

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 536 979**

51 Int. Cl.:

C02F 1/52 (2006.01)

C02F 1/54 (2006.01)

C02F 1/56 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2011 E 11797001 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **18.02.2015 EP 2655264**

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

30 Prioridad:

24.12.2010 IN MU35222010

22.02.2011 EP 11155307

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

01.06.2015

73 Titular/es:

UNILEVER N.V. (100.0%)

Weena 455

3013 AL Rotterdam, NL

72 Inventor/es:

BISWAS, SARMISTHA;

CHATTERJEE, DEBOSREE;

PATHAK, GAURAV;

RAJENDIRAN, GANESAN;

SANKAR, RACHANA;

SHAH, BIJAL DHARMVIRBHAI;

SHRESTH, RUDRA SAURABH y

THIRUMENI, DHANALAKSHMI

74 Agente/Representante:

LINAGE GONZÁLEZ, Rafael

ES 2 536 979 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 procedimiento de clarificación de agua

5 Campo de la invención

La presente invención se encuentra en el campo de composiciones y procedimientos de purificación de agua. En particular, la invención se refiere a la clarificación de líquido de lavado y/o aclarado de colada para ahorrar agua mediante su reutilización.

10

Antecedentes de la invención

El agua está convirtiéndose en un producto de disponibilidad cada vez más escasa, especialmente en los países en desarrollo, en donde no es raro que la gente tenga que caminar muchos kilómetros hasta llegar a una fuente de agua.

15

Los procesos de lavado, incluyendo lavado de colada, lavado de la vajilla y otros procesos de limpieza domésticos, requieren grandes cantidades de agua en todo el mundo. El agua desechada es una carga para las instalaciones de tratamiento de aguas residuales, o para el suministro de aguas superficiales en países en desarrollo.

20

Un modo de ahorrar agua es reutilizar el agua. Para poder reutilizar el agua doméstica, especialmente el agua del lavado de colada, para el siguiente fin de limpieza o lavado doméstico, especialmente el siguiente lavado de colada o aclarado de colada, se requiere eliminar como mínimo los materiales no disueltos, eliminar los restos de tensioactivo, la alcalinidad y la alteración del color del agua.

25

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

Por ejemplo se dan a conocer procedimientos de purificación de agua potable en la solicitud india 918/MUM/2000, o el documento WO2008/092724, ambos de Unilever. Tales sistemas hacen uso normalmente de material floculante para separar por floculación el material de la disolución y un material coagulante para coagular partículas en aglomerados más grandes que son más fáciles de separar. Además, tales composiciones comprenden algunos compuestos insolubles inorgánicos que actúan como simiente para la floculación por un lado y como peso para hacer que los flóculos se sedimenten más rápido por otro lado.

30

La purificación de agua potable es altamente complicada ya que requiere un producto que sea adecuado para consumo humano y por tanto debe contener cantidades muy bajas de bacterias, virus y quistes. Por tanto, es bastante caro, y el consumidor acepta que el procesamiento lleva tiempo.

35

Para el simple uso de agua para lavar la colada en los países en desarrollo, o la limpieza de otros sustratos domésticos, el requisito de eliminación de bacterias, virus y quistes puede ser menos riguroso, mientras que se requiere la eliminación de tensioactivo 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 del líquido de lavado de colada para el aclarado posterior, o más normalmente reutilizar el agua del primer aclarado de colada para el segundo aclarado de colada, o incluso reutilizar el agua de aclarado de colada final para otro fin doméstico para el que no desean esperar una hora u hora y media para procesar el agua. Por tanto, para evitar el periodo de espera largo entre cada fase de lavado, es deseable tratar el agua en un periodo de tiempo mucho más corto.

40

45

Otras aplicaciones de los métodos de purificación de agua se encuentran normalmente en el área de purificación de aguas residuales industriales. Diversas industrias, incluyendo residuos de fabricación de productos químicos, residuos de centrales lecheras y fábricas de conservas, residuos de destilerías, residuos de fermentación, residuos de plantas de fabricación de papel, residuos de plantas de tintura y aguas residuales del tratamiento de aguas negras y lodo. El documento US2006016761, de Ciba, da a conocer un método de desecación de suspensiones en las que un floculante de polímero catiónico de alto peso molecular, soluble en agua 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 ha tenido lugar la floculación.

