

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 624 762**

51 Int. Cl.:

C02F 1/52 (2006.01)

C02F 1/54 (2006.01)

C02F 1/56 (2006.01)

C02F 1/66 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **14.12.2011** **PCT/EP2011/072684**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.06.2012** **WO2012084622**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **14.12.2011** **E 11799155 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.02.2017** **EP 2655265**

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:
17.07.2017

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 2 624 762 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).

DESCRIPCION

Composición y procedimiento de clarificación de agua

Campo de la Invención

5 La presente invención es del campo de composiciones y procedimientos de purificación de agua. En particular, la invención se refiere a la clarificación de líquidos de lavado y/o aclarado de lavandería ahorrando agua mediante una reutilización.

Antecedentes de la Invención

10 El agua se está convirtiendo en un suministro cada vez más escasamente disponible, 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.

Los procedimientos de lavado, incluidos la lavandería, lavado de vajillas y otros procedimientos 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 el suministro de aguas superficiales en los países en vías de desarrollo.

15 Una forma de ahorrar agua es reutilizar el agua. Para hacer posible la reutilización del agua doméstica, especialmente el agua de lavado de lavandería, para la siguiente finalidad de lavado o limpieza doméstica, especialmente el siguiente lavado de lavandería o aclarado de lavandería, es necesario separar como mínimo los materiales sin disolver, separar el tensioactivo que queda, la alcalinidad y la decoloración del agua.

Se han descrito en la técnica varios procedimientos de purificación de agua.

20 Se describen procedimientos de purificación de agua potable, por ejemplo, en la Solicitud India 918/MUM/2000 o el documento WO 2008/092724, ambos de la empresa Unilever. Estos sistemas hacen uso normalmente de un material floculante para separar el material por floculación de la solución y un material coagulante para coagular las partículas en forma de aglomerados más grandes que son más fáciles de separar. Además, estas composiciones comprenden algún compuesto insoluble inorgánico que actúa como una semilla para la floculación por una parte y, por otra parte, como un peso para hacer que los flóculos sedimenten más rápidamente.

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

30 Para el uso simple de agua para lavandería en países en vías de desarrollo, o para la limpieza de otros sustratos domésticos, el requisito de la separación de bacterias, virus y quistes es menos exigente mientras que la separación de tensioactivos es necesaria ya que el agua reciclada se usará en procedimientos posteriores de lavado y no se prefiere la acumulación de tensioactivos. Además, los consumidores querrían reutilizar el agua de un líquido de lavado de lavandería, para el aclarado posterior o, más normalmente, reutilizar el agua del primer aclarado de lavandería para el segundo aclarado de lavandería o incluso reutilizar el agua de aclarado de lavandería final para otra finalidad doméstica y no desean esperar una hora o media hora de tratamiento del agua. Por lo tanto, para evitar un largo periodo de espera entre cada fase de lavado, es deseable tratar el agua en un periodo de tiempo mucho más corto.

40 Otras aplicaciones de los métodos de purificación de agua se encuentran normalmente en el sector de la purificación de aguas residuales industriales de diversas industrias, incluidos los residuos de fabricación química, residuos de productos lácteos y conservas, residuos de destilerías, residuos de fermentación, residuos de instalaciones de fabricación de papel, residuos de instalaciones de teñido y aguas residuales del tratamiento de alcantarillas y lodos. El documento US2006016761, de la empresa Ciba, describe un método para suprimir el agua de suspensiones en las que un floculante de polímero catiónico soluble en agua de peso molecular elevado y un coagulante soluble en agua de bajo peso molecular encapsulado se mezclan con la suspensión. Según el documento US2006016761, el coagulante no es liberado en la suspensión hasta que ha tenido lugar la floculación.

Estos procedimientos requerían normalmente instalaciones de tratamiento de agua grandes y como para la purificación de agua potable, pueden requerir tiempo de tratamiento.

Continúa siendo deseado un procedimiento de purificación y clarificación de aguas rápido para el tratamiento de

agua doméstica, especialmente agua de lavandería y más normalmente agua de aclarado de lavandería.

Por lo tanto, es un objeto de la presente invención proporcionar ahorros en un procedimiento doméstico, especialmente procedimientos de lavandería, especialmente del lavado a mano.

5 Es un objeto adicional de la invención proporcionar una composición de purificación de agua simple que pueda ser añadida directamente al cubo que contiene el agua sucia.

Es todavía otro objeto de la invención que la clarificación se consiga en menos de 15 minutos, más preferentemente menos de 10 minutos, todavía más preferentemente menos de 5 minutos e idealmente en 2 a 3 minutos.

Es todavía otro objeto de la invención que la composición no solamente clarifique el agua, sino que separe también los tensioactivos al mismo tiempo.

10 Es todavía otro objeto de la invención que la composición reduzca adicionalmente la alcalinidad de la composición.

Es todavía otro objeto de la invención que la composición sea una composición única y no requiera que el consumidor dosifique diferentes composiciones y/o componentes diferentes de dosis en un orden específico.

