

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 741 156**

51 Int. Cl.:

B01J 49/00 (2007.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **23.03.2011 PCT/FR2011/050613**

87 Fecha y número de publicación internacional: **29.09.2011 WO11117536**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **23.03.2011 E 11719295 (5)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.05.2019 EP 2550103**

54 Título: **Composición para la regeneración de resinas**

30 Prioridad:

23.03.2010 FR 1052087

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

10.02.2020

73 Titular/es:

**COMPAGNIE DES SALINS DU MIDI ET SALINES
DE L'EST (100.0%)
137 Rue Victor Hugo
92300 Levallois-Perret, FR**

72 Inventor/es:

**BROQUET, LAURENT y
GUIZA, KHIER**

74 Agente/Representante:

ARIAS SANZ, Juan

ES 2 741 156 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 para la regeneración de resinas

5 La presente invención se refiere a una composición para la regeneración de resinas, en particular resinas intercambiadoras de cationes usadas en ablandadores de agua. La presente invención se refiere también a un procedimiento para preparar esta composición, así como su uso para el mantenimiento de resinas intercambiadoras de cationes usadas en ablandadores de agua potable.

Los ablandadores de agua son dispositivos que permiten reducir la dureza del agua con una resina intercambiadora de cationes, que reemplaza los iones calcio y/o magnesio presentes en el agua por iones alcalinos como los iones sodio o potasio presentes en la resina.

10 Cuando se consumen todos los iones alcalinos, es necesario regenerar la resina. Se trata de eliminar todos los iones calcio, magnesio y otros cationes fijados en la resina y reemplazarlos por iones alcalinos. Esta etapa se lleva a cabo haciendo pasar sobre la resina un agua saturada de iones alcalinos denominada salmuera.

15 Sin embargo, la regeneración de la resina tiene límites en la medida en que no permite retirar todos los iones calcio, así como ciertas impurezas presentes en el agua que se ha de tratar y, en particular, ciertos iones tales como los iones hierro, aluminio, plomo, cobre o zinc. Estas impurezas deterioran la resina a medida que se acumulan, causando una disminución de la capacidad de la resina para ablandar el agua.

20 En el mercado existen composiciones líquidas o sólidas de regeneración de resinas ablandadoras de agua que comprenden un cloruro de metal alcalino con un agente secuestrante de los iones hierro, tal como ácido cítrico o citratos de metales alcalinos. Algunas de estas composiciones también incluyen agentes detergentes para mejorar la limpieza de la resina por la salmuera de regeneración. Por ejemplo, las Patentes US4540715 y US633121 describen el uso de una mezcla de compuestos de óxidos de alquil-difenilo disulfonados como tensioactivo aniónico.

Los inventores han establecido que una combinación específica de ingredientes permitía obtener una mejora significativa en la regeneración de resinas intercambiadoras de cationes, en particular resinas para ablandadores de agua.

25 La composición según la invención comprende:

- 0,003 a 0,02% en peso de un ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) o de una sal soluble en agua de dicho ácido:



30 en la que R es una cadena alquílica de 3 a 9 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 1 y 9,

- 0,05 a 0,1% en peso de citrato de metal alcalino, y
- más del 98% en peso de un cloruro de metal alcalino,

estando dados los porcentajes en peso en relación con el peso total de la composición.

35 Ventajosamente, R es una cadena alquílica de 4 a 8 átomos de carbono, y más particularmente de 4, 6 u 8 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 1 y 8.

La sal soluble del ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) se elige entre la sal de sodio o de potasio.

Preferiblemente, el ácido alquil-éter-carboxílico está presente en la composición con un contenido de 0,004 a 0,015% en peso, más preferiblemente de 0,005 a 0,01% en peso, y se elige entre el grupo que consiste en el ácido carboxílico capryleth-9, ácido carboxílico capryleth-6, ácido carboxílico buteth-2, ácido carboxílico hexeth-4 o sus mezclas.

40 Esta combinación específica de ingredientes permite obtener una muy buena regeneración de la resina con respecto a los iones calcio y magnesio, al mismo tiempo que mejora notablemente la descontaminación de la resina con respecto a otros iones, en particular los iones plomo, hierro, aluminio, cobre y zinc (véanse los ejemplos 2 a 7). El uso regular de la composición de acuerdo con la invención permite proteger la resina contra su deterioro, mejorar su vida útil y su capacidad de ablandamiento del agua.

