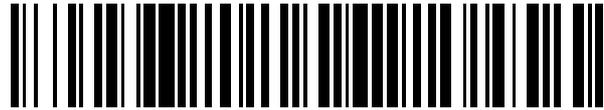


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 532 478**

51 Int. Cl.:

**C02F 1/52** (2006.01)

**C02F 1/56** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **26.06.2012 E 12173601 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.12.2014 EP 2679546**

54 Título: **Composición y proceso de clarificación de agua**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:  
**27.03.2015**

73 Titular/es:

**UNILEVER N.V. (100.0%)  
Weena 455  
3013 AL Rotterdam, NL**

72 Inventor/es:

**BARNE, SAMEER KESHAV;  
PATHAK, GAURAV;  
RAJAGOPAL, RAMASUBRAMANIAM;  
RAJENDIRAN, GANESAN;  
SANKAR, RACHANA;  
SHAH, BIJAL DHARMVIRBHAI;  
SHRESTH, RUDRA SAURABH y  
SINHA, ARCHANA**

74 Agente/Representante:

**LINAGE GONZÁLEZ, Rafael**

**ES 2 532 478 T3**

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

## DESCRIPCIÓN

Composición y proceso de clarificación de agua

5 **Campo de la invención**

La presente invención se encuentra en el campo de las composiciones y los procesos para la purificación de agua. En particular, la invención se refiere a la clarificación del líquido de lavado de ropa y/o de aclarado para el ahorro de agua mediante su reutilización.

10

**Antecedentes de la invención**

El agua es un bien que cada vez se está volviendo más escaso, especialmente en los países en vías de desarrollo, en los que no es inusual que la gente tenga que caminar muchos kilómetros para llegar a una fuente de agua.

15

Los procesos de lavado, incluyendo el lavado de ropa, el lavado de la vajilla y otros procesos de limpieza domésticos, requieren grandes cantidades de agua en todo el mundo. El agua descartada es una carga para las instalaciones de tratamiento de agua de desecho, o para el suministro de agua superficial en los países en vías de desarrollo.

20

Una manera de ahorrar agua es reutilizar el agua. Para poder reutilizar el agua de uso doméstico, especialmente el agua para el lavado de ropa, para el siguiente fin de lavado o de limpieza doméstico, especialmente el siguiente lavado de ropa o el aclarado del lavado de ropa, se requiere eliminar al menos los materiales no disueltos, eliminar los restos de tensioactivo, la alcalinidad y la decoloración del agua.

25

En la técnica se han dado a conocer varios procesos para la purificación de agua.

Procesos para la purificación de agua potable se dan a conocer, por ejemplo, en la solicitud india 918/MUM/2000 o el documento WO2008/092724, ambos de Unilever. Tales sistemas utilizan normalmente material floculante para flocular el material fuera de la disolución y un material coagulante para coagular las partículas en forma de aglomerados más grandes que son más fáciles de separar. Además, tales composiciones comprenden algún compuesto insoluble inorgánico que actúa por un lado como una simiente para la floculación y por otro lado como peso para hacer que los flóculos precipiten más rápidamente.

30

35

La purificación de agua potable es muy complicada ya que requiere un producto que sea adecuado para el consumo humano y por tanto debería contener cantidades muy bajas de bacterias, virus y quistes. Por tanto es muy costosa, y el consumidor acepta que se necesita tiempo para el procesamiento.

40

Para el simple uso de agua para el lavado de ropa en los países en vías de desarrollo, o la limpieza de los substratos domésticos, el requerimiento de la eliminación de bacterias, virus y quistes puede ser menos riguroso, mientras que la eliminación de tensioactivo es necesaria ya que el agua reciclada se usará en procesos de lavado posteriores y no se prefiere la acumulación de tensioactivo. Además los consumidores desearían reutilizar el agua de un líquido de lavado para lavar ropa, para el aclarado posterior, o más normalmente para reutilizar el agua del primer aclarado del lavado de ropa para el segundo aclarado del lavado de ropa, o incluso para reutilizar el agua del aclarado del lavado de ropa final para otro fin doméstico pero no desean esperar una hora o media hora para procesar el agua. Por tanto, para evitar el largo periodo de espera entre cada fase de lavado, es deseable tratar el agua en un período de tiempo mucho más corto.

45

50

En la solicitud de patente en tramitación junto con la presente PCT/EP2011/072681, se dan a conocer composiciones que se basan en una alta dosificación de tensioactivo catiónico o material polimérico. Sin embargo, por razones medioambientales tales composiciones no son adecuadas para el uso en gran escala.

55

Otras aplicaciones de métodos para la purificación de agua se encuentran normalmente en el área de la purificación de agua de desechos industriales. Diversas industrias, incluyendo los desechos de la fabricación de productos químicos, los desechos de lecherías y fábricas de conservas, los desechos de las destilerías, los desechos de fermentación, los desechos de las plantas de fabricación de papel, los desechos de las plantas de teñido y el agua de desecho del tratamiento de aguas residuales y barros cloacales. El documento US2006016761, Ciba, da a conocer un método para deshidratar suspensiones en las un floculante polimérico catiónico, soluble en agua, de alto peso molecular y un coagulante, soluble en agua, de bajo peso molecular, encapsulado, se mezclan con la suspensión. Según el documento US2006016761, el coagulante no se libera en la suspensión hasta que se produce la floculación.

60

Estos procesos requerían normalmente grandes plantas de tratamiento de agua y similares para la purificación de agua potable, que puede tomar tiempo procesar.

65

Se requiere aún un proceso rápido de purificación y clarificación de agua para el tratamiento de agua de uso

doméstico, especialmente el agua para el lavado de ropa y más normalmente el agua para el aclarado en el lavado de ropa.

