



УКРАЇНА

(19) UA (11) 93222 (13) C2  
(51) МПК (2011.01)  
B01D 21/01

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ  
І НАУКИ УКРАЇНИ

ДЕРЖАВНИЙ ДЕПАРТАМЕНТ  
ІНТЕЛЕКТУАЛЬНОЇ  
ВЛАСНОСТІ

## ОПИС ДО ПАТЕНТУ НА ВИНАХІД

### (54) СПОСІБ КОНЦЕНТРУВАННЯ ВОДНОЇ СУСПЕНЗІЇ ТВЕРДИХ ЧАСТИНОК

1

(21) а200808966  
(22) 04.01.2007  
(24) 25.01.2011  
(86) РСТ/ЕР2007/050084, 04.01.2007  
(31) 0601000.3  
(32) 18.01.2006  
(33) GB  
(46) 25.01.2011, Бюл.№ 2, 2011 р.  
(72) МУДІ ДЖИЛЛІАН, GB, АЛЛЕН ЕНТОНІ ПІТЕР, GB, ЕДКІНС СТІВЕН, GB, ДАЙМОНД БРАЙАН, GB, СТОКС ПОЛ, GB  
(73) СІБА ХОЛДІНГ ІНК., CN  
(56) US 2003/121863 A1, 03.07.2003  
WO 2004/071989 A, 26.08.2004  
US 5 685 900 A, 11.11.1997  
JP 10 109100 A, 28.04.1998  
WO 2005/073132 A, 11.08.2005  
(57) 1. Спосіб концентрування водної суспензії твердих частинок, який включає етапи додавання ефективної кількості, що знаходиться в діапазоні від 1 ppm до 50000 ppm, виходячи з маси твердих частинок у суспензії, агента, вибраного з групи, що включає вільнорадикальні агенти та окисні агенти, та додавання принаймні одного органічного полімерного флокулянта до суспензії з утворенням флокульованих твердих речовин, формуючи флокульовані тверді речовини у шар твердих речовин за рахунок гравітаційного осадження, і, таким чином, утворення більш концентрованої суспензії, у якому - агент застосовують до суспензії перед або практично одночасно з додаванням органічного полімерного флокулянта та/або - органічний полімерний флокулянт додають до суспензії у резервуарі, і агент застосовують до суспензії у тому самому резервуарі.  
2. Спосіб за п. 1, у якому агент вибирають з-поміж перборатів, перкарбонатів, карбонатів, персульфатів, озону та пероксидів.  
3. Спосіб за п. 1 або 2, у якому агент є пероксидом водню.  
4. Спосіб за будь-яким з пп. 1-3, у якому агент викликає фрагментацію флокульованої структури.  
5. Спосіб за будь-яким з пп. 1-4, у якому агент викликає розпад органічного полімерного флокулянта.  
6. Спосіб за будь-яким з пп. 1-5, у якому агент викликає зниження межі текучості шару твердих ре-

2

човин до рівня, принаймні на 30 % нижчого за межу текучості шару твердих речовин при рівноцінному вмісті твердої речовини без додавання агента.

7. Спосіб за будь-яким з пп. 1-6, у якому додавання агента викликає збільшення вмісту твердої речовини принаймні на 5 % за масою шару, який має дану межу текучості, порівняно з шаром, який має таку саму межу текучості у рівноцінному процесі, але за відсутності агента.

8. Спосіб за будь-яким з пп. 1-7, у якому агент виділяє газ.

9. Спосіб за будь-яким з пп. 1-8, у якому флокульовані тверді речовини осаджують для утворення пласта, і з суспензії вивільняють воду, причому обробка пласта твердих речовин агентом викликає збільшення вмісту твердої речовини у пласті порівняно з рівноцінним процесом, який здійснюють за відсутності агента.

10. Спосіб за будь-яким з пп. 1-9, у якому флокульовані тверді речовини осаджують для утворення пласта твердих речовин, і з суспензії вивільнюють воду, причому агент контактує з пластом, і вищезгаданий агент виділяє бульбашки газу, які викликають утворення каналів у вищезгаданому пласті й сприяють вивільненню води з суспензії.

11. Спосіб за будь-яким з пп. 1-10, у якому суспензію піддають флокуляції у гравіметричному згущувачі або в районі захоронення відходів і флокульованим твердим речовинам дають осісти шляхом осадження і утворити ущільнений шар більш концентрованих твердих речовин.

12. Спосіб за будь-яким з пп. 1-11, у якому шар або пласт твердих речовин утворює нижній продукт, який потім транспортують до району захоронення.

13. Спосіб за будь-яким з пп. 1-12, у якому водна суспензія містить мінеральні частинки.

14. Спосіб за будь-яким з пп. 1-13, у якому водну суспензію одержують від переробки мінералів або енергетичної переробки і/або як хвостові субстрати, причому мінерали належать до групи, яка складається з бокситу, звичайних металів, дорогоцінних металів, заліза, нікелю, вугілля, мінеральних пісків, нафтоносних пісків, каоліну, алмазів та урану.

15. Спосіб за будь-яким з пп. 1-14, у якому органічний полімерний флокулянт є неіонним або аніон-

(13) C2

(11) 93222

(19) UA

ним полімером, який є або синтетичним полімером з внутрішньою в'язкістю принаймні 4 дл/г, або природним полімером.

16. Спосіб за будь-яким з пп. 1-15, у якому органічний полімерний флокулянт вибирають із групи,

Даний винахід стосується вдосконаленого способу флокуляції для концентрування суспензій. Зокрема, флокульовані тверді речовини можуть осаджуватися для утворення шару, в якому можуть досягатися вищий вміст твердих речовин та/або знижена межа текучості.

Відомими є способи концентрування суспензій твердих речовин у водних рідинах шляхом застосування флокулянтів, які в результаті забезпечують флокуляцію твердих речовин, що сприяє відокремленню твердих речовин від рідини. У багатьох процесах флокульовані тверді речовини осаджують для утворення шару шляхом осадження. В інших процесах відокремленню може сприяти механічне зневоднення, наприклад, шляхом фільтрації під тиском, центрифугування, з застосуванням стрічкових згущувачів та стрічкових пресів.

Типи флокулянтів, які додають до суспензії, часто залежать від субстрату. Як правило, суспензії є схильними до флокуляції високомолекулярними полімерами. Їх приклади описуються у патентах WO-A-9314852 та US3975496, які стосуються флокуляції мінеральних суспензій, таких, як червоний шлам. До інших патентів, які стосуються високомолекулярних полімерних флокулянтів, належать US 6447687, WO-A-0216495 та WO-A-02083258, в яких описується флокуляція осаду стічних вод. Відомо, що іноді додають інші хімічні домішки для кондиціонування суспензії. Наприклад, суспензії спочатку можуть бути коагульовані полімерним коагулянтом з високою густиною заряду, таким, як поліБАОМАС, або неорганічними коагулянтами, які включають хлорид заліза.

Для кондиціонування суспензій також застосовують інші домішки. Наприклад, пероксиди іноді додають до суспензій, таких, як осади стічних вод, або інших суспензій, які містять органічний матеріал, з метою видалення відновних агентів для зменшення запаху, газотворення або запобігання розкладові. Як правило, пероксиди або окисники додають з метою видалення шкідливих або небажаних речовин або інших матеріалів, які містяться у суспензії.

Як правило, кількість пероксидів, які додаються, є лише достатньою для видалення небажаних речовин та матеріалів, і пероксиди або інші окисники зазвичай додають у відносно малій кількості.

Приклади додавання пероксидів до осаду стічних вод описано у JP56150481. Пероксиди або окисники також можуть додаватися до інших суспензій з подібними цілями, включаючи обробку видобутого з землі матеріалу для видалення забруднювачів, як описано у патентах US 2003 121863 та JP 10109100. У патенті JP 11156397 описується спосіб флокулювання шламу з засто-

до якої належать гомополімер акрилату натрію, гомополімер акриламідів та співполімер акриламідів та акрилату натрію.

суванням неіонних та аніонних полімерів, згідно з яким шлам попередньо обробляють окисником.

У патенті U.S. 6733674 описується спосіб зневоднення пульпи шляхом додавання ефективної кількості одного або кількох целюлолітичних ферментів та одного або кількох окисників та одного або кількох флокулянтів для утворення суміші у воді, яка коагулюється і флокулюється з наступним відокремленням твердих речовин від води. Приклади вказують на значну кількість часу, яка минає між додаванням окисника та флокуляцією. Присутність ферментів пояснюється необхідністю розщеплення матеріалу, який міститься у пульпі.

Суспензії часто концентрують у резервуарі гравітаційного згущувача. Безперервний потік суспензії зазвичай подають у згущувач і обробляють флокулянтом. Утворені таким чином флокульовані тверді речовини осаджують для утворення шару твердого нижнього продукту, а надосадова водна рідина тече вгору і зазвичай видаляється з резервуара згущувача через периметричний жолоб на поверхні води. Зазвичай резервуар згущувача має конічну основу, щоб нижній продукт міг легко видалятися з центра основи. Крім того, обертальний скрібок сприяє видаленню твердих речовин нижнього продукту. Типовий процес концентрування суспензій у гравітаційному згущувачі описується у патенті US4226714.

У гравітаційних згущувачах концентрують різні суспензії, включаючи суспензії органічних твердих речовин, такі, як стічні води, побутові стоки та осади стічних вод. Також звичною практикою є загущення або зневоднення мінеральних суспензій з застосуванням гравітаційних згущувачів.

У типовій операції обробки мінералів тверді відходи відокремлюють від твердих речовин, які містять цінні мінерали, за допомогою водного процесу. Водна суспензія твердих відходів часто містить глини та інші мінерали і часто називається хвостами. Ці тверді речовини часто концентрують за допомогою способу флокуляції у згущувачі і осаджують для утворення шару. Зазвичай буває бажаним видалення з твердих речовин або шару такої кількості води, щоб забезпечити підвищення густини нижнього продукту і видобути максимальну кількість технологічної води. Зазвичай нижній продукт викачують до поверхневої зони зберігання, яку часто називають хвостосховищем, або, в альтернативному варіанті, нижній продукт механічним способом піддають подальшому зневодненню, наприклад, шляхом вакуум-фільтрації, фільтрації під тиском або центрифугування.