50

55

Estos procedimientos requieren normalmente grandes plantas de tratamiento de agua y como para la purificación de agua potable, el procesamiento puede llevar tiempo.

Sigue deseándose un procedimiento de clarificación y purificación de agua rápido para el tratamiento de agua doméstica, especialmente agua de lavado de colada y más normalmente de aclarado de colada. Por tanto, un objeto de la presente invención es proporcionar ahorro de agua en un proceso doméstico, especialmente en procesos de lavado de colada, especialmente de lavado a mano.

60

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

65

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

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

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

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

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

- 15 **Sumario de la invención**

Por consiguiente, la presente invención proporciona una composición de purificación de agua que comprende el 30-70% en peso de un floculante de electrolito seleccionado de sales férricas y de aluminio, el 0,5-5% en peso de un coagulante de polímero neutro y/o modificado aniónicamente (PM > 100 kD), el 15-35% en peso de una carga inorgánica, que tiene una densidad de al menos 1,5 kg/dm³, y el 20-40% en peso de una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario.

En un segundo aspecto, la invención proporciona un procedimiento para la purificación de agua de agua de lavado que comprende las etapas de dosificar 0,3 - 2 g de la composición según la invención por litro de agua de lavado, agitar durante al menos 10 s, dejar que las partículas se sedimenten y separar las partículas del agua.

En un tercer aspecto, la invención proporciona un kit que comprende un cubo, una configuración de placas separadoras, al menos una dosis de la composición según la invención e instrucciones para su uso.

En el contexto de la presente invención, mediante el término "flóculo" quiere decirse materiales agregados en una masa floculenta.

En el contexto de la presente invención, mediante el término "agua de lavado" quiere decirse cualquiera agua de limpieza doméstica, normalmente agua de lavado de colada (también denominada líquido de lavado), más específicamente agua de aclarado de colada (también denominada líquido de aclarado).

Estos y otros aspectos, características y ventajas resultarán evidentes para los expertos habituales en la técnica a partir de una lectura de la siguiente descripción detallada y las reivindicaciones adjuntas. Para despejar dudas, cualquier característica de un aspecto de la presente invención puede utilizarse en cualquier otro aspecto de la invención. La expresión "que comprende" pretende significar "que incluye" pero no necesariamente "que consiste en" o "compuesto por". En otras palabras, no es necesario que las etapas u opciones enumeradas sean exhaustivas. Se indica que los ejemplos facilitados en la descripción a continuación pretenden esclarecer la invención y no pretenden limitar la invención a esos ejemplos *per se*. De manera similar, todos los porcentajes son porcentajes en peso/peso a menos que se indique otra cosa. Excepto en los ejemplos operativos y comparativos, o cuando se indique explícitamente otra cosa, todos los números en esta descripción que indican cantidades de material o condiciones de reacción, propiedades físicas de materiales y/o uso ha de entenderse que están 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 también se contemplan todos los intervalos que combinan los diferentes puntos finales.

Descripción detallada de la invención

La presente invención proporciona una composición de purificación de agua y un procedimiento 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.

Pueden usarse los tamaños de partícula de los componentes sólidos para ajustar la cinética de floculación y la velocidad de sedimentación.

Floculante de electrolito

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

5 Par sales de Al, la solubilidad mínima de hidróxido de Al está 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 menos que la del hidróxido de Al en los intervalos de pH respectivos establecidos anteriormente. Esto puede usarse para ajustar la cinética de precipitación, por ejemplo por medio del uso de combinaciones de las sales de electrolito de Al y Fe. Por tanto, el sistema tratado con sales de Fe también requeriría que el pH se controlase 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 los tejidos de la colada y por tanto se prefiere menos.