5 Por tanto un objeto de la presente invención es proporcionar un ahorro de agua en los procesos domésticos, especialmente en los procesos para el lavado de ropa, especialmente en el lavado a mano.

Un objeto adicional de la invención es proporcionar una composición sencilla para la purificación de agua que pueda añadirse directamente en un balde que contiene el agua sucia.

10 Un objeto adicional de la invención es eliminar eficazmente el tensioactivo aniónico del líquido de lavado o de aclarado.

15 Aún otro objeto adicional de la invención es que la clarificación se logre en menos de 15 minutos, más preferiblemente en menos de 10 minutos, todavía más preferiblemente en menos de 5 minutos, e idealmente en de 2 a 3 minutos.

Aún otro objeto de la invención es que la composición no sólo clarifique el agua, sino que también elimine los tensioactivos al mismo tiempo.

20 Aún otro objeto de la invención es que la composición reduzca además la alcalinidad de la composición.

Aún otro objeto de la invención es que la composición sea una sola composición y no requiera que el consumidor dosifique diferentes composiciones y/o dosifique diferentes componentes en un orden específico.

25 Un objeto adicional de la invención es proporcionar suavizado a la tela.

Sorprendentemente se ha encontrado que una composición que comprende floculante, coagulante, carga y tensioactivo catiónico proporciona una clarificación y purificación de agua eficaz.

### 30 **Sumario de la invención**

35 Por consiguiente, la presente invención proporciona una composición de purificación de agua para clarificar un líquido de lavado o de aclarado doméstico que comprende un tensioactivo aniónico, comprendiendo la composición el 8-50% en peso de un floculante electrolítico seleccionado de sales de aluminio y/o férricas, el 0,2-5% en peso de un coagulante polimérico neutro y/o modificado aniónicamente (PM > 100 kD); el 0,1-16% en peso de una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario y en donde la razón molar de los grupos catiónicos activos en el tensioactivo catiónico o el polímero con respecto al tensioactivo aniónico en el líquido es de entre 5:1 y 1:5; y una carga inorgánica, que tiene una densidad de al menos 1,5 kg/dm<sup>3</sup>.

40 En un segundo aspecto, la invención proporciona un proceso para la purificación de agua del agua de lavado que comprende las etapas de dosificar 0,3-5 g de la composición según la invención por litro de agua de lavado; agitar durante al menos 10 s; dejar que precipiten las partículas; separar las partículas del agua.

45 En un tercer aspecto, la invención proporciona un kit que comprende un balde; una configuración de placa separadora; al menos una dosis de la composición según la invención; e instrucciones para su uso.

En el contexto de la presente invención, por el término "flóculo" se entienden materiales agregados en una masa floculenta.

50 En el contexto de la presente invención, por el término "agua de lavado" se entiende cualquier agua de limpieza de uso doméstico, normalmente agua para el lavado de ropa (también denominada líquido de lavado), más específicamente agua de aclarado para el lavado de ropa (también denominada líquido de aclarado).

55 Estos y otros aspectos, características y ventajas resultarán evidentes para los expertos en la técnica a partir de la lectura de la siguiente descripción detallada y las reivindicaciones adjuntas. Para evitar dudas, cualquier característica de un aspecto de la presente invención puede utilizarse en cualquier otro aspecto de la invención. La palabra "que comprende" pretende significar "que incluye" pero no necesariamente "que consiste en" o "compuesto por", en otras palabras, las etapas u opciones indicados no necesitan ser exhaustivos. Se señala que los ejemplos facilitados en la descripción más abajo pretenden clarificar la invención y no pretenden limitar la invención a aquellos ejemplos *per se*. De manera similar, todos los porcentajes son porcentajes en peso/peso, a menos que se indique de otra manera. Excepto en los ejemplos operativos y comparativos, o en donde se indique explícitamente de otro modo, todos los números en esta descripción que indican cantidades de material o condiciones de reacción, propiedades físicas de materiales y/o uso, deben entenderse como modificados por la palabra "aproximadamente". Se entiende que los intervalos numéricos expresados en el formato "desde x hasta y" incluyen x e y. Cuando para una característica específica se describen múltiples intervalos preferidos en el formato "desde x hasta y", se entiende que todos los intervalos que combinan los diferentes extremos también están contemplados.

60

65

### Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona una composición de purificación de agua y un proceso para la purificación de agua de lavado.

#### Composición de purificación de agua

La composición de purificación de agua según la invención comprende un electrolito, un polímero, una carga inorgánica, una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario.

Los tamaños de partículas de los ingredientes sólidos pueden usarse para ajustar la cinética de floculación y la velocidad de sedimentación.

#### Floculante electrolítico

El electrolito puede ser cualquier sal de Al y/o de Fe. Pueden estar en forma pre-hidrolizada de basicidad (B). Se prefiere que la basicidad ( $B = \text{Al}/\text{OH}$ ) sea de 10 a 90, más preferiblemente la basicidad está en el intervalo de 40-80.

Para las sales de Al, la solubilidad mínima del hidróxido de Al se encuentra normalmente en el intervalo de pH de 6,8-7,5 mientras que la solubilidad mínima del hidróxido de Fe oscila normalmente entre pH 4-8. Además, la cantidad de precipitado sólido generado en el caso del sistema tratado con sales de Fe es alta ya que la solubilidad del hidróxido de Fe es menor que el hidróxido de Al en los intervalos de pH respectivos indicados anteriormente. Esto puede usarse para ajustar la cinética de precipitación, por ejemplo, por medio del uso de combinaciones de las sales de electrolitos Al y Fe. Así, el sistema tratado con sales de Fe requeriría también que el pH fuera controlado menos minuciosamente y por tanto es más robusto. Sin embargo, las sales de Fe disueltas residuales confieren color al agua, lo que puede tener un impacto negativo sobre las telas del lavado de ropa y por tanto se prefiere menos.