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

15 **Sumario de la Invención**

Consecuentemente, la presente invención proporciona una composición de purificación de agua que comprende 30-70% en peso de un floculante de electrolitos seleccionado entre sales de aluminio y férricas, 0,05-5% en peso de un coagulante polímero neutro y/o aniónicamente modificado (PM > 100 kD), 15-35% en peso de un material de carga inorgánico, que tiene una densidad de al menos 1,5 kg/dm³ y 20-40% en peso de una solución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario.

20 En otro aspecto la invención proporciona un procedimiento para la purificación de agua o agua de lavado que comprende las etapas de dosificar 0,3-2 g de la composición según la reivindicación 1 por litro de agua de lavado; agitar durante al menos 10 segundos, dejar que las partículas sedimenten y separar las partículas del agua.

25 En un tercer aspecto la invención proporciona un estuche de ensayo que comprende un cubo; una configuración de placas separadoras; al menos una dosis de la composición de la invención e instrucciones de uso.

En el contexto de la presente invención, el término "flóculo" indica materiales que agregan a una masa floculante.

En el contexto de la presente invención, mediante la expresión "agua de lavado" se quiere indicar cualquier agua de limpieza doméstica, normalmente agua de lavandería (también denominada líquido de lavado), más específicamente agua de aclarado de lavandería (también denominada líquido de aclarado).

30 Estos y otros aspectos, características y ventajas resultarán evidentes para los expertos en la técnica a partir de una lectura de la siguiente descripción detallada y reivindicaciones anejas. Para evitar dudas, cualquier característica de un aspecto de la presente invención puede ser utilizada en otro aspecto de la invención. La expresión "que comprende" está previsto que indique "que incluye" pero no necesariamente "que consiste en" o "compuesto por". Dicho de otro modo, las etapas u opciones citadas no es necesario que sean exhaustivas. Debe apreciarse que los ejemplos proporcionados en la descripción que sigue están destinados a aclarar la invención y no están destinados a limitar la invención a esos ejemplos por sí mismos. Análogamente, todos los porcentajes son porcentajes en peso/peso salvo que se indique otra cosa. Excepto en los ejemplos de funcionamiento 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 de uso debe entenderse que están modificados por el término "aproximadamente". Los intervalos numéricos expresados en el formato "de x a y" debe entenderse que incluyen x e y. Cuando para una característica específica se describan múltiples intervalos preferidos en el formato "de x a y", debe entenderse que están contemplados también todos los intervalos que combinan los diferentes puntos extremos.

Descripción detallada de la invención

45 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, un material de carga inorgánico, una solución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario.

5 Floculante de electrolito

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

10 Para sales de Al, la solubilidad mínima de un hidróxido de Al está normalmente en el intervalo de pH de 6,8-7,5, mientras que la solubilidad mínima de un hidróxido de Fe varía normalmente en el intervalo de pH 4-8. Además, la cantidad de precipitado sólido generado en el caso del sistema tratado con sales de Fe es elevado ya que la solubilidad del hidróxido de Fe es inferior a la del hidróxido de Al en los respectivos intervalos de pH anteriormente establecidos. Esto puede ser usado para ajustar las características cinéticas de precipitación, por ejemplo, por medio del uso de combinaciones de las sales de electrolitos de Al y Fe. Por tanto, el sistema tratado con sales de Fe
15 requeriría también que el pH se controlara de forma menos minuciosa y, por tanto, es más resistente. Sin embargo, las sales de Fe disueltas residuales confieren un color al agua que puede tener un impacto negativo sobre las telas de lavandería y, por tanto, son menos preferidas.

Aunque no se desean vinculaciones teóricas, se cree que los floculantes de electrolitos provocan la agregación de partículas principalmente mediante dos mecanismos bien conocidos que incluyen neutralización de cargas y floculación por barrido. La concentración de electrolito empleada en el sistema regula el mecanismo implicado en el procedimiento. Si el electrolito es añadido a una concentración muy baja que es inferior al límite de solubilidad del electrolito, tiene lugar el mecanismo de neutralización de cargas, en el que la carga superficial de las partículas resulta neutralizada por los iones de carga opuesta del electrolito añadido en el sistema y se reduce así la repulsión electrostática entre partículas y se favorece la agregación de partículas. Cuando el electrolito es añadido en exceso,
25 experimenta una reacción de hidrólisis y, como consecuencia, precipita $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$ que se separa y libera un protón. El protón liberado ayuda a reducir la alcalinidad del líquido de lavandería y lleva el pH cerca de la neutralidad. Además, estas partículas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$ forman una estructura reticular porosa en la que quedan atrapadas las partículas, y a medida que sedimenta esta matriz, las partículas son barridas fuera del sistema. En presencia de tensioactivo, la neutralización de cargas es menos probable que se produzca, ya que una capa de tensioactivo adsorbida sobre las partículas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$ inhibe la agregación de partículas confiriendo una
30 estabilización estérica. En el caso de la floculación por barrido se encuentra que el $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$ generado *in situ* se cree que agota el tensioactivo del líquido de lavado o aclarado. Debe entenderse que el tensioactivo resulta agotado adsorbiéndose sobre la superficie de partículas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$ con carga positiva. Por lo tanto, la floculación por barrido es la vía preferida para la agregación de partículas, para un líquido de lavandería que
35 contiene tensioactivos y alcalinidad.