15 Sin querer restringirse a la teoría, se piensa que los floculantes de electrolito provocan agregación de partículas principalmente mediante dos mecanismos bien conocidos que incluyen neutralización de carga y floculación de barrido. La concentración de electrolito empleada en el sistema regula el mecanismo implicado en el proceso. Si el electrolito se añade a una concentración muy baja que es inferior al límite de solubilidad del electrolito, tiene lugar el mecanismo de neutralización de carga, en el que la carga de superficie de las partículas se neutraliza por los iones cargados de manera opuesta del electrolito añadido al sistema y de ese modo se reduce la repulsión electrostática entre partículas y se promueve la agregación de partículas. Cuando se añade electrolito en exceso, experimenta una reacción de hidrólisis y como resultado precipita $Al(OH)_3$ o $Fe(OH)_3$ y se libera un protón. El protón liberado ayuda a reducir la alcalinidad del líquido de lavado de colada y lleva el pH próximo a la neutralidad. Además, estas partículas de $Al(OH)_3$ o $Fe(OH)_3$ forman una estructura de red porosa en la que las partículas quedan atrapadas, y a medida que esta matriz se sedimenta, las partículas se eliminan por barrido del sistema. En presencia de tensioactivo, es menos probable que se produzca la neutralización de carga, ya que una capa de tensioactivo adsorbido sobre las partículas de $Al(OH)_3$ o $Fe(OH)_3$ inhibe la agregación de partículas confiriendo estabilización estérica. Se encuentra que en el caso de la floculación de barrido, se cree que el $Al(OH)_3$ o $Fe(OH)_3$ generado *in situ* agota el tensioactivo del líquido de lavado o aclarado. Se entiende que el tensioactivo se agota al adsorberse sobre la superficie de partículas de $Al(OH)_3$ o $Fe(OH)_3$ cargadas positivamente. Por tanto, la floculación de barrido es la ruta preferida para la agregación de partículas, para líquido de lavado de colada que contiene tanto tensioactivos como alcalinidad.

El floculante de electrolito está presente en la composición en una concentración del 30 al 70% en peso. El floculante de electrolito está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 35% en peso, más preferiblemente al menos el 40% en peso y todavía más preferiblemente al menos el 45% en peso de la composición. El floculante de electrolito está presente preferiblemente en una concentración de no más del 65% en peso, más preferiblemente no más del 60% en peso y todavía más preferiblemente no más del 55% en peso de la composición.

40 La composición de electrolito puede ser una composición sólida, una composición líquida o cualquier cosa entre medias, incluyendo pastas y geles.

Tamaño de partícula del electrolito

45 El tamaño de partícula del floculante de electrolito es preferiblemente de manera que el tamaño de partícula medio sea 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 electrolito (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 de polímero

55 Por coagulante de polímero quiere decirse polímeros neutros o modificados iónicamente adsorbentes de alto peso molecular, por ejemplo poliacrilamida.

60 El proceso de floculación de barrido desestabiliza y elimina por barrido las partículas de una dispersión a medida que se sedimenta, sin embargo la cinética de sedimentación es muy lenta. Además, la masa sedimentada del flóculo es de naturaleza suelta, y por tanto contiene mucha agua dentro de su estructura. En algunos sistemas, esto puede dificultar la eficacia de recuperación de agua. Este problema se resuelve mediante la adición de un polímero, preferiblemente un polímero de cadena larga. Se piensa que los polímeros se absorben sobre las superficies de las partículas y de ese modo las juntan formando flóculos más grandes y más fuertes. Se conoce este fenómeno como floculación en puente. Este mecanismo en puente ayuda a aumentar la velocidad de sedimentación de los flóculos, ayuda a una clarificación más rápida del agua y también aumenta la eficacia de recuperación de agua.

65 El coagulante de polímero está presente en la composición en una concentración del 0,5 al 5% en peso. El

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

El coagulante de polímero se selecciona preferiblemente de polímeros adsorbentes neutros y/o modificados aniómicamente. Los polímeros más preferidos son poliacrilamidas.

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

15 Para despejar dudas por D (Dalton) quiere decirse unidad de masa atómica (uma, la unidad del SI usada menos comúnmente).

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

20 Tamaño de partícula del coagulante de polímero

25 El tamaño de partícula del polímero es preferiblemente de manera que el tamaño de partícula medio sea de entre menos de 150 micrómetros, preferiblemente entre 10 y 150 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 80% de las partículas de electrolito (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 restringirse a la teoría, se encontró que se sedimentaba de manera considerablemente más rápida cuando el tamaño de partícula medio era menor de 150 micrómetros, que cuando se usaron partículas más grandes.