45 Preferiblemente, el cloruro de metal alcalino está presente en más del 99% en peso en la composición, preferiblemente en más del 99,5% en peso y se elige entre cloruro de sodio y cloruro de potasio.

Este cloruro de metal alcalino presenta en particular las siguientes características:

- contenido mínimo de compuestos alcalino-térreos, por ejemplo, el contenido de magnesio puede ser inferior a 5 mg/kg o incluso 3 mg/kg y/o el contenido de calcio puede ser inferior a 500 mg/kg, o incluso 250 mg/kg,

- muy bajo contenido de materias insolubles en agua, en particular un contenido inferior a 50 mg/kg, especialmente inferior a 30 mg/kg,
- muy bajo contenido de materias orgánicas oxidables,
- 5 - muy bajo contenido de hierro y cobre, especialmente para evitar el riesgo de ensuciamiento. Por ejemplo, el contenido de hierro puede ser inferior a 3 mg/kg y el contenido de cobre inferior a 2 mg/kg.

Estos contenidos se dan en mg por kg de cloruro de metal alcalino.

En el sentido de la presente invención, el término « muy bajo contenido » significa un contenido inferior o igual a 200 mg/kg, en particular inferior o igual a 100 mg/kg.

- 10 Ventajosamente, el citrato de metal alcalino está presente en la composición con un contenido de 0,055 a 0,095% en peso, preferiblemente de 0,06 a 0,09% en peso y se elige entre citrato de sodio (citrato monosódico, citrato disódico, citrato trisódico y citrato de potasio). Preferiblemente, el citrato de metal alcalino es citrato trisódico dihidratado.

La composición según la invención puede comprender además otros aditivos, tales como agentes de saneamiento o biocidas. Más particularmente, los inventores han observado que un precursor del peróxido de hidrógeno en forma sólida, permitía obtener una acción de saneamiento complementaria.

- 15 Según un modo de realización preferida de la invención, la composición se presenta en forma sólida, en particular en forma de discos, comprimidos, bloques, píldoras, pastillas, compactos, aglomerados o gránulos. Estas formas sólidas se pueden obtener por compresión de la mezcla.

La forma sólida de la composición ofrece varias ventajas, entre las que se encuentran:

- mejora de la conservación de esta composición, en particular con respecto a la forma líquida,
- 20 - una buena homogeneidad,
- una buena seguridad, especialmente con respecto a la ingestión accidental o involuntaria por niños,
- una fácil incorporación de componentes incluso en cantidades muy pequeñas, y
- una fácil dosificación por el usuario.

- 25 La invención describe también un procedimiento para preparar la composición según la invención mezclando más de 98% en peso de un cloruro de metal alcalino con:

- 0,003 a 0,02% en peso de un ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) o de una sal soluble en agua de dicho ácido:



- 30 en la que R es una cadena alquílica de 3 a 9 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 1 y 9, y

- 0,05 a 0,1% en peso de citrato de metal alcalino,

estando dados los porcentajes en peso respecto al peso total de la composición.

- 35 Sin embargo, se ha encontrado que la introducción de una pequeña cantidad de un ingrediente de textura viscosa, tal como el ácido alquil-éter-carboxílico en un cloruro de metal alcalino en polvo es una etapa delicada. Por lo tanto, los inventores han propuesto un procedimiento de dos etapas que permite obtener una dosificación adecuada y una buena homogeneidad de la composición final. Este procedimiento de preparación de dos etapas comprende una primera etapa para preparar una premezcla y luego una segunda etapa para incorporar dicha premezcla en una sal de metal alcalino.

Más particularmente, el procedimiento comprende las siguientes etapas:

- 40 - realización de una premezcla que comprende ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) o una sal soluble en agua de dicho ácido, citrato de metal alcalino, un eventual aditivo y un cloruro de metal alcalino, e
- incorporación de la premezcla en un cloruro de metal alcalino.

- 45 Este procedimiento permite obtener una muy buena homogeneidad. Esta homogeneidad es particularmente importante cuando se desea poner la composición en forma de pastillas. La falta de homogeneidad causa de hecho dificultades durante la formación de pastillas de la composición.