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

La composición de electrolitos puede ser una composición sólida, una composición líquida o cualquiera entre ellas, incluidas pastas y geles.

Coagulante polímero

Mediante coagulante polímero se quiere indicar polímeros adsorbentes neutros o iónicamente modificados de peso molecular elevado, por ejemplo, poliacrilamida.
45

El procedimiento de floculación por barrido desestabiliza y separa por barrido las partículas de una dispersión a medida que sedimenta, sin embargo, la cinética de sedimentación es muy lenta. Además, la masa sedimentada del flóculo es de naturaleza dispersa y, por tanto, retiene mucha agua en su estructura. En algunos sistemas esto puede obstaculizar una eficaz recuperación del agua. Este problema se resuelve mediante la adición de un polímero,
50 preferentemente un polímero de cadena larga. Los polímeros se cree que se adsorben sobre las superficies de las partículas y de esta forma las reúnen para formar flóculos más grandes y más resistentes. Este fenómeno es conocido como floculación acoplante. Este mecanismo de acoplamiento ayuda a aumentar la velocidad de sedimentación de los flóculos, ayuda a una clarificación más rápida y aumenta también la eficacia de recuperación del agua.

Es coagulante polímero está presente en la composición a una concentración de 0,5 a 5% en peso. El coagulante polímero está presente preferentemente a una concentración de al menos 1% en peso, más preferentemente al menos 1,5% en peso y todavía más preferentemente al menos 2% en peso de la composición. El coagulante polímero está presente preferentemente a una concentración de no más de 4,5% en peso, más preferentemente no más de 4% en peso y todavía más preferentemente no más de 3% en peso de la composición.

El coagulante polímero se selecciona preferentemente entre polímeros adsorbentes neutros y/o aniónicamente modificados. Los polímeros más preferidos son poliacrilamidas.

El polímero tiene preferentemente un peso molecular elevado de $PM < 100$ kD. El peso molecular (PM) es normalmente de menos de 5.000 kD, más preferentemente menos de 2.000 kD, todavía más preferentemente menos de 1.000 kD. El polímero es preferentemente soluble en agua.

Para evitar dudas, mediante D (Dalton) se quiere indicar unidad de masa atómica (amu, la unidad del SI menos comúnmente usada).

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

Material de carga inorgánico

El material de carga según la invención puede ser cualquier material inorgánico que sea preferentemente no reactivo respecto a cualesquiera otros ingredientes presentes en el sistema. Normalmente es un sólido con una densidad elevada.

El material de carga inorgánico se selecciona preferentemente entre arcillas naturales y sintéticas y sales inorgánicas insolubles en agua. Los materiales de carga preferidos incluyen feldespato ($KAlSi_3O_8$), caolín, bentonita y atapulgita, así como alúmina (que incluye composiciones de sílice-alúmina) y MgO . El material de carga inorgánico se cree que aumenta el número de partículas. La densidad aumentada del número de partículas da lugar a una formación más rápida de flóculos. Los flóculos formados son también más pesados debido a la masa extra del material de carga y, por lo tanto, sedimentan más rápido. Además, se cree que la presencia de materiales de carga ayuda a nuclear la formación de retículos de $Al(OH)_3$ o $Fe(OH)_3$ mejorando así las características de cinética de floculación por barrido. Adicionalmente, debido a su densidad superior, se cree que aumenta la velocidad de sedimentación del flóculo y mejora las características cinéticas globales de floculación. Además, los materiales de carga se encuentra que desempeñan una función como un portador de ingrediente funcional como tensioactivo catiónico y/o polímero catiónico que se encuentra que ayudan en la separación del tensioactivo residual presente en el sistema mediante precipitación o complejación.

El material de carga inorgánico está presente en la composición a una concentración de 5 a 35% en peso. El material de carga inorgánico está presente preferentemente a una concentración de al menos 10% en peso y, más preferentemente, al menos 15% en peso de la composición. El material de carga inorgánico está presente preferentemente a una concentración de no más de 30% en peso, más preferentemente no más de 25% en peso de la composición.

Es preferido que la arcilla de dolomita ($CaMg(CO_3)_2$) no se use en una cantidad grande, preferentemente no más de 10% en peso del material de carga, más preferentemente menos de 5%, todavía más preferentemente menos de 1% o incluso 0% en peso del material de carga. La dolomita se encuentra que provoca efervescencia cuando se producen pastas, reaccionando probablemente con las sales ácidas presentes en la formulación. Esto ocurre más específicamente en presencia de humedad si algún ingrediente de la formulación contiene agua, lo que se cree que obstaculiza la clarificación de algunos líquidos de lavado o aclarado. El MgO es reactivo con muchos compuestos, como es generalmente conocido por el experto en la técnica. Puede provocar una reacción exotérmica, provocando la formación de calor y puede proporcionar problemas de tratamiento en algunas composiciones, especialmente en presencia de agua que a su vez afecta a la eficacia de la formulación.

