

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 989 634**

51 Int. Cl.:

C02F 1/52 (2013.01)

C02F 103/32 (2006.01)

C02F 103/34 (2006.01)

C02F 103/36 (2006.01)

C02F 103/30 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **17.12.2020** **E 20383107 (8)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **16.10.2024** **EP 4015465**

54 Título: **Agente coagulante de origen vegetal para el tratamiento de aguas**

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
27.11.2024

73 Titular/es:

SERVYECO IBERIA, S.L. (100.0%)
Carretera Castellón-Alcora, KM. 19,5
12110 Alcora Castellón, ES

72 Inventor/es:

CABEZA MARTINEZ, JOSÉ FRANCISCO y
FORNER MATEO, DIEGO

74 Agente/Representante:

PONS ARIÑO, Ángel

ES 2 989 634 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

Agente coagulante de origen vegetal para el tratamiento de aguas

5 La presente invención se refiere a un coagulante en base de extracto de *Acacia mearnsii*, su método de producción, su uso, y su método de aplicación para el tratamiento de aguas tal y como se describen en las reivindicaciones independientes 1, 4, 7 y 10 respectivamente. Además, se describen realizaciones preferidas en las reivindicaciones dependientes 2-3, 5-6, 8-9, 11-12.

10 Estado de la técnica

Los taninos son compuestos fenólicos que abundan en extractos de plantas y frutos y pueden subdividirse en hidrolizables y condensados, según su estructura. Los extractos de tanino hidrolizables son los que en presencia de ácidos fuertes en caliente se hidrolizan en glucosa y en ácido elágico o ácido gálico. Los extractos de tanino condensados son una mezcla compleja de aproximadamente 70% de poliflavonoides. La unidad flavonoide principal presente en el tanino de acacia, un extracto de corteza de mimosa, forma oligómeros de dos a once unidades por autocondensación en las posiciones 4 y 6.

Estos taninos naturales pueden clasificarse en los taninos "hidrolizables" tradicionales y los "taninos condensados", como lo describe A. Pizzi en "Condensed Tannins for Adhesives", Ind. Ing. Chem. Pinchar. Res. Dev. 1982, 21, 359-369. Los extractos de taninos condensados son los elaborados a partir de la corteza del árbol de acacia negra (o tanino de mimosa de comercio), de la madera del árbol quebracho, de la corteza del árbol de cicuta, y de la corteza de varias especies de pinos de uso común.

Los extractos de taninos condensados, como el zarzo y el quebracho, están compuestos por aproximadamente 70% de taninos polifenólicos, 20% a 25% de no taninos, principalmente azúcares simples y carbohidratos poliméricos (gomas hidrocoloides), estos últimos constituyen del 3% al 6% del extracto, y contribuyen en gran medida a la viscosidad del extracto, mientras que el equilibrio se explica por un bajo porcentaje de humedad. Aunque se desconoce la estructura exacta, se cree que el patrón polifenólico principal en los taninos de quebracho está representado por análogos de flavonoides basados en anillos de resorcinol A y pirogalol B.

En la actualidad se han descrito varios procesos de obtención de coagulantes derivados de *Acacia mearnsii*. Así, la patente americana US6478986B1 se refiere a un proceso de fabricación de un tanato cuaternario como agente coagulante/floculante utilizando como materia prima el tanino de pirocatequina, que es un extracto de la corteza de *Acacia mearnsii* que actúa como nucleófilo frente a un sistema electrófilo, con productos de reacción de un aldehído que reacciona con aminas (reacción de Mannich). Este agente floculante se utiliza para tratar el agua potable y el agua utilizada en la industria, a través de sistemas de tratamiento físico químico por decantación o flotación. El contenido en material activa de este agente coagulante/floculante se encuentra en el rango del 36 al 40%.

Por su parte, la solicitud US4558080 describe un proceso de obtención de una solución floculante acuosa que contiene un compuesto polimérico a base de tanino que no gelifica y que permanece estable durante un período de varios meses, y un contenido de sólidos del 29 al 40%.

Finalmente, la solicitud US5659002 se refiere a un proceso para sintetizar polímeros de tanino Mannich alquilado y al uso de estos polímeros en un proceso para eliminar contaminantes de color de las aguas residuales. Documentos adicionales relevantes son US6478986B1, BRPI0500471A, WO2014/209318A1.

