

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 350 074**

21 Número de solicitud: 200901314

51 Int. Cl.:

C02F 1/56 (2006.01)

C02F 1/28 (2006.01)

C08L 5/08 (2006.01)

C02F 103/30 (2006.01)

12

PATENTE DE INVENCION

B1

22 Fecha de presentación: **22.05.2009**

43 Fecha de publicación de la solicitud: **18.01.2011**

Fecha de la concesión: **24.10.2011**

45 Fecha de anuncio de la concesión: **04.11.2011**

45 Fecha de publicación del folleto de la patente:
04.11.2011

73 Titular/es: **Universitat Politècnica de Catalunya
c/ Jordi Girona, 31
08034 Barcelona, ES**

72 Inventor/es: **Sastre Requena, Ana María;
Szygula, Agata;
Ruiz Planas, Montserrat y
Guibal, Eric**

74 Agente: **No consta**

54 Título: **Aplicación del biopolímero quitosan en la eliminación del color de las aguas residuales mediante el proceso combinado de coagulación-floculación y adsorción.**

57 Resumen:

Aplicación del biopolímero quitosan en la eliminación del color de las aguas residuales mediante el proceso combinado de coagulación-floculación y adsorción.

La presente invención hace referencia al tratamiento combinado a seguir (coagulación-floculación y adsorción) para la total eliminación de los colorantes azoicos presentes en una disolución de dichos colorantes, utilizando el quitosan como biocoagulante y bioadsorbente.

Los colorantes azoicos de las aguas residuales procedentes de la industria textil están presentes en concentraciones de aproximadamente 250 mg/L.

ES 2 350 074 B1

Aviso: Se puede realizar consulta prevista por el art. 37.3.8 LP.

DESCRIPCIÓN

Aplicación del biopolímero quitosan en la eliminación del color de las aguas residuales mediante el proceso combinado de coagulación-floculación y adsorción.

Campo de la invención

La presente invención se refiere a un procedimiento de eliminación de color de las aguas residuales mediante el proceso combinado de coagulación-floculación y adsorción utilizando el biopolímero quitosan tanto como biocoagulante como bioadsorbente.

Antecedentes de la invención

La industria textil es una de las más importantes a nivel mundial sin embargo la cantidad de las sustancias químicas que se utilizan en el proceso de coloración y deslavado provoca que las descargas de agua residual de las fábricas de teñido y de procesado de prendas textiles contenga una cantidad considerable de compuestos orgánicos e inorgánicos tóxicos al medio ambiente. Entre estos compuestos se encuentran los colorantes azoicos. Aunque la estructura de estos colorantes es de naturaleza orgánica, su degradación es lenta y difícil puesto que los organismos presentes en la naturaleza no poseen mecanismos adecuados para realizar su descomposición rápida y esto genera que se acumulen en el ecosistema generando fuentes de contaminación (1). Para la eliminación de los colorantes de las aguas residuales los tratamientos más utilizados son procesos físico-químicos tales como la electrocoagulación, ozonización, fotocatalisis, filtración por membrana, biodegradación, coagulación-floculación y adsorción (2). Aunque estas técnicas representan posibilidades atractivas su aplicación como técnicas únicas a gran escala no permite la eliminación total del color de agua tratada.

En vista de lo anterior, existe la necesidad de combinar estas técnicas para que se puedan utilizar las ventajas de estas técnicas y para que sean adecuadas para su uso industrial. Las técnicas utilizadas en la presente invención, la coagulación-floculación y adsorción en conjunto cumplen estos criterios. La coagulación-floculación (el tratamiento primario) se emplea para la eliminación de los sólidos en la suspensión y los materiales flotantes para poder llevar el efluente al tratamiento secundario (la adsorción) y obtener el agua tratada libre de color producido por el tinte, agentes orgánicos disueltos y sales inorgánicas disueltas, de tal forma que el agua tratada pueda ser reutilizada nuevamente en el proceso productivo.