Las arcillas 2:1, por ejemplo, la atapulgita o la bentonita se conoce que retienen más líquido en su estructura, lo que se cree que es la razón del retraso de la liberación de un material catiónico en la escala de tiempo deseada que afecta a la eficacia de la formulación. Por lo tanto, las arcillas 2:1 son menos preferidas en la formulación según la invención.

Consecuentemente, la atapulgita, MgO y/o la dolomita no son preferidas en una cantidad grande, preferentemente no más de 10% en peso del material de carga, más preferentemente menos de 5%, todavía más preferentemente menos de 1% o incluso 0% en peso del material de carga, en composiciones de pastas.

Los materiales de carga más preferidos son arcillas 1:1, lo más preferentemente caolín o feldespato.

Solución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario

Mediante solución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario se quiere decir una solución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de los compuestos de amonio cuaternario. Esto se denomina también conjuntamente como el compuesto de amonio cuaternario descrito con posterioridad en la presente memoria descriptiva.

Aunque se cree que el tensioactivo resulta agotado adsorbiéndose sobre el precipitado de $\text{Al}(\text{OH})_3$ o $\text{Fe}(\text{OH})_3$, no se separa completamente ya que el alcance de la separación depende de la concentración de partida en el líquido de lavado y/o de las características cinéticas de la separación. Por lo tanto, el agua tratada que contiene tensioactivo restante no puede ser considerada agua "corriente" reutilizable en el contexto de la presente invención. Además, un nivel muy bajo de tensioactivo residual genera espuma, lo que puede ser una indicación "agua no limpia" para los consumidores y no cumple las normas del agua corriente y, por lo tanto, el agua puede ser considerada no aceptable por ellos para ser adicionalmente usada en un procedimiento de lavandería o cualquier otro procedimiento doméstico. Por lo tanto, es esencial separar al máximo el tensioactivo hasta un nivel al que no genere visiblemente espuma.

Para cumplir este requisito, se añade el compuesto de amonio cuaternario al sistema para separar el tensioactivo aniónico restante por precipitación, que tiene unas características de cinética más rápidas en comparación con la adsorción.

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

Los tensioactivos de amonio cuaternario son preferentemente 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 o didecil-dimetil-amonio.

Los polímeros de compuestos de amonio cuaternarios son adecuados también para ser usados en la composición. Especialmente, es preferida la clase de haluros de dialildimetilamonio en el contexto de la presente invención. Los compuestos más preferidos de esta clase son poli(dialildimetilamonio) (también conocidos como poliDADMAC). Es grupo alilo, definido como $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{R}$ en los copolímeros de poliDADMAC tiene preferentemente una cadena carbonada (R) de entre 8 y 22 átomos de carbono, más preferentemente menos de 20, todavía más preferentemente menos de 18 átomos de carbono o no más de 16 átomos de carbono.

Los polímeros de compuestos de amonio cuaternario tienen normalmente un peso molecular entre 10 y 1.000 kD, preferentemente entre 40 y 400 kD.

El haluro más preferido es el cloruro. Los fluoruros y yoduros están contemplados en el contexto de la invención por su actividad biocida. Los bromuros normalmente no son preferidos debido a su toxicidad.

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

Muchos tensioactivos catiónicos de amonio cuaternario disponibles en el comercio y polímeros de compuestos de amonio cuaternario están disponibles en el comercio en forma de trozos sólidos, que proporcionan a menudo humos tóxicos e irritantes. Además, normalmente son difíciles de mezclar y/o disolver en un líquido de lavandería y difíciles de tratar.

Por lo tanto, el compuesto de amonio cuaternario es dosificado normalmente en la forma de una solución del compuesto en agua, en la que la relación del compuesto a agua está en el intervalo de 2:1 a 1:2.

Tampón

Puede ser incorporado un tampón en la formulación en los casos de que se encuentre una amplia variación del pH en el líquido de lavado. La variabilidad del pH se observa debido a razones como la calidad de la fuente de agua, la dosificación variable de las formulaciones detergentes, la formulación detergente con diferentes composiciones y la diferente costumbre de lavado de los consumidores. Por lo tanto, es importante asegurarse de que el pH final se mantenga a un nivel al cual el Al soluble permanezca en su límite mínimo de solubilidad y también al cual el pH sea

similar al agua de origen o próximo al neutro.

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

Formato de la composición

- 5 La composición está preferentemente en la forma de un sólido, preferentemente un polvo o una pasta. Las composiciones líquidas y geles están contemplados también en el contexto de la invención.