30 Carga inorgánica

La carga según la invención puede ser cualquier material inorgánico que preferiblemente no es reactivo con cualquier otro componente presente en el sistema. Normalmente es un sólido con una alta densidad.

35 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 alúmina (incluyendo composiciones de alúmina de sílice) y MgO.

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

50 La carga inorgánica está presente en la composición en una concentración del 5 al 35% en peso. La carga inorgánica está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 10% en peso y más preferiblemente al menos el 15% en peso de la composición. La carga inorgánica está presente preferiblemente en una concentración de no más del 30% en peso, más preferiblemente no más del 25% en peso de la composición.

55 Se prefiere que no se use la arcilla dolomía ($CaMg(CO_3)_2$) 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 dolomía provoca efervescencia cuando se producen pastas al reaccionar probablemente con sales ácidas presentes en la formulación. Esto sucede más específicamente en presencia de humedad o si algún componente de la formulación contiene agua, lo que se cree que dificulta la clarificación de algunos líquidos de lavado o aclarado. MgO es reactivo con muchos compuestos, tal como conoce generalmente el experto. Puede provocar una reacción exotérmica, provocando formación de calor y puede producir problemas de procesamiento en algunas composiciones, especialmente en presencia de agua que a su vez afecta a la eficacia de formulación.

65 Se sabe que las arcillas 2:1, por ejemplo atapulgita, bentonita, retienen más líquido en su estructura lo que se cree que es el motivo del retraso en la liberación de un material catiónico en la escala temporal deseada que afecta a la eficacia de formulación. Por tanto, se prefieren menos las arcillas 2:1 en la formulación según la invención

En consecuencia, no se prefieren atapulgita, MgO y/o dolomía 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 pasta.

5 Las cargas más preferidas son arcillas 1:1, lo más preferiblemente caolín o feldespato.

Tamaño de partícula de la carga

10 El tamaño de partícula de la carga es preferiblemente de manera que el tamaño de partícula medio sea de entre 5 y 50 micrómetros, preferiblemente entre 10 y 40 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 80% de las partículas de electrolito (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 adicionalmente que al menos el 80% (en peso) de las partículas de electrolito tengan un tamaño de más de 5 micrómetros, más preferiblemente al menos el 90% o incluso al menos el 95%.

La distribución de tamaño de partícula anterior se prefiere incluso más cuando el tensioactivo catiónico, tal como se comenta a continuación en el presente documento, se inmoviliza en (o se recubre sobre) las partículas de carga.

20 Disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario

Por disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario quiere decirse una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de los compuestos de amonio cuaternario. Esto también se denomina conjuntamente compuesto de amonio cuaternario a continuación en el presente documento.

25 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 la cinética de eliminación. Por tanto, el agua tratada que contiene tensioactivo sobrante puede no considerarse que es agua "nueva" reutilizable en el contexto de la presente invención. Además un nivel muy bajo de tensioactivo residual genera espuma, lo que puede proporcionar una indicación de un "agua no limpia" a los consumidores y no cumple el criterio de agua nueva y por tanto ese agua puede no ser aceptable por los mismos para su uso adicional en un proceso de lavado de lavado de colada o cualquier otro proceso doméstico. Por tanto es esencial eliminar el máximo de tensioactivo hasta un nivel en el que no genera espuma de manera visible.

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

40 La disolución del compuesto de amonio cuaternario está presente en la composición en una concentración del 20 al 40% en peso. El tensioactivo catiónico está presente preferiblemente en una concentración de al menos el 24% en peso y más preferiblemente al menos el 26% en peso de la composición. El tensioactivo catiónico está presente preferiblemente en una concentración de no más del 35% en peso, más preferiblemente no más del 33% en peso de la composición.

45 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-metilimidazolio, 1-hexadecil-3-metil-imidazolio, didecil-dimetil-amonio, didecil-dimetil-amonio.

50 Los polímeros de 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 poli(cloruros de dialildimetilamonio) (también conocidos como poliDADMAC). El grupo alilo, definido como $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{R}$, en los polímeros poliDADMAC tiene preferiblemente una cadena de carbono (R) de entre 8 y 22 átomos de carbono, más preferiblemente menos de 20, todavía más preferiblemente menos de 18 átomos de carbono, o no más de 16 átomos de carbono.