Para la eliminación de color mediante el proceso de coagulación-floculación los coagulantes más utilizados han sido los coagulantes inorgánicos tales como las sales de aluminio combinados con cal. Sin embargo, actualmente la utilización de sales de aluminio presenta una serie de inconvenientes, unos ya conocidos, como es la producción de grandes cantidades de sedimentos residuales, pero el que más ha llamado la atención en los últimos años es que la presencia de altos niveles de aluminio en las aguas residuales ponen en riesgo la salud pública. Se ha demostrado que la presencia de altos niveles de aluminio en las aguas tratadas puede ser causante del Síndrome de Alzheimer. Debido a este descubrimiento, las investigaciones se han encaminado en este campo hacia la búsqueda de nuevos coagulantes que permitan la eliminación total de los colorantes y a la vez que sean respetuosos con el medio ambiente (3).

En caso de la adsorción se han realizado numerosos estudios con la finalidad de encontrar un adsorbente eficaz y de bajo coste, entre ellos turba, bentonita, cenizas, virutas de madera y sílice. Sin embargo, estos adsorbentes presentan una baja adsorción del colorante, lo cual hace que sean necesarias grandes cantidades de adsorbentes para su eliminación (4).

En este trabajo innovador el coagulante y adsorbente elegido para el tratamiento de las aguas residuales de la industria textil es el quitosano. El quitosano es un polímero natural de alto peso molecular obtenido por la deacetilación de la quitina (el segundo polímero más abundante en la naturaleza después de la celulosa). Las principales fuentes de la quitina son los crustáceos y los insectos (5-8).

A continuación, la Tabla 1 muestra las principales características del quitosan en relación a su utilización en tratamiento de aguas.

Referencias

1. Gibbs, G., Tobin, J.M., and Guibal, E., *Influence of chitosan preprotonation on Reactive Black 5 sorption isotherms and kinetics*. *Ind Eng. Chem. Res.*, 2004, 43, 1-11.

2. Hao, O.J., Kim, H., and Chiang, P., *Decolorisation of wastewater*. *Critical Review of Environmental Science Technology*, 2000, 30, 449-505.

3. Roussy, J., Van Vooren, M., Guibal, E., 2004, *Chitosan for the coagulation and flocculation of mineral colloids*, *J. Disp. Sci. Technol.* 25, 663-677.

4. Roussy, J., Van Vooren, M., Dempsey, B.A., Guibal, E., 2005a, *Influence of chitosan characteristics on the coagulation and the flocculation of bentonite suspensions*, *Water Res.* 39, 3247-3258.

5. Roussy, J., Chastellan, P., Van Vooren, M., Guibal, E., 2005b, Treatment of ink-containing wastewater by coagulation/flocculation using biopolymers, *Water SA* 31, 369-376.

6. Szygula, A., Guibal, E., Ruiz, M., Sastre, A. M., *Competitive sorption of anionic dyes on chitosan in acidic solutions*, *International Journal of Chemical Engineering*, 2008, 1 (2-3): 267-286.

7. Szygula, A., Guibal, E., Ruiz, M., Sastre, A. M., *The removal of sulphonated azo-dyes by coagulation with chitosan*. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2008, 330(2-3), 219-226.

8. Szygula, A., Guibal, E., Ariño, M. Ruiz, M., Sastre, A.M., *Removal of acid blue 92 by coagulation-flocculation using chitosan*. *Journal of Environmental Management*, 2009, 90, 2979-2986.

TABLA-1

¿Por qué el quitosano es mejor que el resto de coagulantes y adsorbentes?

Principales características	Principales aplicaciones:
<ul style="list-style-type: none"> • No es tóxico • Biodegradable • Recurso renovable • Polímero ecológicamente aceptable • Eficiente contra las bacterias, virus y fungi • Formación de sales con ácidos orgánicos e inorgánicos • Hábil para formar los puentes de hidrogeno • Alta capacidad de eliminar los contaminantes 	<ul style="list-style-type: none"> • Clarificación de agua (agua potable, piscinas) • Reducción de turbiedad en los efluentes provenientes de la industria alimentaria • Coagulación de los sólidos suspendidos, suspensiones minerales y orgánicas • Interacción con las moléculas cargadas negativamente • Recuperación de los productos valiosos (proteínas...) • Eliminación de las moléculas de colorantes mediante el proceso de la adsorción • Reducción de olores • Tratamiento de lodos • Filtración y separación

La presente invención describe un procedimiento de eliminación del color de las aguas residuales mediante la técnica indicada anteriormente (proceso combinado de coagulación-floculación y adsorción) utilizando el biopolimero quitosano tanto como biocoagulante como bioadsorbente.