Sin querer limitarse a la teoría, se cree que los floculantes electrolíticos provocan la agregación de las partículas principalmente mediante dos mecanismos bien conocidos que incluyen la neutralización de la carga y la floculación de barrido. La concentración del electrolito empleado en el sistema regula el mecanismo involucrado en el proceso. Si el electrolito se añade a una concentración muy baja, que es más baja que el límite de solubilidad del electrolito, se produce un mecanismo de neutralización de la carga, en el que la carga superficial de las partículas se neutraliza por medio de los iones cargados de manera opuesta del electrolito añadido en el sistema y de este modo reduce la repulsión electrostática entre las partículas y promueve la agregación de las partículas. Cuando se añade electrolito en exceso, éste experimenta una reacción de hidrólisis y como resultado precipita  $\text{Al}(\text{OH})_3$  o  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  y libera un protón. El protón liberado ayuda a reducir la alcalinidad del líquido de lavado de ropa y lleva el pH cerca del neutro. Además, estas partículas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  o  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  forman una estructura de red porosa en la que las partículas quedan atrapadas, y a medida que esta matriz precipita, las partículas son barridas del sistema. En presencia de un tensioactivo, es menos probable que ocurra la neutralización de la carga, ya que una capa de tensioactivo adsorbida en las partículas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  o  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  inhibe la agregación de las partículas confiriendo una estabilización estérica. Esto se encuentra que en el caso de la floculación de barrido los  $\text{Al}(\text{OH})_3$  o  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  generados *in situ*, se cree que agotan el tensioactivo del líquido de lavado o de aclarado. Se entiende que el tensioactivo se agota adsorbiéndose sobre la superficie de las partículas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  o  $\text{Fe}(\text{OH})_3$  cargadas positivamente. Por tanto la floculación de barrido es la vía preferida para la agregación de partículas, para el líquido de lavado de ropa que contiene tensioactivos como alcalinidad.

El floculante electrolítico está presente en la composición en una concentración del 8 al 50% en peso. El floculante electrolítico está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 10% en peso, más preferiblemente de al menos el 12% en peso y todavía más preferiblemente de al menos el 15% en peso de la composición. El floculante electrolítico está presente preferiblemente en una concentración de no más del 45% en peso, más preferiblemente no más del 40% en peso y todavía más preferiblemente no más del 35% en peso de la composición.

La composición de electrolitos puede ser una composición sólida, una composición líquida o cualquiera intermedia, incluyendo pastas y geles.

#### Tamaño de partícula del electrolito

El tamaño de partícula del floculante electrolítico es preferiblemente tal que el tamaño de partícula medio es de entre 10 y 500 micrómetros, preferiblemente entre 100 y 400 micrómetros o incluso entre 200 y 300 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 80% de las partículas de electrolitos (en peso) tengan un tamaño de menos de 500 micrómetros, más preferiblemente el 90%, incluso más preferiblemente el 95%, o incluso el 99% en peso. Se prefiere además que al menos el 80% (en peso) de las partículas de electrolito tengan un tamaño de más de 100 micrómetros, más preferiblemente al menos el 90% o incluso al menos el 95%.

Coagulante polimérico

5 Por coagulante polimérico se entienden polímeros neutros o modificados iónicamente, adsorbentes, de alto peso molecular, por ejemplo, poliacrilamida.

10 El proceso de floculación de barrido desestabiliza y barre las partículas de una dispersión a medida que precipitan, sin embargo, la cinética de la precipitación es muy lenta. Además, la masa precipitada de flóculo es de naturaleza poco cohesiva, y por tanto retiene una gran cantidad de agua dentro de su estructura. En algunos sistemas esto puede dificultar la eficiencia de recuperación de agua. Este problema se resuelve mediante de la adición de un polímero, preferiblemente un polímero de cadena larga. Se cree que los polímeros se adsorben sobre las superficies de las partículas y de este modo las reúnen para formar flóculos más grandes y más fuertes. Este fenómeno se conoce como floculación por formación de puentes. Este mecanismo de formación de puentes ayuda a aumentar la velocidad de precipitación de los flóculos, ayuda a una clarificación de agua más rápida y también aumenta la eficiencia de recuperación de agua.

20 El coagulante polimérico está presente en la composición en una concentración del 0,2 al 5% en peso. El coagulante polimérico está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 0,5% en peso, más preferiblemente de al menos el 1% en peso y todavía más preferiblemente de al menos el 1,5% en peso de la composición. El coagulante polimérico está presente preferiblemente en una concentración de no más del 4,5% en peso, más preferiblemente de no más del 4% en peso y todavía más preferiblemente de no más del 3% en peso de la composición.

25 El coagulante polimérico se selecciona preferiblemente de polímeros adsorbentes neutros y/o modificados aniónicamente. Los polímeros más preferidos son las poliacrilamidas.

30 El polímero tiene preferiblemente un peso molecular alto de  $PM > 100$  kD. El peso molecular (PM) es normalmente menor de 5000 kD, más preferiblemente menor de 2000 kD, todavía más preferiblemente menor de 1000 kD. El polímero es preferiblemente soluble en agua.

35 Para evitar dudas, por D (Dalton) se entiende unidad de masa atómica (uma, la unidad SI que se usa menos comúnmente).

El polímero más preferido es un polímero de poliacrilamida neutro y/o modificado aniónicamente que tiene un peso molecular  $> 100$  kD.