Ventajosamente la premezcla comprende:

- 0,25% a 0,5% en peso de un ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) o de una sal soluble en agua de dicho ácido:



Fórmula (I)

5

en la que R es una cadena alquílica de 3 a 9 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 1 y 9,

- 2,5 a 5% en peso de citrato de metal alcalino, y
- de 90 a 97,25% en peso de un cloruro de metal alcalino,

10 estando dados los porcentajes en peso respecto al peso de la premezcla.

Preferiblemente, la premezcla comprende:

- 0,275% a 0,475%, más preferiblemente 0,3% a 0,45% en peso del ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I),
- 2,75% a 4,75%, más preferiblemente 3% a 4.5% en peso de citrato de metal alcalino, y
- de 92 a 97%, más preferiblemente 94 a 96% en peso de un cloruro de metal alcalino.

15 La premezcla como se ha definido anteriormente está también dentro del alcance de la invención. La invención se refiere también al procedimiento para preparar la premezcla por incorporación y mezclado de los diferentes ingredientes de la premezcla, tales como se han definidos anteriormente y el uso de esta premezcla para la preparación de una composición destinada a la regeneración de resinas intercambiadoras de cationes y en particular las resinas ablandadoras de agua potable.

20 Ventajosamente, durante la segunda etapa, la premezcla se incorpora en un porcentaje en peso de 1 a 10%, preferiblemente de 1 a 8%, más preferiblemente de 1 a 5%, al cloruro de metal alcalino, estando dado el porcentaje en peso respecto al peso total de la composición final así obtenida. La incorporación de la premezcla al cloruro de metal alcalino se lleva a cabo preferiblemente por medio de un mezclador, por ejemplo, por medio de un mezclador de tornillo.

25 Las formas preferidas del ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I), de la sal soluble de dicho ácido, del citrato de metal alcalino y del cloruro de metal alcalino son como se han definido y elegido anteriormente.

Según un modo de realización preferido de la invención, la incorporación de la premezcla va seguida de una etapa de formación de pastillas de la composición final obtenida.

30 La composición según la invención es particularmente adecuada para el mantenimiento de resinas intercambiadoras de cationes y en particular para las resinas ablandadoras de agua potable.

La invención cubre igualmente un procedimiento de regeneración de resinas intercambiadoras de cationes y en particular resinas ablandadoras de agua potable, por disolución de la composición según la invención en agua hasta saturación en NaCl y el paso de este agua sobre la resina que se ha de tratar. Por « saturación en NaCl », se quiere decir el umbral de solubilidad del NaCl en agua, es decir, aproximadamente 350 g de NaCl por litro de agua.

35 - La invención se entenderá mejor leyendo la descripción que sigue, dada únicamente a modo de ejemplo.

Ejemplo 1: Fabricación de una pastilla según la invención

1. Protocolo:

Se preparan varias pastillas aditivadas según la invención:

40 Los ingredientes son: sal refinada (97,5% en peso) y premezcla (2,5% en peso). La premezcla está constituida por sal refinada, 3,25% en peso de citrato de sodio y 0,45% en peso de Akypo® LF 2 (Kao Chemical), lo que permite obtener los siguientes contenidos finales de las pastillas:

- 812,5 ppm de citrato de sodio,
- 112,5 ppm de Akypo® LF 2 (ácido carboxílico polioxietileno(8)-octil-éter, también denominado « ácido carboxílico capryleth-9 », de fórmula $R(OC_2H_4)_8OCH_2COOH$ en la que R es un alquilo de C_8)

45 - cs de NaCl.

Todas las pastillas fabricadas tienen un peso total de 20 g.

En el primer lote, antes de la formación de las pastillas, 2,5% de la premezcla se mezcla homogéneamente con la sal. En el segundo lote, los 2 ingredientes se introducen directamente en el dispositivo formador de pastillas y sucesivamente: una capa de sal, 2,5% de premezcla (o 500 mg) y una capa de sal.

- 5 La formación de pastillas se realiza mediante una prensa de laboratorio, ajustada a una presión de 1 t/cm².

A la salida de la prensa formadora de pastillas, la resistencia de las pastillas se evalúa por un intento de rotura manual por parte de la misma persona, unos segundos después de la salida de la prensa.