A pesar de describir agentes coagulantes, ninguna de estas invenciones describe un proceso a nivel industrial y, por otro lado, presentan importantes limitaciones como, por ejemplo:

- 50 - Su contenido en formol residual se encuentra comprendido entre 0,3 y 0,8 ppm, lo que los hace un producto peligroso y representan un riesgo importante para las personas durante su manipulación, limitando su aplicación e incrementando los costes asociados al transporte y la gestión de residuos;
- Una eficiencia coagulante reducida en el tratamiento de diferentes aguas residuales y potables;
- 55 - Limitaciones técnicas durante la producción, control de calidad, aplicación y estabilidad.

Por último, además de los productos naturales descritos en los anteriores documentos, las sales inorgánicas utilizadas comúnmente como coagulantes en tratamientos físico-químicos de aguas residuales y potables, como el cloruro férrico o el policloruro de aluminio, aportan gran cantidad de sales y elevadas concentraciones de metales al agua depurada y al fango generado. Esto incrementa los costes de gestión y vertido de fango y agua.

60 Descripción de la invención

En la presente invención se ha desarrollado un coagulante en base tanino que presenta una eficiencia y estabilidad superior a los coagulantes similares fabricados hasta el momento. Comparado con otros coagulantes de la misma naturaleza presentes en el mercado, el producto de la invención incrementa la eficiencia de separación de partículas,

tanto flotadas como decantadas, reduciendo la dosis necesaria de trabajo. Por otro lado, tiene un tiempo de vida mínimo de 12 meses, doblando el periodo de estabilidad de otros coagulantes parecidos.

5 Por otro lado, el producto coagulante de la presente invención presenta unos valores de formol residual menores a los presentes en los agentes coagulantes descritos hasta la fecha, y está libre de metales como hierro o aluminio en su estructura, reduciendo enormemente el aporte de sales y conductividad al agua tratada y al fango resultante, a diferencia de los coagulantes inorgánicos.

10 Para la preparación del producto coagulante de la invención, el extracto de *Acacia mearnsii* (taninos) se someten a aminometilación de Mannich por reacción con un aldehído (formaldehído) y una amina (monoetanolamina). El polímero resultante posee un mayor peso molecular debido al entrecruzamiento de formaldehído y la base de Mannich, y también posee un carácter anfófilo debido a la presencia de aminas catiónicas y fenoles aniónicos en los polímeros. Como resultado de esta naturaleza anfófila, estos polímeros son altamente solubles en agua a pH extremos.

15 Por lo tanto, un primer aspecto de la invención se refiere a un agente coagulante caracterizado por estar libre de contenido en metales y por presentar un contenido en material activo del 28 al 32% en peso obtenido a partir de la polimerización de un extracto de *Acacia mearnsii*, un compuesto amino y un aldehído, donde la adición del extracto de *Acacia mearnsii* sobre la dilución del compuesto amino en agua se lleva a cabo hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 3:1 y 2,5:1 y donde la adición de aldehído se lleva a cabo hasta alcanzar una
20 relación con respecto al compuesto amino de entre 1,5:1 y 1:1.

Según la invención, el compuesto amino se selecciona de entre monoetanolamina, metilamina, dimetilamina, y trietilamina, o cualquiera de sus combinaciones. En una realización preferida el compuesto amino es monoetanolamina.

25 Según la invención, el aldehído se selecciona de entre formaldehído y acetaldehído. En una realización preferida el aldehído es formaldehído.

30 En la presente invención el "extracto de *Acacia mearnsii*", con número CAS 68911-60-4, consiste en extractos y sus derivados modificados físicamente como tinturas, aceites esenciales, oleorresinas, terpenos, fracciones libres de terpenos, destilados, residuos, etc., obtenidos de *Acacia mearnsii*, Leguminosae.

35 En la presente invención el término "material activo" se refiere al contenido total de sólidos en el agente coagulante. Estos sólidos resultan de la polimerización del extracto de *Acacia mearnsii* con un compuesto amino y un aldehído en las condiciones indicadas anteriormente.

Un segundo aspecto de la invención se refiere a un método de obtención de un agente coagulante caracterizado por estar libre de contenido en metales y por presentar un contenido en material activo del 28 al 32%, que comprende las siguientes etapas:

- 40 i) dilución de un compuesto amino en agua a una temperatura de entre 20°C y 30°C;
ii) adición del extracto de *Acacia mearnsii* hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 3:1 y 2,5:1;
iii) calentamiento de la mezcla procedente de la etapa (ii) hasta alcanzar una temperatura de entre 20 y 40 °C;
45 iv) adición de aldehído hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 1,5:1 y 1:1;
v) agitación de la mezcla procedente de la etapa (iv) a una temperatura comprendida entre 40 y 50°C durante un periodo de tiempo de entre 30 y 60 minutos;
vi) ajuste del pH de la mezcla anterior hasta alcanzar valores de entre 1,5 y 1,7;
vii) agitación de la mezcla procedente de la etapa (vi) a una temperatura de entre 45 y 55 °C durante un periodo de tiempo de entre 50 y 70 minutos; y
50 viii) enfriamiento de la mezcla procedente de la etapa (vii) hasta una temperatura comprendida entre 25 y 40°C.