Breve descripción de los dibujos

La figura 1 muestra el dispositivo experimental del sistema de tratamiento combinado para la eliminación total de color, donde:

- 5 1: Coagulación-floculación
- 2: Sedimentación
- 10 3: Filtración
- 4: Adsorción
- 15 5: Filtración
- 6: Disolución de colorantes a tratar
- 7: Solución de Quitosan
- 20 8: Ajuste de pH
- 9: Hojuelas de quitosano
- 10: Solución después del tratamiento libre de color
- 25 11: Residuo de quitosano

Descripción resumida de la invención

30 La presente invención hace referencia al tratamiento combinado a seguir (coagulación-floculación y adsorción) para la total eliminación de los colorantes azoicos presentes en una disolución de dichos colorantes, utilizando el quitosano como biocoagulante y bioadsorbente.

Descripción de la invención

35 La presente invención se refiere a la aplicación del biopolímero quitosano en la eliminación del color de las aguas residuales mediante el proceso combinado de coagulación-floculación y adsorción.

40 En la primera parte se estudió experimentalmente la aplicación del quitosano en el pretratamiento, es decir en la coagulación-floculación. El colorante no fijado en la tela y removido por el agua en el efluente son partículas coloidales de gran volumen y poco peso con especiales propiedades superficiales y cargadas eléctricamente. Se caracterizan por su gran estabilidad, que impide que se junten, pudiendo mantenerse indefinidamente en el seno del líquido que los contiene. Esta estabilidad es debida a que la energía cinética que poseen es menor que la energía potencial resultante de la repulsión electrostática y fuerzas de Van de Waals entre partículas. Ya que esto impide el choque de las partículas del colorante y que formen así aglomeraciones llamadas flóculos, las partículas no se asientan. La coagulación desestabiliza estos coloides al neutralizar las fuerzas que los mantienen separados. Esto se logra añadiendo el quitosano (biocoagulante) y aplicando energía de mezclado. El quitosano cancela las cargas eléctricas sobre la superficie del coloide, permitiendo que las partículas coloidales se aglomeren formando flóculos. Estos flóculos inicialmente pequeños, crean al juntarse aglomerados mayores de baja densidad que pueden ser separados posteriormente por filtración. El proceso de desestabilización es la coagulación (la neutralización de las cargas negativas del colorante por las cargas positivas del quitosano): la etapa de formación de flóculos es la floculación.

El efluente remanente después del pretratamiento con la coagulación-floculación se sometió a la segunda etapa - el proceso de adsorción con quitosano para la eliminación total del color.

Condiciones experimentales

Reactivos

60 Acid Black 1 (AB1), es un colorante diazoico caracterizado por la presencia de dos grupos sulfónicos en su estructura. AB1 fue suministrado por Acros Organics (Francia).

Reactive Black 5 (RB5), es un colorante diazoico caracterizado por la presencia de dos grupos sulfónicos y dos grupos sulfato-etil-sulfona. RB5 fue suministrado por Sigma-Aldrich (España).

65 Acid Violet 5 (AV5) es un colorante monoazoico, caracterizado por la presencia de dos grupos sulfónicos en su estructura. Este colorante fue suministrado por Sigma-Aldrich (Francia).

ES 2 350 074 B1

Las características de los tres colorantes empleados en este trabajo se presentan en la Tabla 2.

TABLA 2

Características del Acid Black 1, Acid Violet 5 y Reactive Black 5

Nombre	Color Index	Fórmula	M _w (g mol ⁻¹)	Pureza (%)	λ _{max} (nm)
Acid Black 1	20470	C ₂₂ H ₁₄ N ₆ Na ₂ O ₉ S ₂	616,50	>96	618
Acid Violet 5	18125	C ₂₅ H ₂₀ N ₄ Na ₂ O ₁₀ S ₃	678,63	50	526
Reactive Black 5	20505	C ₂₆ H ₂₁ N ₅ Na ₄ O ₁₉ S ₆	991,82	55	597

Acid Violet 5 y Reactive Black 5 se presentan como una mezcla comercial del colorante y un producto inerte, estando el colorante presente en una pureza de 50%. Este porcentaje de pureza se ha tenido en cuenta al realizar todos los cálculos en la evaluación de la concentración del colorante.