Tamaño de partícula del coagulante polimérico

40 El tamaño de partícula del polímero es preferiblemente tal que el tamaño de partícula medio es de menos de 150 micrómetros, preferiblemente entre 10 y 150 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 80% de las partículas de coagulante (en peso) tengan un tamaño de menos de 150 micrómetros, más preferiblemente el 90%, incluso más preferiblemente el 95%, o incluso el 99% en peso. Sin querer limitarse a la teoría, se halló que se precipitaba considerablemente más rápido cuando el tamaño de partícula medio era menor de 150 micrómetros, que cuando se usaban partículas más grandes.

Carga inorgánica

50 La carga según la invención puede ser cualquier material inorgánico que preferiblemente es no reactivo con cualquier otro componente presente en el sistema. Normalmente es un sólido con una alta densidad. Preferiblemente la densidad es de al menos 1,5 kg/l.

55 La carga inorgánica se selecciona preferiblemente de arcillas naturales o sintéticas y sales inorgánicas insolubles en agua. Las cargas preferidas incluyen feldespato ( $KAlSi_3O_8$ ), caolín, bentonita y atapulgita, así como también alúmina (incluyendo composiciones de alúmina de sílice) y  $MgO$ .

60 Se cree que la carga inorgánica aumenta el número de partículas. La mayor densidad del número de partículas da por resultado una formación de flóculo más rápida. Los flóculos formados también son más pesados debido a la masa extra de la carga y por tanto precipitan más rápido. Además se cree que la presencia de cargas ayuda a nuclear la formación de redes de  $Al(OH)_3$  o  $Fe(OH)_3$ , mejorando de este modo la cinética de floculación de barrido. Adicionalmente, debido a su mayor densidad, se cree que aumentan la velocidad de precipitación del flóculo y mejoran la cinética de floculación global. Además se encuentra que las cargas tienen un papel como portador de componente funcional como tensioactivo catiónico y/o el polímero catiónico que se encuentra que ayuda a la eliminación del tensioactivo residual presente en el sistema mediante precipitación o complejación.

65 La carga inorgánica está presente en la composición en una concentración tal como para añadir al material total hasta el 100%. Preferiblemente la carga está presente en una concentración de entre el 30 y el 90% en peso. La

carga inorgánica está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 40% en peso y más preferiblemente al menos el 45% en peso de la composición. La carga inorgánica está presente preferiblemente en una concentración de no más del 80% en peso, más preferiblemente no más del 75% en peso de la composición.

5 Se prefiere que no se use la arcilla de dolomita ( $\text{CaMg}(\text{CO}_3)_2$ ) en una gran cantidad, preferiblemente no más del 10% en peso del material de carga, más preferiblemente menos del 5%, todavía más preferiblemente menos del 1%, o incluso el 0% en peso del material de carga. Se encuentra que la dolomita provoca efervescencia cuando se producen pastas, reaccionando probablemente con sales ácidas presentes en la formulación. Esto sucede más específicamente en presencia de humedad o si algún ingrediente de la formulación contiene agua, lo que se cree que obstaculiza la clarificación de algunos líquidos de lavado o de aclarado. El MgO es reactivo con muchos compuestos, tal como conoce generalmente el experto en la técnica. Puede provocar una reacción exotérmica, provocando formación de calor y puede dar problemas de procesamiento en algunas composiciones, especialmente en presencia de agua, lo que a su vez afecta la eficacia de formulación.

15 Se sabe que las arcillas 2:1, por ejemplo., atapulgita, bentonita, retienen más líquido en su estructura, lo que se cree que es la razón para retrasar la liberación de un material catiónico en la escala de tiempo deseada, lo que afecta a la eficacia de la formulación. Por tanto, las arcillas 2:1 se prefieren menos en la formulación según la invención.

20 Por consiguiente, la atapulgita, el MgO y/o la dolomita no se prefieren en una gran cantidad, preferiblemente no más del 10% en peso del material de carga, más preferiblemente menos del 5%, todavía más preferiblemente menos del 1%, o incluso el 0% en peso del material de carga, en composiciones de pastas.

Las cargas que más preferidas son las arcillas 1:1, más preferiblemente caolín o feldespato.

#### 25 Tamaño de partícula de la carga

El tamaño de partícula de la carga es preferiblemente tal que el tamaño de partícula medio es de entre 5 y 500 micrómetros, preferiblemente menos de 400 micrómetros, o incluso menos de 250 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 80% de las partículas de carga (en peso) tengan un tamaño de menos de 50 micrómetros, más preferiblemente el 90%, incluso más preferiblemente el 95% o incluso el 99% en peso. Se prefiere además que al menos el 80% (en peso) de las partículas del electrolito tengan un tamaño de más de 5 micrómetros, más preferiblemente al menos el 90% o incluso al menos el 95%.

35 La distribución del tamaño de partícula anterior es incluso más preferida cuando el tensioactivo catiónico, tal como se comenta en el presente documento a continuación, está inmovilizado en (o recubierto sobre) las partículas de carga.

#### Disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario

40 Por disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario, se entiende una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de los compuestos de amonio cuaternario. Esto también se denomina en conjunto como compuesto de amonio cuaternario en el presente documento a continuación.