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

60 El haluro más preferido es cloruro. Se contemplan fluoruros y yoduros en el contexto de la invención por su actividad biocida. Normalmente no se prefieren bromuros debido a su toxicidad.

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

65 Muchos tensioactivos catiónicos de amonio cuaternario y polímeros de los compuestos de amonio cuaternario disponibles comercialmente están disponibles comercialmente en forma de grumos sólidos, que a menudo producen

humos tóxicos e irritantes. De manera adicional normalmente son difíciles de mezclar y/o disolver en líquido de lavado de colada y difíciles de procesar.

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

10 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. Se obtienen los mejores resultados mezclando la carga y la disolución catiónica en un mezclador de reja de arado, que se encuentra que proporciona un recubrimiento uniforme de tensioactivo catiónico sobre la carga.

La razón de carga:tensioactivo catiónico es preferiblemente de entre 4:1 y 1:4, más preferiblemente entre 3:1 y 1:2, todavía más preferiblemente entre 2:1 y 1:1

15 Tras la granulación, el tamaño de partícula de la carga recubierta con tensioactivo catiónico es preferiblemente de manera que el tamaño de partícula medio sea de entre 10 y 250 micrómetros, preferiblemente entre 20 y 200 micrómetros o incluso entre 25 y 180 micrómetros. Se prefiere incluso más que al menos el 75% de las partículas de electrolito (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 electrolito
20 tengan un tamaño de más de 25 micrómetros, más preferiblemente al menos el 90%.

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

25 Tampón

30 Puede incorporarse un tampón en la formulación en casos en los que se encuentra una variación de pH amplia en el líquido de lavado. La variabilidad del pH se observa debido a diversos motivos como la calidad del agua de fuente, la dosificación variable de formulaciones de detergente, la formulación de detergente con diferentes composiciones y los diferentes hábitos de lavado de los consumidores. Por tanto es importante garantizar que el pH final se mantenga a un nivel en el que el Al soluble permanezca en su límite de solubilidad mínimo y también que el pH final sea similar al agua de fuente o próximo a la neutralidad.

35 En una realización preferida, el tampón puede ser un sistema de carbonato o fosfato. Puede estar presente en un intervalo de entre el 5 y el 20% de la composición total.

Idealmente, el tampón tiene un tamaño de partícula de menos de 500 micrómetros, con el fin de evitar la segregación diferencial de la composición final.

40 Formato de la composición

45 La composición está preferiblemente en forma de un sólido, preferiblemente un polvo, o una pasta. También se contemplan composiciones líquidas y geles en el contexto de la invención.

50 En un formato de polvo, se obtienen los mejores resultados cuando el electrolito floculante y el coagulante de polímero son partículas dispersadas por separado en la composición de polvo. Cuando se granulan en una única partícula, algunas combinaciones de floculante y coagulante pueden reaccionar entre sí reduciendo de ese modo sus eficacias individuales.

55 Debido a la naturaleza del floculante de electrolito y los coagulantes de polímero de la invención, la tasa de disolución del electrolito es normalmente algo más alta que la del coagulante. Esto es beneficioso para la invención. Este efecto puede potenciarse adicionalmente, haciendo que las partículas de electrolito sean más pequeñas y/o menos densas que las partículas de coagulante.

60 Cuando el coagulante de polímero está en forma particulada, normalmente se disuelve lentamente. Por tanto, una realización adicional preferida, 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 de compuesto de amonio cuaternario es de desde 2:1 hasta 1:1,3.

Procedimiento de purificación de agua

65 La invención proporciona además un procedimiento 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 se sedimenten y separar las partículas del agua.

Para obtener buenos resultados deben dosificarse aproximadamente 0,3 - 2 g de la composición según la invención, por litro de agua de lavado.

5 Se prefiere que se dosifiquen 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 mucha más mejora del efecto de purificación, mientras que la dosificación de más de 2 g/l puede ser incluso perjudicial para el efecto obtenido.

10 Tras la dosificación al agua de lavado, 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 de agitación.

Tras agitar, se deja que las partículas se sedimenten en el fondo del recipiente, tras lo que puede separarse el agua transparente y purificada, por ejemplo decantarse de los flóculos sedimentados en el fondo del recipiente.