Según la invención, el compuesto amino se selecciona de entre monoetanolamina, metilamina, dimetilamina, y trietilamina, o cualquiera de sus combinaciones. En una realización preferida el compuesto amino es monoetanolamina.

55 Según la invención, el aldehído se selecciona de entre formaldehído y acetaldehído. En una realización preferida el aldehído es formaldehído.

60 Por otro lado, el coagulante natural sintetizado en la presente invención presenta una elevada efectividad en el tratamiento de agua residual y potable a través de proceso de decantación, flotación y recirculación del agua. Particularmente, cuando el contenido de aceites y grasas es muy alto, su eficacia es óptima en sistemas de flotación.

Un tercer aspecto de la invención es el uso del agente coagulante tal y como se ha descrito anteriormente para el tratamiento de aguas residuales.

65

En un método, las aguas residuales pueden ser de origen urbano, agroalimentario, textil, cartón, automoción, construcción, gestión de reciclaje, químico, petroquímico y farmacéutico.

5 En otro método, el coagulante de la invención se usa para el tratamiento de aguas con un contenido en aceites e hidrocarburos superior a 1500 ppm.

El coagulante de la invención presenta un estado líquido por lo que se puede aplicar directamente o diluido obteniendo óptimos resultados.

10 Los resultados se aprecian de forma visual debido a los valores de turbidez obtenidos en la transparencia del agua tratada. Este coagulante tiene un rango de pH de trabajo efectivo muy amplio, ofreciendo una eficiencia coagulante del 100% entre valores de pH de 4 a 10. Por el contrario, otros coagulantes tradicionales requieren un ajuste exhaustivo de pH, utilizando productos adicionales como ácido clorhídrico y/o hidróxido sódico que encarecen el proceso de tratamiento y aportan contaminantes adicionales al agua.

15 Un aspecto adicional de la invención se refiere a un método de tratamiento de aguas residuales que comprende agregar el agente coagulante de la invención sobre aguas residuales con un pH comprendido entre 4 y 10.

20 En un método, las aguas residuales pueden ser de origen urbano, agroalimentario, textil, cartón, automoción, construcción, gestión de reciclaje, químico, petroquímico y farmacéutico.

En otro método, las aguas residuales presentan un contenido en aceites e hidrocarburos superior a 1500 ppm.

25 En un método adicional, el agente coagulante se añade a las aguas residuales bajo agitación y usando bombas dosificadoras para su aplicación.

En definitiva, el agente coagulante sintetizado es altamente respetuoso con el medio ambiente, gracias a su elevado grado de biodegradabilidad y a no incorporar agentes inorgánicos al no requerir de un ajuste del pH con ácidos o bases inorgánicos. Además, otras ventajas son:

- 30 • Presenta una mayor eficiencia frente a otros coagulantes naturales o inorgánicos tradicionales.
- No aporta sales, por lo que no se incrementa la conductividad del efluente, favoreciendo la reutilización del agua.
- Es un producto 100% eficaz en un rango de pH 4-10.
- 35 • Contiene un valor residual de formol inferior a los presentes en los agentes coagulantes descritos en el estado del arte, confiriendo un carácter no peligroso al agente coagulante de la invención.
- Tras su adición en el agua no modifica su pH, por lo que no es necesario utilizar productos alcalinizantes adicionales como hidróxido sódico o cálcico.
- 40 • Disminuye el coste del tratamiento, evitando la utilización de sosa o cal, disminuyendo o eliminando el uso de floculantes, mejorando la calidad del clarificado y/o reduciendo los costes derivados de la gestión de residuos.
- El coagulante natural es más seguro para las personas, ya que no es corrosivo ni peligroso para la salud.
- No aporta metales ni al agua ni al fango, favoreciendo la valorización del fango para uso agrícola.
- Es respetuoso con el medioambiente, ya que está compuesto de sustratos naturales y sostenibles en todo su ciclo de vida.
- 45 • Este producto evita el desgaste de la instalación y maquinaria, resultando en menores costes de mantenimiento.
- Su uso como coagulante produce menores volúmenes de fangos, siendo menos tóxico y por tanto más económico de gestionar.