2. Resultados:

- 10 Las pastillas fabricadas por capas sucesivas de ingredientes se rompen fácilmente a lo largo de una línea que corresponde al aporte de la premezcla entre las 2 capas de sal.

Por el contrario, las pastillas que tienen la misma composición, pero cuya mezcla es homogénea tienen una excelente resistencia a la rotura.

Conclusión:

- 15 Este ensayo confirma que la buena homogeneidad de la composición que se ha conformar en pastillas es imprescindible para garantizar la fabricación de pastillas sólidas, no solo por la realización previa de una premezcla, sino también por la incorporación homogénea de esta premezcla en la sal que se ha de conformar en pastillas.

Ejemplo 2: Limpieza de una resina cargada con iones calcio (Ca²⁺)

1. Material y método:

- 20 Preparación de la resina (Purolite® C100E): La resina nueva se sumerge durante 48 horas en salmuera saturada, lo que permite eliminar los elementos no deseados eventualmente presentes. Luego se enjuaga con agua tratada por ósmosis para eliminar el NaCl no fijado.

Contaminación de la resina: La contaminación se realiza sumergiendo la resina en una solución en la que se ha disuelto el contaminante. La inmersión dura 1 noche. Para la contaminación con iones calcio, se prepararon 4 L de una solución de 35 g/L.

- 25 Enjuague de la resina: Después de la etapa de remojo, la resina contaminada se enjuaga varias veces con agua tratada por ósmosis hasta que el agua de enjuague no contenga más que trazas de contaminantes.

- 30 Regeneración de la resina: La regeneración se realizó sobre 1 litro de resina y con medio litro de salmuera. De hecho, los ablandadores usan generalmente para la regeneración un volumen de salmuera que es la mitad del volumen de resina que se ha de regenerar. Las salmueras se obtuvieron por disolución de las pastillas en agua, para obtener salmuera saturada con sal, es decir, 315 g de sal (NaCl) por litro de salmuera.

Se sometieron a ensayo las siguientes pastillas:

- un pastilla que comprende solamente NaCl (« pastilla de NaCl »),
- un pastilla System Saver II comercializada con la marca Morton® y que lleva marcado el texto U.S. Patent N° 6,331,261, que comprende NaCl con un agente secuestrante y un agente detergente (« pastilla aditivada ») y,
- 35 - una pastilla según la invención.

La regeneración se realiza mediante un pase ascendente de la salmuera a través de la resina (caudal 0,2 L/min). Después de la regeneración, la salmuera se recupera por tomas de 0,1 L.

Análisis: Las muestras se analizan luego para determinar las concentraciones de contaminantes. La valoración de los iones calcio se realiza por complexometría (con EDTA).

- 40 2. Resultados:

Los resultados del ensuciamiento de la resina después de la contaminación y enjuague se presentan en la tabla 1 siguiente:

Tabla 1:

	Volumen en mL	Ca en g/L	o en peso en g
Líquido sobrenadante:	4400	7,23	31,81
Enjuague 1	3720	1,37	5,10
Enjuague 2	4030	0,175	0,71
Enjuague 3	3900	0,018	0,07
Enjuague 4	3900	0,003	0,01
TOTAL			37,70
Peso de Ca captado por toda la resina			102,30

Los resultados de la regeneración se indican en la tabla 2 siguiente:

5

Tabla 2:

Nº de muestra	Tratamiento con salmuera (L)	Acumulación en volumen	Pastilla de NaCl		Pastilla aditivada		Pastilla de la invención	
			Ca en g/L	Masa de Ca en g	Ca en g/L	Masa de Ca en g	Ca en g/L	Masa de Ca en g
1	0,1	0,1	1,19	0,119	1,86	0,186	1,3	0,13
2	0,1	0,2	3,7	0,37	5,74	0,574	5,26	0,526
3	0,1	0,3	6,27	0,627	12,06	1,206	8,81	0,881
4	0,1	0,4	8,24	0,824	10,62	1,062	9,26	0,926
5	0,1	0,5	8,66	0,866	6,58	0,658	9,11	0,911
Suma				2,806		3,686		3,374

Conclusión:

10 Con respecto a la limpieza de iones calcio de la resina, la eficacia de la pastilla según la invención es significativamente mejor que la de la pastilla de NaCl puro (aproximadamente 20% más de eficacia). Sin embargo, su eficacia es ligeramente inferior a la de la pastilla aditivada (aproximadamente 8,5% menos de eficacia).

