de epíclorhidrina y dimetilamina, y copolímeros de epíclorhidrina, dimetilamina y etilendiamina; homopolímeros de primer monómero catiónico, que es preferiblemente cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC), obtenido por polimerización por radicales; y copolímeros de acrilamida y un primer monómero catiónico, que es preferiblemente cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC), obtenido por polimerización por radicales.

15 Según una realización preferible de la invención, el primer polímero sintético catiónico es un polímero lineal. Cuando el polímero sintético catiónico es un polímero lineal se puede mejorar la solubilidad de la composición polimérica.

20 Según una realización de la invención, el segundo polímero se obtiene por polimerización de (met)acrilamida y al menos un segundo monómero, siendo la cantidad de segundo monómero del 0.2 % al 19 % en peso, preferiblemente del 0.5 % al 12 % en peso, más preferiblemente del 1 % al 6 % en peso, calculado a partir del peso total de material polimérico seco de la composición polimérica. Según otra realización, el segundo polímero es un copolímero de (met)acrilamida y al menos un segundo monómero, siendo la cantidad de segundo monómero del 0.1 % al 10 % en moles, preferiblemente del 0.3 % al 6 % en moles, más preferiblemente del 0.5 % al 3 % en moles, calculado a partir de la cantidad total de los monómeros de la composición polimérica.

Preferiblemente, el segundo polímero es un polímero catiónico, lo que significa que los segundos monómeros son catiónicos.

25 Cuando el segundo polímero es catiónico, el segundo monómero catiónico se puede seleccionar del grupo que comprende acrilato de 2-(dimetilamino)etilo (ADAM), cloruro de [2-(acrililoilo)etil] trimetilamonio (ADAM-Cl), bencilcloruro-acrilato de 2-(dimetilamino)etilo, dimetilsulfato-acrilato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo (MADAM), cloruro de [2-(metacrililoilo)etil] trimetilamonio (MADAM-Cl), dimetilsulfato-metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, cloruro de [3-(acrililoilamino)propil] trimetilamonio (APTAC), cloruro de [3-(metacrililoilamino)propil] trimetilamonio (MAPTAC) y cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC). Para algunos de los monómeros listados, la cationicidad cambia en función del pH, por ejemplo, son más catiónicos a pH ácido, pero menos catiónicos a pH neutro. Los monómeros que contienen nitrógeno cuaternario en su estructura proporcionan una carga catiónica que no depende del pH y, por lo tanto, son los preferidos.

35 Según una realización preferible de la presente invención, el segundo polímero es un copolímero de acrilamida y cloruro de [2-(acrililoilo)etil] trimetilamonio (ADAM-Cl), cloruro de [3-(acrililoilamino)propil] trimetilamonio (APTAC), cloruro de [3-(metacrililoilamino)propil] trimetilamonio (MAPTAC), o una combinación de estos. Estos monómeros se pueden polimerizar en polímeros de alto peso molecular, lo que es beneficioso para la eficacia de floculación de la composición polimérica. Adicionalmente, proporcionan carga catiónica que no depende del pH. La cantidad de ADAM-Cl, APTAC y/o MAPTAC puede ser del 0.1 % al 10 % en moles, preferiblemente del 0.3 % al 6 % en moles, más preferiblemente del 0.5 % al 3 % en moles, calculado a partir de la cantidad total de los monómeros de la composición polimérica.

40 Según una realización preferible de la presente invención, el segundo polímero se polimeriza sin la adición de agentes de reticulación polifuncionales, tales como metilen-bis-acrilamida, a la mezcla de monómeros. De esta forma es posible mejorar la extensión y/o el alcance de las cadenas poliméricas del segundo polímero.

45 El segundo polímero se polimeriza preferiblemente en presencia del primer polímero, que es poliamina.

50 El primer polímero sintético catiónico tiene una densidad de carga mayor que la del segundo polímero. La diferencia en la cationicidad del primer polímero sintético catiónico y el segundo polímero es de al menos 1 meq/g en seco, preferiblemente al menos 2 meq/g en seco, más preferiblemente al menos 3 meq/g en seco, incluso más preferiblemente al menos 4 meq/g en seco, a veces incluso al menos 5 meq/g en seco. Se cree que cuanto mayor es la diferencia en cationicidad, más pronunciadas son las interacciones entre el primer polímero y las sustancias aniónicas, y la extensión del alcance de las cadenas poliméricas del segundo polímero, incluso con demanda catiónica y/o conductividad elevadas. Las mayores diferencias en cationicidad se obtienen seleccionando poliamina y/u homopolímero catiónico como primer polímero, y un segundo polímero que comprende solo acrilamida, o una pequeña cantidad de monómeros catiónicos.