10 En un formato de polvo los mejores resultados se obtienen cuando el electrolito floculante y el coagulante polímero son partículas dispersadas por separado en la composición de polvos. Cuando se granulan en una partícula única, algunas combinaciones de floculante y coagulante pueden reaccionar uno con otro y reducir así sus eficacias individuales.

Debido a la naturaleza del floculante electrolito y los coagulantes polímeros de la invención la velocidad de disolución del electrolito es normalmente algo mayor que la del coagulante. Esto es ventajoso para la invención. Este efecto puede ser adicionalmente mejorado haciendo que las partículas de electrolito sean más pequeñas y/o menos densas que las partículas de coagulante.

- 15 Cuando el coagulante polímero está forma de partículas, normalmente se disuelve lentamente. Por lo tanto, una realización preferida adicional, que muestra excelentes resultados, es un formato de producto en el que las partículas de electrolito están dispersadas en una pasta o gel, que comprende el coagulante disuelto. Los mejores geles se obtienen cuando la relación de material de carga respecto a solución de compuesto de amonio cuaternario es de 2:1 a 1:1,3.

20 Formato del producto

25 La composición está constituida por electrolito, polímero, material de carga, tensioactivo catiónico y tampón de carbonato. El electrolito es necesario para separar partículas de suciedad y reducir la alcalinidad del líquido. Los acoplamiento de polímero entre partículas aumentan el tamaño de los flóculos por lo que los flóculos sedimentan más rápido. El material de carga se encuentra que aumenta la densidad de los flóculos que mejorarán nuevamente las características cinéticas de sedimentación de los flóculos. En una realización preferida, se encuentra que el material de carga se une con el tensioactivo catiónico y hace posible que la composición permanezca en un formato de polvos. El tensioactivo catiónico se encuentra que precipita el tensioactivo aniónico del líquido de lavado. El tampón es para mantener el pH del líquido de aclarado y el agua tratada, mejorando así el rendimiento.

30 Se observa que mientras se almacena la formulación en un espacio confinado (bolsita) se produce un hinchamiento de las bolsitas debido al posible desprendimiento de dióxido de carbono gaseoso.

Para resolver este problema, se puede disponer una bolsita de doble cámara que separe el electrolito y el tampón, mientras que los restantes ingredientes pueden estar distribuidos sobre cualquiera de los compartimentos.

35 En una realización, el primer compartimento de la bolsita puede contener electrolito y opcionalmente (parte del) material de carga revestido con tensioactivo catiónico, mientras que el segundo compartimento puede contener el polímero, tampón y el (cantidad restante de) material de carga revestido con tensioactivo catiónico.

EL material de carga revestido con tensioactivo está dividido preferentemente con el fin de mantener una cantidad similar de producto en ambas bolsitas, pero no por razones de rendimiento.

40 Para un mejor rendimiento del sistema, el compartimento que comprende el tensioactivo catiónico es dosificado en primer lugar en el líquido para separar por precipitación el tensioactivo aniónico y seguidamente se debe formar el precipitado de dihidróxido de hierro o aluminio. Posteriormente se cree que comienza el acoplamiento de las partículas.

Esto se puede conseguir proporcionando instrucciones a los usuarios, pero se puede conseguir también escogiendo el tamaño de partículas correcto para los ingredientes de la invención, proporcionando así una liberación retrasada de algunos ingredientes.

45 Distribución del tamaño de partículas

Para hacer posible la disolución secuencial de los materiales desde las bolsitas, incluso cuando se dosifican conjuntamente, los tamaños de partículas se ajustan preferentemente como sigue.

5 El tamaño de partículas del floculante de electrolitos es preferentemente tal que el tamaño medio de partículas sea entre 10 y 500 micrómetros, preferentemente entre 100 y 400 micrómetros o incluso entre 200 y 300 micrómetros. Es incluso más preferido que al menos un 80% de las partículas de electrolitos (en peso) tenga un tamaño de menos de 500 micrómetros, más preferentemente un 90%, incluso más preferentemente un 95% o incluso un 99% en peso. Es adicionalmente preferido que al menos un 80% (en peso) de las partículas de electrolitos tenga un tamaño de más de 100 micrómetros, más preferentemente al menos un 90% o incluso al menos un 95%.

10 El tamaño de partículas del polímero es preferentemente tal que el tamaño medio de partículas sea menos que 150 micrómetros, preferentemente entre 10 y 150 micrómetros. Es incluso más preferido que al menos un 80% de las partículas de electrolito (en peso) tenga un tamaño de menos de 150 micrómetros, más preferentemente 90%, incluso más preferentemente 95% o incluso 99% en peso.

Aunque no se desean vinculaciones teóricas, se encontró que sedimentaban considerablemente más rápido cuando el tamaño medio de partículas era más pequeño que 150 micrómetros, que cuando se usaban partículas más grandes.