El quitosano fue suministrado por Aber Technologies (Francia) en forma de hojuelas. El porcentaje de deacetilación determinado por espectroscopia FTIR siendo este de 87%. El peso molecular se determinó por cromatografía SEC, acoplada a un refractómetro diferencial y un fotómetro dispersador de rayos láser multi-ángulo, dando un valor de 125000 g mol⁻¹. Las hojuelas de quitosano se molieron y se tamizaron reservándose el tamaño de 125 μm para su utilización.

Para los ensayos de coagulación-floculación se agito 1 g de quitosano con 98 mL de agua destilada durante 24 horas. Después de añadió 1 g de ácido acético (80%) y se agito durante 3 horas.

Para los estudios de la adsorción de aplico el quitosano en la forma de hojuelas sin ningún otro tratamiento.

Dispositivo para la coagulación-floculación y adsorción

El tratamiento de coagulación-floculación se realizó en un sistema de “ensayos de jarra” Jar Test Floculador (10409 Fisher Bioblock Scientific, Francia). Este dispositivo consiste fundamentalmente en una serie de 6 ejes agitadores de varilla (75x25 mm), en un mismo chasis que tiene la particularidad de que giren simultáneamente todos a una misma velocidad regulable y constante, dichos ejes pueden desplazarse en sentido vertical mediante un sistema de embrague con el fin de poder extraerlos desde el interior del vaso utilizado de una manera sencilla y rápida.

Los ensayos de adsorción se llevaron a cabo en un agitador Rotabit J.P. Selecta (España).

Preparación y métodos generales

Para determinar la velocidad y el tiempo de agitación óptimos en la etapa de floculación (agitación lenta), fue necesario fijar una serie de parámetros. Para ello se establecieron los siguientes valores de velocidad y el tiempo de coagulación (la agitación rápida), en base a la bibliografía existente sobre el tratamiento de este tipo de aguas residuales ():

- velocidad de coagulación: 200 rpm.

- tiempo de coagulación: 3 min.

Las velocidades de floculación probadas fueron 20, 40 y 60 rpm. y los tiempos 5, 10, 15, 20, 25 y 30 minutos, que se encuentran dentro de los márgenes recomendados por la bibliografía. Atendiendo a los resultados obtenidos se fijaron:

- velocidad de floculación: 40 rpm.

- tiempo de floculación: 15 min.

ES 2 350 074 B1

Para la realización de estos ensayos se fijó un tiempo de sedimentación de 3 horas, para posteriormente y una vez optimizadas las diferentes variables que intervienen en el proceso, estudiar como afecta dicho tiempo a la velocidad de sedimentación.

5 Para los ensayos individuales de adsorción el máximo tiempo de contacto fue de 72 horas y la velocidad de 200 rpm, observándose que la adsorción llega a su máximo sólo con la aplicación de 15 minutos. En vista a estos resultados el tiempo que se aplicó a los ensayos con las mezclas de colorantes fue fijado en 15 min.

10 La concentración de los colorantes fue medida mediante espectroscopia visible siendo las longitudes de onda para los diferentes colorantes: 527 nm (para Acid Violet 5), 617 nm (Acid Black 1) y 597 nm (Reactive Black 5).

Optimización de coagulación-floculación y adsorción de colorantes

15 Para llevar a cabo el procedimiento mostrados en la figura 1 se estudió la influencia de diferentes parámetros, tales como la concentración inicial de colorantes, el pH de la solución, la cantidad de coagulante y adsorbente en los dos procesos estudiados. Esto se realizó para optimizar las condiciones que son similares a las halladas para la eliminación de colorantes de aguas residuales provenientes de la industria textil.

Determinación de la dosis óptima de coagulante

20 Los ensayos se realizaron con una dosis fija de colorante ($C_i = 100 \text{ mg L}^{-1}$) a pH 7. Los ensayos se realizaron adicionando a la solución de cada colorante una dosis de quitosano en cantidades de 10 a 80 mg L^{-1} . La dosis óptima encontrada para el Acid Violet 5 fue de 45 mg L^{-1} correspondiendo a rendimiento de eliminación de color del 95%. Para el Acid Black 1 la dosis óptima de quitosano fue de 34 mg L^{-1} , correspondiendo a rendimiento de eliminación del 96%. En caso del Reactive Black 5, la dosis óptima del coagulante fue de 54 mg L^{-1} que corresponde al rendimiento de eliminación del 98%.

