



19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA

11 Número de publicación: **2 360 860**

51 Int. Cl.:  
**C01B 33/143** (2006.01)  
**D21H 17/68** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Número de solicitud europea: **05722307 .5**  
96 Fecha de presentación : **05.04.2005**  
97 Número de publicación de la solicitud: **1740500**  
97 Fecha de publicación de la solicitud: **10.01.2007**

54 Título: **Soles basados en sílice y su producción y uso.**

30 Prioridad: **07.04.2004 US 559958 P**  
**07.04.2004 US 559965 P**  
**16.04.2004 EP 04445049**  
**16.04.2004 EP 04445048**

45 Fecha de publicación de la mención BOPI:  
**09.06.2011**

45 Fecha de la publicación del folleto de la patente:  
**09.06.2011**

73 Titular/es: **AKZO NOBEL N.V.**  
**P.O. Box 9300**  
**6800 SB Arnhem, NL**

72 Inventor/es: **Nyander, Johan y**  
**Mankin, Glenn**

74 Agente: **Elzaburu Márquez, Alberto**

ES 2 360 860 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

Soles basados en sílice y su producción y uso.

5 La presente invención se refiere, de manera general, a soles acuosos basados en sílice adecuados para el uso en la fabricación de papel. Más particularmente, la invención se refiere a soles basados en sílice, su producción y uso en la fabricación de papel. La presente invención proporciona un método mejorado de producción de soles basados en sílice con una estabilidad y contenido de SiO<sub>2</sub> altos, así como un rendimiento de drenaje mejorado.

Antecedentes de la invención

10 En la técnica de la fabricación de papel, una suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas y cargas y aditivos opcionales, denominada pasta húmeda, se alimenta a una caja de entrada que eyecta la pasta húmeda sobre una tela metálica formadora. El agua es drenada de la pasta húmeda, de tal modo que se forma una hoja húmeda de papel sobre la tela metálica, y la hoja es deshidratada y secada adicionalmente en la sección de secado de la máquina de papel. Se introducen convencionalmente auxiliares de drenaje y retención en la pasta húmeda con el fin de facilitar el drenaje y aumentar la adsorción de partículas finas sobre las fibras celulósicas de tal modo que son retenidas con las fibras sobre la tela metálica.

15 Los soles de partículas basadas en sílice se usan ampliamente como auxiliares de drenaje y retención en combinación con polímeros orgánicos cargados. Tales sistemas aditivos están entre los más eficaces de los usados en la actualidad en la industria de la fabricación de papel. Uno de los parámetros que afectan a las propiedades y el rendimiento de los soles basados en sílice es el área superficial específica; los soles basados en sílice de alto rendimiento, estables, contienen usualmente partículas con un área superficial específica de al menos 300 m<sup>2</sup>/g. Otro parámetro es el valor S, que indica el grado de formación de agregados o microgeles; un valor S más bajo es indicativo de un grado más alto de agregación. Aunque pueden ser ventajosas unas áreas superficiales más altas y un cierto grado de formación de agregados o microgeles desde el punto de vista del rendimiento, las áreas superficiales muy altas y una extensa agregación de partículas o formación de microgeles dan como resultado una estabilidad de los soles basados en sílice considerablemente disminuida, haciendo de este modo necesaria una extrema dilución de los soles para evitar la formación de geles.

20 La patente de EE.UU. Nº 5.368.833 describe un sol de sílice que comprende partículas de sílice que tienen un área superficial específica dentro del intervalo de 750 a 1.000 m<sup>2</sup>/g, las cuales están modificadas en superficie con aluminio hasta un grado de 2 a 25 % de sustitución de los átomos de silicio, y en donde el sol tiene un valor S dentro del intervalo de 8 a 45 %. Dicha patente describe también un procedimiento para producir el sol de sílice que comprende las etapas de acidificar una disolución de vidrio soluble hasta un pH dentro del intervalo de 1 a 4; alcalinizar el sol ácido a un contenido de SiO<sub>2</sub> dentro del intervalo de 7 a 4,5 % en peso; permitir el crecimiento de las partículas del sol hasta un área superficial específica dentro del intervalo de 750 a 1.000 m<sup>2</sup>/g; y someter el sol a una modificación con aluminio.

35 La patente de EE.UU. Nº 5.603.805 describe soles de sílice que tienen un valor S dentro del intervalo de 15 a 40 %, que comprenden partículas aniónicas de sílice, siendo dichas partículas de sílice opcionalmente modificadas con aluminio, y teniendo un área superficial específica dentro del intervalo de 300 a 700 m<sup>2</sup>/g. Dicha patente también describe un procedimiento para producir el sol de sílice que comprende las etapas de acidificar una disolución de vidrio soluble hasta un pH dentro del intervalo de 1 a 4; alcalinizar el sol ácido a un contenido de SiO<sub>2</sub> dentro del intervalo de 7 a 5 % en peso; alternativamente, alcalinización del sol ácido hasta un valor de PH entre 7 y 9; y un crecimiento de las partículas del sol hasta un área superficial específica dentro del intervalo de 300 a 700 m<sup>2</sup>/g; y opcionalmente seguido de una modificación con aluminio.

40 La solicitud de patente internacional con número de publicación WO 98/56715 describe un procedimiento para preparar un microgel acuoso de polisilicato que comprende mezclar una disolución acuosa de un silicato de metal alcalino con una fase acuosa de un material basado en sílice que tiene un pH de 11 o menos. El microgel de polisilicato se usa como agente floculante en combinación con al menos un polímero catiónico o anfótero en la producción de pasta y papel y para la purificación de aguas.

45 La solicitud de patente internacional con número de publicación WO 00/66492 describe un procedimiento para la producción de un sol acuoso que contiene partículas basadas en sílice, que comprende acidificar una disolución acuosa de un silicato hasta un pH de 1 a 4 para formar un sol ácido; alcalinizar el sol ácido en una primera etapa de alcalinización; permitir el crecimiento de las partículas del sol alcalinizado durante al menos 10 minutos y/o tratar con calor el sol alcalinizado a una temperatura de al menos 30°C; alcalinizar el sol obtenido en una segunda etapa de alcalinización; y, opcionalmente, modificar el sol basado en sílice con, por ejemplo, aluminio.