55 En una realización de la invención, el primer polímero sintético catiónico es un homopolímero, y la diferencia en la cationicidad del primer polímero sintético catiónico y el segundo polímero es de al menos el 30 % en moles, preferiblemente al menos el 90 % en moles, más preferiblemente al menos el 94 % en moles. Esto puede proporcionar

simultáneamente una mejora en la floculación y la fijación, especialmente para lodos que tienen una demanda catiónica de al menos 800 $\mu\text{eq/l}$.

Preferiblemente, los monómeros usados en la polimerización del primer polímero sintético catiónico y el segundo polímero son diferentes entre sí.

5 La composición polimérica puede tener una densidad de carga total de 1.7 meq/g como máximo, preferiblemente de 1.5 meq/g como máximo en seco. Según una realización de la invención, la densidad de carga total de la composición polimérica puede estar en el intervalo de 0.1 meq/g a 1.7 meq/g en seco, preferiblemente de 0.1 meq/g a 1.5 meq/g en seco, más preferiblemente de 0.7 meq/g a 2.0 meq/g en seco. Los valores de densidad de carga total se pueden medir usando Mútek a pH 7.0. La densidad de carga total incluye. Se ha observado que cuando la composición polimérica tiene una densidad de carga total <1.7 meq/g en seco se proporciona un rendimiento excelente en la formación de flóculos y se proporciona un filtrado clarificado de buena calidad. En general, se ha observado que la densidad de carga total relativamente baja de la composición polimérica tiene un efecto beneficioso sobre el tamaño y la estabilidad de los flóculos.

10 Según una realización de la invención, la composición polimérica comprende el (0.5-25) % en peso, preferiblemente el (2-10) % en peso, más preferiblemente el (3-8) % en peso del primer polímero, y el (75-99.5) % en peso, preferiblemente el (90-98) % en peso, más preferiblemente el (92-97) % en peso, del segundo polímero. Los porcentajes en peso se calculan a partir del contenido de polímero de la composición polimérica (seco/seco).

15 La composición polimérica puede estar preferiblemente en forma de polvo seco o material en forma de partículas o producto en forma de partículas, y se disuelve en el agua y se diluye a la concentración de alimentación apropiada deseada antes de su uso. La composición polimérica obtenida se puede secar y opcionalmente moler hasta un tamaño de partícula adecuado. Según una realización, la composición polimérica seca en forma de producto en forma de partículas o material en forma de partículas o polvo puede tener un contenido de sólidos de al menos el 80 % en peso, preferiblemente al menos el 85 % en peso, más preferiblemente al menos el 90 % en peso. La composición polimérica en forma de partículas secas es fácil y rentable de transportar y almacenar, permanece estable durante largos periodos de tiempo y es resistente a la degradación microbiológica.

20 Según una realización, el contenido de polímero en la composición polimérica es al menos el 25 % en peso, preferiblemente al menos el 60 % en peso, más preferiblemente al menos el 80 % en peso. Una composición polimérica que tiene un contenido de polímero más bajo, por ejemplo, obtenido por polimerización por dispersión o emulsión, tiene la ventaja de una disolución más fácil. Un producto de polímero que tiene un mayor contenido de polímero, por ejemplo, obtenido por polimerización en gel, es más rentable en vista de la logística del producto. Un alto contenido de polímero tiene el beneficio adicional de una mejor estabilidad microbiana.

25 Según una realización preferible, el primer polímero se puede obtener mediante polimerización en disolución, por ejemplo, por polimerización en solución no radicalica. El segundo polímero se puede obtener por polimerización en gel, por ejemplo, por polimerización adiabática en gel, preferiblemente a pH ácido <6, preferiblemente en un intervalo de pH de 2.5-5.5, más preferiblemente 3-4. Dicho pH ácido es beneficioso especialmente cuando se usan monómeros catiónicos hidrolíticamente inestables en el primer y/o segundo polímero, reduciendo así la hidrólisis de los grupos catiónicos.