30 Se pudo observar que las concentraciones residuales de los colorantes estudiados en las soluciones tratadas con el quitosano disminuían al aumentar la dosis del coagulante hasta llegar a un límite de la concentración a partir de la cual las concentraciones residuales de los colorantes en la disolución volvían a aumentar. Este comportamiento es típico en los procesos de coagulación-floculación en los cuales el mecanismo es controlado por la neutralización de las cargas. Los grupos aniónicos de los colorantes son atraídos electrostáticamente por los grupos amina protonados del quitosano. Cuando estos grupos interactúan se neutralizan las cargas y tiene lugar la floculación. Cuando los grupos amina protonados consiguen la completa neutralización de las cargas aniónicas del colorante la cantidad de colorante eliminado es máxima. A partir de este momento un exceso de quitosano produce la reestabilización de la suspensión y la eficacia del proceso decrece.

40 En el procedimiento aplicado a la mezcla de colorantes la concentración de la mezcla de colorantes fue de 230 mg L^{-1} y la dosis óptima de biocoagulante 115 mg L^{-1} , siendo el rendimiento de eliminación de color de 99,4%; 96,9% y 99,9% para AB1, AV5 y RB5 respectivamente.

Determinación del pH óptimo

45 Una vez determinada la dosis óptima de coagulante y con la dosis fijada de colorante, se varió el pH en un rango de 3 a 7. En las condiciones óptimas los rendimientos frente al pH para Acid Violet 5 y Reactive Black 5 presentan la misma tendencia: el rendimiento en ambos casos no se vio afectado por el cambio del pH de la solución. En caso de Acid Black 1 se observó que a medida que se aumenta el pH desde 3 a 7 la eficacia de eliminación del color aumenta de 65,8% a 95,9%. Por lo tanto, la presente invención se puede llevar a cabo a un pH mayor de 7, siendo el rango preferible de actuación entre 7 y 8.

50 En el proceso aplicado a la mezcla de colorantes el pH fue de 7,8.

Efecto de la concentración de colorante en la eliminación de color por la coagulación-floculación

55 Para estudiar la influencia de la concentración inicial de colorantes en la eliminación de color por la coagulación-floculación se realizaron experimentos a cuatro concentraciones diferentes (25, 50, 100 y 200 mg L^{-1}) manteniendo tanto la concentración del quitosano como el pH. Los resultados mostraron que el rendimiento de eliminación de color aumento a medida que se aumentaba la concentración inicial de colorantes.

Influencia del tiempo de sedimentación

60 Los ensayos de la influencia del tiempo de sedimentación se realizaron en un cono de Imhoff midiendo el volumen del lodo depositado cada cierto tiempo. Los resultados obtenidos mostraron que en el caso de Reactive Black 5 y Acid Violet 5 el volumen del lodo es constante a partir de los 30 minutos de sedimentación. En caso de Acid Black 1 a partir de 60 minutos el volumen del lodo era constante. Esta diferencia se debe al tamaño de los flóculos producidos durante el proceso. En caso de Acid Violet 5 y Reactive Black 5 los flóculos eran grandes y por eso la sedimentación era más rápida.

ES 2 350 074 B1

Se observo que las pruebas realizadas con la mezcla de los tres colorantes permite reducir el tiempo de sedimentación del Acid Black, siendo el tiempo requerido de 45 min.

Efecto del pH en la adsorción de colorantes sobre quitosano

5

Para estudiar la influencia del pH en la adsorción de colorantes sobre quitosano, se realizaron experimentos a diversos pH (de 1 a 7), manteniendo tanto la concentración de colorantes (100 mg L^{-1}) como la dosis de bioadsorbente (333 mg L^{-1}) constantes. Los resultados mostraron que la máxima adsorción de colorantes se produjo a pH 3. Los rendimientos de eliminación de color para los tres colorantes estudiados fueron iguales (99%). Por lo tanto, la parte de adsorción de la presente invención se puede llevar a cabo a un pH de 3.