50 A lo largo de la descripción y las reivindicaciones la palabra "comprende" y sus variantes no pretenden excluir otras características técnicas, aditivos, componentes o pasos. Para los expertos en la materia, otros objetos, ventajas y características de la invención se desprenderán en parte de la descripción y en parte de la práctica de la invención. Los siguientes ejemplos se proporcionan a modo de ilustración, y no se pretende que sean limitativos de la presente invención.

55 Ejemplos

A continuación, se ilustrará la invención mediante unos ensayos realizados por los inventores, que ponen de manifiesto la efectividad del producto de la invención.

60 Ejemplo 1. Procedimiento de obtención del agente coagulante de la invención

Para la preparación del agente coagulante de la invención se llevaron a cabo las siguientes etapas:

1. El reactor se carga con 1843 Kg de agua y se calienta a 23°C.

2. Se dosifican lentamente 325 Kg de etanolamina (CAS 141-43-5), con el equipo de dosificación automática y la agitación en funcionamiento, subiendo la temperatura a 28°C por medio del sistema de calentamiento del reactor.
3. Se deja bajo agitación durante 40 minutos.
4. Se agrega el extracto de *Acacia mearnsii* (CAS 68911-60-4), 900 Kg, alcanzando así una temperatura de 31°C.
5. Se deja bajo agitación durante 15 minutos, aumentando la temperatura a 35 °C.
6. El formaldehído (CAS 50-00-0) se agrega lentamente (425 Kg), por medio de un equipo de dosificación, con el reactor perfectamente cerrado. Se produce una reacción exotérmica, que alcanza una temperatura entre 48 y 50 °C.
7. Esta temperatura debe mantenerse durante 40 minutos con el sistema de agitación en marcha.
8. A continuación, el ácido clorhídrico (CAS 7647-01-0) se incorpora con su equipo de dosificación (585 Kg). En esta fase la temperatura aumenta a 55-57 °C.
9. La temperatura se reduce hasta 50 °C durante una hora, enfriando el equipo.
10. Reducción en la temperatura de reacción hasta aproximadamente 40-42 °C.

Ejemplo 2. Síntesis de agentes coagulantes conocidos (US4558080A y US5659002A)

A continuación, se detallan los procedimientos de fabricación de otros agentes coagulantes ya conocidos en el estado del arte y llevados a cabo a escala de laboratorio, con el objeto de determinar su viabilidad técnica y la eficiencia coagulante real a partir del tratamiento físico-químico de muestras de agua residual problema provenientes de diversos sectores industriales.

A. Producción del agente coagulante descrito en US4558080A

Se colocan 130,75 g de agua y 125,75 g de extracto de *Acacia mearnsii* en un vaso de precipitados de 2 L y se calienta una placa termostata a 55 °C con agitación. Una vez alcanzada la temperatura, se para la calefacción y se añaden 0,15 g de antiespumante silicónico y 47,67 g de monoetanolamina (MEA). Después, se calienta a 55 °C y, una vez alcanzada dicha temperatura, se añaden 80 g de ácido clorhídrico, comprobando que el pH se encuentra entre 6,4 - 6,7. En caso de ser superior, se añade gota a gota ácido clorhídrico hasta alcanzar dicho pH. Si el pH es inferior, se añade gota a gota MEA hasta alcanzar dicho intervalo de pH. Tras esto, se calienta a 60 °C y se añade poco a poco 62,7 g de formol procurando no sobrepasar los 80 °C, punto en que empieza la reacción. A continuación, se mantiene la temperatura a 80 °C y se mide la viscosidad en caliente hasta que alcance los 38 - 40 cPs. En ese punto, se añaden 45,20 g de agua fría para enfriar y 7,8 g de ácido clorhídrico. Finalmente, se deja enfriar a temperatura ambiente. El pH final se encuentra alrededor de 2,4 y la viscosidad en 250 cPs aproximadamente, alcanzada la temperatura ambiente.

Teóricamente, el producto final tiene un contenido en sólidos cercano al 40%. Sin embargo, se detectan las siguientes limitaciones:

- La temperatura óptima de trabajo es de 80 °C, mucho mayor que la propuesta en nuestro procedimiento. Esto conlleva un incremento en el consumo energético muy importante, representando una clara desventaja técnica en el proceso de fabricación propuesto en esta patente.
- A pesar de tener un contenido en sólidos más elevado la eficiencia coagulante del producto final es menor que la eficiencia del producto desarrollado por SERVYECO, reduciendo su viabilidad técnica durante la aplicación.