30 Según una realización de la invención, la composición polimérica puede tener una viscosidad estándar en el intervalo de 3 mPas a 6 mPas, preferiblemente 3.6 mPas a 5.0 mPas, medido al 0.1 % en peso de contenido de sólidos en una disolución acuosa de NaCl (1 M), a 25 °C, usando un viscosímetro Brookfield DVII T con adaptador UL.

35 Según una realización de la invención, la composición polimérica puede tener una viscosidad intrínseca en el intervalo de 4 dl/g a 20 dl/g, preferiblemente de 7 dl/g a 15 dl/g. El valor de la viscosidad intrínseca se puede obtener de manera conocida midiendo el tiempo de flujo promedio con un viscosímetro capilar Ubbelohde (0C) para una serie de diluciones que tienen diferente contenido de polímero en disolución acuosa de NaNO₃ (0.1 M), a 25 °C, calculando una viscosidad específica a partir del tiempo de flujo promedio corregido, dividiendo la viscosidad específica por la concentración para obtener la viscosidad reducida para cada dilución, trazando la viscosidad reducida en función de la concentración y leyendo la intersección del eje Y para dar la viscosidad intrínseca. Se ha observado que el intervalo de viscosidad intrínseca específica proporciona el rendimiento óptimo para la composición polimérica. Si la viscosidad intrínseca es más baja, el rendimiento de la floculación puede disminuir y un valor de viscosidad intrínseca más alto puede causar un deterioro en el tiempo de disolución y/o una mayor cantidad de partículas insolubles en la composición polimérica seca.

40 Según una realización preferible de la invención, el floculante que comprende la composición polimérica se usa o se añade a la alimentación acuosa en una cantidad de (0.1-10) mg/l, preferiblemente (0.2-3) mg/l, más preferiblemente (0.2-1.0) mg/l, dado como composición polimérica seca por volumen de alimentación acuosa. En otra realización, la composición polimérica se puede añadir a la alimentación acuosa en una cantidad de (1-5) mg/l, dada como composición polimérica seca por volumen de alimentación acuosa. La cantidad de floculante que comprende la composición polimérica necesaria es equivalente o preferiblemente menor que las cantidades de administración para los floculantes poliméricos convencionales.

45 Según una realización de la presente invención, se puede introducir un coagulante en la alimentación acuosa y/o en el agua de dispersión. El coagulante se introduce preferiblemente antes de que la alimentación acuosa entre en

5 contacto con el floculante, es decir, antes de la introducción del floculante. Un coagulante adecuado puede seleccionarse entre bentonitas, soles de sílice, poli(cloruro de aluminio), alumbre, sulfato férrico, clorito férrico. Según una realización preferida, el floculante se añade inmediatamente después de la adición del coagulante, por ejemplo, dentro de aproximadamente 1 minuto de la adición del coagulante. El coagulante interacciona con las sustancias disueltas, opcionalmente también con otras sustancias, como partículas coloidales, y forma microfloculos. Estos microfloculos pueden entonces flocularse con floculante.

Parte experimental

Algunas realizaciones de la invención se describen en los siguientes ejemplos no limitativos.

Preparación de composiciones poliméricas usadas en los ejemplos

10 El primer polímero catiónico era un copolímero de condensación de epiclorhidrina y dimetilamina. La cantidad de primer polímero catiónico en todas las composiciones poliméricas finales fue del 6 % en peso, basado en el peso de material polimérico seco de la composición polimérica.

15 El segundo polímero era un copolímero de acrilamida y cloruro de [2-(acrililoxi)etil] trimetilamonio (ADAM-Cl). Antes de la polimerización del segundo polímero, se desgasificaron con nitrógeno los monómeros usados, el primer polímero, los agentes de ajuste de pH (por ejemplo, ácido adípico, ácido cítrico), agente de transferencia de cadena, agente quelante, iniciadores redox e iniciadores térmicos en disoluciones acuosas. Se añadieron monómeros de acrilamida y ADAM-Cl a una disolución del primer polímero, es decir, el polímero huésped. El porcentaje en moles de los monómeros usados se dan en la tabla 1.