10

Efecto de la cantidad de quitosano en la adsorción de colorantes

Para estudiar la influencia de la cantidad del quitosano en la adsorción de colorantes estudiados se realizaron varios experimentos a diversas cantidades de quitosano (10 a 70 mg), manteniendo la concentración (100 mg L^{-1}) y el volumen (0.15 L) de colorantes. La cantidad de colorante adsorbida cambia con la dosis de bioadsorbente y la eliminación de color aumenta con el aumento en la dosis de quitosano. El efecto puede ser explicado por el aumento del área de la superficie relacionado con el aumento de la masa de bioadsorbente. En el procedimiento aplicado a la mezcla de colorantes a una concentración inicial de 230 mg L^{-1} después de aplicar la primera etapa del proceso la concentración de colorantes remanente fue muy pequeña por lo cual a la segunda etapa del proceso, la adsorción, la dosis de bioadsorbente aplicada es de 100 mg a un volumen de 300 mL.

15

20

Efecto de la concentración de colorantes en la adsorción sobre quitosano

Para estudiar la influencia de la concentración de Acid Black 1, Reactive Black 5 y Acid Violet 5, se realizaron experimentos a varias concentraciones (10 a 100 mg L^{-1}), manteniendo el pH (≈ 3), la cantidad (10 mg) y el volumen (0,15 L) de bioadsorbente. Los resultados mostraron el rendimiento de eliminación de color disminuyo a medida que se aumentaba la concentración inicial de colorantes.

25

Exposición detallada de un modo de realización de la invención: Tratamiento combinado de coagulación-floculación y adsorción

30

A base de los resultados obtenidos se preparo un 0,3 L de una solución en mezcla de los tres colorantes estudiados preparada con agua de grifo. El pH de la solución fue de 7,8 y la concentración de la mezcla de colorantes fue de $0,3 \text{ mM}$ ($0,1 \text{ mM AV5} + 0,1 \text{ mM AB1} + 0,1 \text{ mM RB5}$) que corresponde a la concentración de 230 mg L^{-1} . Dicha solución se sometió primero al proceso de coagulación-floculación con la dosis de quitosano de 115 mg L^{-1} (previamente determinada para este sistema). Durante la coagulación la velocidad fue de 200 r.p.m. y el tiempo de coagulación 3 minutos. La velocidad se disminuyo a 40 r.p.m. para dar paso a la floculación, siendo el tiempo de floculación estimado de 15 minutos. A continuación se paro la agitación y se inició la etapa de sedimentación, siendo el tiempo de sedimentación necesario de 45 minutos. La solución remanente se filtro y se separo una muestra para el análisis de la concentración de esta etapa. El rendimiento de eliminación de color fue de 99,4%; 96,9% y 99,9% para AB1, AV5 y RB5 correspondiente. En la siguiente etapa (la adsorción) se ajusto el pH de la solución al valor de 3 y se añadió una dosis de quitosano de 0,1 g y se agito durante 15 minutos. La solución tratada después de la segunda etapa no mostraba presencia de ningún colorante estudiado y se vela totalmente transparente.