45 Aunque se cree que el tensioactivo se agota al adsorberse sobre el precipitado de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  o  $\text{Fe}(\text{OH})_3$ , no se elimina completamente ya que el grado de eliminación depende de la concentración de partida en el líquido de lavado y/o de la cinética de eliminación. Por tanto, el agua tratada que contiene el tensioactivo restante no puede considerarse como agua "fresca" que puede reutilizarse en el contexto de la presente invención. Además un nivel muy bajo de tensioactivo residual genera espuma que puede dar una indicación de "agua no limpia" a los consumidores y no cumple con el patrón de agua fresca y por tanto ese agua puede no ser aceptable por ellos para el uso posterior en el proceso de lavado de ropa o cualquier otro proceso doméstico. Por tanto es esencial eliminar el máximo tensioactivo hasta un nivel al que no genere visiblemente espuma.

55 Para cumplir este requisito, se añade el compuesto de amonio cuaternario al sistema para eliminar el tensioactivo aniónico restante por precipitación, lo que tiene una cinética más rápida en comparación con la adsorción.

60 La disolución del compuesto de amonio cuaternario está presente en la composición en una concentración del 0,1 al 16% en peso. El tensioactivo catiónico está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 0,5% en peso y más preferiblemente de al menos el 1% en peso, todavía más preferiblemente de al menos el 2% en peso, o incluso de al menos el 3% en peso de la composición. El tensioactivo catiónico está presente preferiblemente en una concentración de no más del 13% en peso, más preferiblemente de no más del 10% en peso de la composición.

65 Los tensioactivos de amonio cuaternario son preferiblemente haluros de benzalconio, cetil-trimetil-amonio, tetradecil-trimetil-amonio, dodecil-trimetil-amonio, estearil-trimetil-amonio, octadecil-trimetil-amonio, dodecilpiridinio, cetilpiridinio, tetrabutil-amonio, tetraheptil-amonio, 1,3-decil-2-metil-imidazolío, 1-hexadecil-3-metil-imidazolío, didecil-dimetil-amonio, didecil-dimetil-amonio.

Los polímeros de los compuestos de amonio cuaternario también son adecuados para su uso en la composición. Especialmente se prefiere la clase de haluros de dialildimetilamonio en el contexto de la presente invención. Los compuestos más preferidos de esta clase son los poli(cloruros de dialildimetilamonio) (conocidos también como PoliDADMAC). El grupo alilo, definido como  $H_2C=CH-CH_2R$ , en los polímeros PoliDADMAC tiene preferiblemente una cadena de carbono (R) de entre 8 y 22 átomos de carbono, más preferiblemente de menos de 20, todavía más preferiblemente de menos de 18 átomos de carbono, o de no más de 16 átomos de carbono.

Los polímeros de los compuestos de amonio cuaternario tienen normalmente un peso molecular de entre 10 y 1000 kD, preferiblemente de entre 40 y 400 kD.

El haluro que más se prefiere es el cloruro. Los fluoruros y yoduros se contemplan en el contexto de la invención por su actividad biocida. Los bromuros normalmente no se prefieren debido a su toxicidad.

Los tensioactivos catiónicos más preferidos para su uso en la presente invención son cloruro de benzalconio (BAC) y la clase de PoliDADMAC.

Muchos tensioactivos catiónicos de amonio cuaternario comercialmente disponibles y polímeros de los compuestos de amonio cuaternario, están disponibles comercialmente en forma de trozo sólido, a menudo emitiendo humos tóxicos e irritantes. Adicionalmente son normalmente difíciles de mezclar y/o disolver en un líquido de lavado de ropa y son difíciles de procesar.

Por tanto el compuesto de amonio cuaternario se dosifica normalmente en forma de una disolución del compuesto en agua, en la que la razón del compuesto con respecto al agua está en el intervalo de 2:1 a 1:2.

La razón de los grupos catiónicos activos en el tensioactivo catiónico o el polímero con respecto al tensioactivo aniónico en el líquido es de entre 5:1 y 1:5. Para precipitar el tensioactivo aniónico presente en el líquido de lavado, se prefiere un exceso estequiométrico de los grupos catiónicos activos sobre los sitios aniónicos presentes del tensioactivo aniónico, dando como resultado una razón de entre 5:1 y 1:1. Cuando no se requiere *per se* la precipitación de todo el tensioactivo aniónico, la razón es preferiblemente de entre 1:1 y 1:5, para reducir la carga al medio ambiente y el coste de la composición.

Muchos tensioactivos catiónicos tienen también un efecto antibacteriano. Si se requiere eficacia antimicrobiana, puede preferirse una cantidad catiónica mayor, tal como una razón de los grupos catiónicos activos con respecto al tensioactivo aniónico en el líquido de entre 5:1 y 1:2, más preferiblemente de entre 5:1 y 1:1.

En una realización preferida, la disolución de tensioactivo catiónico se pulveriza sobre las partículas de carga y se granula. Esto puede realizarse por medios de pulverización convencionales. Los mejores resultados se obtienen mezclando la carga y la disolución catiónica en un mezclador de tipo reja de arado, que se prefiere, lo que se encontró que da un recubrimiento uniforme del tensioactivo catiónico sobre la carga.

Cuando la carga se recubre con el material catiónico, la razón de carga:tensioactivo catiónico es preferiblemente de entre 4:1 y 1:4, más preferiblemente de entre 3:1 y 1:2, todavía más preferiblemente de entre 2:1 y 1:1.

También se encuentra incluido en el alcance de la presente invención que sólo parte de la carga se recubre con el tensioactivo catiónico, mientras que la carga restante no se recubre y está presente en la composición como tal.