Estos resultados experimentales, aparecen detallados a continuación.

B. Producción del agente coagulante descrito en US5659002A

A un reactor de un litro se añaden 84,6 g de agua desionizada y 0,1 g de antiespumante silicónico. Manteniendo una agitación rápida, se añaden lentamente 73,4 g de extracto de *Acacia Mearnsii*. La mezcla resultante se deja agitar durante 30 minutos para facilitar la disolución del sólido. Luego, se dosifican 54,2 g de etanolamina durante 15 minutos, de forma que la temperatura de reacción no exceda los 40 °C. Posteriormente, se dosifican 71,3 g de una solución acuosa al 37% de formaldehído a lo largo de 30 minutos, de manera que la temperatura de reacción no exceda los 65 °C. Después de agitar durante 15 minutos más, el pH de la reacción se ajusta a 7,5 mediante la adición lenta y cuidadosa de ácido clorhídrico (aproximadamente 20 g de una solución acuosa al 38%). Tras esto, la mezcla de reacción se calienta a 75 °C y se agita durante 3 horas más. A continuación, se mantiene la reacción hasta que una alícuota de la mezcla, ajustada a pH 2-3 con ácido clorhídrico concentrado, alcance una viscosidad cercana a 125 centipoises. En este punto, el producto de reacción se diluye con agua desionizada hasta alcanzar un 29% de sólidos totales.

Tras seguir los procedimientos de fabricación descritos, se detectan las siguientes limitaciones técnicas:

- La capacidad de disolución del polvo de extracto de *Acacia Mearnsii* es muy limitada en el agua a temperatura ambiente, incrementando el tiempo de agitación descrito de 30 minutos a más de 60.
- El producto final (29% de sólidos totales) se separa en dos fases claramente diferenciadas tras sólo 24 horas a temperatura ambiente. Esto dificulta en gran medida su aplicación, puesto que necesita una agitación prácticamente constante durante su dosificación en estaciones depuradoras de aguas residuales. Además, tras sólo 6 días de almacenaje el producto incrementó su viscosidad hasta gelificar, haciendo imposible su aplicación.

- El producto resultante, previo a la dilución acuosa, presenta una viscosidad muy elevada (cercana a 2.500 centipoises, incluso a 75 °C), lo cual dificulta enormemente su agitación y posterior dilución y envasado.
- La temperatura de reacción propuesta es de 75 °C y el tiempo de reacción es de 3 horas. Ambos valores son muy superiores a los definidos en el procedimiento de obtención del agente coagulante de la invención. Esto conlleva un incremento en el consumo energético muy importante, representando una clara desventaja técnica en el proceso de fabricación propuesto en esta patente.

Ejemplo 3. Detección del contenido en metales

La determinación de metales se llevó a cabo mediante espectrofotometría de absorción atómica con llama de los siguientes metales (como metal, metal disuelto y metal total) en aguas continentales y aguas residuales: Fe, Zn, Cr, Al, Pb, Cu, Co, Mn, Ni y Cd, cuando se encuentren en concentraciones entre el límite de cuantificación definido en la siguiente tabla y 1000 mg/l. Este procedimiento de análisis se basa en el "Standard Methods for the examination of water and wastewater" 21th Edition 2005, 3111 B.

Elemento	Límite de cuantificación (mg/L)
Fe	0,1
Zn	0,2
Pb	0,2
Cr	0,1
Al	0,5
Ca	0,2
Mg	0,1
Cu	0,2
Co	0,06
Mn	0,1
Ni	0,2
Cd	0,1

Las muestras se preparan en función de la especie. En todos los casos, finalizado el proceso de preparación, se dispondrá de una muestra líquida exenta de sólidos en suspensión o turbidez, que será la alícuota de muestra que queda lista para medir.

Una vez medidos los patrones de calibración y establecida la relación de Absorbancia – concentración que da como resultado la curva de calibrado–, se introduce el capilar de aspiración en agua destilada con nítrico al 1% aprox. para su limpieza. Posteriormente, el programa seguirá demandando muestras en función de la secuencia de muestras introducida en el mismo. La primera muestra a medir será, habitualmente, una muestra control y a continuación, el resto de muestras. Tanto los datos relativos a los patrones como los de las muestras se introducen en el método correspondiente que automáticamente registra y almacena datos de absorbancia y concentración. Entre muestra y muestra el capilar se introduce en agua destilada con nítrico al 1% para su limpieza.