У патенті US 5685900 описується спосіб вибіркової флокуляції для збагачення тонкодисперсних частинок каоліну низької яскравості з метою відновлення каоліну високої яскравості. Спосіб включає

етап класифікації для видобування фракції каоліну, в якій частинки принаймні на 90% за масою є меншими за 0,5 мкм. Видобуту фракцію після цього піддають відбілюванню для часткового відбілювання органічних знебарвлювачів. Утворену в результаті гідросуміш вибірково флокулюють, застосовуючи високомолекулярний аніонний поліакриламід або співполімер акрилату та акриламиду. Цей етап флокуляції утворює надосадову фазу, яка має високу концентрацію забруднюючого діоксиду титану, та флокульовану глиняну фазу, позбавлену діоксиду титану, яка містить знебарвлювачі. Флокули після цього обробляють газоподібним озonom з метою окиснення решти знебарвлюючих органічних речовин, а також руйнування флокулюючого полімеру для відновлення каоліну в диспергованому стані. Цього досягають шляхом пропускання флокульованих твердих речовин через етап озонування, в оптимальному варіанті - з застосуванням насоса з високим зрізальним зусиллям.

Подібні винаходи описуються у патентах WO 2004 071 989 та US 2006 0131243.

У патенті WO 2005 021129 описується контролювання стану суспензії твердих частинок у рідині, включаючи застосування до суспензії 1 або кількох стимуляторів. Згідно з цим патентом, кондиціонування в оптимальному варіанті є оборотним і включає флокуляцію та/або коагуляцію, коли міжчастинкові сили можуть бути силами притягання або відштовхування між твердими частинками у рідині. Стимулятором можуть бути одна або кілька хімічних домішок і, наприклад, може бути чутливий до стимулятора поліелектроліт, який може бути абсорбований у поверхню суспендованих частинок у достатній кількості для створення стеричного або електростатичного відштовхування між частинками. В одному випадку поліелектроліт може бути практично нерозчинним при значеннях pH, за яких він є практично незарядженим, що сприяє флокуляції суспензії. Також описуються поліелектроліти, які реагують на температурний стимул. Також робиться посилання на спосіб контролювання загущення шару твердих частинок у рідині шляхом застосування до шару одного або кількох стимулів. Кожен зі стимулів виконує оборотне кондиціонування між первісним станом, який переважає до вищезгаданого застосування одного або кількох стимулів, та кондиціонованим станом, який є результатом застосування вищезгаданих одного або кількох стимулів. Описані способи забезпечують поліпшення деяких процесів відокремлення твердої та рідкої фаз.

У патенті JP 11-46541 описується чутливий до температури гідрофільний полімер, який додається до суспензії частинок при температурі, нижчій за температуру переходу, після чого флокули утворюються абсорбуючими та зшиваючими частинками як традиційним флокулянтom. Суміш нагрівають до температури, вищої за температуру переходу, абсорбований полімер стає гідрофобним, і суспендовані частинки набувають гідрофобності й утворюють флокули через гідрофобну взаємодію. У цей час застосовують належний зовнішній тиск, частинки легко перегруповуються, і

вода між частинками витісняється через гідрофобність частинок.

У патенті JP 2001 232104 описується процес, подібний до описаного у JP 11-46541, але з застосуванням поліпшених чутливих до температури флокулянтів, які є іонним чутливим до температури полімером, на відміну від неіонних полімерів, які абсорбуються на суспендовані частинки, і коли полімер стає гідрофобним при температурах, наближених до точки переходу, утворюються міцні гідратні шари навколо іонних груп, але прилипанню гідратних шарів між полімерами перешкоджає гідрофобна взаємодія.

У публікації Bertini, V. et. al. *Particulate Science and Technology* (1991), 9(3-4), 191-9, описується застосування багатофункціональних полімерів для pH-контрольованої флокуляції титанових мінералів. Полімери є радикальними вініловими співполімерами, які містять функції катехолу та акриловокислотні одиниці. Полімери можуть змінювати свій вплив з флокулюючого на диспергуючий або інертний і навпаки через зміну рівня pH.

Чутливі до pH або температури флокулянти в принципі забезпечують контроль над станом флокуляції суспензії. Однак вибір флокулянта має відповідати конкретній суспензії або шарові, які мають флокулюватися і водночас реагувати на конкретний стимул для викликання оборотного кондиціонування. У деяких випадках буває важко знайти потрібний флокулянт.

Часто у флокульовані тверді речовини захоплюється вода, і ця вода часто важко піддається вивільненню і, таким чином, утримується у шарі. Хоча чутливі до pH та температури флокулянти можуть сприяти подоланню цієї проблеми, часто буває важко досягти задовільної флокуляції у широкому діапазоні субстратів.

У процесах, у яких застосовують гравітаційні згущувачі бажаним є забезпечення таких робочих умов, щоб якомога більше твердих речовин у шарі могло бути видалено зі згущувача як нижній продукт. Зазвичай обмежувальним чинником є здатність скрібка у згущувачі до зрушення осаджених твердих речовин. Таким чином, бажаним є забезпечення процесу, який збільшує швидкість відокремлення твердих речовин від суспензії та видалення нижнього продукту.

Згідно з даним винаходом, авторами пропонується спосіб концентрування водної суспензії твердих частинок, який включає етапи додавання принаймні одного органічного полімерного флокулянта до суспензії з утворенням, таким чином, флокульованих твердих речовин, причому флокульовані тверді речовини утворюють шар твердих речовин, і, таким чином, утворюється більш концентрована суспензія, причому спосіб включає додавання ефективної кількості агента, вибраного з групи, до якої належать вільні радикали, окисники, ферменти та опромінювання, причому цей агент застосовують до суспензії перед або практично одночасно з додаванням органічного полімерного флокулянта, і/або органічний полімерний флокулянт додають до суспензії у резервуарі, і агент застосовують до суспензії у тому самому резервуарі.

Авторами було виявлено, що включення агента суттєво поліпшує ефективність процесу концентрування. Під концентруванням слід розуміти збільшення вмісту твердої речовини у суспензії. Як правило, концентрування суспензії включає процеси зневоднення та згущення та інші.

В оптимальному варіанті флокульованим твердим речовинам дають осісти для утворення шару твердих речовин, який також можна назвати осадом. У ще кращому варіанті процес включає осадження у гравітаційному згущувачі, і осад або шар видаляють зі згущувача як нижній продукт.

Несподівано було виявлено, що контактування шару твердих речовин з агентом; забезпечує суттєве збільшення вивільненої водної рідини.

В оптимальному варіанті агент має викликати фрагментацію флокульованої структури. Так, авторами було виявлено, що флокульована структура може руйнуватися і часто займати менший об'єм, ніж осажені тверді речовини займали б за відсутності агента.

В одному варіанті агент може викликати розпад органічного полімерного флокулянта. Вважається, що хімічна взаємодія між флокулянтном та твердими речовинами необоротно змінюється в результаті цього розпаду полімерного флокулянта. Полімер може розпадатися, і, таким чином, тверді речовини мають послаблену флокульовану структуру. В одному аспекті полімерний ланцюг може розриватися на менші ланцюги, що викликає диспергуючий вплив на тверді речовини. У деяких випадках полімер може розпадатися настільки, що перестає мати флокулюючий вплив на тверді речовини. Розпад органічного полімерного флокулянта в оптимальному варіанті відбувається у зв'язку з розпадом або зменшенням розміру флокульованої структури. У ще кращому варіанті авторами було виявлено, що флокульована структура руйнується, таким чином, збільшуючи вміст твердої речовини для певного об'єму.

В одному оптимальному варіанті агент викликає зниження межі текучості шару твердих речовин під дією органічного флокулянта. У ще кращому варіанті цей показник шару твердих речовин має бути принаймні на 30% нижчим за межу текучості шару твердих речовин при рівноцінному вмісті твердої речовини без додавання агента. Таким чином, агент в оптимальному варіанті викликає зниження межі текучості шару твердих речовин, дозволяє досягти вищого вмісту твердих речовин і збільшує видалення нижнього продукту. В оптимальному варіанті межа текучості знижується принаймні на 50% порівняно з межею текучості шару твердих речовин при рівноцінному вмісті твердої речовини без додавання агента. У ще кращому варіанті зниження межі текучості становить принаймні 60 або 70% і часто складає щонайменше 80 або 90%.

Несподівано авторами також було виявлено, що ця межа може бути зменшена до рівня, нижчого за межу текучості шару твердих речовин при рівноцінному вмісті твердої речовини без флокуляції і без додавання агента. До нинішнього часу загально визнаною була точка зору, згідно з якою осадження твердих речовин за відсутності флоку-

ляції дозволяє досягти найнижчої межі текучості. Вважалося, що процес, який включає флокуляцію, в результаті завжди має забезпечувати вищу межу текучості, ніж за відсутності флокулянта, оскільки флокулянт більше сприяє утриманню осаджених твердих речовин у структурі, ніж збільшенню межі текучості. Таким чином, особливо несподіваним є те, що процес, який включає застосування флокулянта, в результаті може знизити межу текучості до значення межі текучості, нижчого, ніж у осажденій суспензії без застосування флокулянта.

В оптимальному варіанті вищезгадане зниження межі текучості відбувається у комбінації з розпадом або фрагментацією флокульованої структури і/або в альтернативному варіанті - у комбінації з розпадом органічного полімерного флокулянта. В особливо оптимальному варіанті розпад органічного полімерного флокулянта відповідає за розпад або зменшення розміру флокульованої структури, що, у свою чергу, викликає зменшення межі текучості шару твердих речовин.

В оптимальному варіанті процесу флокульовані тверді речовини осідають для утворення шару, і з суспензії вивільнюється вода, причому авторами було виявлено, що піддавання флокульованих твердих речовин дії агента викликає збільшення вивільнення води з суспензії. Таким чином, авторами було виявлено, що це збільшення вивільнення води також супроводжується збільшенням вмісту твердих речовин.