Ejemplo 3: Limpieza de una resina cargada con iones aluminio (Al³⁺)

1. Material y método:

Se procede como en el ejemplo 2.

Para la contaminación con iones aluminio, se prepararon 3L de solución con 5 g/L.

15 La valoración de los iones aluminio se realizó por espectrometría de absorción atómica en llama.

2. Resultados:

Los resultados del ensuciamiento de la resina después de la contaminación y enjuague se presentan en la tabla 3 siguiente:

Tabla 3:

	Volumen en mL	Al en mg/L	o en peso en mg
Líquido sobrenadante:	2980	162,94	485,56
Enjuague 1	2980	27,65	82,40
Enjuague 2	3040	19,71	59,92
Enjuague 3	3040	9,85	29,94
Enjuague 4	3020	8,38	25,31
TOTAL			683,13
Peso de Al captado por toda la resina			14316,87

Los resultados de la regeneración están recogidos en la tabla 4 siguiente:

Tabla 4:

Nº de muestra	Tratamiento con salmuera (L)	Acumulación en volumen	Pastilla de NaCl		Pastilla aditivada		Pastilla de la invención	
			Al en mg/L	Masa de Al en mg	Al en mg/L	Masa de Al en mg	Al en mg/L	Masa de Al en mg
1	0,1	0,1	98,7	9,87	55,7	5,57	8,74	0,874
2	0,1	0,2	196,3	19,63	146,1	14,61	125,4	12,54
3	0,1	0,3	819,7	81,97	730,4	73,04	2330,9	233,09
4	0,1	0,4	1623,5	162,35	1475,8	147,58	2600,8	260,08
5	0,1	0,5	2565,6	256,56	4024,8	402,48	2893,7	289,37
Suma				530,38		643,28		795,954

5

Conclusión:

Con respecto a la limpieza de iones aluminio de la resina, la eficacia de la pastilla según la invención es significativamente mejor que la de la pastilla de NaCl puro (más de 50% de eficacia) y la de la pastilla aditivada (más de 20% de eficacia).

10 **Ejemplo 4: Limpieza de una resina cargada con iones plomo (Pb²⁺)**

1. Material y método:

Se procede como en el ejemplo 2.

Para la contaminación con iones plomo, se prepararon 3 L de solución con 5 g/L.

La valoración de los iones plomo se realizó por espectrometría de absorción atómica en llama.

15 **2. Resultados:**

Los resultados del ensuciamiento de la resina después de la contaminación y enjuague se recogen en la tabla 5 siguiente:

Tabla 5:

	Volumen en mL	Pb en mg/L	o en peso en mg
Líquido sobrenadante:	2900	325,1	942,79
Enjuague 1	2940	43,7	128,48
Enjuague 2	2960	3,95	11,69
Enjuague 3	3040	2,78	8,45
Enjuague 4	3000	1,64	4,92
TOTAL			1096,33
Peso de Pb captado por toda la resina			13903,67

Los resultados de la regeneración se indican en la tabla 6 siguiente:

5

Tabla 6:

Nº de muestra	Tratamiento con salmuera (L)	Acumulación en volumen	Pastilla de NaCl		Pastilla aditivada		Pastilla de la invención	
			Pb en mg/L	Masa de Pb en mg	Pb en mg/L	Masa de Pb en mg	Pb en mg/L	Masa de Pb en mg
1	0,1	0,1	85,2	8,52	193,8	19,38	361,7	36,17
2	0,1	0,2	124,1	12,41	439,5	43,95	498,1	49,81
3	0,1	0,3	185,7	18,57	2869,4	286,94	1982,7	198,27
4	0,1	0,4	2014,6	201,46	4536	453,6	5755,6	575,56
5	0,1	0,5	3182,4	318,24	3847,4	384,74	4549,6	454,96
Suma				559,2		1188,61		1314,77

Conclusión:

En lo que respecta a la limpieza de iones plomo de la resina, la eficacia de la pastilla según la invención es superior a la de la pastilla de NaCl puro (aproximadamente 135% más de eficacia) y a la de la pastilla aditivada (aproximadamente 10% más de eficacia).

10

Ejemplo 5: Limpieza de una resina cargada con iones hierro (Fe²⁺)

1. Material y método:

Se procede como en el ejemplo 2.