Como resultado del análisis, se observa que el nuevo producto desarrollado carece de metales en su formulación. Esto quiere decir que los valores de metales como aluminio o hierro están por debajo del límite de detección. Sin embargo, los agentes coagulantes conocidos sintetizados en el Ejemplo 2, que se usan en la mayoría de formulaciones comerciales, a pesar de basarse fundamentalmente en coagulantes de origen natural de extracto de *Acacia mearnsii*, contienen también aditivos basados en sales inorgánicas que le aportan grandes cantidades de metales, como aluminio. Por ello, los valores presentes de este metal en estos productos comerciales varían entre 300 y 3.000 ppm.

Adicionalmente, las sales inorgánicas utilizadas comúnmente como coagulantes en tratamientos físico-químicos de aguas residuales y potables, como cloruro férrico o policloruro de aluminio, aportan gran cantidad de sales y elevadas concentraciones de metales al agua depurada y al fango generado. Esto incrementa los costes de gestión y vertido de fango y agua.

Ejemplo 4. Detección de formol residual

El procedimiento de análisis empleado para detectar estos valores de formol residual en las muestras analizadas se ha basado en el método estándar ASTM D5910-96 (American Society for Testing and Materials) y en el método de la EPA (United States Environmental Protection Agency) número 1667, Revisión A (Formaldehyde, Isobutylaldehyde, and Furfural by Derivatization Followed by High Performance Liquid Chromatography).

A partir de ellos, el método empleado se basa en la formación de un derivado con el reactivo Dinitrofenilhidracina (DNPH) y posterior análisis cromatográfico midiendo a 360 nm en un tiempo comprendido entre 60 y 120 minutos tras

la formación del derivado. En este sentido, la dilución previa adecuada del producto a analizar da lugar al derivado del formaldehído libre con la DNPH para su posterior determinación.

El valor residual de formol en el coagulante de la invención ha resultado inferior a 0,1 ppm, confiriendo un carácter no peligroso al agente coagulante de la invención. Al analizar el valor de formol residual presente en los productos sintetizados en el ejemplo 2, se han obtenido valores comprendidos entre 0,42 y 1,71 ppm. Por tanto, a diferencia del producto coagulante de la presente invención, éstos presentan valores de formol residual elevados, confiriéndoles un carácter peligroso.

Ejemplo 5. Ejemplo Comparativo de eficiencia coagulante entre los agentes coagulantes conocidos con el agente coagulante de la invención

Respecto al carácter coagulante del nuevo producto de origen natural desarrollado, se han realizado diversos ensayos de Jar Test para comparar su eficiencia frente a los productos naturales de la competencia sintetizados en el Ejemplo 2. En la siguiente tabla se detalla el rango de dosis necesaria (ppm, gramos de coagulante por metro cúbico de agua tratada) y el porcentaje de reducción obtenido (%) para un tratamiento físico-químico óptimo de varios productos (comparando el nuevo agente coagulante de la invención con los productos naturales de la competencia sintetizados en el Ejemplo 2) en diversos tipos de aplicación y diferentes sectores industriales.

Aplicación / Sector industrial	Dosis (ppm)	Reducción de dosis (%)
Automóvil	100 - 75	31 - 25
Refinería de petróleo	125 - 100	52 - 44
Lácteos	300 - 270	51 - 42
Alimentos cocinados	750 - 700	27 - 22
Matadero de pollos	1000 - 850	38 - 30
Generación de biodiesel	200 - 170	11 - 0
Cerámica	850 - 700	16 - 8
Aceites	75 - 60	41 - 36
Alimentación	700 - 550	32 - 23
Esmaltes cerámicos	100 - 70	20 - 16
Agua residual urbana	100 - 80	12 - 5
Agua potable	15 - 10	18 - 11

Como resultado de estos ensayos de eficiencia coagulante a través de la realización de diversos ensayos de Jar Test se observa que el producto fabricado a partir del documento US5659002, aparte de ser inestable y gelificar en pocos días, presenta una eficiencia coagulante extremadamente reducida frente a otros coagulantes estándar o de origen natural.

El producto fabricado a partir del documento US4558080 presenta un contenido de materia activa elevado, cercano al 40%. Esto quiere decir que utilizando dosis similares al producto coagulante de la invención (contenido en sólidos del 28 al 32%), la eficiencia coagulante es marcadamente menor y el coste de tratamiento superior, para un mismo tipo de principio activo.