У ще одному аспекті агент може виділяти газ. Авторами було виявлено, що вивільнення газу у шар або пласт твердих речовин може збільшувати вивільнення води. В оптимальному варіанті флокульовані тверді речовини осідають для утворення шару і агент контактує з флокульованими твердими речовинами шару, і це викликає подальше вивільнення та збільшення вмісту твердих речовин. В оптимальному варіанті газ вивільнюється і утворює бульбашки. Безвідносно до теорії, вважається, що газ, наприклад, може викликати утворення каналів або тріщин у шарі твердих речовин і сприяти вивільненню води з суспензії.

До агентів, які можуть виділяти газ, належать карбонати, бікарбонати та пероксиди.

Було виявлено, що спосіб згідно з даним винаходом дозволяє збільшувати концентрацію суспензії, зокрема, через гравітаційне осадження. У цьому сенсі збільшується швидкість консолідації відокремлених твердих речовин. Крім того, може бути суттєво поліпшена рухливість концентрованої фази, тобто, осаджених твердих речовин.

Агент може бути однією або кількома хімічними сполуками, вибраними з групи, до якої належать вільні радикали, окисники та ферменти. В альтернативному або додатковому варіанті, якщо агент викликає розпад або фрагментацію флокульованої структури та/або викликає зниження межі текучості шару твердих речовин агент також може включати випромінювання. Випромінювання може бути, наприклад, ультразвуковим, іонізуючим випромінюванням або електромагнітним випромінюванням. Якщо агент виділяє газ, він в альтернативному варіанті може бути механічним пристроєм, який

вивільнює бульбашки газу з шару твердих речовин, зокрема, у випадках, коли шар являє собою осад або пласт.

Агент в оптимальному варіанті вибирають з групи, до якої належать вільні радикали, окисники та ферменти.

Було виявлено, що включення вільного радикала або окисника у процес флокуляції в результаті забезпечує прискорення фази ущільнення та/або зниження в'язкості шару твердих речовин наприклад, осаду при відповідному вмісті твердих речовин таким чином, що вищий вміст твердої речовини може досягатися без перевищення максимальної в'язкості, яку може витримувати обладнання, яке здійснює процес видалення. У ще одному варіанті втілення також було виявлено, що ферменти забезпечують подібний ефект. Це особливо стосується випадків, коли полімер є натуральним полімером або напівнатуральним полімером, наприклад, полісахаридом, який може бути модифікований, і відомо, що вибраний фермент розщеплює натуральний або напівнатуральний полімер.

До придатних вільних радикалів належать хімічні сполуки, вибрані з групи, до якої належать сульфат заліза-амонію, нітрат церію-амонію і т. ін.

Також може бути бажаним застосування активаторів у зв'язку з вільними радикалами, які у деяких випадках можуть прискорювати утворення радикалів. Як правило, до таких активаторів належать амінокарбоксилати та діаміни, мідний комплекс EDTA (етилендіамінтетраоцтової кислоти) та відновні цукри, такі, як фруктоза та лактоза.

Може застосовуватися будь-який традиційний окисник. Окисники можуть бути хімічними речовинами, вибраними з групи, до якої належать хлор, сполуки перехідних або інших металів у високоокиснювальному стані, такі, як сполуки хрому, марганцю, заліза та міді, кожна з яких включає речовини, які є потужними окисниками, tBHP (трет-бутилгідропероксид), сульфат натрію, бісульфітні сполуки, персульфат амонію, перборат натрію, гіпохлорит натрію та озон.

Було виявлено, що застосування озону, перацетату, перборатів, перкарбонату та персульфатів є особливо ефективним для окиснення.

Може застосовуватися будь-який придатний фермент, здатний діяти на органічний полімерний флокулянт, зокрема, як природний полімер. Як правило, до таких ферментів належать гідролази. До придатних ферментів належать протеази, які розщеплюють білки; глікозилази, які розщеплюють цукри; пектинази, які розщеплюють пектин; амілази, які розщеплюють крохмаль; естерази, які розщеплюють будь-які естерні зв'язки; целюлази, які розщеплюють целюлозу та сполуки целюлози; глюкозидази та галактозидази або розщеплювальні цукри. Інші гідролази можуть змінювати поверхню інших полімерних флокулянтів, включаючи, наприклад, поліаміди та поліестери. До інших ферментів належать деполімерази, які розщеплюють полімер, зокрема, мікробіологічно утворені полімери, такі, як поліестери. До оптимальних ферментів належать амілази, целюлази, галактомананази. Як правило, вони є придатними для застосування з

натуральними або напівнатуральними полімерами, наприклад, крохмалем, СМС (карбоксиметилцелюлозою), гуаром, альгінатами, пектинами та сульфатованим карагенаном. Відомо, що конкретні ферменти діють нахітозан.

Оптимальними агентами для застосування згідно з даним винаходом, є пероксиди. Особливу перевагу серед пероксидів віддають перекисові водню.

Згідно з представленим способом, агент та органічний полімерний флокулянт додають до суспензії послідовно або одночасно. Деякі операції можуть бути поліпшені, якщо агент додавати після полімерного флокулянта. Це особливо стосується випадків, коли агент діє відносно швидко, оскільки потрібен достатній час для того, щоб спочатку сформувати флокульовану структуру ще до суттєвого впливу агента. Незважаючи на це, при цьому порядку додавання органічний полімерний флокулянт має додаватися до суспензії у резервуарі, і агент застосовують до суспензії у тому самому резервуарі. У цьому разі агент в оптимальному варіанті додають у шар або пласт твердих речовин. Як правило, цим резервуаром може бути згущувач, наприклад, гравітаційний згущувач, який застосовують для осадження суспендованих твердих речовин.

Однак у багатьох ситуаціях перевагу віддають застосуванню агента до суспензії перед або практично одночасно з додаванням органічного полімерного флокулянта. Безвідносно до теорії, вважається, що додавання агента до будь-якого суттєвого утворення структури флокулянта забезпечує розподіл агента серед флокульованих твердих речовин. Одночасне додавання агента та флокулянта також може забезпечувати перевагу єдиного моменту додавання, зокрема, у разі, якщо агент та флокулянт є попередньо змішаними. Однак при застосуванні сумішей агента та флокулянта може бути необхідним забезпечення застосування суміші до суспензії ще до будь-якого суттєвого руйнівного впливу агента на флокулянт.

Агент має застосовуватися в ефективній кількості. В оптимальному варіанті достатня кількість має додаватися для напевного викликання принаймні одного з таких явищ:

- i) фрагментації флокульованої структури; та/або
- ii) розпаду органічного полімерного флокулянта; та/або
- iii) викликання зниження межі текучості шару твердих речовин до рівня, нижчого за межу текучості шару твердих речовин при рівноцінному вмісті твердої речовини без флокуляції і без додавання агента; та/або;
- iv) забезпечення можливості збільшення вмісту твердої речовини принаймні на 5% за масою шару, який має дану межу текучості, порівняно з шаром, який має таку саму межу текучості у рівноцінному процесі, але за відсутності агента.

Кількість агента може бути різною, залежно від конкретних умов процесу, типу субстрату та флокулянта. Агент в оптимальному варіанті має бути присутнім у кількості принаймні 1 ppm за масою агента в об'ємі суспензії. Агент може бути ефекти-

ним у малих кількостях, наприклад, від 1 до 10 ppm. Як правило, агент додають у кількості від принаймні 100 ppm, у деяких випадках - принаймні 1000 ppm за масою твердих речовин у суспензії. У деяких випадках може бути бажаним додавання значно більшої кількості агента, наприклад, 40 000 або 50 000 ppm або більше. Ефективні дози зазвичай складають від 150 до 20,000 ppm, зокрема, від 1000 до 15,000 ppm.

У ще кращому варіанті збільшення вивільнення води з шару або пласта та збільшення вмісту твердих речовин у шарі або пласті також супроводжується зниженням межі текучості. Авторами було виявлено, що в оптимальному варіанті межа текучості шару або пласта є меншою, ніж у шару або пласта з рівноцінним вмістом твердої речовини, в якому флокульовані тверді речовини не піддаються дії агента.

Відомо, що, як правило, тверді речовини у суспензіях часто осідають без додавання флокулянта. Флокулянт викликає місткову флокуляцію твердих речовин і збільшує швидкість, з якою тверді речовини осідають для утворення шару. Таким чином, у традиційних ситуаціях гравітаційного згущення поліпшена швидкість вільного осадження та первісне ущільнення досягаються шляхом застосування полімерних флокулянтів та, необов'язково, коагулянтів. У такому процесі окремі тверді частинки є схильними до накопичення для утворення агрегатів, які мають більш сприятливе співвідношення густини з площею поверхні. Ці агрегати можуть осідати, утворюючи згущений пласт, з якого вода може додатково видалятися через спрямоване вгору просочування. Таким чином, пласт поступово збільшує вміст твердої речовини протягом тривалого періоду часу до досягнення потрібної концентрації твердих речовин у пласті та можливості видалення матеріалу з пласта.

На жаль, як правило, в'язкість або межа текучості флокульованих осаджених твердих речовин у традиційних процесах є значно вищими, ніж у осаджених твердих речовин за відсутності флокулянта. Це призводить до того, що процес видалення шляхом згрібання та відкачування стає дедалі важчим. З іншого боку, концентрування суспензії за відсутності флокулянта було б недоцільним, оскільки це потребувало б надмірно тривалого часу, зокрема, у гравіметричному згущувачі, який працює за принципом вільного осадження.