35

40

45

50

55

60

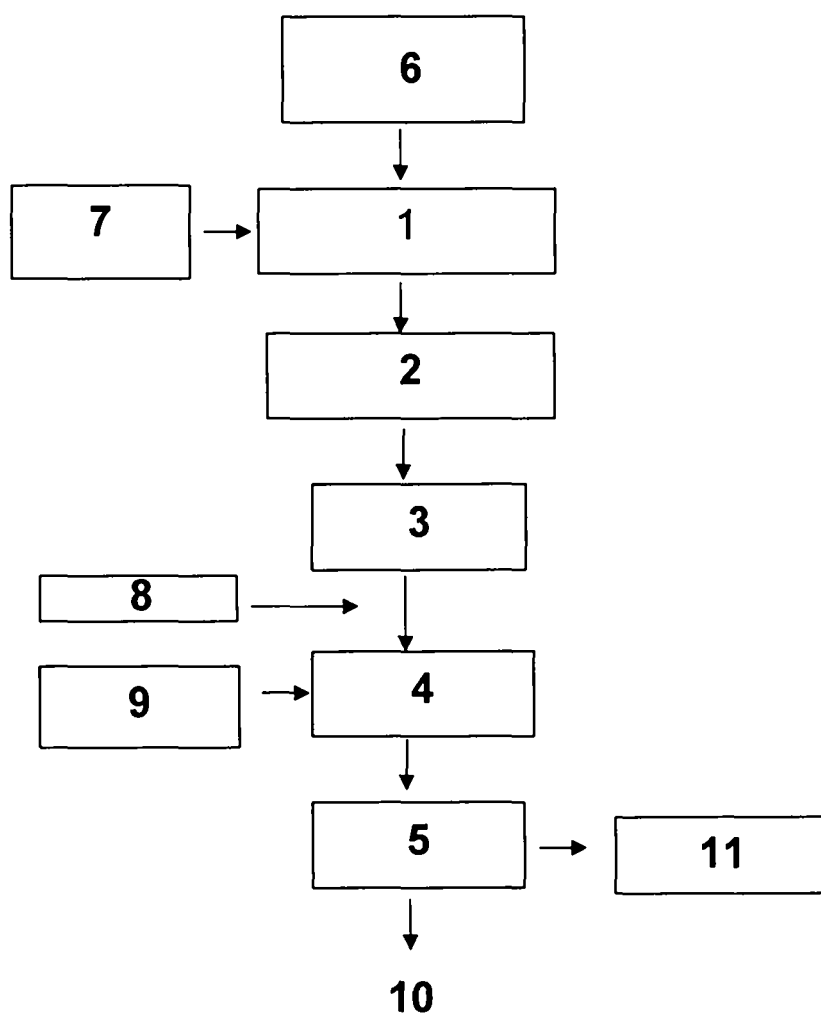
65

ES 2 350 074 B1

REIVINDICACIONES

- 5 1. Procedimiento para la eliminación de color de una mezcla de Acid Black 1, Acid Violet 5 y Reactive Black 5 en un disolución con una concentración de 0,3 mM (230 mg L⁻¹), en el que dicha eliminación se realiza mediante un tratamiento combinado de coagulación-floculación y adsorción utilizando un biopolímero: quitosano tanto como biocoagulante como bioadsorbente, en el que el pH es mayor a 7.
- 10 2. Procedimiento según la reivindicación 1, en el que la concentración de dicha solución de colorantes en mezcla es de 230 mg L⁻¹.
- 15 3. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la concentración de biocoagulante es de 115 mg L⁻¹.
- 20 4. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que dicho procedimiento se lleva a cabo a un pH mayor a 7, preferiblemente entre 7 y 8.
- 25 5. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual la velocidad aplicada para la coagulación es de 200 rpm y el tiempo de coagulación de 3 minutos.
- 30 6. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el cual la velocidad aplicada para la floculación es de 40 rpm y el tiempo durante el cual se aplica dicha velocidad es de 15 minutos.
- 35 7. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el tiempo de sedimentación requerido es de 45 minutos.
- 40 8. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el pH para la etapa de adsorción es de 3.
- 45 9. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que la dosis de bioadsorbente es de 100 mg en un volumen de 300 mL.
- 50 10. Procedimiento según cualquiera de las reivindicaciones anteriores en el que el tiempo de contacto para la etapa de adsorción es de 15 minutos.
- 55
- 60
- 65

Figura 1





OFICINA ESPAÑOLA
DE PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

① N.º solicitud: 200901314

② Fecha de presentación de la solicitud: **22.05.2009**

③ Fecha de prioridad: **00-00-0000**
00-00-0000
00-00-0000

INFORME SOBRE EL ESTADO DE LA TECNICA

⑤ Int. Cl.: Ver hoja Adicional

DOCUMENTOS RELEVANTES

Categoría	⑤ Documentos citados	Reivindicaciones afectadas
Y	DE 19544455 A1 (HENKEL KGAA), 05.06.1997, página 2, línea 43 - página 3, línea 65.	1-10
Y	UZUN, I. "Kinetics of the adsorption of reactive dyes by chitosan", Dyes and Pigments, 2006, Vol. 70, N.º. 2, páginas 76-83; apartados 1, 2 y 3.	1-10
Y	SAKKAYAWONG, N. et al. "Adsorption mechanism of synthetic reactive dye wastewater by chitosan", Journal of Colloid and Interface Science, 2005, Vol. 286, N.º. 1, páginas 36-42; apartados 1, 2 y 3.	1-10
A	US 2003101521 A1 (CHIOU MING-SHEN; LI HSING-YA), 05.06.2003, párrafos [12-21].	1-10
A	SZYGULA, N. et al. "Removal of an anionic reactive dye by chitosan and its regeneration". En: Proceedings of the 2nd International Conference on Waste Management, Water Pollution, Air Pollution, Indoor Climate (WWAI'08). Editado por WSEAS Press. Athens, Greece, 2008; resumen [en línea], recuperado de [INSPEC/IEE].	1-10