20 La disolución de reacción obtenida se dejó enfriar a -3 °C, se añadió un iniciador redox y comenzó la reacción de polimerización por radicales libres. La polimerización se realizó en un reactor discontinuo y fue adiabática. Una vez finalizada la reacción de polimerización, el gel de polímero obtenido se procesó con un procesador de carne picada y se secó en el horno durante la noche. Después de secar, el polímero se molió para obtener un polvo que tenía un contenido seco de aproximadamente el (90-93) % en peso.

25 La cantidad de segundo polímero en todas las composiciones poliméricas finales fue del 94 % en peso, basado en el peso de material polimérico seco de la composición polimérica.

La composición polimérica de referencia, REF-5, era un copolímero de acrilamida (95 % en moles) y ADAM-Cl (5 % en moles), viscosidad estándar de 4.8 mPas, densidad de carga de aproximadamente 0.6 meq/g en seco.

Las viscosidades estándar y las densidades de carga de las composiciones poliméricas usadas se dan en la tabla 1.

30 Tabla 1. Viscosidades estándar, viscosidades intrínsecas y densidades de carga de las composiciones poliméricas usadas

Polímero	Cantidad de acrilamida [% en moles]	Cantidad ADAM-Cl [% en moles]	Viscosidad estándar [m Pas]	Viscosidad intrínseca [dl/g]	Densidad de carga [meq/g en seco]
C-1.5	98.5	1.5	3.9	11	0.94
C-3	97	3	4.1	10	1.15
C-5	95	5	4.2	12	1.33

Todos los polímeros se disolvieron en agua desionizada a 25 °C a una concentración del 0.4 % en peso y se diluyeron además a una concentración del 0.02 % en peso antes de su uso.

Ensayos de flotación por aire disuelto

35 El aparato de prueba se construyó a partir de un recipiente de aireación presurizado que tenía 0.4 dm³ de volumen y a partir de la unidad de mezcla Kemira Flocculator (Kemira Oyj, Finlandia) unida a un vaso de precipitados de vidrio de 1000 ml. El recipiente de aireación tenía válvula para llenar con agua, válvula para añadir aire a presión y válvula para vaciar el agua de dispersión. El fondo del recipiente de aireación se conectó con una tubería de 3 mm de diámetro interior al fondo de la unidad de floculación para añadir agua de dispersión. El aire presurizado se ajustó a una presión de 0.4 MPa (4 bar). Se añadieron 60 ml de filtrado transparente a 25 °C al recipiente de aireación. Se añadió aire presurizado abriendo y cerrando la válvula y el recipiente de aireación se mezcló para disolver el aire. La adición de aire y la mezcla se repitieron 3 veces para lograr el equilibrio en la cantidad de aire disuelto. Se añadieron al vaso de precipitados 600 ml de filtrado turbio a 50 °C.

La secuencia de la prueba de flotación de aire disuelto con floculador se da en la tabla 2.

45

Tabla 2. Procedimiento para la prueba de flotación de aire disuelto

Tiempo	Acción
-20 s	Adición de filtrado turbio al vaso de precipitados, el floculador comenzó con 31 rad/s (300 rpm)
-10 s	Alimentación de polímeros
-10 s...0 s	Alimentación de agua de dispersión abriendo la válvula del recipiente de aireación
0 s	La velocidad del floculador cambió a 2 rad/s (20 rpm)
0 s...100 s	Determinación visual del tiempo de subida, tiempo registrado cuando el 90 % de los flóculos han llegado a la superficie
75 s	Medición del espesor de la capa de lodo superficial con regla
90 a...120 s	Muestreo de filtrado con pipeta de vidrio de 100 ml dos veces desde una altura de vaso de precipitados de 300 ml
120 s	Paro de la mezcla del floculador
150 s	Medición de la turbidez del filtrado

5 La medición de sólidos en suspensión para el filtrado se realizó usando papel de filtro Munktell de cinta blanca tarado en un embudo de vacío Büchner. Se filtraron 200 ml de filtrado. Los papeles de filtro con la almohadilla de filtración se secaron a 110 °C durante 4 horas, se enfriaron en un desecador y se pesaron.

Otros aparatos y métodos

Otros aparatos y métodos usados en los siguientes ejemplos se dan en la tabla 3.

Tabla 3. Caracterización de aparatos y métodos usados en los ejemplos.