15 El tamaño de partículas del material de carga es preferentemente tal que el tamaño medio de partículas es entre 5 y 50 micrómetros, preferentemente entre 10 y 40 micrómetros. Es incluso más preferido que al menos un 80% de las partículas de electrolito (en peso) tenga un tamaño de menos de 50 micrómetros, más preferentemente un 90%, incluso más preferentemente un 95% o incluso un 99% en peso. Es adicionalmente preferido que menos un 80% (en peso) de las partículas de electrolito tenga un tamaño de más de 5 micrómetros, más preferentemente al menos un 90% o incluso al menos un 95%.

20 La distribución del tamaño de partículas anterior es incluso más preferida cuando el tensioactivo catiónico, como se expone con posterioridad, está inmovilizado (o aplicado como revestimiento) en las partículas del material de carga. Esto se encuentra que proporciona la composición más estable.

El tamaño de partículas del tampón es idealmente de menos de 500 micrómetros, para asegurar así que no se produce una segregación diferenciada de una composición final.

25 Procedimiento de purificación del agua

La invención proporciona adicionalmente un procedimiento para la purificación de agua que comprende las etapas de dosificar la composición según la invención al agua del lavado, agitar durante al menos 10 s, dejar que las partículas sedimenten y separar las partículas del agua.

30 Para obtener buenos resultados, deben ser dosificados aproximadamente 0,3-2 g de la composición según la invención por litro de agua de lavado. Es preferido que se dosifiquen al menos 0,4 g/l, más preferentemente incluso al menos 0,5 g/l. La dosificación de más de 1 g/l no proporciona ya una mejora del efecto de purificación, mientras que una dosificación de más de 2 g/l puede ser incluso perjudicial para el efecto obtenido.

35 Después de dosificar el agua de lavado que comprende la composición, esta debe ser agitada durante al menos 10 segundos, preferentemente al menos 20 segundos, pero normalmente no más de 1 minuto. La agitación se puede hacer con cualquier tipo de dispositivo como una cucharilla, varilla o cualquier otro dispositivo de agitación.

Después de agitar las partículas se dejan sedimentar en el fondo del recipiente, tras lo cual se puede separar el agua clara y purificada, por ejemplo, segregada de los flóculos sedimentados en el fondo del recipiente.

Dispositivo de sedimentación

40 En general se usa un cubo para hacer la lavandería mediante lavado a mono, principalmente en los países en vías de desarrollo.

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

45 La configuración de placas de sedimentación estándar incluye medio para mantener las placas de sedimentación juntas, por ejemplo, una varilla central, a las que están conectadas las placas. La configuración de las placas de sedimentación preferentemente es fácilmente desprendible del cubo. Como el tiempo de sedimentación depende linealmente de la distancia que es necesario que se trasladen las partículas, el tiempo necesario para sedimentar con la configuración de placas puede ser reducido en un factor aproximadamente igual al número de placas: $t_{\text{sin placas}} = t_{\text{con placas}} \times n_{\text{placas}}$.

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

- 5 En una realización adicional se proporciona un estuche de ensayo, 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.

- 10 El cubo puede comprender adicionalmente medios de deshecho del agua, por ejemplo, una llave de paso o una disposición de válvula o grifo en el fondo. Para evitar dudas, los medios de deshecho del agua en el contexto de la invención tienen al menos dos estados, uno abierto y otro cerrado. Esto hará posible que el agua sea purgada desde el cubo a otro recipiente cuando el cubo se coloque a una altura elevada sobre otro recipiente.

Ejemplos

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

Ejemplo 1: Efecto del material de carga

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

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

Método

Se recogió 1 litro de líquido de lavado en un cilindro de 30 cm de altura con 7,35 cm diámetro.

- 20 La composición según la invención (Ejemplo 1) se comparó con la misma composición, pero sin material de carga (Ejemplo Comparativo A).

Composiciones

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Material de carga (g)	BAC (solución 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

- 25 El polímero neutro era poliacrilamida (PAM, PM = 1.000-2.000 kD) y el polímero aniónico era PAM aniónicamente modificado (PM = 1.000-2.000 kD), PAC era poli(cloruro de aluminio) (B = 60) y BAC era cloruro de bezalconio y el material de carga era feldespato.

En el experimento la solución de BAC se dosificó en primer lugar al líquido de lavado y se agitó durante 5 segundos, antes de que dosificaran los ingredientes restantes al líquido de lavado y se agitara durante 30 segundos con la ayuda de un agitador manual (hecho de material de plástico).

- 30 Se midió el tiempo de sedimentación en el fondo del cilindro (aproximadamente 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 flóculos de sedimentación más rápida que el Ejemplo Comparativo A.

ES 2 624 762 T3

El perfil de sedimentación para el Ejemplo 1 y el Ejemplo Comparativo A se muestra en la tabla siguiente.