50 La patente de EE.UU. Nº 6.372.806 describe un procedimiento para preparar una sílice coloidal estable que tiene un valor S de entre 20-50, y en donde dicha sílice tiene un área superficial mayor que 700 m<sup>2</sup>/g, que comprende; (a) cargar un recipiente de reacción con una resina de intercambio iónico catiónica que tiene al menos el 40 por ciento de su capacidad de intercambio iónico en la forma de hidrógeno, en donde dicho recipiente de reacción tiene medios para separar dicha sílice coloidal de dicha resina de intercambio iónico; (b) cargar dicho recipiente de reacción con un silicato de metal alcalino acuoso que tiene una relación molar de SiO<sub>2</sub> a óxido de metal alcalino en el intervalo de

15:1 a 1:1 y un pH de al menos 10,0; (c) agitar el contenido de dicho recipiente de reacción hasta que el pH de dicho contenido esté en el intervalo de 8,5 a 11,0; (d) ajustar el pH del contenido de dicho recipiente de reacción hasta por encima de 10,0 usando una cantidad adicional de dicho silicato de metal alcalino; y (e) separar la sílice coloidal resultante de dicha resina de intercambio iónico a la vez que se retira dicha sílice coloidal de dicho recipiente de reacción.

5

La patente de EE.UU. N° 5.176.891 describe un método para la producción de microgeles de polialuminosilicato solubles en agua que tienen un área superficial de al menos aproximadamente 1.000 m<sup>2</sup>/g, que comprende las etapas de (a) acidificar una disolución diluida de un silicato de metal alcalino que contiene aproximadamente 0,1 a 6 % en peso de SiO<sub>2</sub> hasta un pH de entre 2 y 10,5 para producir ácido polisilícico; seguido de (b) hacer reaccionar un aluminato soluble en agua con el ácido polisilícico antes de que el ácido polisilícico se haya gelificado, de tal modo que se obtiene un producto con una relación molar alúmina/sílice mayor que aproximadamente 1/100; y después (c) diluir la mezcla de reacción antes de que se haya producido la gelificación hasta la equivalencia de aproximadamente 2,0 % en peso de SiO<sub>2</sub> o menos para estabilizar los microgeles.

10

La solicitud de patente europea EP 0 572 888 A1 describe un procedimiento continuo para la preparación de soles de sílice alcalinos acuosos que contienen partículas esféricas de SiO<sub>2</sub>, no agregadas, con un diámetro medio de 27-72 nm.

15

Sería ventajoso poder proporcionar soles basados en sílice con una estabilidad y contenido de SiO<sub>2</sub> altos, así como un rendimiento de drenaje mejorado. También sería ventajoso poder proporcionar procedimientos mejorados para la preparación de soles basados en sílice con una estabilidad y contenido de SiO<sub>2</sub> altos, así como un rendimiento de drenaje mejorado. También sería ventajoso poder proporcionar un procedimiento de fabricación de papel con un drenaje mejorado.

20

#### Compendio de la invención

La presente invención está dirigida, de manera general, a un procedimiento para producir un sol acuoso basado en sílice que comprende:

25

(a) proporcionar una resina de intercambio iónico catiónica que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno;

(b) poner dicha resina de intercambio iónico en contacto con un silicato de metal alcalino acuoso para formar una suspensión acuosa;

30

(c) agitar dicha suspensión acuosa hasta que el pH de la fase acuosa esté en el intervalo de 5,0 a 11,5; y/o, alternativamente, agitar dicha suspensión acuosa para permitir la agregación de partículas o la formación de microgeles correspondiente a un valor S de hasta 45 %, y obtener un pH de la fase acuosa de al menos 5,0;

(d) ajustar el pH de dicha fase acuosa hasta por encima de 9,0 usando uno o más materiales que comprenden al menos un compuesto de aluminio; y

35

(e) separar dicha resina de intercambio iónico de la fase acuosa después de la etapa (c) o después de la etapa (d).

La invención está dirigida además, de manera general, a un procedimiento para producir un sol acuoso basado en sílice que comprende:

(a) proporcionar un recipiente de reacción;

40

(b) proporcionar en dicho recipiente de reacción:

(i) una resina de intercambio iónico catiónica que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno, y

(ii) un silicato de metal alcalino acuoso,

para formar una suspensión acuosa;

45

(c) agitar dicha suspensión acuosa hasta que el pH de la fase acuosa esté en el intervalo de 5,0 a 11,5; y/o, alternativamente, agitar dicha suspensión acuosa para permitir la agregación de partículas o la formación de microgeles que corresponden a un valor S de hasta 45 %, y obtener un pH de la fase acuosa de al menos 5,0;

50

(d) añadir uno o más materiales que comprenden al menos un compuesto de aluminio a la fase acuosa obtenida después de la etapa (c) para formar una fase acuosa que tiene un pH por encima de 9,0;

- (e) separar dicha resina de intercambio iónico de la fase acuosa después de la etapa (c) o después de la etapa (d).

5 La invención está dirigida además a un sol basado en sílice obtenible por los procedimientos. La invención está dirigida además, de manera general, a un sol basado en sílice y, en particular, un sol basado en sílice que tiene un valor S en el intervalo de 15 a 25 %, una relación molar Si:Al en el intervalo de 20:1 a 50:1, una relación molar Si:X, donde X = metal alcalino, en el intervalo de 5:1 a 17:1, un contenido de SiO<sub>2</sub> de al menos 5 % en peso y que contiene partículas basadas en sílice que tienen un área superficial específica de al menos 300 m<sup>2</sup>/g.

La invención está dirigida además a usos del sol basado en sílice acorde con la invención, en particular como auxiliar de drenaje y retención en la fabricación de papel y para purificación de aguas.

10 La invención está dirigida además, de manera general, a un procedimiento para producir papel que comprende

- (a) proporcionar una suspensión acuosa que comprende fibras celulósicas;
- (b) añadir a la suspensión uno o más auxiliares de drenaje y retención que comprenden un sol basado en sílice acorde con la invención definida en la presente memoria; y
- (c) deshidratar la suspensión obtenida para proporcionar una lámina u hoja de papel.

15 Descripción detallada de la invención

De acuerdo con la presente invención, se proporcionan soles basados en sílice que son adecuados para el uso como agentes floculantes en la purificación de aguas y como auxiliares de drenaje y retención en la fabricación de papel. Los soles basados en sílice de la invención exhiben una buena estabilidad a lo largo de periodos extensos de tiempo, notablemente estabilidad a áreas superficiales altas y alta estabilidad para evitar una formación de geles completa. Los soles basados en sílice dan como resultado además un drenaje y retención muy buenos cuando se usan en la fabricación de papel, en particular un drenaje mejorado. De ese modo, la presente invención hace posible aumentar la velocidad de la máquina de papel y usar una dosificación más baja de aditivo para dar un efecto de drenaje correspondiente, conduciendo de este modo a un procedimiento de fabricación de papel mejorado y a beneficios económicos. Los soles basados en sílice de la invención se pueden preparar por un procedimiento que es simple, rápido y fácil de controlar y regular, y el procedimiento hace posible utilizar equipos de producción simples y menos costosos. De ese modo, los soles de sílice de la invención se pueden producir mediante un procedimiento que está simplificado, mejorado y más económico.