Categoría de los documentos citados

X: de particular relevancia

Y: de particular relevancia combinado con otro/s de la misma categoría

A: refleja el estado de la técnica

O: referido a divulgación no escrita

P: publicado entre la fecha de prioridad y la de presentación de la solicitud

E: documento anterior, pero publicado después de la fecha de presentación de la solicitud

El presente informe ha sido realizado

para todas las reivindicaciones

para las reivindicaciones nº:

Fecha de realización del informe
06.10.2010

Examinador
M. Garcia González

Página
1/4

CLASIFICACIÓN OBJETO DE LA SOLICITUD

C02F 1/56 (2006.01)
C02F 1/28 (2006.01)
C08L 5/08 (2006.01)
C02F 103/30 (2006.01)

Documentación mínima buscada (sistema de clasificación seguido de los símbolos de clasificación)

C02F, C08L

Bases de datos electrónicas consultadas durante la búsqueda (nombre de la base de datos y, si es posible, términos de búsqueda utilizados)

INVENES, EPODOC, WPI, TXT, XPESP

Fecha de Realización de la Opinión Escrita: 06.10.2010

Declaración

Novedad (Art. 6.1 LP 11/1986)	Reivindicaciones 1-10	SÍ NO
	Reivindicaciones _____	
Actividad inventiva (Art. 8.1 LP11/1986)	Reivindicaciones _____	SÍ NO
	Reivindicaciones 1-10	

Se considera que la solicitud cumple con el requisito de **aplicación industrial**. Este requisito fue evaluado durante la fase de examen formal y técnico de la solicitud (Artículo 31.2 Ley 11/1986).

Base de la Opinión.-

La presente opinión se ha realizado sobre la base de la solicitud de patente tal y como ha sido publicada.

1. Documentos considerados.-

A continuación se relacionan los documentos pertenecientes al estado de la técnica tomados en consideración para la realización de esta opinión.

Documento	Número Publicación o Identificación	Fecha Publicación
D01	DE 19544455 A1	05.06.1997
D02	UZUN	2006
D03	SAKKAYAWONG	2005

2. Declaración motivada según los artículos 29.6 y 29.7 del Reglamento de ejecución de la Ley 11/1986, de 20 de marzo, de Patentes sobre la novedad y la actividad inventiva; citas y explicaciones en apoyo de esta declaración

El objeto de la invención es un procedimiento para la eliminación de colorantes azoicos en una disolución mediante un tratamiento combinado de coagulación-floculación y adsorción utilizando el biopolímero quitosan.

El documento D01 divulga un procedimiento para el tratamiento de aguas residuales procedentes de la industria textil, en el que se eliminan restos de colorantes por coagulación-floculación empleando el biopolímero quitosan como coagulante. Para ello se añade una disolución de quitosan en medio ácido, se agita, se forman flóculos que se depositan por sedimentación y se separa el agua clara. (ver ejemplo 1)

Los documentos D02 y D03 divulgan un procedimiento para la eliminación de colorantes azoicos en aguas residuales mediante adsorción de los mismos utilizando como bioadsorbente quitosan en medio ácido (ver documento D02, apartados 1,2,3 y documento D03, apartados 1,2,3).

Es bien conocido en el estado de la técnica el empleo del biopolímero quitosan como coagulante, así como adsorbente, para la eliminación de colorantes azoicos en disolución. Por tanto, se considera que el objeto técnico de las reivindicaciones 1-10 de la solicitud es una mera yuxtaposición de ideas conocidas, que el experto en la materia aplicaría sin el ejercicio de actividad inventiva con el objeto de obtener una mejor depuración del agua.

En consecuencia, la invención tal y como se recoge en las reivindicaciones 1-10 de la solicitud carece de actividad inventiva a la luz de lo divulgado en el estado de la técnica (Art. 8 LP)