Para la contaminación con iones hierro, se prepararon 3 L de solución con 5 g/L.

15

La valoración de los iones hierro se realizó por espectrometría de absorción atómica en llama.

2. Resultados:

Los resultados del ensuciamiento de la resina después de la contaminación y enjuague se presentan en la tabla 7 siguiente:

Tabla 7:

	Volumen en mL	Fe en mg/L	o en peso en mg
Líquido sobrenadante:	2780	327,4	910,17
Enjuague 1	3000	43,6	130,80
Enjuague 2	2960	8,41	24,89
Enjuague 3	2980	1,77	5,27
Enjuague 4	2960	0,124	0,37
TOTAL			1071,51
Peso de Fe captado por toda la resina			13928,50

Los resultados de la regeneración se indican en la tabla 8 siguiente:

Tabla 8:

Nº de muestra	Tratamiento con salmuera (L)	Acumulación en volumen	Pastilla de NaCl		Pastilla aditivada		Pastilla de la invención	
			Fe en mg/L	Masa de Fe en mg	Fe en mg/L	Masa de Fe en mg	Fe en mg/L	Masa de Fe en mg
1	0,1	0,1	50,1	5,01	60	6	20,5	2,05
2	0,1	0,2	68,3	6,83	69,5	6,95	185	18,5
3	0,1	0,3	109,4	10,94	114,9	11,49	288	28,8
4	0,1	0,4	378,4	37,84	484,9	48,49	815,4	81,54
5	0,1	0,5	2233	223,3	2322	232,2	2535	253,5
Suma				283,92		305,13		384,39

5

Conclusión:

Con respecto a la limpieza de los iones hierro de la resina, la eficacia de la pastilla según la invención es superior a la de la pastilla de NaCl puro (aproximadamente 35% más de eficacia) y a la de la pastilla aditivada (más de 25% de eficacia).

10 **Ejemplo 6: Limpieza de una resina cargada con iones cobre (Cu²⁺)**

1. Material y método:

Se procede como en el ejemplo 2.

Para la contaminación con iones cobre, se prepararon 4 L de solución con 5 g/L.

La valoración de los iones cobre se realizó por espectrometría de absorción atómica en llama.

15 **2. Resultados:**

Los resultados del ensuciamiento de la resina después de la contaminación y enjuague se recogen en la tabla 9 siguiente:

Tabla 9:

	Volumen en mL	Cu en mg/L	o en peso en mg
Líquido sobrenadante:	4000	80	320,00
Enjuague 1	2940	10,71	31,49
Enjuague 2	3060	1,11	3,40
Enjuague 3	3000	0,06	0,18
Enjuague 4	3040	0	0,00
TOTAL			355,06
Peso de Cu captado por toda la resina			19644,94

Los resultados de la regeneración se indican en la tabla 10 siguiente:

Tabla 10:

Nº de muestra	Tratamiento con salmuera (L)	Acumulación en volumen	Pastilla de NaCl		Pastilla aditivada		Pastilla de la invención	
			Cu en mg/L	Masa de Cu en mg	Cu en mg/L	Masa de Cu en mg	Cu en mg/L	Masa de Cu en mg
1	0,1	0,1	9,9	1,0	0,73	0,1	0,27	0,0
2	0,1	0,2	14,4	1,4	2,77	0,3	0,5	0,1
3	0,1	0,3	46,7	4,5	340,8	31,8	3,73	0,4
4	0,1	0,4	694,8	67,7	988,1	92,3	651,3	70,7
5	0,1	0,5	340,8	33,2	2071,5	193,4	2452,3	266,3
Suma				107,8		317,8		337,6

5

Conclusión:

Con respecto a la limpieza de los iones cobre de la resina, la eficacia de la pastilla según la invención es muy superior a la de la pastilla de NaCl puro (más de 210% de eficacia) y ligeramente superior a la de la pastilla aditivada (más de 6% de eficacia).

10 Ejemplo 7: Limpieza de una resina cargada con iones zinc (Zn^{2+})

1. Material y método:

Se procede como en el ejemplo 2

Para la contaminación con iones zinc se prepararon 4 L de solución con 5 g/L.

La valoración de los iones zinc se realizó por espectrometría de absorción atómica en llama.