La resina de intercambio iónico usada en el procedimiento es catiónica, y tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en la forma de hidrógeno, es decir, una resina de intercambio iónico catiónica ácida, preferiblemente, una resina de intercambio iónico catiónica de ácido débil. Adecuadamente, la resina de intercambio iónico tiene al menos el 40% de su capacidad de intercambio iónico en la forma de hidrógeno, preferiblemente al menos 50 %. Las resinas de intercambio iónico adecuadas están provistas en el mercado por varios fabricantes, por ejemplo Amberlite® IRC84SP, de Rohm & Haas. Preferiblemente, un recipiente de reacción equipado con medios para mezclar, p.ej. un agitador, se carga con la resina de intercambio iónico. Preferiblemente, la resina de intercambio iónico es regenerada por adición de un ácido, p.ej., ácido sulfúrico, preferiblemente de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

La etapa (b) del procedimiento comprende poner en contacto la resina de intercambio iónico catiónica con un silicato de metal alcalino acuoso. Adecuadamente, esto se consigue añadiendo la resina de intercambio iónico y el silicato de metal alcalino acuoso al recipiente de reacción. Preferiblemente, el recipiente de reacción, conteniendo la resina de intercambio iónico regenerada, se carga con el silicato de metal alcalino acuoso, por lo cual se forma una suspensión acuosa. Usualmente, el silicato de metal alcalino acuoso se añade a un recipiente de reacción que contiene una resina de intercambio iónico que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno, a una velocidad en el intervalo de 0,5 a 50 g de SiO<sub>2</sub> por minuto y kg de resina de intercambio iónico, calculada como resina de intercambio iónico que tiene el 100 % de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno, adecuadamente de 1 a 35, y preferiblemente de 2 a 20. Alternativamente, un recipiente de reacción que contiene el silicato de metal alcalino acuoso se carga con la resina de intercambio iónico regenerada, por lo cual se forma una suspensión acuosa.

Los ejemplos de silicatos de metales alcalinos o vidrio soluble adecuados incluyen materiales convencionales, p.ej., silicatos de litio, sodio y potasio, preferiblemente silicato de sodio. La relación molar de sílice a óxido de metal alcalino, p.ej. SiO<sub>2</sub> a Na<sub>2</sub>O, K<sub>2</sub>O o Li<sub>2</sub>O, o una mezcla de los mismos, en la disolución de silicato puede estar en el intervalo de 15:1 a 1:1, adecuadamente en el intervalo de 4,5:1 a 1,5:1, preferiblemente de 3,9:1 a 2,5:1. El silicato de metal alcalino acuoso usado puede tener un contenido de SiO<sub>2</sub> de aproximadamente 2 a aproximadamente 35 % en peso, adecuadamente de aproximadamente 5 a aproximadamente 30 % en peso, y preferiblemente de aproximadamente 15 a aproximadamente 25 % en peso. El pH del silicato de metal alcalino acuoso está usualmente por encima de 11, típicamente por encima de 12.

La etapa (c) del procedimiento comprende agitar la suspensión acuosa formada en la etapa (b) hasta que el pH de la

fase acuosa esté en el intervalo de 5,0 a 11,5. Alternativamente, o adicionalmente, la etapa (c) del procedimiento comprende agitar dicha suspensión acuosa para permitir la agregación de partículas o la formación de microgeles que corresponden a un valor S de hasta 45 %, y obtener un pH de la fase acuosa de al menos 5,0. Adecuadamente, la agitación se lleva a cabo hasta que el pH de la fase acuosa esté en el intervalo de 6,0 a 11,0, preferiblemente hasta un pH en el intervalo de 6,5 a 10,0. En una realización preferida de la invención, la suspensión se agita hasta que el pH de la fase acuosa es de hasta 8,0, adecuadamente en el intervalo de 6,0 a 8,0, preferiblemente de 6,5 a 7,5. En otra realización preferida de la invención, la suspensión se agita hasta que el pH de la fase acuosa es al menos 8,0, adecuadamente en el intervalo de 8,0 a 11,0, preferiblemente de 9,0 a 10,0. Preferiblemente, el crecimiento de las partículas tiene lugar mientras se agita la suspensión acuosa. Las partículas basadas en sílice formadas tienen usualmente un área superficial específica de al menos 300 m<sup>2</sup>/g, preferiblemente al menos 700 m<sup>2</sup>/g. El área superficial específica es adecuadamente de hasta 1.500 m<sup>2</sup>/g, preferiblemente hasta 1.000 m<sup>2</sup>/g. Preferiblemente, la suspensión se agita para conseguir una agregación de partículas y una formación de microgeles que corresponden usualmente a un valor S en el intervalo de 5 a 45 %, adecuadamente de 8 a 35 %, preferiblemente de 10 a 25% y lo más preferiblemente de 15 a 23 %. La agitación tiene lugar usualmente durante un periodo de tiempo de 5 a 240 minutos, preferiblemente de 15 a 120 minutos.

La etapa (c) del procedimiento se puede llevar a cabo simultáneamente con y/o después de la etapa (b). En una realización preferida, el silicato de metal alcalino acuoso se añade bajo agitación al recipiente de reacción que contiene la resina de intercambio iónico que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno y entonces, después de que se ha completado la adición, la agitación continúa para conseguir el pH y/o la agregación de partículas o formación de microgeles descritas anteriormente. En otra realización preferida, el silicato de metal alcalino acuoso se añade bajo agitación al recipiente de reacción que contiene la resina de intercambio iónico que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno conseguir el pH y/o la agregación de partículas o formación de microgeles descritas anteriormente.