Ejemplo 1

Tiempo	Altura	Velocidad
s	cm	cm/s
12	0,5	0,0417
30	1	0,0333
40	2	0,0500
47	2,5	0,0532
55	4	0,0727
69	5	0,0725
78	6	0,0769
87	7	0,0805
95	8	0,0842
103	9	0,0874
118	12	0,1017
130	13	0,1000
149	15	0,1007
159	16	0,1006
170	17	0,1000
186	18	0,0968
220	19	0,0864
305	20	0,0656

Ejemplo Comparativo A

Tiempo	Altura	Velocidad
s	cm	cm/s
60	1,5	0,0250
77	2	0,0260
107	2,5	0,0234
122	3	0,0246
134	3,5	0,0261
148	4	0,0270
160	4,5	0,0281
170	5	0,0294
183	5,5	0,0301
190	6	0,0316
197	6,5	0,0330
205	7	0,0341
216	7,5	0,0347
225	8	0,0356

Tiempo	Altura	Velocidad
s	cm	cm/s
232	8,5	0,0366
241	9	0,0373
253	10	0,0395
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 Ejemplo Comparativo A y muestra no solamente que el Ejemplo proporciona una sedimentación más rápida, sino también que el perfil de velocidades muestra una velocidad pico mientras que el perfil de velocidades en el ensayo comparativo es más o menos constante durante todo el procedimiento de sedimentación.

5 Ejemplo 2: Regulación de la espuma

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

Se preparó un líquido de aclarado artificial del consumidor que contiene suciedad, tensioactivo, sosa, electrolito e iones de dureza.

10 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 de 90% de arcilla, 5% de sílice, 2,5% hollín de carbón, 1,25% de Fe_2O_3 y 1,25% de Fe_2O_4 ;

(B) Polvo de detergente Wheel Lemon and Jasmine (julio de 2010 de la empresa Unilever, India), que comprende

~10% de tensioactivo, ~25% de tensioactivo, ~50% electrolito y el ~15 % restante son ingredientes menores);

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

El líquido de aclarado se caracterizó como sigue:

Turbidez	~400 NTU
Tensioactivo aniónico	~92 ppm

pH	~10,5
Espuma	0 min-45 ml
	5 min-40 ml

La espuma se midió usando un método de agitación del cilindro: se vertieron 40 ml de solución en un cilindro de vidrio de 250 ml que se cerró con un tapón. El cilindro se agitó 10 veces y el volumen de espuma se midió por encima de 40 ml de altura de la solución a 0 minutos y después de 5 minutos.

Se compararon las siguientes formulaciones.

5

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Material de carga (g)	BAC (solución 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

Las composiciones del Ejemplo 2 y Ejemplo Comparativo B se añadieron al líquido de aclarado. El líquido se agitó durante 30 segundos, se proporcionó un minuto sin perturbación y seguidamente se agitó nuevamente durante 30 segundos y se dejó sin perturbación durante 5 minutos.

10

Para el Ejemplo 2, se añadió nuevamente BAC en primer lugar al líquido de lavado, se agitó durante 5 segundos y seguidamente se añadieron los ingredientes conjuntamente.

	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 la espuma se suprime completamente con la composición del Ejemplo 2, mientras que no se suprime en el Ejemplo Comparativo B, debido a los porcentajes respectivos de supresión de tensioactivo.

Ejemplo 3: Efecto de liberación del componente catiónico antes que los otros ingredientes

15

En el Ejemplo 3 se dosificó BAC antes que los otros ingredientes, en el Ejemplo 4 se dosificó BAC conjuntamente con los otros ingredientes y en el Ejemplo Comparativo C se añadió BAC 5 segundos después que los otros ingredientes.

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Material de carga (g)	BAC (solución 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 de componente catiónico		

	PAC (g)	Polímero neutro (g)	Polímero aniónico (g)	Material de carga (g)	BAC (solución al 50%) (g)
Ejemplo 3		<10	Antes que los otros ingredientes		
Ejemplo 4		<10	Junto con los otros ingredientes		
Compn C		55	Después de los otros ingredientes		

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

Ejemplo 4: Efecto del tamaño de partículas del polímero

Se tamizó polímero PAM aniónicamente modificado disponible en el comercio a través de una torre de tamices. Los resultados se muestran en la tabla siguiente.

5

Tamiz BBS nº	Tamaño de partículas, 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

Los experimentos de floculación se hicieron como en el Ejemplo 1, usando un cilindro de 30 cm de altura y 7,2 de diámetro. Se hizo el mismo experimento que en el Ejemplo 1, con dos fracciones diferentes de tamices:

Fracción 1: < 150 micrómetros

Fracción 2: > 500 micrómetros

10 El tiempo de sedimentación se proporciona en la tabla siguiente:

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

Loa tabla anterior muestra que la fracción de partículas de polímero con un tamaño de menos de 150 micrómetros proporciona una mejor sedimentación que la fracción mayor.

Ejemplo 5: Material de carga revestido con tensioactivo catiónico

15 Se compararon dos tamaños de partículas de material de carga (feldespato) para definir los mejores resultados de sedimentación.

El feldespato A, con un tamaño de partículas fino y el feldespato B, con un tamaño de partículas más grueso. Las dos partículas se mezclaron y seguidamente fueron revestidas con el material catiónico.