Ejemplo 6. Determinación de la dosis necesaria para un tratamiento físico-químico

En la siguiente tabla se detalla el rango de dosis necesaria (ppm, gramos de coagulante por metro cúbico de agua tratada) y el porcentaje de reducción obtenido (%) para un tratamiento físico-químico óptimo del producto coagulante de la invención (28 – 32% en sólidos) frente al producto fabricado a partir del documento US4558080A (40% en sólidos) en diversos tipos de aplicación y diferentes sectores industriales:

Aplicación / Sector industrial	Dosis (ppm)	Reducción de dosis (%)
Fabricantes de automóviles	100 - 75	4 - 1
Refinerías de petróleo	125 - 100	8 - 6
Conservas	100 - 70	2 - 0
Productos lácteos	320 - 280	12 - 8
Matadero de pollos	1000 - 850	9 - 5
Agua residual urbana	100 - 80	8 - 2
Agua potable	15 - 10	5 - 0

Ejemplo 7. Actividad de agente coagulante de la invención en el tratamiento de aguas residuales industriales, agua potable y aguas residuales urbanas

Para determinar la actividad coagulante se llevan a cabo diversos ensayos sobre aguas de diferentes sectores (Jar test). Estos tests son una prueba comparativa que consiste en la dosificación de cantidades crecientes del producto coagulante de la invención, comparando la turbidez (u otro parámetro físico químico como el fósforo) de los clarificados generados.

El procedimiento detallado para la realización de un Jar test es el siguiente:

- Se añade una cantidad de muestra a testear en un vaso de precipitados, un vaso diferente por cada concentración a testear.
- Se pone el vaso o vasos en el floculador automático.
- Se enciende la agitación a 120 rpm y se añade una cantidad del producto coagulante de la invención diferente en cada uno de los vasos en forma de escalado, por ejemplo, en el primer vaso 50 ppm, en el segundo 100 ppm y así sucesivamente.
- Se mantiene la agitación durante 1 minuto.
- Transcurrido ese tiempo se reducen las revoluciones a 60 rpm y se añade una cantidad de floculante adecuada y se deja en agitación durante 2 minutos.
- Se para la agitación y se observa la velocidad de decantación y la calidad del clarificado.
- Por último, se mide la turbidez del clarificado obtenido en cada caso.

Se han dividido las aplicaciones principales en tres grupos:

Coagulante no específico para el tratamiento aguas residuales industriales

En la siguiente tabla se detalla el rango de dosis necesaria (ppm o gramos de coagulante por metro cúbico de agua tratada) y la turbidez final (NTU) del clarificado para un tratamiento físico-químico óptimo del producto coagulante de la invención (28 – 32% en sólidos) en diversos tipos de sectores industriales. La turbidez final es en todos los casos inferior a la requerida para cada uno de los sectores y aplicaciones, en función de su uso o tratamiento posterior:

Sector industrial	Dosis (ppm)	Turbidez (NTU)
Automóvil	75-60	6,91
Refinería	90-60	13,6
Lácteos	190-160	18,6
Cocinados	700-660	11,3
Matadero	900-650	11,6
Biodiesel	180-150	18,6
Cerámica	650-500	10
Aceites	60-45	14,9
Alimentación	500-360	32,7
Esmaltes	70-55	8,6

Coagulante no específico para el tratamiento de aguas potables

En la siguiente tabla se detalla la dosis necesaria (ppm o gramos de coagulante por metro cúbico de agua a tratar) y la turbidez final (NTU) del clarificado para un tratamiento de potabilización óptimo utilizando el producto coagulante de la invención (28 – 32% en sólidos) en tres plantas potabilizadoras. La turbidez final es en todos los casos inferior a la requerida para este tipo de aplicación. La dosis óptima del producto coagulante de la invención (28 – 32% en sólidos) para este tipo de aplicación se encuentra entre 10 y 15 ppm y la calidad del clarificado se encuentra por debajo de 1,8 NTU.

Tratamiento de aguas potables	Planta 1	Planta 2	Planta 3
Dosis (ppm)	12	9	14
Turbidez (NTU)	1,2	1,7	1,3

Coagulante específico para la eliminación de fósforo total en el tratamiento secundario de aguas residuales urbanas

5 En la siguiente tabla se detalla la dosis necesaria (ppm o gramos de coagulante por metro cúbico de agua a tratar) y la concentración de fósforo (ppm) final de tres plantas de tratamiento de aguas residuales urbanas. La concentración final de fósforo del clarificado se encuentra muy por debajo de la concentración requerida para este tipo de instalaciones. La dosis óptima del producto coagulante de la invención (28 – 32% en sólidos) se encuentra entre 75 y 86 ppm y la cantidad de fósforo total determinada en el clarificado se encuentra en todos los casos por debajo de 1 ppm.