La etapa (d) del procedimiento comprende añadir a la fase acuosa uno o más materiales que comprenden al menos un compuesto de aluminio. Adecuadamente, el pH de la fase acuosa se ajusta a por encima de 9,0, preferiblemente por encima de 10,0, adecuadamente en el intervalo de 9,2 a 11,5, preferiblemente de 9,5 a 11,2, y lo más preferiblemente de 10,0 a 11,0. Preferiblemente, el pH se ajusta añadiendo uno o más materiales que comprenden al menos un compuesto de aluminio, preferiblemente el pH se eleva añadiendo uno o más materiales alcalinos que comprenden al menos un compuesto de aluminio. En una realización preferida, se añade un compuesto de aluminio. En otra realización preferida, se añade un material alcalino y un compuesto de aluminio. Los ejemplos de compuestos de aluminio adecuados incluyen sales alcalinas de aluminio así como sales neutras y esencialmente neutras de aluminio. Los ejemplos de sales alcalinas de aluminio adecuadas incluyen aluminatos, adecuadamente aluminatos acuosos, p.ej. aluminatos de sodio y de potasio, preferiblemente aluminato de sodio. Los ejemplos de sales neutras y esencialmente neutras de aluminio incluyen nitrato de aluminio. Los ejemplos de materiales alcalinos adecuados incluyen silicatos de metales alcalinos acuosos, p.ej. cualquiera de los definidos anteriormente; hidróxidos de metales alcalinos acuosos, p.ej. hidróxidos de litio, sodio y potasio, preferiblemente hidróxido de sodio; hidróxido de amonio; adecuadamente silicato o hidróxido de sodio, preferiblemente silicato de sodio. Cuando se usan dos o más materiales que comprenden un material alcalino y un compuesto de aluminio, los materiales se pueden añadir en cualquier orden, preferiblemente el material alcalino se añade primero, seguido de la adición del compuesto de aluminio. En una realización preferida, se añade primero el silicato de metal alcalino acuoso y después se añade el aluminato de sodio acuoso. En otra realización preferida, se añade primero el hidróxido de metal alcalino acuoso y después se añade el aluminato de sodio acuoso. La adición del compuesto de aluminio proporciona un sol basado en sílice aluminado. Adecuadamente, la adición del compuesto de aluminio da como resultado una modificación por aluminio de las partículas basadas en sílice, preferiblemente las partículas son modificadas en superficie con aluminio. La cantidad de compuesto de aluminio usado puede ser variada dentro de amplios límites. Usualmente, la cantidad de compuesto de aluminio añadido corresponde a una relación molar de Si:Al de 10:1 a 100:1, adecuadamente de 20:1 a 50:1, preferiblemente de 25:1 a 35:1, y lo más preferiblemente de 25:1 a 30:1.

En la etapa (d) del procedimiento, cuando se usa un silicato de metal alcalino acuoso para ajustar el pH de la fase acuosa, la relación de pesos del silicato de metal alcalino usado en la etapa (b) al silicato de metal alcalino usado en la etapa (d) puede variar dentro de amplios límites; usualmente la relación está en el intervalo de 99:1 a 1:9, adecuadamente de 19:1 a 1:2, preferiblemente de 4:1 a 1:1.

En la etapa (e) del procedimiento, la resina de intercambio iónico es separada de la fase acuosa, por ejemplo por filtración. Esto se puede hacer después de la etapa (c), por ejemplo después de la etapa (c) pero antes de la etapa (d), o después de la etapa (d). También es posible separar la resina de intercambio iónico de la fase acuosa durante la etapa (d). Por ejemplo, la resina de intercambio iónico se puede separar después de añadir el material alcalino pero antes de añadir el compuesto de aluminio. También es posible añadir parte de un material alcalino, p.ej. silicato de metal alcalino acuoso, separar después la resina de intercambio iónico de la fase acuosa, seguido de añadir la parte restante del material alcalino. Preferiblemente, la resina de intercambio iónico se separa de la fase acuosa después de la etapa (d).

La concentración de los materiales de partida acuosos usados en el procedimiento, p.ej. el silicato de metal alcalino acuoso, el hidróxido de metal alcalino acuoso y el aluminato de sodio acuoso, se ajusta preferiblemente para

proporcionar un sol basado en sílice que tiene usualmente un contenido de  $\text{SiO}_2$  de al menos 3 % en peso, adecuadamente al menos 5 %, preferiblemente al menos 6 %, lo más preferiblemente al menos 7,5 %, y adecuadamente hasta 20 % en peso, preferiblemente hasta 15 % en peso. El sol basado en sílice producido por el procedimiento de esta invención puede tener las propiedades definidas en lo sucesivo en la presente memoria.