У процесі згідно з винаходом авторами було виявлено, що може бути досягнута більш швидка фаза ущільнення. Крім того, було виявлено, що даний процес може забезпечувати суттєво знижену в'язкість або межу текучості шару твердих речовин або пласта в результаті обробки агентом. Зокрема, авторами було виявлено, що межа текучості не лише є нижчою, ніж у рівноцінному процесі за відсутності агента, але й межа текучості може бути такою самою або нижчою, ніж у осаджених твердих речовин за відсутності флокулянта. У деяких випадках авторами було виявлено, що цей процес в результаті забезпечує шар або пласт твердих речовин, який має межу текучості, суттєво нижчу, ніж у осаджених твердих речовин за відсутності флокулянта. Ця несподівана властивість

осаджених твердих речовини полегшує видалення твердих речовин нижнього продукту, водночас забезпечуючи швидке осідання твердих речовин. Крім того, в оптимальному варіанті цей процес допускає збільшення вмісту твердої речовини у консолідованому пласті до рівня, який суттєво перевищує той, який витримує обладнання за відсутності агента. У цьому сенсі консолідований пласт може використовуватися з максимально можливою для обладнання межею текучості, але зі значно вищим вмістом твердої речовини, ніж у пласті, який використовують у процесі без агента.

Межа текучості шару твердих речовин, який включає осаджений пласт, може бути різною, залежно від субстрату. Як правило, максимальна межа текучості осадженого пласта, яку витримує традиційне обладнання, є не більшою, ніж 250 Па. З можливостями існуючого обладнання було б неможливо збільшити вміст твердих речовин, застосовуючи традиційний процес, оскільки межа текучості була б надто високою. Було виявлено, що спосіб згідно з винаходом, у якому застосовують агент, дозволяє знижувати межу текучості принаймні на 10%, зазвичай принаймні на 50%, а у деяких випадках - на 80 або 90% або більше. З іншого боку, вміст твердої речовини шару або пласта, утвореного згідно з винаходом, може бути збільшений принаймні на 5%, іноді - більше, ніж на 10%, без перевищення максимальної межі текучості, яку може витримувати обладнання. У деяких випадках вміст твердих речовин може бути збільшений на 15 або 20% або більше порівняно з шаром або пластом, який має таку саму межу текучості, що досягається при застосуванні рівноцінного процесу, але за відсутності агента.

Фактичний масовий відсоток твердих речовин нижнього продукту, який може бути досягнутий з допустимою межею текучості, може коливатися у широких межах, залежно від складової та розміру частинок суспендованих твердих речовин, а також терміну експлуатації та складності осаджувального обладнання. Від може складати приблизно 12% (характерний для флоридських фосфатних шлаків), але зазвичай становить приблизно від 20% до 50%.

Межу текучості вимірюють за допомогою реометра Brookfield R/S SST при навколишній температурі лабораторії 25°C, застосовуючи програму RHEO V2.7 у режимі контрольованої швидкості зсуву. Обертання вала лопаті (лопаті 5025 при розмірі резервуара від 3 до 1) з 120-ступінчастим рівномірним збільшенням 0,025 об/хв забезпечує поступове збільшення швидкості зсуву.

Межу текучості визначають як максимальне зсувне напруження до початку зсуву.

Межу текучості розраховують за допомогою лінійної регресії 4-х точок вимірювання зі швидкістю зсуву >0,1 л/сек з наступним розрахунком відсікання осі тау (Па) для швидкості зсуву = 0.

Винахід може бути застосований до будь-якого відокремлення твердої та рідкої фаз, при якому тверді речовини відокремлюють від суспензії. Він може охоплювати, наприклад, процеси, які включають осадження, центрифугування, фільтрацію під тиском, з застосуванням стрічкових згущувачів

та стрічкових пресів. Особливо вигідним є застосування винаходу для процесів осадження. Особливу перевагу віддають процесам, які включають піддавання суспензії флокуляції у гравіметричному згущувачі. У такому процесі тверді речовини утворюють ущільнений шар концентрованих твердих речовин, який зазвичай є значно вищим, ніж за відсутності агента.

Флокульовані тверді речовини, одержані в цьому процесі, можуть утворювати нижній продукт, який може бути видалений із зони флокуляції та осадження. У багатьох випадках флокульовані тверді речовини утворюють нижній продукт, який потім транспортують до району захоронення.

Як було зазначено вище, винахід, як правило, стосується процесів відокремлення твердої та рідкої фаз. Таким чином, суспензія може включати органічний матеріал, який включає, наприклад, осад стічних вод або клітинний матеріал з процесів ферментації. Суспензія також може бути суспензією целюлозного матеріалу, наприклад, пульпу з процесів виробництва паперу. В оптимальному варіанті суспензія є водною суспензією, яка включає мінеральні частинки.

У більш оптимальному аспекті винаходу процес включає обробку водної суспензії, утвореної в результаті обробки гірничих мінералів та інших гірничих відходів, наприклад, вугільної промисловості, включаючи видобуток вугілля та бітумінозного піску, які включають суспензії мінеральних частинок, зокрема, глини. Таким чином, в оптимальному аспекті процесу водну суспензію отримують від переробки мінералів або енергетичної переробки і/або як хвостові субстрати. Під енергетичною переробкою в оптимальному варіанті слід розуміти процеси, в яких субстрат включає відокремлення матеріалів, які можуть використовуватися як паливо.

Особливо оптимальний аспект процесу включає суспензії, одержані від видобутку та збагачення мінералів, які належать до групи, яка складається з бокситу, звичайних металів, дорогоцінних металів, заліза, нікелю, вугілля, мінеральних пісків, нафтоносних пісків, каоліну, алмазів та урану.

В оптимальному варіанті суспендовані тверді речовини у суспензії принаймні на 90 мас. % мають бути більшими за 0,5 мікрона. Часто частинки у суспензії принаймні на 90 мас. % мають бути завбільшки принаймні 0,75 мікрона, в оптимальному варіанті - принаймні на 90 мас. % мають бути завбільшки принаймні від одного до двох мікронів. Як правило, суспендовані частинки можуть мати розмір принаймні на 90 мас. % до 2 мм, зазвичай принаймні на 90 мас. % у межах від 0,5 мікрона до 2 мм. В оптимальному варіанті суспендовані частинки принаймні на 90 мас. % мають розмір до 1 мм, у ще кращому варіанті - принаймні на 90 мас. % мають розмір до 750 мікронів, зокрема, принаймні на 90 мас. % мають розмір у межах від одного до двох мікронів до одного-двох міліметрів.

Суспензії часто містять принаймні 5 мас. % суспендованих твердих частинок і можуть містити 30% або більше. В оптимальному варіанті суспензії містять принаймні 0,25%, у ще кращому варіанті

- принаймні 0,5%. Зазвичай суспензії містять від 1% до 20 мас. % суспендованих твердих речовин.

Прийнятна доза органічного полімерного флокулянта складає від 5 грамів до 10000 грамів на тону твердого матеріалу. Як правило, прийнятна доза може бути різною, залежно від конкретного матеріалу та вмісту твердої речовини у матеріалі. Оптимальні дози складають від 10 до 3 000 грамів на тону, зокрема, від 10 до 1000 грамів на тону, у ще кращому варіанті дози складають від 60 до 200 або 400 грамів на тону.

Водний розчин полімеру може додаватись у будь-якій прийнятній концентрації. Може бути бажаним застосування відносно концентрованого розчину, наприклад, до 10 % або більше за масою полімеру. Однак зазвичай бажаним є додавання полімерного розчину з нижньою концентрацією для мінімізації проблем, які виникають через високу в'язкість полімерного розчину, і для сприяння розподілу полімеру у суспензії. Полімерний розчин може додаватись у відносно розведений розчин, наприклад, 0,01 мас. % полімеру. Як правило, полімерний розчин зазвичай застосовують у концентрації від 0,05 до 5 мас. % полімеру. В оптимальному варіанті концентрація полімеру становить від 0,1% до 2 або 3%. У ще кращому варіанті концентрація становить від 0,25% до приблизно 1 або 1,5%. В альтернативному варіанті органічний полімерний флокулянт додають до суспензії у формі сухих частинок або як емульсію чи дисперсію з оберненням фаз. Сухі полімерні частинки розчиняються у водній суспензії, й емульсія або дисперсія з оберненням фаз мають перетворюватися безпосередньо на водну суспензію, в якій потім має розчинятися полімер.

Спосіб згідно з винаходом забезпечує поліпшену швидкість осадження. Було виявлено, що може досягатися швидкість осадження становить від 2 до 30 м/год. Крім того, авторами було виявлено, що спосіб дозволяє видалити з суспензії понад 99 мас. % суспендованих твердих речовин. Крім того, спосіб дозволяє збільшувати концентрацію твердих речовин в осаді більше, ніж на 10 мас. % порівняно з традиційними процесами, які здійснюються за відсутності агента. У ще кращому варіанті досягається знижена межа текучості порівняно з найкращими традиційними процесами.

Органічний полімерний флокулянт може включати високомолекулярні полімери, які є катіонними, неіонними, аніонними або амфотерними. Як правило, якщо полімер є синтетичним, він повинен мати внутрішню в'язкість принаймні 4 дл/г. Однак в оптимальному варіанті полімер повинен мати значно вищу внутрішню в'язкість. Наприклад, внутрішня в'язкість може становити 25 або 30 дл/г або більше. Як правило, внутрішня в'язкість становить принаймні 7, зазвичай принаймні 10 або 12 дл/г і може досягати 18 або 20 дл/г.

Внутрішню в'язкість полімерів визначають шляхом приготування водного розчину полімеру (0,5-1% (маса/маса)) за активним вмістом полімеру. 2 г цього 0,5-1% полімерного розчину розчиняють до 100 мл волюметричної колби з 50 мл 2М розчину хлориду натрію, який є буферованим до рН 7,0 (з застосуванням 1,56 г дигідрофосфату

натрію та 32,26 г динатрійгідрофосфату на літр деіонізованої води) і загальний об'єм розводять до 100 мл позначки деіонізованою водою. Внутрішню в'язкість полімерів вимірюють, застосовуючи віскозиметр з підвищеним рівнем Number 1 при 25°C у 1М буферному сольовому розчині.

В альтернативному варіанті органічний полімерний флокулянт може бути натуральним полімером або напівнатуральним полімером. До типових натуральних або напівнатуральних полімерів належать полісахариди. До них належать катіонний крохмаль, аніонний крохмаль, амфотерний крохмаль, хітозан.