Después de la granulación el tamaño de partícula de la carga recubierta con tensioactivo catiónico es preferiblemente tal que el tamaño de partícula medio es de entre 10 y 250 micrómetros, preferiblemente de entre 20 y 200 micrómetros o incluso de entre 25 y 180 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 75% de las partículas de electrolitos (en peso) tengan un tamaño de menos de 250 micrómetros, más preferiblemente el 80%, incluso más preferiblemente el 85% en peso. Se prefiere además que al menos el 80% (en peso) de las partículas de electrolitos tengan un tamaño de más de 25 micrómetros, más preferiblemente al menos el 90%.

Después de la granulación de la carga recubierta con tensioactivo catiónico, preferiblemente se tamiza el polvo resultante para eliminar un mayor corte de partículas, todavía más preferiblemente también se eliminan finos de menos de 10 micrómetros.

#### Tampón o fuente de álcali

Pueden incorporarse un tampón o una fuente de álcali en la formulación en los casos en lo que se encuentra una amplia variación del pH en el líquido de lavado. La variabilidad del pH se observa debido a diversas razones como la calidad del agua de la fuente, la dosificación variable de las formulaciones de detergente, la formulación de detergente con diferentes composiciones y el diferente hábito de lavado de los consumidores. Por tanto, es importante asegurar que se mantenga el pH final a un nivel en el que el Al soluble permanece en su límite de solubilidad mínimo y también el pH final que es similar al agua de la fuente o cercano al neutro.

En una realización preferida, un tampón está presente en la composición. Preferiblemente, el tampón puede ser un sistema de carbonato o fosfato. El tampón puede estar presente en un intervalo de entre el 2 y el 20% de la composición total.

- 5 Idealmente, el tampón tiene un tamaño de partícula de menos de 500 micrones, para evitar la segregación diferencial de una composición final.

En otra realización preferida, la composición comprende un álcali en una concentración de entre el 2-20%.

- 10 Preferiblemente, la composición comprende tampones seleccionados de los tampones de carbonato y fosfato. Preferiblemente, el álcali se selecciona de hidróxido, carbonato, bicarbonato, aluminato y/o silicato.

Más preferiblemente, el álcali se selecciona de hidróxido de sodio, carbonato de calcio, bicarbonato de calcio, óxido de calcio, aluminato de sodio o silicato de sodio, o combinaciones de los mismos.

15

#### Formato de la composición

La composición se encuentra preferiblemente en la forma de un sólido, preferiblemente un polvo o una pasta. Las composiciones líquidas y los geles también se contemplan en el contexto de la invención.

20

En un formato de polvo, los mejores resultados se obtienen cuando el electrolito del floculante y el coagulante polimérico son partículas dispersadas separadamente en la composición en polvo. Cuando se granulan en una sola partícula, algunas combinaciones de floculante y coagulante pueden reaccionar entre sí y de este modo reducen sus eficacias individuales.

25

Debido a la naturaleza del floculante electrolítico y los coagulantes poliméricos de la invención, la velocidad de disolución del electrolito es normalmente un poco más alta que la del coagulante. Esto es beneficioso para la invención. Este efecto puede aumentarse adicionalmente haciendo las partículas de electrolitos más pequeñas y/o menos densas que las partículas de coagulante.

30

Cuando el coagulante polimérico se encuentra en forma particulada, normalmente se disuelve lentamente. Por tanto, una realización preferida adicionalmente, que muestra excelentes resultados, es un formato de producto en el que las partículas de electrolito se dispersan en una pasta o un gel, que comprende el coagulante disuelto. Los mejores geles se obtienen cuando la razón de carga con respecto a la disolución del compuesto de amonio cuaternario es de 2:1 a 1:1,3.

35

#### Proceso de purificación de agua

- 40 La invención proporciona además un proceso para la purificación de agua que comprende las etapas de dosificar la composición según la invención al agua de lavado, agitar durante al menos 10 s, dejar que las partículas precipiten y separar las partículas del agua.

Para obtener buenos resultados deberían dosificarse aproximadamente 0,3-5 g de la composición según la invención por litro de agua de lavado.

45

Se prefiere dosificar al menos 0,4 g/l, más preferiblemente incluso al menos 0,5 g/l. La dosificación de más de 1 g/l no proporciona una mejora mucho mayor del efecto de purificación, mientras que la dosificación de más de 4 g/l puede ser incluso perjudicial para el efecto obtenido.

- 50 Después de dosificar el agua de lavado, que comprende la composición, debe agitarse durante al menos 10 segundos, preferiblemente al menos 20 segundos, pero normalmente no más de 1 minuto. La agitación puede realizarse con cualquier tipo de dispositivo, tal como una cuchara, un palo o cualquier otro dispositivo para agitar.

- 55 Después de agitar, se deja que las partículas precipiten al fondo del recipiente, después de lo cual puede separarse el agua clara y purificada, por ejemplo, decantada de los flóculos precipitados en el fondo del recipiente.

#### Dispositivo de precipitación

- 60 En general se usa un balde para realizar el lavado de ropa por lavado manual, principalmente en los países en vías de desarrollo.

En una realización preferida la invención proporciona una configuración en la que se proporciona una configuración de placas de precipitación para baldes de tamaño estándar.

- 65 La configuración de la placa de precipitación incluye un medio para mantener las placas de precipitación juntas, por ejemplo, una barra central, a la cual se conectan las placas. La configuración de la placa de precipitación es

preferiblemente fácil de retirar del balde. Como el tiempo de precipitación depende de manera lineal de la distancia que tienen que desplazarse las partículas, el tiempo requerido para la precipitación con la configuración de la placa puede reducirse aproximadamente por un factor igual al número de placas:  $t_{\text{sin placas}} = t_{\text{con placas}} \cdot n_{\text{placas}}$ .