- 5 El sol acuoso basado en sílice acorde con la invención contiene partículas basadas en sílice, es decir, partículas con base de sílice o  $\text{SiO}_2$ , que son preferiblemente aniónicas y coloidales, es decir, están en el intervalo coloidal de tamaño de partícula. Las partículas son modificadas adecuadamente con aluminio, preferiblemente modificadas en superficie con aluminio. El sol basado en sílice de la invención puede tener una relación molar de Si:Al de 10:1 a 100:1, adecuadamente de 20:1 a 50:1, preferiblemente de 25:1 a 35:1, y lo más preferiblemente de 25:1 a 30:1.
- 10 El sol basado en sílice de la invención puede tener un valor S en el intervalo de 10 a 50 %, adecuadamente de 12 a 40 %, preferiblemente de 15 a 25 %, y lo más preferiblemente de 17 a 24 %. El valor S se mide y calcula como describen Iler y Dalton en J. Phys. Chem. 60(1956), 955-957. El valor S indica el grado de formación de agregados o microgeles, y un valor S más bajo es indicativo de un grado más alto de agregación.
- 15 Las partículas basadas en sílice presentes en el sol pueden tener un área superficial específica de al menos 300  $\text{m}^2/\text{g}$ , adecuadamente al menos 700  $\text{m}^2/\text{g}$ , preferiblemente al menos 750  $\text{m}^2/\text{g}$ . El área superficial específica es usualmente de hasta 1.000  $\text{m}^2/\text{g}$ , adecuadamente hasta 950  $\text{m}^2/\text{g}$ . El área superficial específica se mide por medio de valoración con NaOH como describe Sears en Analytical Chemistry 28(1956):12, 1981-1983, después de la retirada apropiada de, o el ajuste para, cualesquiera compuestos presentes en la muestra que puedan alterar la valoración, como compuestos de aluminio y boro, por ejemplo como describe Sears y en la patente de EE.UU. N° 5.176.891.
- 20 El sol basado en sílice de la invención tiene usualmente una relación molar de Si:X, donde X = metal alcalino, de al menos 3:1, adecuadamente al menos 4:1, preferiblemente al menos 5:1 y lo más preferiblemente al menos 6:1. La relación molar de Si:X, donde X = metal alcalino, es usualmente de hasta 25:1, adecuadamente hasta 20:1, preferiblemente hasta 17:1, más preferiblemente hasta 15:1 y lo más preferiblemente hasta 10:1.
- 25 El sol basado en sílice de esta invención es preferiblemente estable. Adecuadamente, el sol mantiene un área superficial específica de al menos 300  $\text{m}^2/\text{g}$ , preferiblemente al menos 700  $\text{m}^2/\text{g}$ , durante al menos 3 meses de almacenamiento o envejecimiento a 20 °C en la oscuridad y en condiciones no agitadas. Adecuadamente, el sol mantiene un valor S en el intervalo de 10 a 50 %, preferiblemente de 12 a 40 %, durante al menos 3 meses de almacenamiento o envejecimiento a 20 °C en la oscuridad y en condiciones no agitadas.
- 30 El sol basado en sílice acorde con esta invención es adecuado para el uso como agente floculante, por ejemplo en la producción de pasta y papel, notablemente como auxiliar de drenaje y retención, y dentro del campo de la purificación de aguas, tanto para purificación de diferentes tipos de aguas residuales como para la purificación específicamente de aguas blancas provenientes de la industria de la pasta y del papel. El sol basado en sílice se puede usar como agente floculante, notablemente como auxiliar de drenaje y retención, en combinación con
- 35 polímeros orgánicos que se pueden seleccionar entre polímeros aniónicos, anfóteros, no iónicos y catiónicos, y mezclas de los mismos. El uso de tales polímeros como agentes floculantes y como auxiliares de drenaje y retención es bien conocido en la técnica. Los polímeros pueden proceder de fuentes naturales o sintéticas, y pueden ser lineales, ramificados o reticulados. Los ejemplos de los principales polímeros adecuados generalmente incluyen almidones aniónicos, anfóteros y catiónicos; polímeros basados en acrilamida aniónicos, anfóteros y catiónicos, que
- 40 incluyen polímeros basados en acrilamida aniónicos y catiónicos esencialmente lineales, ramificados y reticulados; así como poli(cloruro de dialildimetilamonio) catiónico; poli(etiléniminas) catiónicas; poliaminas catiónicas; poliamidoaminas catiónicas y polímeros basados en vinilamida, resinas de melamina-formaldehído y urea-formaldehído. Adecuadamente, los soles basados en sílice se usan en combinación con al menos un polímero catiónico o anfótero, preferiblemente un polímero catiónico. El almidón catiónico y la poli(acrilamida) catiónica son
- 45 polímeros particularmente preferidos, y se pueden usar por separado, el uno junto al otro o conjuntamente con otros polímeros, p.ej. otros polímeros catiónicos y/o aniónicos. El peso molecular del polímero está adecuadamente por encima de 1.000.000, y preferiblemente por encima de 2.000.000. El límite superior no es crítico; puede ser aproximadamente 50.000.000, usualmente 30.000.000 y, adecuadamente, aproximadamente 25.000.000. Sin embargo, el peso molecular de los polímeros procedentes de fuentes naturales puede ser más alto.
- 50 El presente sol basado en sílice también se puede usar en combinación con coagulate(s) catiónico(s), bien con o bien sin el uso conjunto del (de los) polímero(s) orgánico(s) descrito(s) anteriormente. Los ejemplos de coagulantes catiónicos adecuados incluyen coagulantes poliméricos orgánicos solubles en agua y coagulantes inorgánicos. Los coagulantes catiónicos se pueden usar por separado o juntos, es decir, se puede usar un coagulante polimérico en combinación con un coagulante inorgánico.
- 55 Los ejemplos de coagulantes catiónicos poliméricos orgánicos solubles en agua adecuados incluyen poliaminas catiónicas, poliamidoaminas, poli(etiléniminas), polímeros de condensación de dicianidamida y polímeros de monómeros etilénicamente insaturados solubles en agua o de una mezcla de monómeros que está formada por 50 a 100 % en moles de monómero catiónico y 0 a 50 % en moles de otro monómero. La cantidad de monómero catiónico es usualmente al menos 80 % en moles, adecuadamente 100 %. Los ejemplos de monómeros catiónicos

5 etilénicamente insaturados adecuados incluyen (met)acrilatos y acrilamidas de dialquilaminoalquilo, preferiblemente en forma cuaternizada, y cloruros de dialdialquilamonio, p.ej., cloruro de dialildimetilamonio (DADMAC), preferiblemente homopolímeros y copolímeros de DADMAC. Los coagulantes catiónicos poliméricos orgánicos tienen usualmente un peso molecular en el intervalo de 1.000 a 700.000, adecuadamente de 10.000 a 500.000. Los ejemplos de coagulantes inorgánicos adecuados incluyen compuestos de aluminio, p.ej. compuestos de alumbre y compuestos de polialuminio, p.ej. policloruros de aluminio, polisulfatos de aluminio, polisulfosilicatos de aluminio y mezclas de los mismos.

10 Los componentes de los auxiliares de drenaje y retención acordes con la invención se pueden añadir a la pasta húmeda de manera convencional y en cualquier orden. Cuando se usan auxiliares de drenaje y retención que comprenden un sol basado en sílice y un polímero orgánico, se prefiere añadir el polímero orgánico a la pasta húmeda antes de añadir el sol basado en sílice, si bien se puede usar el orden opuesto de adición. Se prefiere además añadir el polímero orgánico antes de una etapa de cizallamiento, que se puede seleccionar entre bombeo, mezcla, limpieza, etc., y añadir el sol basado en sílice después de esa etapa de cizallamiento. Cuando se usa un coagulante catiónico, se añade preferiblemente a la suspensión celulósica antes de la adición del sol basado en sílice, preferiblemente también antes de la adición del (de los) polímero(s) orgánico(s).

15 Los componentes de los auxiliares de drenaje y retención acordes con la invención se añaden a la pasta húmeda para que sea deshidratada en cantidades que pueden variar dentro de amplios límites, dependiendo, entre otros, del tipo y número de componentes, el tipo de pasta de papel, el contenido de carga, el tipo de carga, el punto de adición, etc. De manera general, los componentes se añaden en cantidades que dan mejor drenaje y retención que el que se obtiene cuando no se añaden los componentes. El sol basado en sílice se añade usualmente en una cantidad de al menos 0,001 % en peso, a menudo al menos 0,005 % en peso, calculado como  $\text{SiO}_2$  y basado en la pasta de papel seca, es decir, las fibras celulósicas secas y cargas opcionales, y el límite superior es usualmente 1,0 % y adecuadamente 0,5 % en peso. El polímero orgánico se añade usualmente en una cantidad de al menos 0,001 %, a menudo al menos 0,005 % en peso, basado en la pasta de papel seca, y el límite superior es usualmente 3 % y adecuadamente 1,5 % en peso. Cuando se usa un coagulante polimérico catiónico, se puede añadir en una cantidad de al menos 0,05 %, basada en la pasta de papel seca. Adecuadamente, la cantidad está en el intervalo de 0,07 a 0,5 %, preferiblemente en el intervalo de 0,1 a 0,35 %. Cuando se usa un compuesto de aluminio como coagulante inorgánico, la cantidad total añadida es usualmente al menos 0,05 %, calculada como  $\text{Al}_2\text{O}_3$  y basada en la pasta de papel seca. Adecuadamente, la cantidad está en el intervalo de 0,1 a 3,0 %, preferiblemente en el intervalo de 0,5 a 2,0 %.