Feldespato A		Feldespato B	
PSD	Tamaño de partículas, micrómetros	PSD	Tamaño de partículas, micrómetros
d (10)	0,96	d (10)	7,56

Feldespatos A		Feldespatos B	
PSD	Tamaño de partículas, micrómetros	PSD	Tamaño de partículas, micrómetros
d (50)	2,82	d (50)	20,11
d (90)	4,87	d (90)	42,39

El feldespatos se recoge en un mezclador de cizalladura con cepilladora (PSM); a esto se pulverizó una solución al 50% de BAC en agua a 1,5-2 kg de presión, a temperatura ambiente. La pulverización y mezcla de BAC con feldespatos se hizo durante 2 minutos.

Feldespatos revestido con PSD o BAC cuando se usó feldespatos A y B

5

Tamaño de partículas, micrómetros	Revestimiento sobre Feldespato A	Revestimiento 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

PSD de partículas <180 micrómetros para feldespatos revestido con BAC cuando se usó feldespatos A y B

Tamaño de partículas, micrómetros	Revestimiento sobre Feldespato A	Revestimiento sobre Feldespato B
< 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 hacer el tamizado de feldespatos revestido con BAC para separar un corte mayor de partículas. Se encontró que incluso aunque el tamaño de partículas del feldespatos revestido con BAC para feldespatos A era más pequeño, se encontró también que bloqueaba los tamices. Cuando se secó el feldespatos revestido con BAC de feldespatos A, se encontró que se producía una formación de gránulos que aumentó el tamaño de partículas de carga superior. Esto aumentó también el tiempo de secado. Por tanto, se prefiere el feldespatos B.

Se encontró además que cuando este experimento se repitió en un mezclador de tipo sigma o una mezcladora de cinta, el revestimiento era un revestimiento menos uniforme y se encontró alguna formación de aglomerados. La formación de aglomerados se conoce que conduce a un aumento de la carga de trituración y el tiempo de secado durante el tratamiento y, por lo tanto, es algo menos preferido.

REIVINDICACIONES

1. Procedimiento para la purificación de agua, que comprende:
 - a. dosificar una composición de clarificación de agua a un agua doméstica, comprendiendo la composición:
 - i. 30-70% en peso de un floculante de electrolitos seleccionado entre sales de aluminio y férricas;
 - 5 ii. 0,5-5% en peso de un coagulante de polímero neutro y/o aniónicamente modificado ($PM > 100 \text{ kD}$);
 - iii. 15-35% en peso de un material de carga inorgánico, que tiene una densidad de al menos $1,5 \text{ kg/dm}^3$;
 - iv. 5-20% en peso de un tampón; y
 - v. 20-40% en peso de una solución de un tensioactivo catiónico de amonio cuaternario y/o polímeros de compuestos de amonio cuaternario;
- 10 en que la composición está distribuida en una bolsita de dos compartimentos, en la que un primer compartimento comprende el electrolito y el segundo compartimento comprende el tampón, mientras que los demás ingredientes pueden estar en uno cualquiera de los compartimentos.
2. Un procedimiento según la reivindicación 1, en el que la composición es introducida en una bolsita de dos cámaras y en el que una primera cámara comprende la solución catiónica de amonio cuaternario y los restantes
15 ingredientes están en una segunda cámara.
3. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tamaño medio de partículas del material de carga es entre 5 y 50 micrómetros.
4. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, en el que el tensioactivo catiónico está inmovilizado o aplicado como revestimiento sobre las partículas del material de carga.
- 20 5. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el 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 o didecil-dimetil-amonio.
- 25 6. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en el que los polímeros de compuestos de amonio cuaternario se seleccionan entre la clase de haluros de dialildimetilamonio.
7. Un procedimiento según la reivindicación 6, en el que los polímeros se seleccionan entre poli(haluros de dialildimetilamonio), que tienen un grupo alilo, definido como $\text{H}_2\text{C}=\text{CH}-\text{CH}_2\text{R}$, en el que la cadena carbonada (R) tiene entre 8 y 22 átomos de carbono.
- 30 8. Un procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 6 ó 7, en el que los polímeros de compuestos de amonio cuaternario tienen un peso molecular entre 10 y 1.000 kD.
9. Procedimiento para la purificación de un agua de lavado según una cualquiera de las reivindicaciones anteriores, que comprende las etapas de
 - a. dosificar 0,3-2 g de la composición por litro de agua de lavado
 - b. agitar durante al menos 10 segundos
 - 35 c. dejar que las partículas sedimenten
 - d. separar las partículas del agua.
10. Estuche de ensayo, que comprende
 - a. un cubo;

b. una configuración de placas separadoras;

c. al menos una dosis de la composición según el procedimiento de una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8; y

d. instrucciones de uso.

5 11. Un estuche de ensayo según la reivindicación 10, en el que el cubo comprende adicionalmente medios para la evacuación del agua.