Tratamiento de aguas residuales urbanas	Planta 1	Planta 2	Planta 3
Dosis (ppm)	80	75	86
Fósforo (ppm)	0,8	0,6	0,9

REIVINDICACIONES

1. Un agente coagulante caracterizado por estar libre de contenido en metales y por presentar un contenido en material activo del 28 al 32% en peso obtenido a partir de la polimerización de un extracto de *Acacia mearnsii*, un compuesto amino seleccionado de entre monoetanolamina, metilamina, dimetilamina, y trietilamina, o cualquiera de sus combinaciones, y un aldehído seleccionado de entre formaldehído y acetaldehído, donde el método comprende las siguientes etapas:
 - i) dilución del compuesto amino en agua a una temperatura de entre 20°C y 30°C;
 - ii) adición del extracto de *Acacia mearnsii* hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 3:1 y 2,5:1;
 - iii) calentamiento de la mezcla procedente de la etapa (ii) hasta alcanzar una temperatura de entre 20 y 40 °C;
 - iv) adición del aldehído hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 1,5:1 y 1:1;
 - v) agitación de la mezcla procedente de la etapa (iv) a una temperatura comprendida entre 40 y 50 °C durante un periodo de tiempo de entre 30 y 60 minutos;
 - vi) ajuste del pH de la mezcla anterior hasta alcanzar valores de entre 1,5 y 1,7;
 - vii) agitación de la mezcla procedente de la etapa (vi) a una temperatura de entre 45 y 55 °C durante un periodo de tiempo de entre 50 y 70 minutos; y
 - viii) enfriamiento de la mezcla procedente de la etapa (vii) hasta una temperatura comprendida entre 25 y 40°C.
2. Agente coagulante según la reivindicación 1 donde el compuesto amino es monoetanolamina.
3. Agente coagulante según la reivindicación anterior donde el aldehído es formaldehído.
4. Un método de obtención de un agente coagulante descrito en cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, que comprende las siguientes etapas:
 - i) dilución de un compuesto amino seleccionado de entre monoetanolamina, metilamina, dimetilamina, y trietilamina, o cualquiera de sus combinaciones, en agua a una temperatura de entre 20°C y 30°C;
 - ii) adición del extracto de *Acacia mearnsii* hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 3:1 y 2,5:1;
 - iii) calentamiento de la mezcla procedente de la etapa (ii) hasta alcanzar una temperatura de entre 20 y 40 °C;
 - iv) adición de aldehído seleccionado de entre formaldehído o acetaldehído hasta alcanzar una relación con respecto al compuesto amino de entre 1,5:1 y 1:1;
 - v) agitación de la mezcla procedente de la etapa (iv) a una temperatura comprendida entre 40 y 50 °C durante un periodo de tiempo de entre 30 y 60 minutos;
 - vi) ajuste del pH de la mezcla anterior hasta alcanzar valores de entre 1,5 y 1,7;
 - vii) agitación de la mezcla procedente de la etapa (vi) a una temperatura de entre 45 y 55 °C durante un periodo de tiempo de entre 50 y 70 minutos; y
 - viii) enfriamiento de la mezcla procedente de la etapa (vii) hasta una temperatura comprendida entre 25 y 40°C.
5. Método según la reivindicación anterior donde el compuesto amino es monoetanolamina.
6. Método según cualquiera de las reivindicaciones 4 a 5 donde el aldehído es formaldehído.
7. Uso del agente coagulante según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 para el tratamiento de aguas residuales.
8. Uso según la reivindicación anterior, donde las aguas residuales pueden ser de origen urbano, agroalimentario, textil, cartón, automoción, construcción, gestión de reciclaje, químico, petroquímico y farmacéutico.
9. Uso según cualquiera de las reivindicaciones 7 a 8, donde las aguas residuales presentan un contenido en aceites e hidrocarburos superior a 1500 ppm.
10. Método de tratamiento de aguas residuales que comprende agregar el agente coagulante según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3 sobre aguas residuales con un pH comprendido entre 4 y 10.
11. Método según la reivindicación anterior, donde las aguas residuales pueden ser de origen urbano, agroalimentario, textil, cartón, automoción, construcción, gestión de reciclaje, químico, petroquímico y farmacéutico.
12. Método según cualquiera de las reivindicaciones 10 a 11, donde las aguas residuales presentan un contenido en aceites e hidrocarburos superior a 1500 ppm.