Оптимальний клас полімерів включає, наприклад, полісахариди, такі, як крохмаль, гуарова смола або декстран, або напівнатуральний полімер, такий, як карбоксиметилцелюлоза або гідроксипропілцелюлоза.

Оптимальний клас синтетичних полімерів включає поліетери, такі, як поліалкіленоксиди. Як правило, ними є полімери з алкіленоксиповторами в основному полімерному ланцюгу. До особливо придатних поліалкіленоксидів належать поліетиленоксиди та поліпропіленоксиди. Як правило, ці полімери мають молекулярну масу принаймні 500 000, часто принаймні один мільйон. Молекулярна маса поліетерів може становити 15 мільйонів з 20 мільйонів або більше.

Інший оптимальний клас синтетичних полімерів включає вінілові адитивні полімери. Ці полімери утворюються з етилен-ненасиченого водорозчинного мономеру або суміші мономерів.

Водорозчинний полімер може бути катіонним, неіонним, амфотерним або аніонним. Полімери можуть утворюватися з будь-яких прийнятних водорозчинних мономерів. Як правило, водорозчинні мономери мають розчинність у воді принаймні 5 г/100 см<sup>3</sup> при 25°C. Особливо оптимальні аніонні полімери утворюють з мономерів, вибраних з-поміж етилен-ненасичених карбоновокислотних та сульфоновокислотних мономерів, в оптимальному варіанті - вибраних з-поміж (мет) акрилової кислоти, алілсульфоновної кислоти та 2-акриламід-2-метилпропансульфоновної кислоти та їх солей, необов'язково у комбінації з неіонними співмономерами, в оптимальному варіанті - вибраними з-поміж (мет) акриламиду, гідроксіалкілових естерів (мет) акрилової кислоти та N-вінілпіролідону. До особливо оптимальних полімерів належать гомополімер акрилату натрію, гомополімер акриламиду та співполімер акрилату натрію з акрил амідом.

Оптимальні неіонні полімери утворюються з етилен-ненасичених мономерів, вибраних з-поміж (мет) акриламиду, гідроксіалкілових естерів (мет) акрилової кислоти та N-вінілпіролідону.

Оптимальні катіонні полімери утворюються з етилен-ненасичених мономерів, вибраних з-поміж диметиламіноетил (мет) акрилату - метилхлориду, (DMAEA.MeCl) четв., діалілдиметиламоніхлориду (DADMAC), триметиламінопропіл (мет) акриламідхлориду (АТРАС), необов'язково у комбінації з неіонними співмономерами, в оптимальному варіанті - вибраними з-поміж (мет) акриламиду, гідроксіалкілових естерів (мет) акрилової кислоти та N-вінілпіролідону.

Згідно з винаходом, полімер може бути утворений з застосуванням будь-якого процесу полімеризації. Полімери можуть бути одержані, наприклад, як гель-полімери шляхом полімеризації розчинів, полімеризації суспензії "вода-в-олії" або полімеризації емульсії "вода-в-олії". При утворенні гель-полімерів шляхом полімеризації розчинів у розчин мономеру зазвичай включають ініціатори.

Необов'язково може бути включена система термічного ініціатора. Як правило, до термічних ініціаторів належать будь-які прийнятні сполуки-ініціатори, які вивільнюють радикали при підвищеній температурі, наприклад, азосполуки, такі, як азо-біс-ізобутиронітрил. Температура під час полімеризації має піднятися принаймні до 70°C, але в оптимальному варіанті - не вище 95°C. В альтернативному варіанті полімеризація може здійснюватися шляхом опромінення (ультрафіолетові промені, мікрохвильова енергія, теплота і т. ін.), необов'язково також з застосуванням прийнятних ініціаторів опромінення. Відразу по завершенню полімеризації та достатнього охолодження полімерного гелю гель обробляють стандартним способом шляхом подрібнення гелю на дрібніші частинки, висушування до практично зневодненого полімеру з наступним перемелюванням на порошок.

Такі полімерні гелі одержують відповідними способами полімеризації, як описано вище, наприклад, шляхом опромінення. Гелі можуть бути перемелені до прийнятного розміру, як вимагається, а потім у разі потреби змішані з матеріалом як частково гідратовані водорозчинні полімерні частинки.

Полімери можуть вироблятися як кульки шляхом полімеризації суспензії або як емульсія або дисперсія "вода-в-олії" шляхом полімеризації емульсії "вода-в-олії", наприклад, згідно зі способом, описаним у патентах EP-A-150933, EP-A-102760 або EP-A-126528.

В альтернативному варіанті водорозчинний полімер може забезпечуватись як дисперсія у водному середовищі. Нею може бути, наприклад, дисперсія полімерних частинок принаймні 20 мікронів у водному середовищі, яке містить врівноважувальний агент, як зазначено у EP-A-170394. Це також можуть бути, наприклад, водні дисперсії полімерних частинок, одержаних шляхом полімеризації водних мономерів у присутності водного середовища, яке містить розчинені полімери з низькою внутрішньою в'язкістю, такі, як полідіалілдиметиламоніхлорид, та, необов'язково, інші розчинені матеріали, наприклад, електроліти та/або мультигідрокси-сполуки, наприклад, поліалкіленгліколи, як зазначено у WO-A-9831749 або WO-A-9831748.

Водний розчин водорозчинного полімеру, як правило, одержують шляхом розчинення полімеру у воді або шляхом розведення більш концентрованого розчину полімеру. Як правило, твердий частинковий полімер, наприклад, у формі порошку або гранул, диспергують у воді й розчиняють при перемішуванні. Цього досягають за допомогою традиційного обладнання. В оптимальному варіанті полімерний розчин приготавляють, застосову-



ючи Auto Jet Wet (торговельна марка) від Ciba Specialty Chemicals. В альтернативному варіанті полімер постачається у формі емульсії або дисперсії з оберненням фаз, яка потім може бути перетворена на воду.

У представлених нижче прикладах вказуються способи втілення винаходу, які жодним чином не обмежують його обсягу.

#### Приклади

##### Застосовані флокулянти

##### Опис застосованих полімерів

Полімер А - поліакрилат натрію з молекулярною масою приблизно 15 000 000

Полімер В - акриламідний гомополімер з молекулярною масою приблизно 15 000 000

Полімер С - співполімер натрієвої солі акриламідометилпропанесульфонові кислоти / акриламід у молекулярною масою приблизно 15 000 000.

Полімер D - співполімер акрилату натрію / акриламід у 10/90 з молекулярною масою приблизно 15 000 000.

Полімер Е - співполімер акрилату натрію / акриламід у 30/70 з молекулярною масою приблизно 15 000 000.

Полімер F - співполімер акрилату натрію / акриламід у 50/50 з молекулярною масою приблизно 20 000 000.

Полімер G - співполімер акрилату натрію / акриламід у 30/70 з молекулярною масою приблизно 17 000 000.

Полімер H - співполімер кватернізованого диметиламіноетилакрилату метилхлориду / акриламід у 60/40 з молекулярною масою приблизно 12 000 000.

#### Приклад 1.

Оцінка впливу перекису водню на гідросуміш каоліну

##### Лабораторна експериментальна процедура

Два зразки гідросуміші каоліну (50 % (маса/маса)), застосовували для оцінки впливу перекису водню на рівноцінні нефлокульовані гідросуміші каоліну. Першу гідросуміш (контрольний зразок) обробляли водою (1,5 см<sup>3</sup>). Другу гідросуміш обробляли перекисом водню (30%) у дозі, еквівалентній 1500 ppm (тобто, 1,5 см<sup>3</sup>). Ці суміші змішували вручну за допомогою лопатки і залишали на період 30 хвилин для стабілізації. У цей момент межу текучості гідросуміші вимірювати за допомогою вимірювального пристрою Brookfield для нетвердих середовищ (Medium Vane). Знімали певну кількість показників межі текучості за період часу.

Межу текучості вимірюють за допомогою реометра Brookfield R/S SST при навколишній температурі лабораторії 25°C, застосовуючи програму RHEO V2.7 у режимі контрольованої швидкості зсуву. Обертання вала лопаті (лопата 50\_25 при розмірі резервуара від 3 до 1) з 120-ступінчастим рівномірним збільшенням 0,025 об/хв забезпечує поступове збільшення швидкості зсуву.

Межу текучості визначають як максимальне зсувне напруження до початку зсуву.

Межу текучості розраховують за допомогою лінійної регресії 4-х точок вимірювання зі швидкіс-

тю зсуву >0,1 л/сек з наступним розрахунком відсікання осі тау (Па) для швидкості зсуву = 0.

Вищезгадані заходи здійснювали для підтвердження взаємодії перекису водню з нефлокульованою гідросумішшю. Необхідно було довести, що будь-яке відхилення від контрольного зразка може бути зумовлене лише взаємодією з флокулянтном.

Перед обробкою межа текучості контрольного зразка становила 334 Па, тоді, як зразок, який мав піддаватись обробці перекисом водню, мав межу текучості 319 Па. Обробка водою та перекисом водню відразу вела до зниження межі текучості для контрольного зразка до 290 Па і для обробленого перекисом водню зразка до 284 Па.

Через 89 години межа текучості контрольного зразка становила 244 Па, а в системі перекису водню - 203 Па.

У цей момент дозу перекису водню збільшували до 15 000 ppm для відображення вищої дози, яку застосовували для наступної оцінки комбінованого нижнього продукту, а контрольний зразок знову обробляли еквівалентним об'ємом води для спростування ефекту від розведення. Межа текучості контрольного зразка знизилася до 185 Па, а в обробленій системі знизилася до 162 Па.

Загалом після 239 годин або через 148 годин після збільшення дози кінцева вимірювана межа текучості для контрольного зразка становила 352 Па, а оброблена перекисом водню система демонструвала межу текучості 377 Па.

Ці результати не вважаються суттєво відмінними і вказують на відсутність взаємодії між гідросумішшю каоліну та перекисом водню.

#### Приклад 2

Вплив перекису водню на реологію ущільненого об'єму та осадженого пласта для суспензії флокульованої глини

##### Лабораторна експериментальна процедура

Гідросуміші каоліну (6% (маса/об'єм), 2 г/л сольового розчину) приготували без обмеження об'єму. Розчини вибраного флокулянта застосовували як 0,05% (маса/маса) розчин, який є розведенням 0,5% (маса/маса) вихідного розчину. Випробування флокуляції здійснювали у 500 мл мензурках, застосовуючи плунжерний спосіб перемішування. Початкові випробування здійснювали для встановлення профілю дози флокулянта та визначення дози, необхідної для досягнення швидкості осадження від 10 до 15 см/хв. Після визначення відповідної дози здійснювали певну кількість повторюваних випробувань (залежно від потрібної кількості нижніх продуктів). Піддані обробці гідросуміші залишали для осадження до потрібного рівня, зазначеного на початку випробування.

Надосадову рідину відкачували до зазначеного рівня, який вимагався у кожній мензурці. Контрольне випробування здійснювали шляхом комбінування заданої кількості нижніх продуктів у 1000 мл мензурці зі знімним цоклом за відсутності будь-якої додаткової обробки. Інші випробування вимагали такої самої кількості комбінованих нижніх продуктів, але перед перенесенням кожного нижнього продукту до 1000 мл мензурки його обробляли відповідною фракційною дозою (тобто, загальною дозою, розділеною на кількість нижніх

продуктів, які мають комбінуватися) перекису водню. Після комбінування відповідної кількості нижніх продуктів мензурку доповнювали до 1000 см<sup>3</sup> відкачаною надосадовою рідиною, яку видаляли раніше.

У цей момент у кожен мензурку поміщали скрібки, під'єднані до двигунів (6 об/год) і відцентровували, забезпечуючи їх вирівнювання та відсутність перешкод з боку стінок мензурки для забезпечення послідовного згрібання. Після увімкнення двигуна / початку згрібання об'єм нижнього продукту записували з певними інтервалами, доки комбінований нижній продукт не осаджується до пот-

рібного рівня або повністю не ущільнюється до найнижчого можливого рівня. По завершенню надосадову рідину відкачували до ~300 см<sup>3</sup> і скрібки обережно виймали. Після цього цоколь знімали для забезпечення непорушеного зразка осадженого пласта. Межу текучості ущільненого нижнього продукту вимірювали за допомогою вимірювального пристрою Brookfield для нетвердих середовищ (Medium Vane) і по завершенню реологічного вимірювання нижній продукт характеризували на вміст твердої речовини (% (маса/об'єм) та % (маса/маса)) шляхом висушування зваженої порції.

Таблиця 1

Вплив флокулянта та H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> на межу текучості нижнього продукту

Межа текучості (Па) та вміст твердої речовини (% (маса/об'єм))

Вміст твердої речовини, % (маса/об'єм)	Базов. показник	Полімер А	Полімер А з H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	Полімер В	Полімер В з H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
20,4	11				
22,2	14				
24,7	19				
26,1	22				
27,5	27				
29,3	34				
30,7	38				
31,4			20		
31,9		38			
32			21		
33	48				
33,3	53				
34		54			
34,7	62				
35,7		80			
37,4	103				
39,2	123				
39,9		162			
41			18		
41,1			10		
41,6	158				
42,9	184				
49,1		701			
50,1					54
50,8				584	

Результати для Полімерів А та В показано на графіку з Фігури 1.

Графік показує, що застосування високомолекулярних флокулянтів зазвичай збільшує межу текучості осадженого пласта порівняно з необробленим субстратом. Включення перекису водню у процес флокуляції в результаті забезпечило зниження межі текучості, за еквівалентної концентрації твердих речовин, до рівнів, які є суттєво нижчими за ті, що забезпечує необроблений матеріал.

Приклад 1 показав, що перекис водню не дає незалежного зниження межі текучості гідросуміші каоліну, таким чином, будь-які розбіжності у флокульованій системі можуть пояснюватися

синергетичною взаємодією між флокулянтом та перекисом водню.

Результати свідчать, що збільшений вміст твердої речовини має знижений вплив на збільшення межі текучості порівняно з необробленим контрольним зразком, якщо флокулянт, присутній у нижньому продукті, незалежно від іонного вмісту, було піддано обробці перекисом водню.

Лабораторна експериментальна процедура для Прикладів 3-9

Випробування первісної флокуляції, комбінованого нижнього продукту / хімічної обробки та зіскрібання згідно зі способами, описаними у лабораторній експериментальній процедурі у Прикладі 3.

Вплив дози перекису водню на ущільнення осажденного пласта та реологію

Таблиця 2

Вплив перекису водню на характеристики осажденного пласта при флокуляції  
Полімером А для 6% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну

Характеристики осаженного пласта	Контроль (0 ppm перекис водню)	Перекис водню, ppm		
		15,000	1500	150
Тверді речовини, % (маса/маса)	36,5	40,0	40,5	43,0
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	49,1	52,4	54,1	59,5
Межа текучості, Па	701,0	24,0	42,0	91,0

Зниження дози перекису водню сприяє збільшенню вмісту твердих речовин, причому перекис водню забезпечує 52,4, 54,1 та 59,5% (маса/об'єм) твердих речовин при 15 000, 1500 та 150 ppm, відповідно. Найнижча доза перекису водню (150 ppm) дорівнює збільшенню вмісту твердої речовини у нижньому продукті 21% при прямому порівнянні з контролем.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 701 Па. Обробка 15 000 ppm перекису водню знижує вимірну межу текучості

приблизно на 96% до 24 Па. 1500 та 150 ppm перекису водню знижує межу текучості до 42 Па (94% зниження) та 91 Па (87% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що межа текучості знижується навіть при підвищеному вмісті твердих речовин, коли флокулянт Полімер А, присутній у нижньому продукті, було піддано обробці перекисом водню.

Приклад 4

Таблиця 3

Вплив перекису водню на характеристики осаженного пласта при флокуляції  
Полімером В для 6% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну

Характеристики осаженного пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню, ppm		
		15 000	1500	150
Тверді речовини, % (маса/маса)	42,6	42,2	43,0	43,1
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	57,3	58,3	62,8	64,9
Межа текучості, Па	790,0	86,0	137,0	312,0

Перекис водню забезпечує 58,3, 62,8 та 64,9% (маса/об'єм) твердих речовин при 15000, 1500 та 150 ppm, відповідно. Найнижча доза перекису водню (150 ppm) дорівнює збільшенню вмісту твердої речовини у нижньому продукті на 13% при прямому порівнянні з контролем.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 790 Па. Обробка 15000 ppm перекису водню знижує вимірну межу текучості приблизно на 89% до 86 Па. 1500 та 150 ppm пе-

рексу водню знижують межу текучості до 137 Па (83% зниження) та 312 Па (60% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що межа текучості знижується навіть при підвищеному вмісті твердих речовин, якщо флокулянт Полімер В, присутній у нижньому продукті, було піддано обробці перекисом водню.

Приклад 5

Таблиця 4

Вплив перекису водню на характеристики осаженного пласта при флокуляції  
Полімером С для 6% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну

Характеристики осаженного пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню, ppm		
		15 000	1500	150
Тверді речовини, % (маса/маса)	41,1	44,1	43,1	42,6
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	57,1	62,0	59,8	63,3
Межа текучості, Па	761,0	157,0	142,0	209,0

Перекис водню забезпечує 62,0, 59,8 та 63,3% (маса/об'єм) твердих речовин при 15000, 1500 та 150 ppm, відповідно. Найнижча доза перекису водню (150 ppm) дорівнює збільшенню вмісту твердої речовини у нижньому продукті на 11% при прямому порівнянні з контролем.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 761 Па. Обробка 15000 ppm перекису водню знижує вимірювану межу текучості приблизно на 79% до 157 Па. 1500 та 150 ppm перекису водню знижують межу текучості до 142

Па (81% зниження) та 209 Па (72% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що успішне поліпшення порівняно з контрольним зразком є можливим завдяки застосуванню перекису водню з Полімером С. Зі зниженням дози збільшується межа текучості, однак результати все одно залишаються нижчими за показники контролю навіть за високого вмісту твердих речовин.

Приклад 6.

Таблиця 5

Вплив перекису водню на характеристики осадженого пласта при флокуляції  
Полімером D для 6% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну

Характеристики осадженого пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню, ppm			
		15 000	1500	150	15
Тверді речовини, % (маса/маса)	40,1	40,2	41,7	41,7	42,3
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	51,9	54,9	56,4	56,7	64,4
Межа текучості, Па	804	66	87	91	219

Перекис водню забезпечує 54,9, 56,4, 56,7 та 64,4% (маса/об'єм) твердих речовин при 15000, 1500, 150 та 15 ppm, відповідно. Найнижча доза перекису водню (15 ppm) дорівнює збільшенню вмісту твердої речовини у нижньому продукті 24% при прямому порівнянні з контролем.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 804 Па. Обробка 15000 ppm перекису водню знижує вимірювану межу текучості приблизно на 92% до 66 Па. 1500, 150 та 15 ppm

перекису водню знижують межу текучості до 87 Па (89% зниження), 91 Па (88% зниження) та 219 Па (73% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що межа текучості знижується навіть при підвищеному вмісті твердої речовини, якщо флокулянт Полімер D, присутній у нижньому продукті, було піддано обробці перекисом водню, навіть при застосуванні найнижчої дози (15 ppm).

Приклад 7.