Propiedad	Aparato/estándar
pH	Knick Portamess 911 pH
Demanda catiónica	Detector de carga de partículas Mütek
Conductividad	Knick Portamess 911 Cond
Sólidos suspendidos	SFS 3008
Ceniza (525 °C)	ISO 1762
Turbidez	Turbidímetro HACH 2100AN IS// ISO 7027

10 Ejemplo 1

Las muestras de agua, que fueron tratadas, se obtuvieron de un segundo ciclo del procedimiento de destintado de papel de periódico antiguo.

15 El filtrado turbio del filtro de disco del segundo ciclo de la planta de destintado, usado para la alimentación, tenía las siguientes características: 500 mg/l de sólidos en suspensión, pH 7.5, contenido de cenizas del 55 %, conductividad 2 mS/cm, demanda catiónica 300 µeq/l.

El agua de dispersión usada tenía las siguientes características: 150 mg/l de sólidos en suspensión, pH 7.5, contenido de cenizas del 55 %, conductividad 2 mS/cm, demanda catiónica 300 µeq/l.

20 Los resultados de la tabla 4 muestran que el uso de floculantes que comprenden composiciones poliméricas permiten un tiempo de elevación de la floculación más rápido, una menor turbidez del filtrado y menos sólidos en suspensión en el filtrado claro en comparación con la composición de referencia, en la dosis correspondiente, expresada como ppm (polímero sólido a flujo de alimentación). Alternativamente, es posible lograr un buen rendimiento usando una dosis más baja de composición polimérica. Un beneficio adicional puede ser una mayor capacidad de alimentación de la unidad de flotación de gas disuelto, como resultado de un tiempo de subida más rápido.

Tabla 4. Programa y resultados de la prueba de flotación por aire disuelto.

Prueba n.º	Dosis de polímero añadida a -10 s [ppm]				Tiempo de subida [s]	Turbidez [UNT]	Sólidos en suspensión [mg/l]
	C-3	REF-5	C-1.5	C-5			
0	0	0	0	0	100	1520	390
1	2	-	-	-	28	580	120
2	1	-	-	-	-	700	94
3	0.5	-	-	-	-	930	200
4	0.3	-	-	-	-	980	170
9	-	2	-	-	34	800	120
10	-	1	-	-	-	1020	170
11	-	0.5	-	-	-	1180	270
13	-	-	2	-	14	460	38
14	-	-	1	-	-	590	41
15	-	-	0.5	-	-	700	43
16	-	-	0.3	-	-	783	58
17	-	-	-	2	26	740	120
18	-	-	-	1	-	900	150
19	-	-	-	0.5	-	1070	190

Ejemplo 2

5 Las muestras de agua, que fueron tratadas, se obtuvieron de un primer bucle de procedimiento de destintado de lavado de tejidos para residuos mixtos de oficina.

El filtrado de lavado, usado para la alimentación, tenía las siguientes características: 1950 mg/l de sólidos en suspensión, pH 7.7, contenido de cenizas del 34 %, conductividad 0.64 mS/cm, demanda catiónica 250 µeq/l.

El agua de dispersión usada tenía las siguientes características: 50 mg/l de sólidos en suspensión, pH 7.5, contenido de cenizas del 15 %, conductividad 0.62 mS/cm, demanda catiónica 250 µeq/l.

10 Los resultados de la tabla 5 muestran que el uso de floculantes que comprenden composiciones poliméricas según la invención permite un tiempo de elevación de la floculación más rápido, una menor turbidez del filtrado y menos sólidos en suspensión en el filtrado claro en comparación con la composición de referencia, en la dosis correspondiente, expresada en ppm (polímero sólido al flujo de alimentación). Alternativamente, es posible lograr un buen rendimiento usando una dosis más baja de composición polimérica. Un beneficio adicional puede ser una mayor capacidad de alimentación de la unidad de flotación de gas disuelto, como resultado de un tiempo de subida más rápido. Además,

15 una reducción en el espesor del lodo superficial indica que el lodo superficial se puede separar con una mayor consistencia, lo que es beneficioso para los sucesivos pasos de tratamiento del lodo.