20 Por supuesto, se pueden usar aditivos adicionales que son convencionales en la fabricación de papel en combinación con los aditivos acordes con la invención, tales como, por ejemplo, agentes para la resistencia en seco, agentes para la resistencia en estado húmedo, agentes abrillantadores ópticos, colorantes, agentes encolantes, como agentes encolantes basados en rosina y agentes encolantes reactivos con la celulosa, p.ej. dímeros de alquil- y alquenil- cetena y multímeros de cetena, anhídridos alquil- y alquenil- succínicos, etc. La suspensión celulósica o pasta húmeda también puede contener cargas minerales de tipos convencionales, tales como, por ejemplo, caolín, arcilla de china, dióxido de titanio, yeso, talco y carbonatos de calcio naturales y sintéticos tales como tiza, mármol molido y carbonato de calcio precipitado.

25 El procedimiento de esta invención se usa para la producción de papel. El término "papel", tal como se usa en la presente memoria, incluye por supuesto no sólo el papel y la producción del mismo, sino también otros productos celulósicos en forma de láminas u hojas, tales como por ejemplo, cartulina y cartón, y la producción de los mismos. El procedimiento se puede usar en la producción de papel a partir de diferentes tipos de suspensiones de fibras que contienen celulosa, y las suspensiones deben contener adecuadamente al menos 25 % en peso y preferiblemente al menos 50 % en peso de tales fibras, en base a la sustancia seca. La suspensión puede estar basada en fibras de pasta química, tal como pastas al sulfato, al sulfito y de organosolv, pasta mecánica tal como pasta termomecánica, pasta quimiotermomecánica, pasta de refinador y pasta de madera tratada mecánicamente, procedente tanto de madera dura como de madera blanda, y también puede estar basada en fibras recicladas, opcionalmente de pastas destintadas, y mezclas de las mismas. El pH de la suspensión, la pasta húmeda, puede estar dentro del intervalo de aproximadamente 3 a aproximadamente 10. El pH está adecuadamente por encima de 3,5, y preferiblemente dentro del intervalo de 4 a 9.

30 La invención se ilustra adicionalmente en los siguientes ejemplos, los cuales, no obstante, no pretenden limitar la misma. Las partes y % se refieren a partes en peso y % en peso, respectivamente, a menos que se indique de otro modo.

### Ejemplos

35 Se usó el siguiente equipo y materiales de partida en todos los Ejemplos:

- (a) Reactor equipado con un agitador;
- (b) Resina de intercambio iónico Amberlite® IRC84SP (disponible en Rohm & Haas) que fue regenerada con ácido sulfúrico según las instrucciones del fabricante;

- (c) Disolución acuosa de silicato de sodio que tenía un contenido de  $\text{SiO}_2$  de aproximadamente 21 % en peso y una relación molar de  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Na}_2\text{O}$  de 3,32;
- (d) Disolución acuosa de aluminato de sodio que contenía 2,44 % en peso de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ; y
- (e) Disolución acuosa de hidróxido de sodio que tenía una concentración de 5 moles por kilo.

5

Ejemplo 1

Este ejemplo ilustra la preparación de un sol basado en sílice acorde con la invención: Se cargó una resina de intercambio iónico regenerada (471 g) y agua (1.252 g) en un reactor. La suspensión obtenida se agitó energicamente y se calentó hasta una temperatura de 30 °C. Después, se añadió silicato de sodio acuoso (298 g) a la suspensión a una velocidad de 5 g/min. Después de la adición de silicato de sodio, el pH de la suspensión fue aproximadamente 7,3. Después, la suspensión se agitó durante otros 44 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa fue 6,9. Después de esto, se añadió silicato de sodio acuoso adicional (487 g) a la suspensión a una velocidad de 5 g/min, después de lo cual el pH de la fase acuosa fue 10,4. La fase acuosa obtenida fue separada de la resina de intercambio iónico. Se añadió aluminato de sodio acuoso (52 g) al sol (527,4 g) bajo agitación vigorosa durante un periodo de 10 min.

15 El sol basado en sílice obtenido tenía las siguientes propiedades: contenido de  $\text{SiO}_2 = 7,7$  % en peso; relación molar Si:Na = 7,5; relación molar Si:Al = 26,2; pH = 10,7; área superficial específica = 790  $\text{m}^2/\text{g}$ ; y valor S = 18 %.

Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol basado en sílice acorde con la invención: Se cargó en un reactor una resina de intercambio iónico (1.165 g) que estaba regenerada hasta aproximadamente el 40 % de su capacidad de intercambio iónico, y agua (686 g). La suspensión acuosa obtenida se agitó energicamente. Después, se añadió silicato de sodio acuoso (989 g) a la suspensión durante un periodo de 10 min. Después de la adición de silicato de sodio, el pH de la suspensión acuosa fue aproximadamente 10,7. Después, la suspensión se agitó durante 22 minutos, después de lo cual el pH resultante de la suspensión acuosa fue 9,8. Después de esto, se añadió silicato de sodio acuoso adicional (128 g) a la suspensión durante 1 min, después de lo cual el pH resultante de la suspensión acuosa fue 10,3. La fase acuosa obtenida fue separada de la resina de intercambio iónico. Se añadió aluminato de sodio acuoso (57 g) a la fase acuosa (463 g) bajo agitación vigorosa a una velocidad de 5,7 g/min.

25

El sol basado en sílice obtenido tenía las siguientes propiedades: contenido de  $\text{SiO}_2 = 10,3$  % en peso; relación molar Si:Na = 4,9; relación molar Si:Al = 33,6; pH = 11,0; área superficial específica = 1.000  $\text{m}^2/\text{g}$ ; y valor S = 23 %.