5 La configuración de la placa de precipitación comprende normalmente entre 3 y 10 placas, preferiblemente entre 4 y 8 placas. Las placas están a una distancia unas con respecto a las otras de entre 2 y 15 cm, preferiblemente de entre 4 y 10 cm.

10 En una realización adicional se proporciona un kit, que comprende un balde y la configuración de la placa de precipitación, así como al menos una dosis de la composición según la invención y un conjunto de instrucciones.

15 El balde puede comprender además un medio de descarga de agua, por ejemplo, una disposición de llave de paso o válvula o grifo, en el fondo. Para evitar dudas, el medio de descarga de agua en el contexto de la invención tiene al menos 2 estados, uno abierto y uno cerrado. Esto permitirá que el agua se drene desde el balde hasta otro recipiente cuando se coloca el balde a una altura elevada encima del otro recipiente.

### Ejemplos

20 La invención se ilustrará ahora por medio de los siguientes ejemplos no limitativos.

#### Ejemplo 1: Eliminación del tensioactivo

25 En este ejemplo se demuestra el efecto reductor de espuma de las composiciones que comprenden un tensioactivo catiónico.

30 Se preparó un líquido de aclarado de consumo artificial, que contenía suciedad, tensioactivo, sosa, electrolito e iones de dureza.

El líquido de aclarado es una mezcla de suciedad y agua, como sigue:

(A) 0,25 g/l de suciedad modelo que es una mezcla del 90% de arcilla, el 5% de sílice, el 2,5% de hollín de carbono, el 1,25% de  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  y el 1,25% de  $\text{Fe}_2\text{O}_4$ ;

35 (B) 1 g/l de detergente en polvo "Wheel Lemon and Jasmine" (julio de 2010, de Unilever, India), que comprende ~10% de tensioactivo, ~25% de sosa, ~50% de electrolito y el resto ~15% son ingredientes menores); y

(C) agua de 6 fH (2:1)=(Ca:Mg); fH es dureza francesa.

40 El líquido de aclarado se caracterizaba tal como sigue:

Turbidez	~400 NTU
Tensioactivo aniónico	~92 ppm
pH	~10,5

Se compararon las siguientes formulaciones.

	PAC (g)	Polímero aniónico (g)	Carga (g)	Álcali (g)	BAC (g)
Ejemplo 1	0,2	0,01	0,79	0,05	0,06
Comp. A	0,2	0,01	0,79	0,05	0

45 Se añadieron las composiciones del ejemplo 1 y del ejemplo comparativo A al líquido de aclarado. Se agitó el líquido durante 30 s, se dejó un minuto sin alterar, entonces se agitó de nuevo durante 30 s y se dejó sin alterar durante 5 min.

50 Para el ejemplo 1, se añadió de nuevo BAC en primer lugar al líquido de aclarado, se agitó durante 5 s y entonces se añadieron los componentes juntos.

	pH	Turbidez (NTU)	Pérdida de tensioactivo %
--	----	----------------	---------------------------

## ES 2 532 478 T3

Ejemplo 1	~7,5	< 10	78
Comp. A	~7,5	< 10	44

Los resultados muestran que el tensioactivo se elimina más eficazmente con la composición del ejemplo 1, mientras que no se elimina en el ejemplo comparativo A.

### 5 Ejemplo 2: Control de espuma

De manera análoga al ejemplo 1, se prepara un líquido de aclarado diferente con los siguientes detalles:

Turbidez	~350 NTU
Tensioactivo aniónico	~130 ppm
pH	~10

### 10 Se preparan composiciones de ejemplo similares al ejemplo 1.

	PAC (g)	Polímero aniónico (g)	Carga (g)	Álcali (g)	BAC (g)
Ejemplo 2	0,43	0,032	0,96	0,11	0,064
Comp. B	0,43	0,032	0,96	0,11	0

15 Se añadieron las composiciones del ejemplo 2 y del ejemplo comparativo B al líquido de aclarado. Se agitó el líquido durante 30 s, se dejó un minuto sin alterar, entonces se agitó de nuevo durante 30 s y se dejó sin alterar durante 5 min.

Para el ejemplo 2, se añadió de nuevo BAC en primer lugar al líquido de aclarado, se agitó durante 5 s y entonces se añadieron los componentes juntos.

20 Se midió la espuma usando el método de agitación de cilindro: se vertieron 40 ml de disolución en un cilindro de vidrio de 250 ml que se cerró con un tapón. Se agitó el cilindro 10 veces y se midió el volumen de espuma por encima 40 ml de la altura de la disolución a los 0 min y después de 5 min.

	pH	Turbidez (NTU)	Pérdida de tensioactivo %	Espuma, ml	
				0 min	2 min
Ejemplo 2	~6,8	< 10	92	8	4

## ES 2 532 478 T3

Comp. B		< 10	81	12	10
	~6,8				

Los resultados muestran que se eliminó la espuma casi completamente con la composición del ejemplo 2, mientras que no se eliminó en el ejemplo comparativo B, debido a los porcentajes de eliminación de tensioactivo respectivos.

### 5 Ejemplo 3: Control de espuma

De manera análoga al ejemplo 1, se preparó un líquido de aclarado diferente con los siguientes detalles:

Turbidez	~350 NTU
Tensioactivo aniónico	~160 ppm
pH	~10,3
Espuma	0 min - 36 ml

10 Se midió la espuma usando el método de agitación de cilindro: se vertieron 40 ml de disolución en un cilindro de vidrio de 250 ml que se cerró con un tapón. Se agitó el cilindro 10 veces y se midió el volumen de espuma por encima de 40 ml de la altura de la disolución a los 0 min y después de 5 min.

Se usaron las mismas composiciones que en el ejemplo 2.