Tabla 5. Programa y resultados de la prueba de flotación por aire disuelto

Prueba n.º	Dosis de polímero añadida a -10 s [ppm]				Espesor del lodo [mm]	Tiempo de subida [s]	Turbidez [UNT]	Sólidos en suspensión [mg/l]
	REF-5	C-1.5	C-3	C-5				
2-0	0	-	-	-	19	90	650	310
2-1	2	-	-	-	14	45	230	80
2-2	1	-	-	-	14	50	230	110
2-3	0.3	-	-	-	18	60	350	130
2-4	-	2	-	-	10	15	110	30
2-5	-	1	-	-	11	26	100	30
2-6	-	0.3	-	-	15	38	130	22
2-7	-	-	2	-	11	25	91	3

ES 2 941 733 T3

Prueba n.º	Dosis de polímero añadida a -10 s [ppm]				Espesor del lodo [mm]	Tiempo de subida [s]	Turbidez [UNT]	Sólidos en suspensión [mg/l]
	REF-5	C-1.5	C-3	C-5				
2-8	-	-	1	-	16	37	110	6
2-9	-	-	0.3	-	17	43	160	36
2-10	-	-	-	2	11	20	100	14
2-11	-	-	-	1	14	32	120	28
2-12	-	-	-	0.3	16	35	210	84

Incluso si la invención se describió con referencia a lo que en la actualidad parecen ser las realizaciones más prácticas y preferidas, se aprecia que la invención no se limitará a las realizaciones descritas anteriormente, sino que cubre también diferentes modificaciones y soluciones técnicas equivalentes dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas.

5

REIVINDICACIONES

1. Método para el tratamiento de alimentación acuosa por flotación de gas disuelto, especialmente por flotación de aire disuelto (DAF), procediendo la alimentación acuosa de un procesamiento industrial de material fibroso de origen celulósico, tal como manufacturación de pulpa, papel, cartón, pulpa de fibra reciclada o similar, en donde la alimentación acuosa comprende una fase acuosa y material sólido en forma de partículas suspendido en la fase acuosa, en donde el método comprende:
- poner un floculante en contacto con la alimentación acuosa y flocular el material sólido en forma de partículas suspendido en flóculos a través de la interacción del floculante y el material sólido en forma de partículas suspendido,
 - poner en contacto los flóculos formados con burbujas de gas e inducir su flotación en un estanque de flotación, caracterizado por que el floculante, que se usa para flocular material sólido en forma de partículas en suspensión, comprende una composición polimérica que tiene una densidad de carga de 1.7 meq/g como máximo en seco, preferiblemente de 1.5 meq/g como máximo en seco, más preferiblemente de 1.1 meq/g como máximo en seco, comprendiendo la composición polimérica:
 - un primer polímero sintético catiónico, que tiene una densidad de carga de al menos 1.0 meq/g en seco a pH 2.8,
 - al menos un segundo polímero catiónico, que es un polímero obtenido por polimerización de (met)acrilamida y al menos un segundo monómero catiónico, siendo la cantidad de segundo monómero del 0.2 % al 19 % en peso calculada a partir del peso total del material polimérico seco de la composición polimérica, en donde el segundo polímero se polimeriza en presencia del primer polímero catiónico,
 en donde el primer polímero tiene una densidad de carga mayor que la del segundo polímero.
2. Método según la reivindicación 1, caracterizado por que el primer polímero sintético catiónico tiene una densidad de carga en el intervalo de 1 meq/g a 12 meq/g en seco, preferiblemente 1 meq/g a 8 meq/g en seco, más preferiblemente 1.3 meq/g a 8 meq/g en seco, aún más preferiblemente 5 meq/g a 7 meq/g en seco, a pH 2.8.
3. Método según la reivindicación 1 o 2, caracterizado por que el primer polímero sintético catiónico se selecciona de poliaminas; homopolímeros de primer monómero catiónico obtenidos por polimerización por radicales; copolímeros de acrilamida y un primer monómero catiónico obtenidos por polimerización por radicales; o cualquier combinación de estos.
4. Método según la reivindicación 3, caracterizado por que el primer polímero sintético catiónico es poliamina seleccionada de copolímeros de epíclorhidrina y dimetilamina, copolímeros de epíclorhidrina, dimetilamina y etilendiamina, y poliamidoaminas lineales o reticuladas.
5. Método según la reivindicación 3 o 4, caracterizado por que el primer polímero sintético catiónico es un homopolímero del primer monómero catiónico seleccionado del grupo que consiste en acrilato de 2-(dimetilamino)etilo (ADAM), cloruro de [2-(acrililoiloxi)etil] trimetilamonio (ADAM-Cl), bencilcloruro-acrilato de 2-(dimetilamino)etilo, acrilato-dimetilsulfato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo (MADAM), cloruro de [2-(metacrililoiloxi)etil] trimetilamonio (MADAM-Cl), dimetilsulfato-metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, cloruro de [3-(acrililoilamino)propil] trimetilamonio (APTAC), cloruro de [3-(metacrililoilamino)propil] trimetilamonio (MAPTAC) y cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC).
6. Método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores 1-5, caracterizado por que la composición polimérica comprende un primer polímero sintético catiónico en una cantidad del (0.5-35) % en peso, preferiblemente del (1-15) % en peso, más preferiblemente del (2-9) % en peso, calculado a partir del peso del material polimérico seco de la composición polimérica.
7. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-6, caracterizado por que el primer polímero catiónico tiene un peso molecular promedio ponderal $PM < 500\ 000$ g/mol, preferiblemente $<100\ 000$ g/mol, más preferiblemente $<50\ 000$ g/mol, aún más preferiblemente $<20\ 000$ g/mol.
8. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-7, caracterizado por que el segundo monómero se selecciona del grupo que consiste en acrilato de 2-(dimetilamino)etilo (ADAM), cloruro de [2-(acrililoiloxi)etil] trimetilamonio (ADAM-Cl), bencilcloruro-acrilato de 2-(dimetilamino)etilo, dimetilsulfato-acrilato de 2-(dimetilamino)etilo, metacrilato de 2-dimetilaminoetilo (MADAM), cloruro de [2-(metacrililoiloxi)etil] trimetilamonio (MADAM-Cl), dimetilsulfato-metacrilato de 2-dimetilaminoetilo, cloruro de [3-(acrililoilamino)propil] trimetilamonio (APTAC), cloruro de [3-(metacrililoilamino)propil] trimetilamonio (MAPTAC) y cloruro de dialil dimetilamonio (DADMAC).
9. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-8, caracterizado por que la composición polimérica tiene una viscosidad estándar en el intervalo de 3 mPas a 6 mPas, preferiblemente de 3.6 mPas a 5.0 mPas y/o la composición polimérica tiene una viscosidad intrínseca en el intervalo de 4 dl/g a 20 dl/g, preferiblemente de 7 dl/g a 15 dl/g.

10. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-9, caracterizado por que la alimentación acuosa comprende material sólido en forma de partículas en suspensión en una cantidad total menor que 6000 mg/l, preferiblemente (50-5000) mg/l, más preferiblemente (150-4000) mg/l.
- 5 11. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-10, caracterizado por que la alimentación acuosa tiene una conductividad en el intervalo de 0.2 mS/cm a 10 mS/cm, preferiblemente 0.5 mS/cm a 5.0 mS/cm, más preferiblemente 1.0 mS/cm a 4.0 mS/cm, y/o la alimentación acuosa tiene un valor de demanda catiónica en el intervalo de 20 $\mu\text{eq/l}$ a 3000 $\mu\text{eq/l}$, preferiblemente 200 $\mu\text{eq/l}$ a 3000 $\mu\text{eq/l}$, más preferiblemente 100 $\mu\text{eq/l}$ a 2000 $\mu\text{eq/l}$, aún más preferiblemente 400 $\mu\text{eq/l}$ a 1500 $\mu\text{eq/l}$, tal como 500 $\mu\text{eq/l}$ a 1500 $\mu\text{eq/l}$.
- 10 12. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-11, caracterizado por que el pH de la alimentación acuosa está en el intervalo de 4 a 9.5, preferiblemente de 4 a 8.
13. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-12, caracterizado por que el material sólido en forma de partículas suspendido comprende partículas minerales inorgánicas y fibras y/o fibrillas celulósicas.
- 15 14. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-13, caracterizado por que el floculante que comprende la composición polimérica se usa en una cantidad de 0.1-10 mg/l, preferiblemente 0.2-3 mg/l, más preferiblemente 0.2-1.0 mg/l, expresado como composición polimérica seca por volumen de alimentación acuosa.
15. Método según cualquiera de las reivindicaciones 1-14, caracterizado por que se introduce un coagulante en la alimentación acuosa antes de que la alimentación acuosa entre en contacto con el floculante.