Таблиця 6

Вплив перекису водню на характеристики осадженого пласта при флокуляції  
Полімером D для 4,6% (маса/об'єм) гідросуміші вугільних хвостів

Характеристики осадженого пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню, ppm		
		15 000	1500	150
Тверді речовини, % (маса/маса)	49,8	49,7	50,8	50,9
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	67,2	67,3	71,8	72,3
Межа текучості, Па	1139,0	13,0	243,0	221,0

Перекис водню забезпечує 67,3, 71,8 та 72,3% (маса/об'єм) твердих речовин при 15000, 1500 та 150 ppm, відповідно. Найнижча доза перекису водню (150 ppm) дорівнює збільшенню вмісту твердої речовини у нижньому продукті на 8% при прямому порівнянні з контролем, а доза 1500 ppm забезпечує збільшення на 7%. При найвищій дозі перекису водню (15 000 ppm), вміст твердих речовин у нижньому продукті був рівноцінним показникові контрольного зразка.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 1139 Па. Обробка 15000 ppm перекису водню знижує вимірювану межу текучості

приблизно на 99% до 13 Па для нижнього продукту з подібним вмістом твердої речовини. 1500 та 150 ppm перекису водню знижують межу текучості до 243 Па (78% зниження) та 221 Па (80% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що успішне поліпшення порівняно з контрольним зразком є можливим завдяки застосуванню перекису водню з Полімером D на вугільних хвостах. Зі зниженням дози збільшується межа текучості, однак результати все одно залишаються нижчими за показники контролю.

Приклад 8.

Таблиця 7

Вплив перекису водню на характеристики осажденного пласта при флокуляції  
Полімером Е для 6% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну

Характеристики осажденного пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню, ppm					
		15000	1500	150	15	1,5	0,15
Тверді речовини, % (маса/маса)	36,7	40,6	39,8	39,2	41,5	39,0	39,7
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	51,2	55,4	55,2	53,3	58,6	53,5	55,4
Межа текучості, Па	540	78	76	65	116	117	353

Перекис водню забезпечує 55,4, 55,2, 53,3, 58,6, 53,5 та 55,4% (маса/об'єм) твердих речовин при 15000, 1500, 150, 15, 1,5 та 0,15 ppm, відповідно. Доза перекису водню 15 ppm дорівнює збільшенню вмісту твердої речовини у нижньому продукті на 14% при прямому порівнянні з контролем.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 540 Па. Обробка 15000 ppm перекису водню знижує вимірну межу текучості приблизно на 86% до 78 Па. 1500, 150, 15, 1,5 та

0,15 ppm перекису водню знижують межу текучості до 76 Па (86% зниження), 65 Па (88% зниження), 116 Па (78% зниження), 117 Па (78% зниження) та 353 Па (35% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що межа текучості не збільшується з підвищенням вмісту твердої речовини, якщо флокулянт Полімер D, присутній у нижньому продукті, було піддано обробці перекисом водню, навіть при низькій дозі 1,5 ppm.

Приклад 9.

Таблиця 8

Вплив перекису водню на характеристики осажденного пласта при флокуляції  
Полімером Е для 4,6% (маса/об'єм)

Гідросуміші хвостових промив піску та гравію

Характеристики осаженного пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню ppm				
		15 000	1500	150	15	1,5
Тверді речовини, % (маса/маса)	35,9	30,0	36,5	37,6	34,5	37,3
Тверді речовини, % (маса/об'єм)	46,8	37,1	50,1	51,5	44,4	49,2
Межа текучості, Па	1187	51	337	877	867	1100

Перекис водню забезпечує 37,1, 50,1, 51,5, 44,4 та 49,2% (маса/об'єм) твердих речовин при 15000, 1500, 150, 15 та 1,5 ppm, відповідно. При 15000 та 15 ppm це дорівнює зниженню вмісту твердої речовини у нижньому продукті на 21 та 5%, відповідно, при прямому порівнянні з контролем. Вміст твердої речовини, який досягається при 150 ppm, дорівнює збільшенню на 10% при прямому порівнянні з контролем.

Вимірний показник межі текучості контрольного зразка дорівнює 1187 Па. Обробка 15000 ppm перекису водню знижує вимірну межу текучості приблизно на 95,7% до 51 Па, хоча й при зниженому вмісті твердої речовини. 1500 ppm перекису водню знижують межу текучості до 337 Па (72% зниження), що є суттєвим зниженням, і при вищому вмісті твердої речовини. 150, 15 та 1,5 ppm перекису водню знижують межу текучості до 877 Па (26% зниження), 867 Па (27% зниження) та 1100 Па (7% зниження) відповідно.

З цих результатів випливає, що успішне збільшення вмісту ущільненої твердої речовини у комбінації зі зниженням межі текучості порівняно з контрольним зразком досягається при обробці

Полімером Е через його комбіноване застосування з перекисом водню.

Приклад 10

Вплив окисників та інших реагентів на флокульований 4% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каолін.

Для випробування різних реагентів здійснювали таке відбіркове випробування:

1. 675 мл 4% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну поміщали у 1000 мл високу мензурку. Вміст перемішували при 400 об/хв за допомогою механічної рамної мішалки. Додавали 225 мл розведеного розчину (приблизно 0,002 % у деіонізованій воді) Полімеру Е і перемішування продовжували протягом 4 хвилин. Швидкість перемішування знижували до 200 об/хв ще протягом 2 хвилин. Після цього перемішування припиняли і записували час, який вимагався для зниження межі мулу до рівня між позначками 750 мл та 550 мл. За цими показниками розраховували рівень осадження у см/хв.

2. На основі цих випробувань визначали дозу Полімеру Е, яка вимагається для досягнення рівня осадження приблизно 10 см/хв, шляхом оцінки різних концентрацій розчину. Відразу після визна-

чення такої дози цю дозу застосовували для всіх наступних випробувань.

3. Процедуру, описану у п. 1, повторювали, приготавляючи розведений розчин Полімеру Е у деіонізованій воді як контроль. Відразу після вимірювання первісного рівня осадження зразок залишали у стані спокою на певний період часу, а потім перемішували при 200 об/хв протягом 2 хвилин і повторно вимірювали час осадження. Цю процедуру повторювали кілька разів протягом періоду у кілька годин.

4. Для оцінки різних реагентів їх додавали до полімерного розчину перед додаванням каоліну у

кількості, яка в результаті забезпечувала дозу 1000 ррт у кінцевій гідросуміші.

Результати у Таблиці 9 показують рівень осадження по закінченні загального періоду часу 18 годин. Протягом цього періоду часу кожен зразок перемішували й залишали для осадження по 3 рази.

Доза Полімеру Е, яку застосовували для всіх випробувань, становила 4,0 мг/л. Рівень осадження на початок відліку часу для контрольного зразка становив 9,8 см/хв.

Таблиця 9

Реагент	Рівень осадження через 18 годин (см/хв)
Контроль	7,8
Перекис водню	0,6
Перборат натрію	3,8
Гіперхлорид натрію	0,6
Персульфат натрію	6,1
Метабісульфіт натрію	4,0
Бісульфіт натрію	3,3
Персульфат амонію	1,8
Нітрит натрію	8,1
Нітрат натрію	8,1

Реагенти, які в результаті забезпечували значно нижчий рівень осадження, ніж контрольний зразок, вказують, що розпад флокулянта або структури флокул відбувся більшою мірою, ніж через просте механічне перемішування. У представленій вище таблиці всі реагенти, відомі як окисники / джерела вільних радикалів, демонстрували розпад флокул більшою або меншою мірою.

#### Приклад 11

Таблиця 10 Вплив окисників на флокульований 4% (маса/об'єм) (відрегульований рН 2 за допомогою сірчаної кислоти) каолін.

Цей субстрат є типовим субстратом, який трапляється у гідрометалургійних процесах з застосуванням кислотного вилуговування, наприклад, мідь, електролітичний цинк та ін.

Застосовували процедуру випробування, описану у прикладі 10, але з використанням Полімеру В та 4% (маса/маса) каоліну з відрегульованим рН 2 як субстрату.

Представлені нижче результати показують рівень осадження по закінченні загального періоду часу у 21 годину. Протягом цього періоду часу кожен зразок перемішували й залишали для осадження загалом по 4 рази.

Доза Полімеру В, яку використовували в усіх випробуваннях, становила 18 мг/л. Рівень осадження на початок відліку часу для контрольного зразка становив 9,3 см/хв.

У цій серії випробувань додавали різні дози реагентів, як зазначено нижче у таблиці.

Реагент	Доза (ppm)	Рівень осадження через 21 годину
Контроль	-	9,3
Перекис водню	100	0,7
	350	0,6
	600	0,5
	1000	0,5
Перборат натрію	100	0,6
	350	0,7
	600	0,6
	1000	0,6
Гіпохлорит натрію	100	3,1
	350	6,9
	600	3,1
	1000	3,2

Усі 3 реагенти демонстрували розпад флокул протягом досліджуваного періоду часу.

#### Приклад 12

Таблиця 11 Вплив перекису водню на флокульований 4% (маса/об'єм) (з вмістом 33,3 г/л гідроксиду натрію) каоліну.

Цей субстрат є типовим субстратом, який трапляється у гідрометалургійних процесах з застосуванням лужного вилугування, наприклад, глинозем або інші лужні системи.

Застосовували процедуру випробування, як описано у прикладі 11, але з використанням Полімеру F та 4% (маса/маса) каоліну з вмістом 33,3 г/л гідроксиду натрію як випробуваного субстрату.

Нижче у результатах показано рівень осадження по закінченні загального періоду часу у 21

годину або 66 годин. Протягом цього періоду часу кожен зразок перемішували й залишали для осадження загалом 3 рази при 21 годині і 5 разів при 66 годинах.

Доза Полімеру F, який застосовували в усіх випробуваннях, становила 3,3 мг/л. Рівень осадження на початок відліку часу для контрольного зразка становив 9,3 см/хв.

Доза Перекису водню	Рівень осадження по закінченні 21 години	Рівень осадження по закінченні 66 годин
Контроль	10,2	6,9
100	7,6	8,1
350	11,3	14,6
600	11,2	10,9
1000	8,8	9,4

За цих умов перекис водню є неефективним, що вказує на необхідність у різних реагентах для різних обставин.

Приклад 13

Таблиця 12 Вплив гіпохлориту натрію та перборату натрію на флокульований 4% (маса/об'єм) (з вмістом 33,3 г/л гідроксиду натрію) каоліну.

Застосовували процедуру випробування, як описано у прикладі 13, але з використанням Полімеру F та 4% (маса/маса) каоліну з вмістом 33,3 г/л гідроксиду натрію як випробуваного субстрату.

Нижче у результатах показано рівень осадження по закінченні загального періоду часу у 26 годин або 90 годин. Протягом цього періоду часу кожен зразок перемішували й залишали для осадження загалом 3 рази при 26 годинах і 4 рази при 90 годинах.

Доза Полімеру F, який застосовували в усіх випробуваннях, становила 3,3 мг/л. Рівень осадження на початок відліку часу для контрольного зразка становив 9,6 см/хв.

Реагент	Доза реагента	Рівень осадження по закінченні 21 години	Рівень осадження по закінченні 66 годин
	Контроль	10,2	7,7
Гіпохлорит натрію	100	8,9	5,2
	350	9,6	4,4
	600	7,3	Результат не отримували
	1000	4,3	
Перборат натрію	100	15	5,5
	350	6,3	5,5
	600	12,7	5,3
	1000	11,7	4,2

Обидва ці реагенти досягали розпаду протягом тривалого періоду часу.

Приклад 14

Таблиця 13 Вплив перекису водню на хвости від кар'єрного видобутку граніту

Застосовували процедуру випробування, як описано у прикладі 13, але з використанням Полімеру G та хвостів від кар'єрного видобутку граніту з 3% (маса/об'єм) твердих речовин як випробуваного субстрату.

У результатах показано рівень осадження по закінченні загального періоду часу у 20 годин. Протягом цього періоду часу кожен зразок перемішували й залишали для осадження загалом по 6 разів.

Доза Полімеру G, який застосовували в усіх випробуваннях, становила 1,5 мг/л. Рівень осадження на початок відліку часу для контрольного зразка становив 8,2 см/хв.

Доза перекису водню (ppm)	Рівень осадження по закінченні 20 годин
Контроль	6,4
1	6,9
5	5,2
10	3,9
100	3,0
500	0,8

Ці результати показали, що перекис водню не викликає розпаду флокул, утворених у цьому по-

тоці, але вимагається принаймні 5 ppm для досягнення якогось впливу, і найкращі результати отримують при > 100 ppm.

#### Приклад 15

Таблиця 14 Вплив перекису водню на характеристики осажденного пласта при флокуляції Полімером G хвостів від кар'єрного видобутку граніту

Характеристики осажденного пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню (ppm)		
		10	100	500
Вміст твердої речовини % ((маса/маса))	46,9	44,3	46,6	47,4
Межа текучості (Па)	99	10	29	4

Ці результати показують, що межа текучості у нижньому продукті є значно нижчою, ніж у контрольного зразка при подібному вмісті твердої речовини. Це також підтверджує, що випробування, описані у прикладі 14 свідчать про реагенти, які мають сприятливий вплив на характеристики нижнього продукту.

#### Приклад 16

Таблиця 15 Вплив перекису водню на характеристики осажденного пласта при флокуляції По-

лабораторна процедура була такою, як описано у приклад 2, за винятком того, що використовували хвости від кар'єрного видобутку граніту з 3% твердих речовин замість гідросуміші каоліну і Полімер G застосовували для флокуляції зразка на рівні дози 1,5 мг/л.

лімером D, карбоксиметилцелюлозою (СМС) та сумішами Полімеру D та СМС 6% (маса/об'єм) (2 г/л сол. розч.) каоліну.

Лабораторна процедура була такою, як описано у прикладі 2. Через різну флокулюючу здатність СМС та Полімеру D вимагаються різні рівні доз окремих полімерів та сумішей для досягнення належного рівня флокуляції.

Характеристики осадженого пласта	Контроль (0 ppm перекису водню)	Перекис водню (ppm)			
		15	150	1500	15000
Флокуляція з застосуванням 11,5 мг/л Полімеру D					
Вміст твердої речовини % ((маса/маса))	40,1	42,3	41,7	41,7	40,2
Межа текучості (Па)	804	219	91	87	66
Флокуляція з застосуванням 50 мг/л СМС					
Вміст твердої речовини % ((маса/маса))	38,7	38,3	37,7	36,5	36,4
Межа текучості (Па)	718	187	19	11	17
Флокуляція з застосуванням 20 мг/л 80:20 Полімеру D :СМС					
Вміст твердої речовини % ((маса/маса))	38,7	39,0	39,8	39,9	38,6
Межа текучості (Па)	510	179	163	113	62

Ці результати показують, що помірно збільшення вмісту твердої речовини у нижньому продукті досягається шляхом додавання перекису водню, коли флокуляції досягали через застосування Полімеру D і сумішей Полімеру D та СМС. Збільшення вмісту твердої речовини у нижньому продукті не спостерігається, коли флокуляції досягали через застосування лише СМС. Однак в усіх випадках флокулюючої обробки додавання перекису водню забезпечує суттєве зниження межі текучості, від 72% до 97%.

#### Приклад 17

Таблиця 16 Вплив перекису водню на 4% (2 г/л сол. розч.) каоліну, флокульованого катіонним флокулянт - Полімером.

Випробування здійснювали, як описано у Прикладі 10, за винятком того, що як флокулянт застосовували Полімер Н, дозу для досягнення приблизно 5 см/хв визначали на рівні 8,8 мг/л, кінцевий рівень осадження вимірювали по закінченні періоду у 27 годин, і кожен зразок перемішували й залишали для осадження загалом 8 разів за цей період.

Рівень осадження на початок відліку часу для контрольного зразка становив 4,4 см/хв.

Реагент	Рівень осадження через 27 годин (см/хв)
Контроль	5,8
Перекис водню	2,1
Перборат натрію	<1
Гіперхлорид натрію	<1

#### Приклад 18

Таблиця 17 Вплив озонованої вода на 4% (2 г/л сол. розч.) каоліну, флокульованого Полімером D

Випробування здійснювали у такий спосіб. 800 мл 4% (2 г/л сол. розч.) гідросуміші каоліну поміщали у 1000 мл мензурку. Гідросуміш механічно перемішували, застосовуючи лопатеву мішалку, яка оберталася зі швидкістю 900 об/хв. До субстрату додавали 20 мл 0,05% розчину полімеру D і перемішували протягом 50 секунд. Вимірювали досягнутий в результаті рівень вільного осадження твердих речовин до межі мулу<sup>1</sup>. Відразу після осадження твердих речовин до рівня,



нижчого за позначку 250 мл вміст мензурки перемішували протягом 15 секунд і знову вимірювали рівень осадження. Цю процедуру повторювали потрібну кількість разів. При застосуванні озону випробування повторювали до точки <sup>\*1</sup>.

Потім зразок барботували озоном зі швидкістю 3 л/хв протягом 15 хвилин. Генератор озону вимикали, весь зразок перемішували при 900 об/хв протягом 15 секунд і знову вимірювали рівень осадження.

Випробування	Коментарі щодо обробки	Рівень осадження (см/хв)
Контроль без флокулянта		0,14
Контроль - 20 мл 0,05 % Полімеру D	Первісне вимірювання	13,9
	Повторне перемішування 1	9,1
	Повторне перемішування 2	6,9
	Повторне перемішування 3	5,6
	Повторне перемішування 4	4,9
20 мл 0,05% Полімеру D	Повторне перемішування 5	4,4
	Первісне вимірювання	9,7
	Після обробки озоном	0,41

Ці результати показують, що додавання озону знижує ефект флокуляції настільки, що рівень осадження наближається до рівня нефлокульованого каоліну. Механічне руйнування через перемішування цього ефекту не забезпечує.

#### Приклад 19

Вплив перекису водню на молекулярну масу Полімеру Е у розчині.

#### Процедура

27,82 г 100 об'ємів (30% (маса/об'єм)) перекису водню зважували у 250 мл волюметричну колбу для утворення 3,338%-го розчину. Гель-хроматографія (SEC) з подвійною концентрацією, також з приготуванням мобільної фази, 11,68 г NaCl + 2,28 г K<sub>2</sub>HPO<sub>4</sub> у 500 мл волюметричний

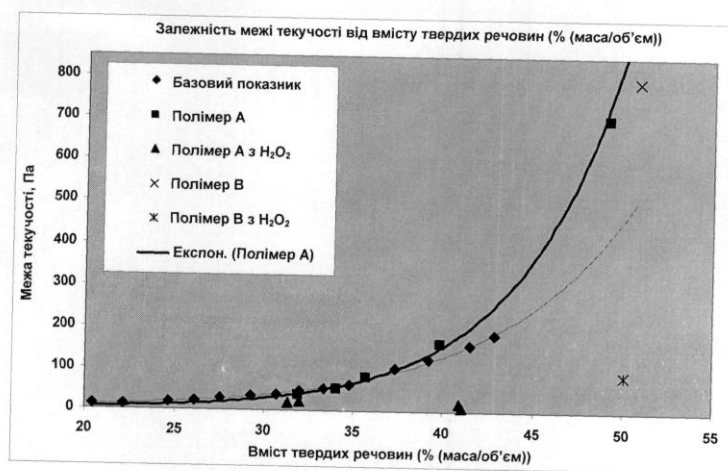
колбі. Приблизно 0,5% розчин Полімеру Е приготували у деіонізованій воді і перемішували шляхом перевертання до наступного дня. Суху масу вимірювали у печі при 110°C.

Порцію полімерного розчину зважували у 100 мл волюметричну колбу. Додавали 50 мл буфера (мобільна фаза SEC подвійної концентрації) і розчин розводили до позначки розчином перекису водню. Контрольний зразок приготували у подібний спосіб, але деіонізовану воду замінювали розчином перекису.

Одноточкові вимірювання питомої в'язкості здійснювали, застосовуючи капілярний віскозиметр Schott 531 10 Ubbelohde в автоматичному пристрої для вимірювання в'язкості AVS 350.

Полімер Е з перекисом водню		Полімер Е Контроль
час від початку / хв	одноточк. пит. в'язк. дл/г	одноточк. пит. в'язк. дл/г
12	23,09	
35		22,78
66	23,02	
129	22,92	
152		22,74
215	22,77	
267		22,65
399	22,43	
412		22,50
1356	21,83	
1385	20,58	
4394		22,32
5786	14,63	

Ці дані вказують, що перекис водню не викликає зниження молекулярної маси Полімеру Е.



ФІГ. 1