15

	PAC (g)	Polímero aniónico (g)	Carga (g)	Álcali (g)	BAC (g)
Ejemplo 2	0,43	0,032	0,96	0,11	0,064
Comp. B	0,43	0,032	0,96	0,11	0

Se añadieron la composición del ejemplo 2 y el ejemplo comparativo B al líquido de aclarado. Se agitó el líquido durante 30 s, se dejó un minuto sin alterar, entonces se agitó de nuevo durante 30 s y se dejó sin alterar durante 5 min.

20

Para la composición del ejemplo 2, se añadió de nuevo BAC en primer lugar al líquido de aclarado, se agitó durante 5 s y entonces se añadieron los ingredientes juntos.

25

Se midió la espuma usando el método de agitación de cilindro: se vertieron 40 ml de disolución en un cilindro de vidrio de 250 ml que se cerró con un tapón. Se agitó el cilindro 10 veces y se midió el volumen de espuma por encima de 40 ml de disolución.

	pH	Turbidez (NTU)	Pérdida de tensioactivo %	Espuma, ml
				0 min
Ejemplo 2		< 10	91	10
	~7			

## ES 2 532 478 T3

Comp. B		$< 10$	79	14
	~7			

Los resultados muestran que la espuma en el nivel de 0 minutos es ya substancialmente menor para la composición del ejemplo 2, en comparación con la composición B del ejemplo comparativo.

### 5 Ejemplo 4: Tamaño de partículas del feldespato recubierto con BAC

En este ejemplo se compara el tamaño de partícula del feldespato (carga) recubierto con BAC.

La prueba se realizó en agua de aclarado caracterizada por la tabla a continuación.

10

Turbidez	~200 NTU
Tensioactivo aniónico	~80 ppm
pH	~9,8

El agua de aclarado modelo contenía 0,25 g/l de suciedad modelo (el 90% de caolín, el 5% de sílice, el 1,25% de  $Fe_2O_3$ , el 1,25% de  $Fe_3O_4$  y el 2,5% de hollín de carbono).

### 15 La composición de clarificación de agua está caracterizada por la tabla a continuación.

	PAC (g/l)	Polímero aniónico (g/l)	Carga (g/l)	Álcali (g/l)	BAC (g/l)
Ejemplo 3	0,273	0,027	0,683	0,068	0,068

Se sometió a prueba el sobrenadante para determinar la turbidez con el método NTU patrón industrial. Los resultados se facilitan en la tabla a continuación.

20

Dprom. (micrómetros)	Turbidez NTU
1700	87,3
1440	75
1015	55,6
675	31,7
375	6,01
200	1,12
75	1,6

Una turbidez de menos de 10 NTU es aceptable. Esto significa que la partícula promedio de la carga recubierta con material catiónico es preferiblemente menor de 500 micrómetros.

**REIVINDICACIONES**

1. Composición de purificación de agua para clarificar un líquido de lavado o de aclarado doméstico que comprende un tensioactivo aniónico, comprendiendo la composición:
- 5 a. el 8-50% en peso de un floculante electrolítico seleccionado de sales de aluminio y/o férricas;
- b. el 0,2-5% en peso de un coagulante polimérico neutro y/o modificado aniónicamente (PM > 100 kD);
- 10 c. el 0,1-16% en peso de una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario y en la que la razón molar de los grupos catiónicos activos en el tensioactivo catiónico o el polímero con respecto al tensioactivo aniónico en el líquido es de entre 5:1 y 1:5; y
- 15 d. una carga inorgánica, que tiene una densidad de al menos 1,5 kg/dm<sup>3</sup>.
2. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que los tensioactivos de amonio cuaternario son haluros de benzalconio, cetil-trimetil-amonio, tetradecil-trimetil-amonio, dodecil-trimetil-amonio, estearil-trimetil-amonio, octadecil-trimetil-amonio, dodecilpiridinio, cetilpiridinio, tetrabutil-amonio, tetraheptil-amonio, 1,3-decil-2-metil-imidazolio, 1-hexadecil-3-metil-imidazolio, didecil-dimetil-amonio, didecil-dimetil-amonio.
- 20 3. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende además el 2-20% de un tampón o una fuente de álcali.
4. Composición según la reivindicación 3, en la que los tampones se seleccionan de tampones de carbonato y fosfato y los álcalis se seleccionan de hidróxido de sodio, carbonato de calcio, bicarbonato de calcio, óxido de calcio, aluminato de sodio, silicato de sodio.
- 25 5. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que los polímeros de los compuestos de amonio cuaternario se seleccionan de la clase de haluros de dialildimetilamonio.
- 30 6. Composición según la reivindicación 5, en la que los polímeros se seleccionan de poli(haluros de dialildimetilamonio), que tienen un grupo alilo, definido como H<sub>2</sub>C=CH-CH<sub>2</sub>R, en el que la cadena de carbono (R) es de entre 8 y 22 átomos de carbono.
- 35 7. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 4 ó 5, en la que los polímeros de compuestos de amonio cuaternario tienen un peso molecular de entre 10 y 1000 kD.
8. Proceso para la purificación de agua del agua de lavado, que comprende las etapas de:
- 40 a. dosificar 0,3-5 g de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6 por litro de agua de lavado
- b. agitar durante al menos 10 s
- 45 c. dejar que las partículas precipiten
- d. separar las partículas del agua.
9. Kit, que comprende:
- 50 a. un balde;
- b. una configuración de placa separadora;
- c. al menos una dosis de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6; y
- 55 d. instrucciones de uso.
10. Kit según la reivindicación 9, en el que el balde comprende además un medio de descarga de agua.