15 2. Resultados:

Los resultados del ensuciamiento de la resina después de la contaminación y enjuague se recogen en la tabla 11 siguiente:

ES 2 741 156 T3

Tabla 11:

	Volumen en mL	Zn en mg/L	o en peso en mg
Líquido sobrenadante:	3920	174,5	684,04
Enjuague 1	2920	20,8	60,74
Enjuague 2	3000	2,87	8,61
Enjuague 3	3140	0,38	1,19
Enjuague 4	3000	0,21	0,63
TOTAL			755,21
Peso de Zn captado por toda la resina			19244,79

Los resultados de la regeneración se indican en la tabla 12 siguiente:

Tabla 12:

Nº de muestra	Tratamiento con salmuera (L)	Acumulación en volumen	Pastilla NaCl		Pastilla aditivada		Pastilla de la invención	
			Zn en mg/L	Masa de Zn en mg	Zn en mg/L	Masa de Zn en mg	Zn en mg/L	Masa de Zn en mg
1	0,1	0,1	10,4	1,1	16,4	1,5	1934	186,7
2	0,1	0,2	35,9	3,7	17,8	1,6	2018,6	194,8
3	0,1	0,3	377,7	38,9	26,3	2,4	1936,7	186,9
4	0,1	0,4	751,4	77,4	88,2	8,1	1867	180,2
5	0,1	0,5	1408,7	145,0	876,8	80,1	1832,8	176,9
Suma				266,0		93,7		925,4

Conclusión:

Con respecto a la limpieza de los iones zinc de la resina, la eficacia de la pastilla según la invención es muy superior a la de la pastilla de NaCl puro (más de 245% de eficacia) y a la de la pastilla aditivada (más de 885% de eficacia).

REIVINDICACIONES

1. Composición que comprende:

- 0,003 a 0,02% en peso de un ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) o de una sal soluble en agua de dicho ácido:



en la que R es una cadena alquílica de 3 a 9 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 1 y 9,

- 0,05 a 0,1% en peso de citrato de metal alcalino, y
- más del 98% en peso de un cloruro de metal alcalino,

estando dados los porcentajes en peso en relación con el peso de la composición.

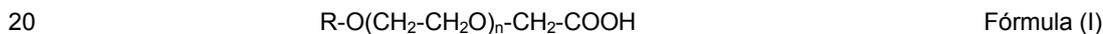
10 2. Composición según la reivindicación 1, en la que el ácido alquil-éter-carboxílico se elige entre el grupo constituido por ácido carboxílico capryleth-9, ácido carboxílico capryleth-6, ácido carboxílico buteth-2, ácido carboxílico hexeth-4 o sus mezclas

3. Composición según la reivindicación 1 o 2, en la que el cloruro de metal alcalino es cloruro de sodio y el citrato de metal alcalino es citrato de sodio.

15 4. Composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en forma sólida y en particular en forma de pastillas, discos, comprimidos o bloques.

5. Premezcla que comprende:

- 0,25% a 0,5% en peso de un ácido-alquil-éter carboxílico de fórmula (I) o de una sal soluble en agua de dicho ácido:



en la que R es una cadena alquílica de 3 a 9 átomos de carbono y n es un número entero comprendido entre 1 y 9,

- 2,5 a 5% en peso de citrato de metal alcalino, y
- de 90 a 97,25% en peso de un cloruro de metal alcalino,

25 estando dados los porcentajes en peso respecto al peso de la premezcla.

6. Procedimiento para la preparación de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, que comprende las etapas:

- realización de una premezcla que comprende el ácido alquil-éter-carboxílico de fórmula (I) o una sal soluble en agua de dicho ácido, citrato de metal alcalino, un eventual aditivo y un cloruro de metal alcalino e

30 - incorporación de la premezcla en un cloruro de metal alcalino.

7. Procedimiento según la reivindicación 6, en el que se realiza una premezcla según la reivindicación 5.

8. Procedimiento según la reivindicación 6 o 7, en el que la premezcla se incorpora en un porcentaje en peso de 1 a 10% al cloruro de metal alcalino, estando dado el porcentaje en peso respecto al peso total de la composición.

35 9. Uso de la composición según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, para el mantenimiento de resinas intercambiadoras de cationes, en particular para las resinas ablandadoras de agua potable.