Ejemplo 3

30 Este ejemplo ilustra la preparación de aún otro sol basado en sílice acorde con la invención: Se cargó en un reactor una resina de intercambio iónico regenerada (600 g) y agua (1.600 g). La suspensión acuosa obtenida se agitó energicamente y se calentó hasta una temperatura de 30 °C. Después, se añadió silicato de sodio acuoso (764 g) a la suspensión a una velocidad de 6,8 g/min. Después de la adición de silicato de sodio, el pH de la suspensión acuosa fue aproximadamente 8, después de lo cual la resina de intercambio iónico fue separada de la fase acuosa. Se añadió hidróxido de sodio acuoso (30 g) a la fase acuosa (463 g) a la velocidad de 10 g/min, después de lo cual el pH de la fase acuosa fue 10. Después se añadió aluminato de sodio acuoso (83 g) a la fase acuosa (776 g) bajo agitación vigorosa durante un periodo de 10 min.

35

El sol basado en sílice obtenido tenía las siguientes propiedades: contenido de  $\text{SiO}_2 = 6,1$  % en peso; relación molar Si:Na = 5,9; relación molar Si:Al = 20,3; pH = 10,9; área superficial específica = 930  $\text{m}^2/\text{g}$ ; y valor S = 22 %.

40

Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol basado en sílice acorde con la invención: Se cargó en un reactor una resina de intercambio iónico (1.785 g) que estaba regenerada hasta aproximadamente 40 % de su capacidad de intercambio iónico, y agua (920 g). La suspensión acuosa obtenida se agitó energicamente. Después se añadió silicato de sodio acuoso (1.390 g) a la suspensión durante un periodo de 10 min. Después de la adición de silicato de sodio, el pH de la suspensión acuosa fue aproximadamente 10,4. Después, la suspensión se agitó durante 25 minutos, después de lo cual el pH de la suspensión acuosa fue 9,2. La resina de intercambio iónico fue separada de la fase acuosa. Se añadió hidróxido de sodio acuoso (15,5 g) a la fase acuosa durante un periodo de aproximadamente 2 min, después de lo cual el pH de la suspensión acuosa fue 10. Después se añadió aluminato de sodio acuoso (56,7 g) a la fase acuosa (483 g) a una velocidad de 5,7 g/min bajo agitación vigorosa.

45

50 El sol basado en sílice obtenido tenía las siguientes propiedades: contenido de  $\text{SiO}_2 = 9,8$  % en peso; relación molar Si:Na = 6,1; relación molar Si:Al = 30,2; pH = 10,8; área superficial específica = 940  $\text{m}^2/\text{g}$ ; y valor S = 22 %.

Ejemplo 5

Los siguientes soles basados en sílice, Ref. 1 a Ref. 4, se prepararon para fines de comparación:

Ref. 1 es un sol basado en sílice preparado según la descripción del Ejemplo 4 de las patentes de EE.UU. Nos. 6.372.089 y 6.372.806.

5 Ref. 2 es un sol basado en sílice preparado según la descripción de la patente de EE.UU. N° 5.368.833, que tenía un valor S de aproximadamente 25 %, una relación molar de Si:Al de aproximadamente 19 y contenía partículas de sílice con un área superficial específica de aproximadamente 900 m<sup>2</sup>/g de SiO<sub>2</sub> que estaban modificadas en superficie con aluminio.

Ref. 3 es un sol basado en sílice preparado según la descripción de la patente de EE.UU. N° 5.603.805, con un valor S de 34 % y contenía partículas de sílice con un área superficial específica de aproximadamente 700 m<sup>2</sup>/g.

10 Ref. 4 es un sol basado en sílice preparado según la descripción de la patente de EE.UU. N° 5.368.833, que tenía un valor S de 20 %, una relación molar de Si:Al de aproximadamente 18 y contenía partículas de sílice con un área superficial específica de aproximadamente 820 m<sup>2</sup>/g de SiO<sub>2</sub> que estaban modificadas en superficie con aluminio.

Ejemplo 6

15 En los siguientes ensayos, el rendimiento de drenaje de los soles basados en sílice acordes con los Ejemplos 1 y 2 ("Ej. 1" y "Ej. 2", respectivamente) se ensayó frente al rendimiento de drenaje de soles basados en sílice acordes con el Ejemplo 5. El rendimiento de drenaje se evaluó por medio de un Analizador Dinámico de Drenaje (ADD), disponible en Akribi, Suecia, que mide el tiempo para drenar un volumen establecido de pasta húmeda a través de una tela metálica cuando se retira un tapón y se aplica un vacío a la cara de la tela metálica opuesta a la cara sobre la que está presente la pasta húmeda.

20 La pasta húmeda usada estaba basada en una pasta de papel para papel fino estándar, que consistía en 60 % de pasta abedul al sulfato blanqueada y 40 % de pasta de pino al sulfato blanqueada. Se añadió un 30 % de carbonato de calcio molido a la pasta húmeda como carga, y 0,3 g/l de Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 10 H<sub>2</sub>O para aumentar la conductividad. El pH de la pasta húmeda era 8,1, la conductividad 1,5 mS/cm y la consistencia 0,5 %. En los ensayos, los soles basados en sílice se ensayaron junto con un almidón catiónico que tenía un grado de sustitución de aproximadamente 0,042. El almidón se añadió en una cantidad de 8 kg/tonelada, calculado como almidón seco en pasta de papel seca.

25 La pasta húmeda se agitó en una vasija con deflectores a una velocidad de 1500 rpm en todo el ensayo, y las adiciones de productos químicos a la pasta húmeda se hicieron como sigue:

- i) añadir almidón catiónico seguido de agitación durante 30 segundos,
- ii) añadir sol basado en sílice seguido de agitación durante 15 segundos,
- iii) drenar la pasta húmeda a la vez que se registra automáticamente el tiempo de drenaje.

30 La Tabla 1 muestra los resultados obtenidos cuando se usan dosificaciones variantes de sol basado en sílice, kg/tonelada, calculadas como SiO<sub>2</sub> y basadas en pasta de papel seca.

Tabla 1

Ensayo N°	Dosificación de almidón catiónico [kg/t]	Dosificación de sílice [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]			
			Ej. 1	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4
1	8	0	19,4	19,4	19,4	19,4
2	8	1,0	13,8	14,8	14,7	14,1
3	8	1,5	12,2	13,1	13,7	13,7
4	8	2,0	11,1	12,0	13,1	12,6

Ejemplo 7

35 El rendimiento de drenaje del sol basado en sílice acorde con el Ejemplo 1 se evaluó adicionalmente. Se siguió el procedimiento acorde con el Ejemplo 6, excepto que se usó una poliacrilamida ("PAM") catiónica en lugar de almidón catiónico. Además, la pasta húmeda se agitó en una vasija con deflectores a una velocidad de 1500 rpm en todo el ensayo, y las adiciones de productos químicos a la pasta húmeda se hicieron como sigue:

- i) añadir poliacrilamida catiónica seguido de agitación durante 20 segundos,
- ii) añadir sol basado en sílice seguido de agitación durante 10 segundos,
- iii) drenar la pasta húmeda a la vez que se registra automáticamente el tiempo de drenaje.