15 Dispositivo de sedimentación

En general se usa un cubo para lavar la colada mediante lavado a mano, principalmente en los países en desarrollo.

20 En una realización preferida, la invención proporciona una configuración en la que se proporciona una configuración de placas de sedimentación para cubos de tamaño convencional.

25 La configuración de placas de sedimentación incluye un medio para mantener las placas de sedimentación juntas, por ejemplo una varilla central, a la que están conectadas las placas. La configuración de placas de sedimentación preferiblemente puede retirarse fácilmente del cubo. Puesto que el tiempo de sedimentación depende linealmente de la distancia que necesitan recorrer las partículas, el tiempo requerido para la sedimentación con la configuración de placas puede reducirse en aproximadamente un factor igual al número de placas: $t_{\text{sin placas}} = t_{\text{con placas}} \cdot n_{\text{placas}}$.

30 La configuración de placas de sedimentación comprende normalmente entre 3 y 10 placas, preferiblemente entre 4 y 8 placas. Las placas están a una distancia relativa entre sí de entre 2 y 15 cm, preferiblemente entre 4 y 10 cm.

En una realización adicional, se proporciona un kit, que comprende un cubo y la configuración de placas de sedimentación, así como al menos una dosis de la composición según la invención y un conjunto de instrucciones.

35 El cubo puede comprender además un medio de descarga de agua, por ejemplo una llave de paso o una válvula o una disposición de grifo, en el fondo. Para despejar 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 se drene el agua del cubo a otro recipiente cuando el cubo se coloca a una altura elevada con respecto a otro recipiente.

40 **Ejemplos**

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

45 Ejemplo 1: Efecto de la carga

Se realizaron experimentos de sedimentación para la composición según la invención en comparación con la misma composición sin el material de carga.

50 Se preparó un líquido de lavado modelo y contenía sosa 0,4 g/l, alquilbencenosulfonato de sodio lineal 0,3 g/l.

Método

Se tomó 1 litro del líquido de lavado en un cilindro que medía 30 cm de altura con un diámetro de 7,35 cm.

55 Se comparó la composición según la invención (ejemplo 1) con la misma composición, pero sin carga (ejemplo comparativo A).

Composiciones

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Carga (g)	BAC (disolución al 50%) (g)
Ejemplo 1	0,6	0,01	0,01	0,5	0,24
Comparativo A	0,6	0,01	0,01	0	0,24

60 El polímero neutro era poli(acrilamida) (PAM, PM = 1000-2000 kD) y el polímero aniónico era PAM modificado aniómicamente (PM = 1000-2000 kD), PAC era poli(cloruro de aluminio) (B=60) y BAC era cloruro de benzalconio; la

carga era feldespató.

En el experimento, se dosificó la disolución de BAC en primer lugar al líquido de lavado y se agitó durante 5 s, antes de que se dosificaran los componentes restantes al líquido de lavado y se agitaran durante 30 s con la ayuda de un agitador manual (constituido por material de plástico).

Se midió el tiempo para la sedimentación en el fondo del cilindro (aprox. 20 cm).

Resultados

	Tiempo de sedimentación (s)
Ejemplo 1	305
Comparativo A	601

Los resultados demuestran que la composición según la invención (ejemplo 1) proporciona una sedimentación más rápida de flóculos que el ejemplo comparativo A.

En la tabla a continuación se muestran el perfil de sedimentación para el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo A.

Ejemplo 1			Ejemplo comparativo A		
Tiempo	Altura	Velocidad	Tiempo	Altura	Velocidad
s	cm	cm/s	s	cm	cm/s
12	0,5	0,0417	60	1,5	0,0250
30	1	0,0333	77	2	0,0260
40	2	0,0500	107	2,5	0,0234
47	2,5	0,0532	122	3	0,0246
55	4	0,0727	134	3,5	0,0261
69	5	0,0725	148	4	0,0270
78	6	0,0769	160	4,5	0,0281
87	7	0,0805	170	5	0,0294
95	8	0,0842	183	5,5	0,0301
103	9	0,0874	190	6	0,0316
118	12	0,1017	197	6,5	0,0330
130	13	0,1000	205	7	0,0341
149	15	0,1007	216	7,5	0,0347
159	16	0,1006	225	8	0,0356
170	17	0,1000	232	8,5	0,0366
186	18	0,0968	241	9	0,0373
220	19	0,0864	253	10	0,0395
305	20	0,0656	273	11	0,0403
			293	12	0,0410
			314	12	0,0382
			346	14	0,0405
			378	15	0,0397
			426	16	0,0376
			482	17	0,0353
			601	18	0,0300

Las tablas anteriores muestran el perfil de sedimentación para el ejemplo 1 y el ejemplo comparativo A, y muestran no sólo que el ejemplo proporciona una sedimentación más rápida, sino también que el perfil de velocidad muestra una velocidad máxima, mientras que el perfil de velocidad en la prueba comparativa es más o menos constante a lo largo de todo el proceso de sedimentación.

Ejemplo 2: Control de la espuma

En este ejemplo se demuestra el efecto de reducción de la espuma de composiciones que comprenden un tensioactivo catiónico.

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

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

(A) suciedad modelo 0,25 g/l que es una mezcla del 90% de arcilla, el 5% de sílice, el 2,5% de hollín de

carbono, el 1,25% de Fe₂O₃ y el 1,25% de Fe₂O₄;

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

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

Se caracterizó el líquido de aclarado tal como sigue:

Turbidez	~400 NTU
Tensioactivo aniónico	~92 ppm
pH	~10,5
Espuma	0 min - 45 ml 5 min - 40 ml

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

Se compararon las siguientes formulaciones.

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Carga (g)	BAC (disolución al 50%) (g)
Ejemplo 2	0,2	0,005	0,005	0,5	0,12
Comp. B	0,2	0,005	0,005	0,5	0

Se añadieron las composiciones del ejemplo 2 y el ejemplo comparativo B al líquido de aclarado. Se agitó el líquido de aclarado durante 30 s, se le dio un minuto sin alteración, luego 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 juntos los componentes.

	pH	Turbidez (NTU)	Pérdida de tensioactivo, %	Espuma, ml	
				0 min	5 min
Ejemplo 2	~7,3	< 10	~83	5	0
Comp. B	~7,3	< 10	~33	30	25

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

Ejemplo 3: Efecto de liberación del tensioactivo catiónico antes de los otros componentes

En el ejemplo 3, se dosificó BAC antes de los otros componentes, en el ejemplo 4, se dosificó BAC junto con los otros componentes y en el ejemplo comparativo C, se añadió BAC 5 s después de los otros componentes.

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Carga (g)	BAC (disolución al 50%) (g)
Ejemplo 3	0,2	0,005	0,005	0,5	0,12
Ejemplo 4	0,2	0,005	0,005	0,5	0,12
Comp. C	0,2	0,005	0,005	0,5	0,12

	Turbidez, (NTU)	Dosificación del tensioactivo catiónico
Ejemplo 3	< 10	Antes de los otros componentes
Ejemplo 4	< 10	Junto con los otros componentes
Comp. C	55	Después de los otros componentes

La tabla anterior muestra que la secuencia de adición afecta al rendimiento de la invención.

Ejemplo 4: Efecto del tamaño de partícula del polímero

Se tamizó polímero de PAM modificado aniónicamente disponible comercialmente a través de una pila de tamices. En la tabla a continuación se muestran los resultados.

ES 2 536 979 T3

N.º de tamiz BSS	Tamaño de partícula, micrómetros	Peso en g	Fracción
10	1680	0	0
12	1400	0	0
18	850	118	3
30	500	2120	55
60	250	626	16
100	150	664	17
fondo	<150	293	8

Se realizaron experimentos de floculación como en el ejemplo 1, usando un cilindro de 30 cm de altura y 7,2 cm de diámetro. Se realizó el mismo experimento que en el ejemplo 1, con dos fracciones de tamiz diferentes:

5

Fracción 1: <150 micrómetros

Fracción 2: >500 micrómetros

10 En la tabla a continuación se facilita el tiempo de sedimentación:

	Tiempo
Fracción 1 (<150 micrómetros)	40-45 s
Fracción 2 (>500 micrómetros)	90-100 s

La tabla anterior muestra que la fracción de partículas de polímero con un tamaño de menos de 150 micrómetros proporciona mejor sedimentación que la fracción más grande.

15

Ejemplo 5: Carga recubierta con tensioactivo catiónico

Se compararon dos tamaños de partículas de carga (feldespato) para definir los mejores resultados de sedimentación. Feldespato A, con un tamaño de partícula fino, y feldespato B con un tamaño de partícula más grueso. Entonces se recubrieron ambas partículas mezcladas con el material catiónico.

20

Feldespato A		Feldespato B	
PSD	Tamaño de partícula, micrómetros	PSD	Tamaño de partícula, micrómetros
d (10)	0,96	d (10)	7,56
d (50)	2,82	d (50)	20,11
d (90)	4,87	d (90)	42,39

Se introduce el feldespato en un mezclador de reja de arado (PSM, *plough shear mixer*); a esto se le pulveriza una disolución al 50% de BAC en agua a 1,5-2 kg de presión, a temperatura ambiente. Se realiza la pulverización y el mezclado de BAC con feldespato durante 2 min.

25

<u>Feldespato recubierto con PSD de BAC cuando se usan feldespato A y B.</u>		
Tamaño de partícula, micrómetros	Recubrimiento sobre feldespato A	Recubrimiento sobre feldespato B
< 180	80,78	77,9
180-250	2,11	2,31
250-355	6,38	3,24
355-500	7,72	4,04
500-710	3	8,16
710-1000	0	4,36
1000-1400	0	0,00
<u>Partículas de PSD de <180 micrómetros para feldespato recubierto con BAC cuando se usan feldespato A y B.</u>		
< 25	53,33	8,3
< 50	67,28	36,68
< 75	74,46	61,62
< 100	78,46	72,02
< 125	80,35	75,15

Por tanto, es necesario realizar el tamizado de feldespato recubierto con BAC para eliminar un corte de partículas superior. Se encontró que aun cuando el tamaño de partícula de feldespato recubierto con BAC con feldespato A era más pequeño, también se encontró que bloqueaba los tamices. Mientras se secaba feldespato recubierto con BAC con feldespato A, se encontró que se producía formación de gránulos con un aumento del tamaño de partícula de

30

carga superior. Esto también aumentó el tiempo de secado. Por tanto se prefiere feldespató B.

5 Se encontró además que cuando se repitió este experimento en un mezclador de tipo Sigma o un dispositivo de combinación de cinta, se encontró que el recubrimiento era un recubrimiento menos uniforme y se encontró cierta formación de grumos. Se sabe que la formación de grumos conduce a una carga de trituración y tiempo de secado crecientes mientras se procesan, y por tanto se prefiere algo menos.

REIVINDICACIONES

1. Composición de purificación de agua que comprende:
 - 5 a. el 30-70% en peso de un floculante de electrolito seleccionado de sales férricas y de aluminio;
 - b. el 0,5-5% en peso de un coagulante de polímero neutro y/o modificado aniónicamente (PM > 100 kD);
 - 10 c. el 15-35% en peso de una carga inorgánica, que tiene una densidad de al menos 1,5 kg/dm³; y
 - d. el 20-40% en peso de una disolución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario.
- 15 2. Composición según la reivindicación 1, 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, dodecilmiridinio, cetilmiridinio, tetrabutyl-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, en la que la composición comprende además el 5-20% en peso de la composición total de un tampón.
4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en la que los polímeros de compuestos de amonio cuaternario se seleccionan de la clase de haluros de dialildimetilamonio.
- 25 5. Composición según la reivindicación 4, en la que los polímeros se seleccionan de poli(haluros de dialildimetilamonio), que tienen un grupo alilo, definido como H₂C=CH-CH₂R, en el que la cadena de carbono (R) tiene entre 8 y 22 átomos de carbono.
- 30 6. 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.
7. Procedimiento para la purificación de agua de lavado que comprende las etapas de
 - 35 a. dosificar 0,3 - 2 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
 - 40 c. dejar que las partículas se sedimenten
 - d. separar las partículas del agua.
8. Kit que comprende
 - 45 a. un cubo;
 - b. una configuración de placas separadoras;
 - 50 c. al menos una dosis de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6; y
 - d. instrucciones para su uso.
9. Kit según la reivindicación 8, en el que el cubo comprende además un medio de descarga de agua.