5 La Tabla 2 muestra los resultados obtenidos cuando se usan dosificaciones diferentes de poliacrilamida catiónica, kg/tonelada, calculadas como almidón seco sobre pasta de papel seca, y sol basado en sílice, kg/tonelada, calculadas como SiO<sub>2</sub> y basadas en pasta de papel seca.

Tabla 2

Ensayo Nº	Dosificación de PAM catiónica [kg/t]	Dosificación de sílice [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		
			Ej. 1	Ref. 1	Ref. 2
1	0,8	0	17,2	17,2	17,2
2	0,8	0,25	9,8	11,1	10,0
3	0,8	0,50	7,2	8,2	7,7
4	0,8	0,75	6,6	7,1	7,4

Ejemplo 8

10 El rendimiento de drenaje de los soles basados en sílice acordes con los Ejemplos 3 y 4 se evaluó siguiendo el procedimiento acorde con el Ejemplo 6. La Tabla 3 muestra los resultados obtenidos cuando se usan dosificaciones variantes de sol basado en sílice, kg/tonelada, calculadas como SiO<sub>2</sub> y basadas en pasta de papel seca.

Tabla 3

Ensayo Nº	Dosificación de almidón catiónico [kg/t]	Dosificación de sílice [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]				
			Ej. 3	Ej. 4	Ref. 1	Ref. 2	Ref. 3
1	8	0	20,6	20,6	20,6	20,6	20,6
2	8	1,0	13,9	14,8	15,5	14,7	15,1
3	8	1,5	12,8	13,5	14,1	13,6	14,4
4	8	2,0	12,5	12,8	13,6	13,5	13,4

15

Ejemplo 9

El rendimiento de drenaje del sol basado en sílice acorde con los Ejemplos 3 y 4 se ensayó siguiendo el procedimiento acorde con el Ejemplo 7. La Tabla 4 muestra los resultados obtenidos cuando se usan dosificaciones variantes de sol basado en sílice, kg/tonelada, calculadas como SiO<sub>2</sub> y basadas en pasta de papel seca.

Tabla 4

Ensayo Nº	Dosificación de PAM catiónica [kg/t]	Dosificación de sílice [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]				
			Ej. 3	Ej. 4	Ref. 2	Ref. 3	Ref. 4
1	0,8	0	16,0	16,0	16,0	16,0	16,0
2	0,8	0,25	8,6	8,5	9,1	10,7	8,7
3	0,8	0,50	6,6	6,5	7,9	8,0	7,4
4	0,8	0,75	6,0	6,7	7,6	7,1	7,2

**REIVINDICACIONES**

1. Un procedimiento para producir un sol acuoso basado en sílice, que comprende:
  - (a) proporcionar un recipiente de reacción equipado con medios para agitar;
  - (b) proporcionar en dicho recipiente de reacción:
    - 5           i) una resina de intercambio iónico catiónica que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno, y
    - ii) una disolución acuosa de silicato de metal alcalino, para formar una suspensión acuosa;
  - 10          (c) agitar dicha suspensión acuosa para permitir la agregación de partículas o la formación de microgeles que corresponden a un valor S de hasta 45 %, y obtener un pH de la fase acuosa de al menos 5,0;
  - (d) añadir uno o más materiales que comprenden al menos un compuesto de aluminio a la fase acuosa obtenida después de la etapa (c) para formar una fase acuosa que tiene un pH por encima de 9,0;
  - (e) separar dicha resina de intercambio iónico de la fase acuosa después de la etapa (c) o después de la etapa (d).
- 15   2. El procedimiento según la reivindicación 1, que comprende además (f) obtener un sol acuoso basado en sílice que tiene un valor S entre 10 y 50 %.
3. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la resina de intercambio iónico se separa de la fase acuosa después de la etapa (c) pero antes de la etapa (d).
- 20   4. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que la resina de intercambio iónico se separa de la fase acuosa después de la etapa (d).
5. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (d) dichos uno o más materiales comprenden un material alcalino.
6. El procedimiento según la reivindicación 5, en el que el material alcalino comprende un silicato de metal alcalino acuoso.
- 25   7. El procedimiento según la reivindicación 5, en el que el material alcalino comprende un hidróxido de metal alcalino acuoso.
8. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (c) la suspensión acuosa se agita hasta que el pH de la fase acuosa está en el intervalo de 5,0 a 11,5.
- 30   9. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (c) la suspensión acuosa se agita hasta que el pH de la fase acuosa está en el intervalo de 6,0 a 8,0.
10. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (c) la suspensión acuosa se agita hasta que el pH de la fase acuosa está en el intervalo de 6,5 a 7,5.
11. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en el que en la etapa (c) la suspensión acuosa se agita hasta que el pH de la fase acuosa está en el intervalo de 9,0 a 10,0.
- 35   12. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (c) la suspensión acuosa se agita para permitir la agregación de partículas o la formación de microgeles que corresponden a un valor S en el intervalo de 10 a 25 %.
13. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (d) el compuesto de aluminio es aluminato de sodio.
- 40   14. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (d) el pH de la fase acuosa se ajusta para que esté en el intervalo de aproximadamente 9,5 a aproximadamente 11,2.
15. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (d) el pH de la fase acuosa se ajusta añadiendo primero silicato de sodio acuoso y añadiendo posteriormente aluminato de sodio acuoso.
- 45   16. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones precedentes, en el que en la etapa (d) el pH de la fase acuosa se ajusta añadiendo primero un silicato de metal alcalino acuoso, después la resina de intercambio

iónico se separa de la fase acuosa y posteriormente se añade un compuesto de aluminio acuoso a la fase acuosa obtenida.

- 5
17. El procedimiento según una cualquiera de las reivindicaciones 1 a 14, en el que en la etapa (d) el pH de la fase acuosa se ajusta añadiendo primero hidróxido de sodio acuoso y añadiendo posteriormente aluminato de sodio acuoso.
- 10
18. El procedimiento según la reivindicación 1, en el que la disolución acuosa de silicato de metal alcalino se añade al recipiente de reacción que contiene la resina de intercambio iónico que tiene al menos parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno a una velocidad en el intervalo de 0,5 a 50 g de SiO<sub>2</sub> por minuto y kg de resina de intercambio iónico, calculada como resina de intercambio iónico que tiene el 100 % de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno.