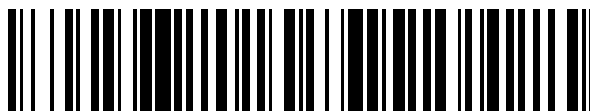


19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 549 360**

51 Int. Cl.:

**D21H 19/40** (2006.01)

**D21H 21/10** (2006.01)

**D21C 9/08** (2006.01)

**D21H 17/13** (2006.01)

**C01B 33/20** (2006.01)

**C08K 3/36** (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2009 E 09778900 (2)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **08.07.2015 EP 2370630**

54 Título: **Utilización de una composición constituida sobre la base de un silicato estratificado para la producción de papel, así como una composición de un silicato estratificado y un procedimiento para su producción**

30 Prioridad:

**03.12.2008 DE 102008060302**

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

**27.10.2015**

73 Titular/es:

**SÜD-CHEMIE IP GMBH & CO. KG (100.0%)  
Lenbachplatz 6  
80333 München, DE**

72 Inventor/es:

**ZORJANOVIC, JOVICA;  
SOHLING, ULRICH;  
RUF, FRIEDRICH y  
ENGELHARDT, THOMAS**

74 Agente/Representante:

**LEHMANN NOVO, María Isabel**

ES 2 549 360 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

Utilización de una composición constituida sobre la base de un silicato estratificado para la producción de papel, así como una composición de un silicato estratificado y un procedimiento para su producción.

- 5 El invento se refiere a un procedimiento para la producción de una composición de un silicato estratificado, así como a la utilización de una composición de un silicato estratificado tal como se produce con el procedimiento, para la producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel.

10 En el caso de la producción de papel se parte de una suspensión acuosa que contiene aproximadamente 1 % en peso de fibras celulósicas. Junto a ello, la suspensión contiene todavía materiales de carga y relleno, en la mayor parte de los casos carbonato de calcio, en una proporción de hasta 30 % en peso, referida a la proporción de fibras. Para la producción de papel se utilizan hoy en día unos sistemas dobles de retención y drenaje. En este contexto, a la suspensión de fibras se le añade un polímero catiónico, con el fin de precipitar las fibras en forma de copos (flóculos) a partir de la suspensión. Además se añade una bentonita, que da lugar a una unión de los copos y, después de la separación del agua, a formación de una estructura estable de papel. En este caso se desea que la bentonita se presente en una forma lo más fuertemente exfoliada que sea posible, de manera tal que se encuentre a disposición un alto número de partículas para la unión de los copos. La mezcla es vertida luego sobre un tamiz (= la tela de una máquina papelera), de manera tal que el agua se escurre y se forma una capa estable de papel. La utilización de unos silicatos estratificados en sistemas dobles de retención y drenaje en el caso de la producción de papel ya es conocida desde hace más de dos décadas. Los sistemas dobles de retención y drenaje se designan frecuentemente también como sistemas de micropartículas y pueden comprender, por ejemplo, una combinación de uno o varios polímeros catiónicos y de unas micropartículas cargadas aniónicamente, tal como por ejemplo unos componentes orgánicos cargados aniónicamente, unas partículas de sílice o unos materiales arcillosos hinchables. Un sistema doble de retención y drenaje usual en el comercio, que está obtenible en el mercado, es por ejemplo el sistema Hydrocol® OT.

- 25 Una exposición detallada de sistemas dobles de retención y drenaje se encuentra por ejemplo en el documento de patente europea EP 0 235 893, pudiendo estar basados tales sistemas en particular en una utilización de un material polimérico catiónico y un material de silicato estratificado como las micropartículas aniónicas.

30 Con el fin de mejorar los resultados de la retención y del drenaje, los silicatos estratificados que se emplean en los sistemas dobles de retención y drenaje pueden ser sometidos a un tratamiento previo activador, de manera tal que se consigue una amplia exfoliación del silicato estratificado al entrar en contacto con el agua. Las bentonitas de metales alcalino-térreos tienen una microestructura y unas propiedades químicas y físicas resultantes de ella, que se diferencian grandemente de la microestructura y de las propiedades químicas y físicas de unos silicatos estratificados, que resultan a partir de ello, que tienen un alto contenido de cationes monovalentes. En particular, las bentonitas de metales alcalino-térreos tienen una capacidad de hinchamiento más pequeña con mucho. Una alta capacidad de hinchamiento de los silicatos estratificados es sin embargo deseada, puesto que los silicatos estratificados deben presentarse en una forma exfoliada para su utilización en la producción de papel.

40 Para la producción de unos silicatos estratificados con una alta capacidad de hinchamiento se parte usualmente de unos silicatos estratificados, en cuyos casos los cationes intercambiables están formados en una alta proporción por iones de metales alcalino-térreos, en particular por iones de calcio y magnesio. Unos típicos silicatos estratificados son por ejemplo unas bentonitas de calcio y magnesio. Los silicatos estratificados reaccionan con un reactivo de activación que contiene iones monovalentes, en la mayor parte de los casos iones de sodio o amonio. Unos usuales reactivos de activación son por ejemplo unos carbonatos de metales alcalinos, en particular el carbonato de sodio y el hidrógenocarbonato de sodio. El silicato estratificado es eventualmente humedecido, con el fin de mejorar su amasabilidad y luego es tratado con el reactivo de activación. Para esto, el silicato estratificado, por ejemplo, se puede rociar con una solución del reactivo de activación o se puede mezclar con el reactivo de activación en forma de polvo. La mezcla es luego amasada o extrudida, de manera tal que esta mezcla es sometida a altas fuerzas de cizalladura y se alcanza una íntima entremezcladura de un silicato estratificado y de un reactivo de activación. Los cationes plurivalentes, que están contenidos en el silicato estratificado, son intercambiados en tal caso por los cationes monovalentes del reactivo de activación. A continuación, la mezcla puede eventualmente todavía ser secada y molida. Mediante la activación se aumenta la capacidad de hinchamiento del silicato estratificado.

55 En el documento de solicitud de patente internacional WO 97/33040 A1 se describe un procedimiento para la activación de unas bentonitas de metales alcalino-térreos. En tal caso la pertinente bentonita de metal alcalino-térreo es tratada con una solución acuosa de una sal de un metal alcalino o de amonio de un agente de enmascaramiento, estando escogido el agente de enmascaramiento entre un fosfonato, unos ácidos hidroxicarboxílicos, unos ácidos aminocarboxílicos y unos ácidos di- o tricarboxílicos. De manera preferida, como agente de enmascaramiento se utiliza el citrato de sodio. Por medio del agente de enmascaramiento se enmascaran unos iones de metales alcalino-térreos, que son intercambiados por los iones de sodio del agente de enmascaramiento. De tal manera, éstos no precipitan sino que permanecen en estado de disolución. Con ello se impide la formación de deposiciones, tales como las que resultan por ejemplo al realizar la activación de una bentonita con el carbonato de sodio mediante la

precipitación del carbonato de calcio. Como otra ventaja más, la bentonita tratada tiene un valor del pH casi neutro. Esto es ventajoso en el caso de la utilización en la producción de papel, puesto que la bentonita tratada con carbonato de sodio puede desplazar fuertemente el valor del pH de la suspensión de fibras hacia la región alcalina.

5 En el documento de solicitud de patente europea EP 0 485 124 A1 se describe la producción de una suspensión de bentonita con un alto contenido de materiales sólidos. La capacidad de hinchamiento de la bentonita se disminuye, ajustando en la suspensión una alta concentración de un electrólito inorgánico, en particular del cloruro de sodio. Si la suspensión se diluye con agua, disminuye también la concentración del electrólito, de manera tal que entonces la bentonita se hincha.

10 En el documento de patente de los EE.UU. US 5.266.538 se describe una suspensión de bentonita, que debe de tener un contenido lo más alto que sea posible de materiales sólidos. Esto se consigue elevando grandemente la concentración del electrólito en la suspensión.

15 Una utilización de silicatos estratificados activados no está restringida solamente a una producción de papel, cartón, cartulina y de materiales compuestos que contienen papel, sino que aquellos pueden pasar a emplearse también en otros numerosos sectores técnicos, por ejemplo en unos procedimientos de desagüe o en unos procedimientos para la separación de materiales sólidos a partir de medios fluidos.

20 En el caso de los materiales de silicatos estratificados activados del estado de la técnica, con frecuencia resulta desventajoso el hecho de que éstos, con el fin de conseguir unos buenos resultados de retención y drenaje en el caso de una producción de papel, deben de ser añadidos en grandes cantidades, pudiendo contribuir esto manifiestamente a los costos del producto final que se pone a disposición de los consumidores. Además de ello, en el caso de una utilización de sustancias de activación alcalinas esto puede conducir a un valor del pH indeseablemente alto en el caso de numerosos usos del material de silicato estratificado.

25 Una misión del invento es la puesta a disposición de unas composiciones alternativas de silicatos estratificados, que se puedan emplear en particular para la producción de papeles. Las composiciones de silicatos estratificados que son accesibles por medio de este procedimiento deben de hacer posible, en el caso de una utilización en procedimientos para la producción de papel, tanto unos muy buenos resultados de la retención como también a unos muy buenos resultados del drenaje, y/o deben de hacer posible una disminución de las cantidades empleadas de unos reactivos de activación, que en agua reaccionan de un modo fuertemente alcalino. En particular, un silicato estratificado activado, obtenible por medio de uno de tales procedimientos, debería poder emplearse en unos sistemas de retención y drenaje usuales en el comercio, tales como por ejemplo el sistema Hydrocol® o el sistema Teliiform®. Por lo demás deberían aparecer unos ventajosos resultados de la retención y del drenaje ya en el caso de efectuarse una adición de una pequeña cantidad de una composición de un silicato estratificado, con el fin de contribuir de esta manera al ahorro de recursos naturales y a una puesta a disposición de los consumidores de unos productos finales baratos.

30

35 Una misión del presente invento se resuelve por medio de un procedimiento que tiene las características de la reivindicación 1 de esta patente. Unas ventajosas formas de realización del procedimiento son objeto de las reivindicaciones subordinadas.

40 En el caso del procedimiento conforme al invento se parte de un silicato estratificado, que ya se hincha fuertemente al entrar en contacto con el agua. Para esto, el silicato estratificado ya contiene una cierta proporción de cationes monovalentes. O bien, ya se puede utilizar un silicato estratificado natural que ya tiene una alta proporción de cationes monovalentes intercambiables, por ejemplo una bentonita de sodio natural. Se puede utilizar, sin embargo, también un silicato estratificado, que en primer lugar había sido activado por ejemplo con un carbonato de metal alcalino para realizar el intercambio de cationes plurivalentes. El silicato estratificado, que ya contiene unos cationes monovalentes intercambiables es tratado luego con un componente de tratamiento, siendo el componente de tratamiento un compuesto formador de complejos multidentado para metales. El componente de tratamiento puede entonces convertir en compuestos complejos a unos cationes plurivalentes y de este modo impedir la formación de unos perturbadores precipitados. La composición de silicato estratificado, que se ha obtenido de acuerdo con el procedimiento se exfolia, al entrar en contacto con el agua, en muy alta medida, de manera tal que en el caso de la utilización de la composición de silicato estratificado en la producción de papel está a disposición una gran cantidad de partículas, con el fin de estabilizar a la estructura del papel. De esta manera se puede reducir de una manera manifiesta la cantidad empleada de la composición de silicato estratificado, en comparación con actuales composiciones de silicatos estratificados, sin que se tengan que aceptar mermas en la producción de papel o de la calidad del papel.

45

50

55 Sin querer estar vinculado a esta teoría, los autores del invento se explican las propiedades mejoradas en comparación con la composición de silicato estratificado procedente del documento WO 97/33040, por medio del siguiente mecanismo:

5 En el caso del procedimiento conocido a partir del documento WO 97/33040, la bentonita de metal alcalino-térreo es tratada directamente con el agente de enmascaramiento. Los aniones multidentados que están presentes en el agente de enmascaramiento coordinan sin embargo de manera preferida junto a las aristas de las láminas del silicato estratificado. De esta manera, sin embargo, el intercambio de los iones de calcio dispuestos entre las capas de silicato estratificado es bloqueado o por lo menos dificultado, de modo tal que también después del tratamiento siguen quedando todavía iones de calcio entre las capas del silicato estratificado, es decir que no se efectúa ningún intercambio completo por medio de cationes monovalentes. Esto conduce a fin de cuentas a un peor hinchamiento del silicato estratificado al entrar en contacto con el agua y con ello a una exfoliación incompleta de las capas individuales del silicato estratificado.

10 En el caso del procedimiento conforme al invento, el silicato estratificado ya tiene una cierta proporción de cationes monovalentes intercambiables. Por lo tanto, el silicato estratificado se hincha manifiestamente mejor que una bentonita de metal alcalino-térreo. Si este silicato estratificado que ya ha sido activado previamente, se trata seguidamente con el reactivo de tratamiento, la coordinación de los aniones formadores de complejos junto a las aristas de las láminas del silicato estratificado ya no repercute de modo agravante, de modo tal que se puede conseguir un intercambio completo de cationes plurivalentes del silicato estratificado. De esta manera el silicato estratificado tratado se hincha mejor al entrar en contacto con el agua y la exfoliación se efectúa en un grado mayor que en el caso de una composición de silicato estratificado de acuerdo con el documento WO 97/33040.

Conforme al invento, se pone a disposición, por lo tanto, un procedimiento para la producción de una composición de silicato estratificado, con las etapas de:

20 a. poner a disposición por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes intercambiables;

b. tratar el por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes intercambiables, con por lo menos un componente de tratamiento, siendo el componente de tratamiento un compuesto formador de complejos para metales.

25 El concepto de "un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes", que se utiliza en lo sucesivo, tiene el mismo significado que el concepto de "un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes intercambiables".

30 Como silicatos estratificados se pueden emplear todos los tipos de silicatos estratificados. En unos silicatos estratificados también llamados silicatos con estructura laminar o filosilicatos, los tetraedros de  $\text{SiO}_4$  se reticular mutuamente en capas con la composición. Estas capas de tetraedros se almacenan alternativamente con unas capas de octaedros en las cuales un catión, sobre todo uno de aluminio y de magnesio, está rodeado octaédricamente por moléculas de hidróxido o respectivamente oxígeno. En tal caso, una capa de tetraedros de  $\text{Si}_2\text{O}_5$  puede estar unida tanto con una capa de octaedros (filosilicatos de dos capas) como también con dos capas de octaedros (filosilicatos de tres capas)

35 Entre los minerales de dos capas se cuentan por ejemplo una caolinita y una serpentina, y entre los minerales de tres capas se cuenta sobre todo una montmorillonita. De manera preferida, como silicatos estratificados se emplean unos minerales arcillosos. Éstos se pueden obtener de una manera sencilla y favorable a partir de unas fuentes naturales. De manera particularmente preferida, se emplea una bentonita como el silicato estratificado en el procedimiento conforme al invento.

40 En el caso del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se puede tratar tanto de un silicato estratificado natural, es decir un silicato estratificado que se puede obtener mediante una explotación de yacimientos naturales, como también de un silicato estratificado que se ha producido por vía sintética, en particular de un silicato estratificado que se ha producido partiendo de otros materiales silicáticos, en particular de unos silicatos estratificados.

45 De manera preferida, los cationes monovalentes del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes comprenden unos cationes monovalentes que están seleccionados entre el conjunto que se compone de iones de amonio, iones de sodio, iones de potasio e iones de litio y unas mezclas de éstos, en particular seleccionados entre el conjunto que se compone de iones de litio, iones de sodio e iones de potasio y unas mezclas de éstos. De manera especialmente preferida, los cationes monovalentes están formados por iones de sodio.

50 De manera preferida en el caso del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se trata de un silicato estratificado esmectítico o de una mezcla de silicatos estratificados esmectíticos. Se pueden obtener unas muy ventajosas propiedades como materiales, en particular, cuando el silicato estratificado se escoge entre el conjunto que se compone de bentonita, montmorillonita, hectorita, saponita, estevensita, beidelita, nontronita y sus mezclas. De manera preferida en el caso del silicato estratificado se trata de un silicato estratificado no calcinado, es decir de un silicato estratificado que después de su producción o su beneficio no había sido calentado

por ejemplo por encima de 500°C, de manera preferida no por encima de 200°C, y en particular no por encima de 115°C. Los silicatos, así como se estructura y su composición se explican por lo demás a modo de ejemplo en el libro de texto "Holleman-Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie" [Holleman-Wiberg, libro de texto de la química inorgánica] de N. Wiberg, ediciones 91<sup>o</sup>-100<sup>o</sup>, Walter de Gruyter & Co., 1985, ISBN 3-11-007511-3, páginas 768 hasta 779.

Es especialmente preferido que el por lo menos un silicato estratificado comprenda una bentonita o se componga de ésta. Las bentonitas tienen como componente principal una montmorillonita, distinguiéndose ésta por un comportamiento químico-físico especialmente ventajoso, en particular por un comportamiento de hinchamiento especialmente ventajoso. Una montmorillonita es un mineral de tres capas, que está constituido a base de dos capas de tetraedros de SiO<sub>4</sub>, entre las cuales se encuentra situada una capa de octaedros, que predominantemente contiene iones de aluminio. El comportamiento de unas bentonitas en sistemas acuosos es inculcado por la carga eléctrica negativa permanente de las capas, que resulta mediante una sustitución isomorfa y sitios defectuosos en la capa de silicato, y es influenciado por una carga eléctrica variable junto a los bordes de los cristales de bentonita. Entre las capas se encuentran situados unos cationes, que son capaces de intercambio.

El concepto de "silicato estratificado que contiene cationes monovalentes" comprende, en el marco de la presente solicitud, unos silicatos estratificados que contienen predominantemente cationes monovalentes (en particular en forma de cationes intercambiables), teniendo los silicatos estratificados de manera preferida una proporción de cationes monovalentes, que es mayor que la proporción de los cationes divalentes y de más alta valencia. De manera preferida, la proporción de los cationes monovalentes puede ser por lo menos 1,1 veces mayor, de manera preferida por lo menos 3 veces mayor, de manera más preferida por lo menos 5 veces mayor, de manera más aún preferida por lo menos 8 veces mayor que la proporción de los cationes divalentes y de más alta valencia, en particular de los cationes divalentes. Los datos se refieren en cada caso a unos equivalentes.

Un procedimiento apropiado para la determinación del contenido de cationes monovalentes intercambiables o respectivamente divalentes y de más alta valencia, de cationes de metales alcalinos, etc, se encuentra descrito detalladamente en la parte de método presentada seguidamente y se puede comprobar en particular mediante un intercambio de cationes con una solución acuosa de cloruro de amonio.

Además de esto, de acuerdo con una forma preferida de realización, el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, en particular en forma de cationes intercambiables, puede tener una proporción total de iones de sodio, litio, potasio y amonio, que es mayor que la proporción total de los iones de magnesio y calcio, comprendiendo el concepto de "silicatos estratificados de metales alcalinos y/o amonio", en el marco de la presente solicitud, en particular tales compuestos. De manera preferida la proporción total de los iones de sodio, litio, potasio y amonio puede ser por lo menos por lo menos 1,1 veces mayor, de manera preferida por lo menos 3 veces mayor, de manera más preferida por lo menos 5 veces mayor, de manera más aún preferida por lo menos 8 veces mayor que la proporción total de los iones de magnesio y calcio.

Por lo demás, de acuerdo con una forma preferida de realización, el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, en particular en forma de cationes intercambiables, puede tener una proporción total de iones de sodio, litio y potasio, que es mayor que la proporción total de los iones de magnesio y calcio, comprendiendo en el marco de la presente solicitud, el concepto de "silicatos estratificados con metales alcalinos y/o amonio" en particular tales compuestos. De manera preferida, la proporción total de los iones de sodio, litio y potasio puede ser por lo menos 1,1 veces mayor, de manera preferida por lo menos 3 veces mayor, de manera más preferida por lo menos 5 veces mayor, de manera más aún preferida por lo menos 8 veces mayor que la proporción total de los iones de magnesio y calcio.

De manera preferida, el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes tiene una proporción de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes (seguidamente nombrada abreviadamente también como CEC) de por lo menos 50 %, de manera preferida de por lo menos 60 %, en particular de por lo menos 70 %, de manera más aún preferida de por lo menos 80 %, de manera todavía más preferida de por lo menos 90 %. Se obtienen unos resultados especialmente buenos en el caso de la producción de papel, cartón, cartulina y materiales compuestos que contienen papel, cuando el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes tiene una proporción total de iones de metales alcalinos, en particular de sodio, potasio y litio, así como de amonio, de manera preferida de iones de sodio, potasio y litio en la capacidad total de intercambio de cationes (seguidamente nombrada abreviadamente también como CEC) de por lo menos 50 %, de manera preferida de por lo menos 60 %, en particular de por lo menos 70 %, de manera más aún preferida 80 %, de manera más aún preferida 90 %.

El silicato estratificado que contiene cationes monovalentes es puesto a disposición y luego tratado con por lo menos un componente de tratamiento, siendo el componente de tratamiento un compuesto formador de complejos para metales.

El silicato estratificado puede ser dispuesto previamente por ejemplo en forma de una suspensión. De manera preferida el silicato estratificado es puesto a disposición en una forma, en la que él es bien amasable. Para ello el

silicato estratificado puede ser molido. Entonces él puede ser dispuesto previamente en una forma húmeda. El contenido de agua del silicato estratificado es escogido de manera preferida en el intervalo de 10 a 40 % en peso, de manera más aún preferida de 15 a 30 % en peso. Eventualmente, el silicato estratificado puede ser amasado, con el fin de obtener una masa homogénea y flexible.

5 Al silicato estratificado se le añade luego el por lo menos un componente de tratamiento.

El por lo menos un componente de tratamiento se puede emplear en cualquier forma apropiada, que sea conocida por un experto en la especialidad, por ejemplo en forma de una suspensión, solución, lodo, o también en una forma seca, por ejemplo en forma de partículas, polvos, etc.

10 El tratamiento del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes con el por lo menos un componente de tratamiento se puede efectuar en presencia de agua. Por ejemplo, el tratamiento del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes con el por lo menos un componente de tratamiento puede efectuarse en forma de una suspensión espesa (lodo). De manera preferida, el tratamiento del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se efectúa sin embargo en presencia de unas cantidades de agua bajas o inevitables según la técnica de procedimiento. Por ejemplo una mezcla, que se ha formado al  
15 realizar este tratamiento, del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes y del por lo menos un componente de tratamiento tiene un contenido de agua de menos que 200 % en peso, de manera preferida de menos que 80 % en peso, de manera más aún preferida de menos que 40 % en peso, referido al peso total del silicato estratificado que está contenido en esta mezcla después de una desecación a 130°C hasta llegar a la constancia del peso.

20 En el caso de una correspondiente realización de la reacción, la mezcla, sin embargo, puede tener también un contenido de agua más pequeño. Así, la mezcla, de acuerdo con una forma de realización, tiene un contenido de agua de menos que 20 % en peso, de acuerdo con otra forma de realización de menos que 18 % en peso.

25 Durante el tratamiento del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes con el por lo menos un componente de tratamiento es preferido que la mezcla sea bien amasable o respectivamente pueda ser bien extrudida. De acuerdo con una forma de realización, la mezcla tiene por lo tanto un contenido de agua de por lo menos 10 % en peso y de acuerdo con otra forma de realización uno de por lo menos 15 % en peso.

La etapa del tratamiento puede comprender en particular una entremezcladura intensa del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes y del por lo menos un componente de tratamiento. De manera preferida, una entremezcladura puede efectuarse mediante agitación, amasadura y/o extrusión.

30 La duración del tratamiento del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, en particular de la entremezcladura se puede escoger en dependencia de los materiales de partida utilizados. La duración del tratamiento es de 0,5 a 20 minutos, de manera preferida de 1 a 11 minutos, en particular de 2 a 6 minutos.

35 Además de ello, la etapa del tratamiento del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes puede efectuarse a una temperatura de por ejemplo situada por debajo de 90°C, de manera preferida a una temperatura situada por debajo de 70°C, en particular a una temperatura situada por debajo de 45°C.

40 Junto al por lo menos un componente de tratamiento, durante el tratamiento se pueden añadir también todavía otros componentes al por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes. Estos otros componentes se pueden escoger en dependencia del uso en cada caso pretendido de la composición de un silicato estratificado y de las condiciones de procedimiento que se hayan de tener en cuenta. En particular, junto a los componentes de tratamiento se pueden añadir por lo menos unos disolventes orgánicos y/o inorgánicos, en particular agua, unos ácidos inorgánicos y/u orgánicos y sus sales, en particular sus sales de sodio, unas bases inorgánicas y/u orgánicas y sus sales, unos agentes tensioactivos, unos agentes de floculación, unos materiales colorantes, etc. al por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes.

45 Como un componente de tratamiento se emplea un compuesto formador de complejos para metales. Mediante el compuesto formador de complejos se unen preferentemente unos iones de metales plurivalentes, en particular unos iones de calcio y magnesio. De esta manera se impide, por una parte, que los cationes plurivalentes formen unos precipitados difícilmente solubles. Por otra parte, los iones de metales plurivalentes son enmascarados, de manera tal que ellos ya no perturban al realizar la exfoliación del silicato estratificado. Los compuestos formadores de complejos se escogen de manera preferida de modo tal que se unan los cationes plurivalentes de manera preferente  
50 frente a los cationes monovalentes. Como compuestos formadores de complejos se escogen de manera preferida unos compuestos aniónicos, siendo preferidos aún más los aniones plurivalentes. De manera preferida, los aniones plurivalentes que se emplean como componentes de tratamiento llevan por lo menos dos cargas eléctricas

negativas. De acuerdo con una forma de realización, se prefieren los compuestos formadores de complejos multidentados. Un compuesto formador de complejos multidentado dado a modo de ejemplo es el ácido cítrico.

Después del tratamiento, la composición de silicato estratificado puede todavía ser secada y eventualmente molida.

5 De acuerdo con una forma de realización especialmente preferida, el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se obtiene tratando un silicato estratificado precursor con un reactivo de activación, siendo el reactivo de activación una sal de un catión monovalente. Como silicato estratificado precursor se emplea un silicato estratificado que contiene cationes plurivalentes. En el caso de esta forma de realización, se parte de un silicato estratificado precursor, que tiene una alta proporción de cationes plurivalentes. De acuerdo con una forma de realización, la proporción de los cationes plurivalentes en la capacidad total de intercambio de cationes del silicato estratificado precursor es por lo menos de 50 %, de acuerdo con otra forma de realización es por lo menos de 70 %, de acuerdo con otra forma de realización más es por lo menos de 90 % y de acuerdo con todavía otra forma de realización es por lo menos de 95 %.

15 Un silicato estratificado que contiene plurivalentes, que está bien disponible, es por ejemplo una bentonita de calcio. Sin querer estar vinculado a esta teoría, los autores del invento parten de la concepción de que los cationes plurivalentes son intercambiados en primer lugar por unos cationes monovalentes que se ponen a disposición por intermedio del reactivo de activación. De esta manera se mejora la capacidad de hinchamiento del silicato estratificado. Si el silicato estratificado activado es tratado seguidamente con el componente de tratamiento, no se obstaculiza el intercambio ulterior de los cationes mediante el componente de tratamiento, que se puede coordinar como compuesto formador de complejos junto a las aristas de las láminas del silicato estratificado. Además se enmascaran mediante el componente de tratamiento unos cationes plurivalentes, que son puestos en libertad a partir del silicato estratificado mediante un intercambio por cationes monovalentes.

20 La producción del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se puede efectuar partiendo de una mezcla de producción que comprende por lo menos un silicato estratificado precursor así como el reactivo de activación.

25 Como un silicato estratificado precursor se emplea en este caso un silicato estratificado que contiene cationes plurivalentes, siendo formados los cationes plurivalentes de manera preferida por unos cationes divalentes, de manera especialmente preferida por unos iones de calcio y/o de magnesio.

30 Este silicato estratificado que contiene cationes plurivalentes se hace reaccionar luego con un reactivo de activación. Como reactivo de activación se emplea(n) uno o varios componentes que contienen cationes monovalentes, que se emplean en forma de sales. Las sales de cationes monovalentes son por lo general bien solubles en agua, de manera tal que se efectúa un intercambio fácil de los cationes divalentes que están presentes en el silicato estratificado, puesto que los silicatos estratificados contienen en general agua.

Como sales de cationes monovalentes se emplean de manera preferida unos carbonatos o hidrógenocarbonatos.

35 La mezcla de producción comprende como un silicato estratificado precursor uno o varios silicatos estratificados. Los silicatos estratificados pueden tener un contenido de agua relativamente pequeño, de manera tal que ellos son por ejemplo bien amasables o pueden ser extrudidos. El contenido de agua es escogido en tal caso de manera preferida en el intervalo de 10 a 40 % en peso, de manera más preferida en el intervalo de 15 a 30 % en peso. Sin embargo, los silicatos estratificados pueden presentarse también en forma de un fluido acuoso, que comprende uno o varios silicatos estratificados, por ejemplo en forma de una suspensión acuosa. Una suspensión puede contener el por lo menos un silicato estratificado precursor en una proporción de 5 a 30 % en peso referido, de acuerdo con otra forma de realización en una proporción de 10 a 20 % en peso.

40 De manera preferida, la mezcla de producción comprende como silicato estratificado precursor un silicato estratificado esmectítico o una mezcla de silicatos estratificados esmectíticos. Unas muy ventajosas propiedades como materiales se pueden obtener en particular cuando como un silicato estratificado precursor se emplea un silicato estratificado que está escogido entre el conjunto que se compone de bentonita, montmorillonita, hectorita, saponita, estevensita, beidelita, nontronita y sus mezclas. De manera preferida, en el caso del silicato estratificado precursor se trata de un silicato estratificado que no está calcinado, es decir de un silicato estratificado que, después de su producción o beneficio, por ejemplo había sido calentado no por encima de 500°C, de manera preferida no por encima de 200°C, y en particular no por encima de 115°C.

50 Unas composiciones de silicatos estratificados con unas muy buenas propiedades como materiales, en particular para la producción de papel, se pueden obtener en particular cuando el por lo menos un silicato estratificado precursor es tratado con un carbonato de metal alcalino, un carbonato de amonio, un hidrógenocarbonato de amonio y/o un hidrógenocarbonato de metal alcalino, de manera preferida con un tipo de carbonato de sodio (en particular con sosa) y/o con un hidrógenocarbonato de sodio, como un reactivo de activación.

Un tratamiento del por lo menos un silicato estratificado precursor con el reactivo de activación que contiene uno o varios cationes monovalentes, puede efectuarse, por ejemplo, añadiendo el reactivo de activación en una forma sólida, por ejemplo en forma de un polvo o en forma de un fluido, en particular de una solución, al silicato estratificado precursor y entremezclándolo con éste, por ejemplo por amasadura y/o extrusión.

- 5 Cuando la mezcla de producción se presenta en forma de un fluido, en particular en forma de una suspensión, una entremezcladura se puede efectuar por ejemplo mediando agitación o revolución.

De manera preferida, la producción del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se efectúa en presencia de unas cantidades de aguas bajas o inevitables según la técnica de procedimiento. Por ejemplo, la mezcla de producción puede tener solamente un contenido de agua de menos que 200 % en peso, de manera preferida de menos que 80 % en peso, de manera más preferida de menos que 40 % en peso, referido al peso total del silicato estratificado que está contenido en esta mezcla de producción, después de haber secado a 130°C hasta llegar a la constancia del peso.

10

La activación del silicato estratificado precursor puede efectuarse también cuando éste tiene un contenido de agua más bajo. De acuerdo con una forma de realización, el silicato estratificado precursor tiene un contenido de agua de menos que 20 % en peso, de acuerdo con otra forma de realización tiene un contenido de agua de menos que 18 % en peso. Sí se utiliza un silicato estratificado precursor con un contenido de agua relativamente pequeño, el reactivo de activación se aplica de manera preferida en forma de una solución acuosa.

15

Con el fin de conseguir una buena amasabilidad de la mezcla de producción, la mezcla de producción de acuerdo con una forma de realización tiene un contenido de agua de por lo menos 10 % en peso, de acuerdo con otra forma de realización tiene uno de por lo menos 15 % en peso.

20

La duración del tratamiento del por lo menos un silicato estratificado precursor con el reactivo de activación que contiene uno o varios cationes monovalentes para la producción del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, se puede escoger en dependencia de la proporción que se ha de conseguir de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes y del silicato estratificado precursor que se utiliza. La duración de la entremezcladura, por ejemplo por amasadura o extrusión, de la mezcla de producción, puede estar situada entre 1 y 15 minutos, de manera preferida entre 2 y 4 minutos. De manera preferida, la producción del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se efectúa a una temperatura situada por debajo de 90°C, de manera preferida a una temperatura situada por debajo de 70°C, en particular a una temperatura situada por debajo de 45°C. De acuerdo con una forma de realización, la producción del por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes se efectúa a una temperatura de por lo menos 10°C.

25

30

Se pueden obtener por ejemplo muy buenos resultados cuando, referido al peso total del por lo menos un silicato estratificado precursor, el peso total del reactivo de activación es por lo menos de 1 % en peso, de manera preferida de 1 a 5 % en peso, de manera más preferida de 1,5 a 4,5 % en peso.

- 35 El reactivo de activación es escogido de manera preferida entre el conjunto formado por los carbonatos de metales alcalinos, el carbonato de amonio, el hidrógenocarbonato de amonio o los hidrógenocarbonatos de metales alcalinos. Estas sales se pueden emplear individualmente o también en una mezcla entre sí.

Como un reactivo de activación se emplea de manera preferida el carbonato de sodio ( $\text{Na}_2\text{CO}_3$ ) o el hidrógenocarbonato de sodio ( $\text{NaHCO}_3$ ).

- 40 El reactivo de activación y el componente de tratamiento se pueden añadir al mismo tiempo o también consecutivamente al silicato estratificado precursor.

El tratamiento de por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes con el por lo menos un componente de tratamiento, se puede efectuar, de acuerdo con una primera forma de realización, durante un lapso de tiempo o por la duración completa de la etapa de producción del silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, es decir en común con el tratamiento del silicato estratificado precursor con el reactivo de activación.

45

De acuerdo con una segunda forma de realización, el silicato estratificado precursor es tratado en primer lugar con el reactivo de activación y a continuación con el componente de tratamiento.

Unas composiciones de silicatos estratificados que, en el caso de la producción de papel, hacen posibles una retención y un drenaje de calidad especialmente alta, se pueden obtener en particular cuando, en primer lugar, se produce un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes tratando un silicato estratificado precursor con un reactivo de activación. La mezcla de producción que se ha obtenida en tal caso, que contiene el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, es tratada en una etapa cronológicamente subsiguiente con el por

50



lo menos un componente de tratamiento. Sin que el invento esté restringido a la exactitud de la siguiente suposición, se supone que estas ventajosas propiedades como materiales se consiguen mediante el recurso de que se parte de un silicato estratificado, que puede poner a disposición un alto contenido de plaquitas exfoliadas de silicatos estratificados por medio de un alto contenido de cationes monovalentes, en particular de iones de sodio.

- 5 De manera preferida, el comienzo del tratamiento de la mezcla de producción con el por lo menos un componente de tratamiento se efectúa durante por lo menos 30 segundos, de manera preferida durante por lo menos 1 minuto, más en particular durante por lo menos 3 minutos después de la adición del reactivo de activación al por lo menos un silicato estratificado precursor.

- 10 El por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, que se emplea en el procedimiento conforme al invento, tiene de manera preferida una alta proporción de cationes monovalentes, de manera tal que él se hincha bien al entrar en contacto con el agua.

- 15 De acuerdo con una forma de realización, el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes tiene una proporción de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes de por lo menos 50 %, de manera preferida de por lo menos 60 %, en particular de por lo menos 70 %, de manera más preferida de por lo menos 80 %, de manera más aún preferida de por lo menos 90 %. En particular, el por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes tiene una proporción de iones de sodio en la capacidad total de intercambio de cationes, que de manera preferida es de por lo menos 35 %, de manera más preferida de por lo menos 55 %, en particular de por lo menos 70 %, preferentemente de por lo menos 80 %, de manera más preferente por lo menos de 90 %.

- 20 Un procedimiento para la determinación de la capacidad total de intercambio de cationes se explica detalladamente en el caso de los Ejemplos.

- 25 Como un componente de tratamiento se emplea en el procedimiento conforme al invento un compuesto formador de complejos para metales. Este compuesto formador de complejos tiene también la misión de enmascarar a los cationes plurivalentes, en particular a los iones de calcio y magnesio, que se ponen en libertad a partir del silicato estratificado. Por lo tanto, es ventajoso que durante el procedimiento conforme al invento no se añadan cationes plurivalentes adicionales.

De acuerdo con una forma de realización, está previsto que el componente de tratamiento sea una sal de un catión monovalente. Unos cationes preferidos son los cationes de los metales alcalinos así como el ion de amonio, siendo especialmente preferido el ion de sodio.

- 30 Como un componente de tratamiento se emplean unos compuestos formadores de complejos para metales. De acuerdo con una forma de realización está previsto que el componente de tratamiento se escoja entre el conjunto que se compone de fosfonatos, ácidos hidroxicarboxílicos, ácidos aminocarboxílicos, ácidos policarboxílicos, sales del ácido iminodisuccínico, una polisuccinimida, unos materiales parcialmente hidrolizados de una polisuccinimida, un poli(ácido aspártico) y unas mezclas de estos compuestos.

- 35 El componente de tratamiento se presenta en tal caso de manera preferida en forma de una sal, en particular en forma de su sal de sodio.

De acuerdo con una forma preferida de realización, como un componente de tratamiento se emplean unos fosfonatos.

- 40 Durante los numerosos ensayos, que condujeron al presente invento, los autores del invento comprobaron con sorpresa que un procedimiento que en combinación se basa en un empleo de un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, que de manera preferida tiene un alto contenido de cationes monovalentes, en particular un alto contenido de cationes de metales alcalinos y/o de amonio, más en particular un alto contenido de cationes de metales alcalinos, es decir por ejemplo una proporción de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes de por lo menos 50 %, y se basa en un tratamiento mediante fosfonatos, conduce a unos silicatos estratificados activados, que en el caso de una producción de papel pueden dar lugar a un comportamiento de drenaje y retención extremadamente ventajoso.

- 45 Este ventajoso comportamiento de drenaje y retención puede conseguirse ya en el caso de muy bajas dosificaciones de un silicato estratificado activado, contribuyendo esto a la protección de los recursos naturales y a la puesta a disposición de los consumidores de unos productos finales baratos, tales como por ejemplo papel, cartón y cartulina,. Desde puntos de vista técnicos de procedimiento, es además ventajoso el hecho de que en el caso del procedimiento conforme al invento, la activación pueda transcurrir en varias etapas y que la activación que se efectúa por medio del tratamiento con fosfonatos pueda efectuarse en un momento deseado y en unas cantidades escogidas de un modo específico para el uso.

El concepto de "silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, tratado con fosfonatos" describe a un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, de manera preferida un silicato estratificado que contiene iones de metales alcalinos y/o de amonio, de manera preferida un silicato estratificado que contiene iones de metales alcalinos, que había sido tratado con por lo menos un fosfonato. El fosfonato actúa por lo tanto como un componente de tratamiento.

Una composición de silicato estratificado que es obtenible por medio de un tratamiento con fosfonatos de un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, tal como se efectúa durante el procedimiento conforme al invento, tiene, en comparación con una composición de silicato estratificado activado que ha sido activada solamente con carbonatos o hidrógenocarbonatos de cationes monovalentes (p.ej. sosa), una sorprendente y ventajosa distribución de diámetros de partículas con una proporción manifiestamente aumentada de partículas más pequeñas que tienen un diámetro de partículas de menos que 600 nm, lo cual puede contribuir al ventajoso comportamiento de retención y drenaje en el caso de la producción de papel.

De manera particularmente sorprendente, con el procedimiento conforme al invento, en el que se parte de un silicato estratificado que ya contiene cationes monovalentes, eventualmente llevando a cabo previamente una activación con un reactivo de activación, con lo que se intercambien cationes plurivalentes por cationes monovalentes, se alcanza una mejor distribución de los tamaños de partículas, es decir una proporción más alta de partículas pequeñas, que en el caso de un procedimiento, en el que se parte de un silicato estratificado que contiene cationes plurivalentes, el cual luego se hace reaccionar directamente con el componente de tratamiento, por ejemplo con un fosfonato de sodio.

De manera sorprendente, en el caso del procedimiento conforme al invento se obtienen unas composiciones de silicatos estratificados que tienen una alta proporción de partículas pequeñas, que está situada manifiestamente por encima de la proporción de partículas pequeñas, que se puede obtener solamente mediante una activación de un silicato estratificado en bruto, por ejemplo de una bentonita en bruto, solamente con carbonato de sodio. Así, una bentonita activada solamente con sosa, por ejemplo en una proporción de 2,5 a 5,5 % en peso de sosa, referida al total de bentonita, tiene una proporción de partículas con un diámetro de partículas de menos que 600 nm, de 10 a 20 % en peso, referida al peso total de las partículas de silicatos estratificados con un diámetro de partículas de 0,2 a 100  $\mu\text{m}$ . En el caso de una composición de silicatos estratificados que ha sido activada con unos fosfonatos, tal como se puede obtener de acuerdo con el procedimiento conforme al invento, el contenido de partículas que tienen un diámetro de partículas de menos que 600 nm es, por el contrario, de por lo menos 40 % en peso, de manera preferida de por lo menos 45 % en peso, de manera más preferida de por lo menos 50 % en peso, en particular de 40 - 60 % en peso, referido al peso total de de los consumidores partículas de silicatos estratificados con un diámetro de las partículas de 0,2 a 100  $\mu\text{m}$ . Sin que el presente invento esté restringido a la exactitud de la siguiente suposición, se supone que los fosfonatos forman unos complejos con unos cationes divalentes que todavía están contenidos en el sistema (tales como en particular cationes de calcio y/o magnesio) de manera tal que las partículas están sometidas en medida más pequeña a una aglomeración o respectivamente conglomeración.

Si, por ejemplo, se parte de un procedimiento tal como el que se describe en el documento de solicitud de patente internacional WO 97/33040 A1, entonces allí la bentonita de calcio es hecha reaccionar directamente con un fosfato de sodio. Al contrario de esto, en el caso del procedimiento conforme al invento la bentonita de calcio es activada en primer lugar por ejemplo con el carbonato de sodio y luego es tratada por ejemplo con un fosfonato de sodio. Tal como se muestra en el caso de los Ejemplos, las composiciones de silicatos estratificados que se han obtenido en los dos procedimientos se diferencian en sus propiedades.

Sin que el presente invento tenga que estar restringido a la exactitud de la siguiente suposición, se supone que esto se puede explicar por el hecho de que en el caso de una bentonita de calcio es solamente muy pequeña la capacidad de exfoliarse después de un dispersamiento en agua a causa de los cationes de calcio que están contenidos en capas intermedias y de que ésta es apenas capaz de hincharse. Las interacciones sorprendentemente ventajosas entre los fosfonatos y las plaquitas de silicatos estratificados no aparecen por lo tanto en el caso de un tratamiento de una bentonita de Ca o son neutralizadas por otras interacciones negativas.

El concepto de "fosfonatos" comprende en el marco de la presente solicitud las sales de ácidos del fósforo (III) en particular las sales del ácido fosfónico ( $\text{H}_3\text{PO}_3$ ), así como las sales del ácido difosfónico ( $\text{H}_4\text{P}_2\text{O}_5$ ). En particular el concepto de "fosfonatos" comprende también unos fosfonatos orgánicos. Como fosfonatos orgánicos se pueden considerar en particular todos los fosfonatos que tienen por lo menos un enlace entre carbono e hidrógeno.

Se pueden obtener unas composiciones de silicatos estratificados especialmente buenas cuando como el fosfonato se emplea un fosfonato orgánico, que contiene por lo menos dos, de manera preferida por lo menos tres radicales que contienen fósforo iguales o diferentes, que se seleccionan entre el conjunto que se compone de  $-\text{PO}(\text{OH})_2$ ,  $-\text{PO}(\text{OH})(\text{O}^-)\text{X}^+$  y  $-\text{PO}(\text{O}^-)_2\text{X}^+\text{Y}^+$ , estando unidos estos radicales de manera preferida con un átomo de carbono y pudiéndose tratar, en el caso de los iones de signo contrario  $\text{X}^+$ ,  $\text{Y}^+$ , de manera preferida de unos cationes de metales alcalinos, en particular de unos iones de sodio, pudiendo escogerse  $\text{X}^+$ ,  $\text{Y}^+$  independientemente uno de otro.

De manera preferida, un fosfonato orgánico contiene por lo menos un radical  $-PO(OH)(O^-X^+)$  o por lo menos un radical  $-PO(O^-)_2X^+Y^+$ .

5 Los fosfonatos y los ácidos oxigenados del fósforo así como su constitución y su composición, se explican por ejemplo en el libro de texto "Holleman-Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie" de N. Wiberg, ediciones 91<sup>o</sup>-100<sup>o</sup>, Walter de Gruyter & Co., 1985, ISBN 3-11-007511-3, páginas 646 hasta 652. De manera preferida, los fosfonatos comprenden cationes de metales alcalinos, en particular cationes de sodio y potasio.

10 Unas composiciones de silicatos estratificados con unas propiedades especialmente ventajosas como materiales, que hacen posible una retención y un drenaje de carácter muy bueno en el caso de la producción de papel se pueden obtener en particular cuando el por lo menos un fosfonato comprende un compuesto que se selecciona entre el conjunto que se compone de sales de metales alcalinos del 1-hidroxietano-(1,1-ácido difosfónico) (abreviadamente HEDP), en particular unas sales de potasio y/o de sodio del mismo, más particularmente las sales de tetrasodio, trisodio, disodio, dipotasio y tripotasio del mismo, unas sales de metales alcalinos del aminotris(ácido metileno-fosfónico) (ATMP), en particular unas sales de sodio del mismo, más en particular la sal de pentasodio del mismo, unas sales de metales alcalinos del etilendiamina-tetra(ácido metileno-fosfónico) (EDTMP), en particular sales de sodio del mismo, más en particular las sales de hexasodio y pentasodio del mismo, unas sales de metales alcalinos del dietilendiamina-penta (ácido metileno-fosfónico), en particular unas sales de sodio del mismo, más en particular las sales de disodio y heptasodio, unas sales de metales alcalinos del ácido hidroxietil-amino-di-(ácido metileno-fosfónico), en particular unas sales de sodio del mismo, en particular las sales de disodio y tetrasodio del mismo, el hexametilendiamina-tetra(ácido metileno-fosfónico), en particular unas sales de sodio del mismo, más en particular la sal de hexasodio del mismo, el ácido 2-fosfonobutano-1,2,4-tricarboxílico (PBTC), en particular unas sales de sodio del mismo, más en particular la sal de tetrasodio del mismo, y unas mezclas de ellas.

25 Se obtuvieron unos resultados especialmente buenos en el caso de un empleo del HEDP en forma de la sal de  $Na_4$  (Cublen® K 8514 P o respectivamente K 3014), la sal de  $Na_2$  (Cublen® K 9012 P o respectivamente K 2012) o la sal de  $K_3$  (Cublen® K 4023), así como del EDTMP en forma de la sal de  $Na_6$  (Cublen® E 3016) y del ATMP en forma de la sal de  $Na_5$  (Cublen® A 4015, los productos Cublen® son obtenibles en cada caso de la entidad Zschimmer&Schwarz) o mezclas de los mismos.

30 El concepto de una "sal de metal alcalino" comprende, en referencia a los fosfonatos, unas sales que como los cationes contienen uno o varios cationes seleccionados en particular entre el conjunto que se compone de cationes de sodio, litio, potasio, rubidio, cesio y mezclas de estos cationes, seleccionados de manera preferida entre el conjunto que se compone de cationes de sodio, litio, potasio y mezclas de ellos, de manera preferida cationes de sodio.

35 De una manera análoga a la de los fosfonatos se pueden emplear también otros compuestos formadores de complejos como componentes de tratamiento. Estos componentes de tratamiento se pueden emplear tanto individualmente como también en mezcla de unos con otros. Unos apropiados componentes de tratamiento son por ejemplo unos ácidos hidroxicarboxílicos y sus sales de metales alcalinos, en particular sales de sodio. Unos compuestos dados a modo de ejemplo son el tartrato o gluconato de sodio o de manera preferida el citrato de sodio.

Son apropiados también unos ácidos aminocarboxílicos, tales como el ácido dietilentriamino-pentaacético (DTPA), el ácido nitrilo-triacético (NTA), el ácido etilendiamina-N,N'-bis(ácido 2-hidroxifenilacético) (EDDHA) y el ácido etilendiamina-tetraacético (EDTA).

40 Por lo demás, de esta índole son unos ácidos di- o tricarboxílicos tales como el ácido malónico, el ácido succínico, el ácido glutárico, el ácido adípico y el ácido oxálico. Los ácidos se emplean de manera preferida en forma de sus sales de metales alcalinos, en particular de sus sales de sodio.

45 Unos componentes de tratamiento presentados a modo de ejemplo, que se pueden emplear en el procedimiento conforme al invento, son unas sales del ácido iminodisuccínico, unas sales del ácido (N-(1,2-dicarboxietil)-aspártico, unas polisuccinimidas, unos materiales parcialmente hidrolizados de unas polisuccinimidas, así como unos poli(ácidos aspárticos).

Como una sal del ácido iminodisuccínico se pueden emplear por ejemplo una sal de sodio, de potasio, de litio, de amonio y/o de potasio del mismo, de manera preferida la sal de tetrasodio del ácido iminodisuccínico.

50 De acuerdo con una forma de realización, se puede utilizar como un componente de tratamiento una polisuccinimida o un material parcialmente hidrolizado de una polisuccinimida. El concepto de "material parcialmente hidrolizado" puede circunscribir en particular el hecho de que la polisuccinimida contiene por ejemplo por lo menos 10 %, de manera preferida por lo menos 20 %, de manera más preferida por lo menos 50 %, en particular de 10 a 90 %, de manera preferida 40-60 % de los sistemas anulares de la polisuccinimida presentándose en una forma abierta, en particular presentes en una forma que ha sido abierta por hidrólisis.

De acuerdo con otra forma de realización se puede emplear un poli(ácido aspártico) como el componente de tratamiento.

5 Unas composiciones de silicatos estratificados que en el caso de la producción de papel conducen a una retención y a un drenaje de carácter especialmente bueno se pueden obtener más en particular cuando se añade el peso total del componente de tratamiento, en particular de los fosfonatos, las sales del ácido iminodisuccínico, las polisuccinimidas, materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidas y poli(ácidos aspárticos), de manera preferida de fosfonatos, por lo menos un 0,5 % en peso, de manera preferida de un 0,5 a un 2 % en peso, de manera más preferida por lo menos de 1 a 2 % en peso, referido al peso total del silicato estratificado que contiene cationes monovalentes que se ha puesto a disposición.

10 En el caso de que, en el procedimiento, la producción del silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, que de manera preferida tiene una proporción de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes que de manera preferida es de por lo menos 50 %, de manera todavía más preferida de por lo menos 60 %, en particular de por lo menos 70 %, de manera preferida de por lo menos 80 %, de manera más preferida de por lo menos 90 %, de acuerdo con la forma de realización preferida que más arriba se ha descrito se efectúa partiendo  
15 por lo menos un silicato estratificado precursor, entonces, en el marco de la presente solicitud se supone que el peso del silicato estratificado, que contiene cationes monovalentes, que se ha producido, es igual al peso del silicato estratificado precursor que se ha empleado para su producción.

20 Unas composiciones de silicatos estratificados que, por ejemplo en la producción de papel, conducen a una retención y un drenaje de carácter especialmente bueno, se pueden obtener en particular cuando la relación ponderal del peso total del reactivo de activación, en particular de los carbonatos de metales alcalinos, del carbonato de amonio, del hidrógenocarbonato de amonio, del hidrógenocarbonato de sodio y de los hidrógenocarbonatos de metales alcalinos, en particular del carbonato de sodio y del hidrógenocarbonato de sodio, al peso total de componentes de tratamiento, en particular de los fosfonatos, de las sales del ácido iminodisuccínico, de las polisuccinimidas, de los materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidas y de los poli(ácidos aspárticos), de  
25 manera preferida de los fosfonatos, se encuentre situada en el intervalo de 1,0 a 4,5, de manera preferida en el intervalo de 1,25 a 4, de manera más preferida en el intervalo de 1,5 a 3,5.

30 En particular, la relación ponderal del peso total del reactivo de activación, en particular de los carbonatos de metales alcalinos, del carbonato de amonio, del hidrógenocarbonato de amonio y de los hidrógenocarbonatos de metales alcalinos, en particular del carbonato de sodio y del hidrógenocarbonato de sodio, al peso total de los componentes de tratamiento, en particular de los fosfonatos, de las sales del ácido iminodisuccínico, de las polisuccinimidas, de los materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidas y poli(ácidos aspárticos) de manera preferida de los fosfonatos, que se añaden al silicato estratificado precursor durante el procedimiento conforme al invento, puede estar situada en el intervalo de 1,0 a 4,5, de manera preferida en el intervalo de 1,25 a 4, de manera más preferida en el intervalo de 1,5 a 3,5.

35 De acuerdo con una forma de realización, el procedimiento conforme al invento puede comprender, en un momento cronológicamente posterior, todavía un tratamiento posterior de la composición de silicato estratificado, mientras que los componentes de tratamiento adicionales, en particular los fosfonatos, las sales del ácido iminodisuccínico, las polisuccinimidas, los materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidas, los poli(ácidos aspárticos) así como un reactivo de activación adicional, en particular unos carbonatos de metales alcalinos, un hidrógenocarbonato de  
40 metal alcalino, el carbonato de amonio, el hidrógenocarbonato de amonio, así como sus mezclas, se pueden añadir a la composición de silicato estratificado y entremezclarse con ésta.

45 De acuerdo con otra forma de realización, el procedimiento conforme al invento puede ser también interrumpido en un momento arbitrario y se puede proseguir en un momento posterior. Esto ofrece la ventaja de que se pueden producir unos productos intermedios, que pueden ser elaborados ulteriormente en un momento posterior de una manera específica para el uso pertinente, eventualmente mediando la adición de otros componentes a una composición de silicato estratificado que tiene una especificación deseada.

50 Durante la realización del procedimiento para la producción de una composición de silicato estratificado, se pueden añadir en un momento arbitrario otros componentes, que pueden ser escogidos por un especialista en la materia. Por ejemplo, se pueden escoger uno o varios componentes entre el conjunto que se compone de unos disolventes orgánicos y/o inorgánicos, en particular agua, unos ácidos inorgánicos y/u orgánicos y sus sales, unas bases inorgánicas y/u orgánicas y sus sales, unos agentes tensioactivos, unos agentes de floculación, unos materiales colorantes, etc.

55 La composición de silicato estratificado que se ha obtenido con el procedimiento conforme al invento puede ser transformada a una forma apta para el transporte, por ejemplo secando la composición de silicato estratificado o conformándola para dar cuerpos moldeados. Unos cuerpos moldeados apropiados son, por ejemplo, materiales granulados, extrudidos o también unas tabletas comprimidas que se obtienen por prensado.

La composición de silicato estratificado que se ha obtenido con el procedimiento conforme al invento puede ser sin embargo elaborada ulteriormente de manera directa y utilizada por ejemplo en la producción de papel.

5 Como ya se ha explicado más arriba, en el caso del procedimiento conforme al invento se puede emplear directamente un silicato estratificado, que ya contiene una cierta proporción de cationes monovalentes, o se parte de un silicato estratificado precursor, que contiene una proporción relativamente alta de cationes plurivalentes, siendo intercambiados los cationes plurivalentes por cationes monovalentes.

10 De acuerdo con una forma de realización especialmente preferida, el procedimiento conforme al invento comprende la producción de un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes a partir de un silicato estratificado precursor, en particular de una bentonita de calcio, mediante reacción con un reactivo de activación, en particular con el carbonato de sodio o el hidrógenocarbonato de sodio, en combinación con el tratamiento con un componente de tratamiento, en particular con un fosfonato y/o por lo menos una sal del ácido iminodisuccínico y/o por lo menos una polisuccinimida y/o por lo menos un material parcialmente hidrolizado de polisuccinimida y/o por lo menos un poli(ácido aspártico).

15 Sin querer estar vinculado a esta teoría, los autores del invento suponen que el empleo de un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, que se ha obtenido por medio del tratamiento en dos etapas, garantiza que en una dispersión acuosa del silicato estratificado que contiene cationes monovalentes está presente un alto número de plaquitas exfoliadas individualmente de silicatos estratificados, que en la región de sus bordes y aristas tienen numerosos grupos OH libres, pudiendo conducir esto, en dependencia de los otros componentes existentes en la dispersión acuosa de silicato estratificado, a unas interacciones ventajosas o desmerecedoras. Las muy ventajosas propiedades como materiales de las composiciones de silicatos estratificados, que se obtienen con el procedimiento conforme al invento, las explica el autor del invento por el hecho de que los componentes de tratamiento, en particular los fosfonatos, así como las sales del ácido iminodisuccínico, las polisuccinimidias, los materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidias y los poli(ácidos aspárticos), pueden interactuar de una manera muy ventajosa con estos grupos OH libres y/o con los iones de aluminio que están presentes en posiciones contiguas a la superficie del silicato estratificado. Unas posibles interacciones o reacciones en la región de los bordes y las aristas de las plaquitas de silicatos estratificados, tales como por ejemplo de las plaquitas de bentonita o montmorillonita, son por ejemplo unas reacciones de condensación, de formación de complejos y/o de adsorción. Además de esto, los autores del invento suponen que mediante la interacción de los componentes de tratamiento, en particular de los fosfonatos, las sales del ácido iminodisuccínico, las polisuccinimidias, los materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidias o los poli(ácidos aspárticos) con la superficie de las plaquitas de silicatos estratificados, ésta es cambiada de carga por lo menos parcialmente. Por lo demás, se supone que los componentes de tratamiento, en particular los fosfonatos, las sales del ácido iminodisuccínico, las polisuccinimidias, los materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidias y/o los poli(ácidos aspárticos), pueden formar complejos de manera muy eficaz con iones de calcio en una dispersión de silicato estratificado, lo cual es ventajoso en alta medida, puesto que ya unas trazas de iones de calcio en una dispersión de silicato estratificado son suficientes como para modificar la microestructura de las plaquitas de silicatos estratificados o respectivamente dar lugar a una floculación de las partículas finamente dispersadas de silicatos estratificados.

40 En el caso de una realización en dos o más etapas del procedimiento conforme al invento, además de esto puede efectuarse una activación posterior de unos silicatos estratificados que ya han sido activados y/o activados parcialmente, por medio de la adición de otros componentes de tratamiento, en particular de un fosfonato y/o una sal del ácido iminodisuccínico y/o de una polisuccinimida y/o de un material parcialmente hidrolizado de polisuccinimida y/o de un poli(ácido aspártico), con lo cual se puede conseguir una conversión parcial o esencialmente completa en compuestos complejos de unos cationes plurivalentes, tales como iones de calcio, en particular de un modo específico para el uso en cuestión y cronológicamente próximo, antes de la utilización de la composición de silicato estratificado por ejemplo en el caso de la producción de papel.

45 La composición de silicato estratificado, que se ha obtenido con el procedimiento conforme al invento, se distingue por la propiedad de exfoliarse en una medida especialmente alta al entrar en contacto con el agua.

50 La composición de silicato estratificado tiene, tal como ya se ha descrito más arriba, un contenido de partículas con un diámetro de partículas de menos que 600 nm de por lo menos 40 % en peso, de manera preferida de por lo menos 45 % en peso, de manera más preferida de por lo menos 50 % en peso, en particular de 40 a 60 % en peso, referido al peso total de partículas de material estratificado con un diámetro de partículas de 0,2 a 100 µm.

55 La composición de silicato estratificado puede presentarse por ejemplo como un material extrudido, una masa amasada o una suspensión espesa (en inglés Slurry). En particular la composición de silicato estratificado puede presentarse en forma de un polvo, un granulado, un material extrudido, un cuerpo moldeado o una suspensión espesa. La conformación de la composición de silicato estratificado, en particular la desecación, la granulación, la formación de un cuerpo moldeado, puede efectuarse de acuerdo con unos procedimientos arbitrarios.

La composición de silicato estratificado puede contener, de acuerdo con una forma de realización, unos agentes de floculación y/o unas fibras de material papelerero.

Unos apropiados agentes de floculación, así como otros componentes, que se pueden añadir a la composición de silicato estratificado, se describen más adelante.

- 5 Otro objeto del invento se refiere a la utilización de la composición de silicato estratificado que se ha obtenido con el procedimiento más arriba descrito, para la producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel.

10 En el caso de la utilización conforme al invento de una de tales composiciones de silicatos estratificados para la producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel, se puede conseguir en particular una mejoría de la retención, en particular de la retención total y/o de materiales de carga, así como una mejoría del drenaje.

15 El concepto de "retención total" indica la relación de la cantidad de materiales secos que se emplean para la producción de papel, cartulina, cartón o materiales compuestos que contienen papel a la cantidad de material que ha quedado en el papel, la cartulina, el cartón o los materiales compuestos que contienen papel, en estado terminado, mientras que el concepto "retención de materiales de carga" indica la relación de la proporción de materiales de carga de la cantidad de materiales secados que se emplean para la producción de papel, cartulina, cartón o materiales compuestos que contienen papel a la proporción de materiales de carga del papel, de la cartulina, del cartón o de los materiales compuestos que contienen papel, en estado terminado.

20 El concepto de "materiales de carga" comprende en el marco del presente invento los componentes están presentes en el papel, que se presentan a 25°C como materiales sólidos en cuyos casos no se trata de fibras de materiales papeleros, en particular no se trata de fibras de materiales celulósicos. En particular, en el caso de una utilización conforme al invento de una composición de un silicato estratificado, se puede conseguir una muy buena retención del carbonato de calcio, del caolín, de los silicatos y de los óxido-hidratos de aluminio, del blanco satén, del talco, del yeso, de la barita, del silicato de calcio y del litopón, del kieselgur (tierra de infusorios) así como de los materiales de carga orgánicos.

25 Por lo demás, se puede efectuar una utilización conforme al invento de la composición de un silicato estratificado para estucar y/o revestir papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel y/o para la fijación de sustancias perturbadoras, en particular durante la producción de papel y/o como un componente de un sistema doble de agentes de retención o de un sistema de múltiples componentes de agentes de retención.

30 Los conceptos de "sistema doble de agentes de retención " o respectivamente " sistema de múltiples componentes de agentes de retención " comprenden en el marco del presente invento aquellos sistemas de micropartículas y en particular aquellos sistemas que, junto a una composición de silicato estratificado obtenible por tratamiento con un componente de tratamiento, en particular con unos fosfonatos y/o unas sales del ácido iminodisuccínico y/o unas polisuccinimidias y/o unos materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidias y/o unos poli(ácidos aspárticos), comprenden uno o varios polímeros catiónicos y/o una o varias micropartículas cargadas aniónicamente, tales como por ejemplo unos componentes orgánicos cargados aniónicamente, unas partículas de sílice, en particular unos polímeros aniónicos, y/o unos materiales arcillosos capaces de hinchamiento así como un material celulósico y/o una o varias otras fibras de materiales papeleros. Unos resultados especialmente ventajosos de la retención se pueden obtener en particular cuando se utiliza un sistema de múltiples componentes de agentes de retención, que junto a una composición de silicato estratificado que es obtenible por tratamiento con un componente de tratamiento, en particular con unos fosfonatos y/o unas sales del ácido iminodisuccínico y/o unas polisuccinimidias y/o materiales parcialmente hidrolizados de polisuccinimidias y/o poli(ácidos aspárticos), comprende en particular una composición de bentonita que ha sido activada con fosfonatos, una o varias micropartículas cargadas aniónicamente y/o una o varias micropartículas cargadas catiónicamente, en particular unja o varias poli(acrilamidas) cargadas catiónicamente así como opcionalmente un material celulósico. Las micropartículas, en particular las poli(acrilamidas) cargadas catiónicamente así como opcionalmente un material celulósico. En particular, la composición de silicato estratificado, obtenible mediante el procedimiento conforme al invento se puede emplear como composición de silicato estratificado en el sistema Hydrocol® o en el sistema Telioform® o se puede añadir a éste.

50 La composición de silicato estratificado, que se ha obtenido de acuerdo con el procedimiento más arriba descrito, se puede emplear en la producción de papel directamente, es decir en la forma de una suspensión, Sin embargo también es posible emplear la composición de silicato estratificado en forma de un polvo seco o como un granulado. De acuerdo con una forma de realización, la composición de silicato estratificado es secada y molida. De esta manera la composición de silicato estratificado, por ejemplo, se puede envasar y transportar con facilidad. Antes de la utilización en el caso de la producción de papel, entonces el polvo seco se introduce por agitación en agua, de manera tal que se obtiene una suspensión. La incorporación por agitación se efectúa de manera preferida bajo la acción de altas fuerzas de cizalladura, de manera tal que se efectúa una exfoliación del silicato estratificado y se

obtiene una suspensión con una alta proporción de partículas pequeñas. El contenido de materiales sólidos de la suspensión acuosa es de manera preferida de 0,1 a 10 % en peso, de manera más aún preferida de 1 a 5 % en peso y de acuerdo con otra forma de realización de 1 a 3 % en peso.

5 En el caso de una producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel, se puede añadir una cantidad de 0,4 a 3 kg de la composición de silicato por tonelada de sustancias fibrosas de material papelerero, de manera preferida una cantidad de 0,5 a 2 kg por tonelada de sustancia fibrosa de material papelerero, en particular de material celulósico.

10 En el caso de la producción de papel se puede proceder de una manera conocida. En este caso, en primer lugar se produce de manera usual una suspensión de fibras de papel. La suspensión de fibras de papel contiene de manera preferida de 0,1 a 5 % en peso, de manera más aún preferida de 0,5 a 3 % en peso, de fibras de material papelerero.

Como fibras de material papelerero se consideran en el marco del presente invento las fibras que se emplean para la producción de papel y que, por ejemplo, en el papel que posteriormente se forma, pueden presentarse como tales o en una forma modificada por vía química, biológica o física. Las fibras de material papelerero son por ejemplo, pero no exclusivamente, sustancias fibrosas que contienen un material celulósico.

15 Para la producción de la suspensión de fibras de papel se puede partir tanto de unas sustancias fibrosas primarias como también de unas sustancias fibrosas secundarias, es decir unas sustancias provenientes de materiales reciclados, en particular de papel viejo usado, que después del uso se aportan todavía una vez más al proceso de producción.

20 La suspensión de fibras de papel puede contener usuales materiales de carga, tales como caolín, talco, yeso, sulfato de bario, greda o blanco de titanio. Estos materiales de carga se añaden a la suspensión de fibras de papel, dependiendo de la calidad deseada del papel, por ejemplo en una proporción de 10 a 40 % en peso, de acuerdo con otra forma de realización en una proporción de 20 a 35 % en peso, referida a la proporción de fibras.

La suspensión de fibras de papel puede contener sustancias auxiliares usuales en cantidades usuales, por ejemplo sustancias colorantes, agentes antiespumantes, agentes dispersantes, y agentes humectantes.

25 La suspensión de fibras de papel se puede producir de un modo usual. Para esto, se puede incorporar en agua por ejemplo una pasta de papel bajo la acción de altas fuerzas de cizalladura, de manera tal que las fibras de papel se suspenden en agua y se obtiene una suspensión homogénea. Eventualmente se pueden prever unas etapas de limpieza y purificación, en las cuales se separan por ejemplo unos aglomerados de mayor tamaño a partir de la suspensión.

30 La suspensión de fibras de papel es luego precipitada por floculación. Para la floculación, se le añade a la suspensión de fibras de papel un agente de floculación. Se puede añadir tanto un agente de floculación individual como también una combinación de diferentes agentes de floculación a la suspensión de fibras de papel. De acuerdo con una forma de realización preferida, a la suspensión de fibras de papel se le añade como agente de floculación un polímero catiónico. El polímero catiónico tiene de manera preferida un alto peso molecular. De acuerdo con una forma de realización, el polímero catiónico tiene un peso molecular de más que 200.000 g/mol, de acuerdo con otra forma de realización tiene un peso molecular de más que 500.000 g/mol. Como peso molecular se designa al peso molecular promediado ponderadamente de la distribución de pesos moleculares del polímero. El polímero cargado catiónicamente puede estar constituido a base de las mismas unidades monoméricas o de dos o más diferentes unidades monoméricas. De acuerdo con una forma de realización, como un polímero catiónico se emplea una poli(acrilamida). Como una poli(acrilamida) se puede emplear, de acuerdo con una forma de realización, un homopolímero de metacrilamida o acrilamida o también un copolímero de acrilamida y/o metacrilamida que ha sido modificado catiónicamente. En particular, como un polímero catiónico se puede emplear un copolímero que comprende unidades monoméricas de metacrilamida o acrilamida así como una o varias unidades monoméricas catiónicas, iguales o diferentes. De acuerdo con una forma de realización preferida, se utiliza como un agente de floculación un copolímero que comprende la acrilamida y el cloruro de acriloxietiltrimetilamonio como unidades monoméricas.

50 Junto a los mencionados polímeros catiónicos, se pueden utilizar también todavía otros polímeros catiónicos que son usuales en la producción de papel. Unos polímeros catiónicos citados a modo de ejemplo son unos almidones catiónicos, una poli(etilenimina), unos productos a base de poliaminas y epiclorhidrina o unos polímeros de cloruro de dialildimetilamonio.

El agente de floculación, en particular el polímero catiónico, se añade a la suspensión de fibras de papel de manera preferida en una proporción de por lo menos 0,03 % en peso, de acuerdo con una forma de realización en una proporción de 0,06 a 0,2 % en peso, referida al peso en seco de la suspensión de fibras de papel. La cantidad de

agente de floculación que se añade a la suspensión de fibras de papel debería ser suficiente para que las fibras de papel formen unos copos.

Además, se pueden emplear también unos polímeros aniónicos como agentes de floculación. Esto puede ser ventajoso por ejemplo en el caso de la utilización de un papel reciclado.

- 5 La adición del agente de floculación a la suspensión de fibras de papel se efectúa de manera preferida mientras que actúan sobre la suspensión unas fuerzas de cizalladura.

La composición de silicato estratificado, que se ha obtenido de acuerdo con el procedimiento conforme al invento puede ser añadida en común o por separado del agente de floculación.

- 10 De acuerdo con una forma de realización preferida, a la suspensión de fibras de papel se le añade en primer lugar el agente de floculación, que de manera preferida es un polímero catiónico. La adición del agente de floculación da lugar a la precipitación por floculación de las fibras de papel. Los copos pueden ser desmenuzados eventualmente por ejemplo bajo la acción de fuerzas de cizalladura para formar unos microcopos, que se resisten a la descomposición por medio de la acción de una fuerza de cizalladura, de manera tal que se aumenta la estabilidad de los copos de fibras.

- 15 A la suspensión de fibras de papel precipitada por floculación y eventualmente sometida a un tratamiento bajo la acción de fuerzas de cizalladura, se le añade luego la composición de silicato estratificado que se ha obtenido de acuerdo con el procedimiento conforme al invento. De manera preferida, la composición de silicato estratificado es añadida en forma de una suspensión acuosa.

- 20 La adición de la composición de silicato estratificado puede efectuarse en cualquier momento que sea apropiado para un experto en la especialidad. De manera preferida, la composición de silicato estratificado es añadida bajo la acción de una alta fuerza de cizalladura, de manera preferida inmediatamente antes de que se vierta la suspensión.

Con el fin de cizallar a la suspensión, se pueden emplear unos dispositivos usuales.

- 25 La suspensión es elaborada luego de una manera usual para formar una banda continua de papel o una hoja de papel, añadiendo por ejemplo la suspensión, que se ha obtenido después de la adición del silicato estratificado, sobre una tela. La banda continua de papel o respectivamente la hoja de papel es elaborada ulteriormente luego de un modo usual y por ejemplo secada y eventualmente estucada.

De acuerdo con una forma de realización, antes de, en común con o después de la adición de la composición de silicato estratificado, se le añade un polímero aniónico a la suspensión.

- 30 En el caso del polímero cargado aniónicamente se puede tratar en particular de un polímero que se puede obtener mediante una polimerización de monómeros iguales o diferentes, pudiendo comprender los monómeros uno o varios monómeros que están escogidos entre el conjunto que se compone de un ácido (metil)acrílico y sus sales, un (met)acrilato de sulfoetilo, el ácido itacónico, un 2-acrilamido-2-metil-propanosulfonato, el ácido alilsulfónico, el ácido estirenosulfónico, el ácido vinilsulfónico, el ácido maleico, así como otros compuestos que comprenden por lo menos dos funciones de carácter ácido y sus sales.

- 35 La utilización de la composición de silicato estratificado, que se ha obtenido de acuerdo con el procedimiento conforme al invento, en el caso de la producción de papel da lugar por una parte a la mejoría de la retención, en particular de la retención total y/o de materiales de carga, así como del drenaje de una producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel.

- 40 Otro objeto del invento concierne a un papel, un cartón, una cartulina y/o a un material compuesto que contiene papel, que comprende una composición de silicato estratificado, tal como describió más arriba y como se obtiene con el procedimiento conforme al invento.

El invento se explicará con mayor detalle en lo sucesivo con ayuda de unos Ejemplos así como haciendo referencia a las Figuras anejas. En este caso

- 45 La Fig. 1: muestra un diagrama que ilustra los resultados de la retención total y de materiales de carga con unas bentonitas tratadas de manera diversa en el caso de una adición constante de un polímero (50 g/t de un material celulósico) y de una adición variable de una bentonita;



La Fig. 2: muestra un diagrama que ilustra los resultados del drenaje con unas bentonitas tratadas de manera diversa en el caso de una adición constante de un polímero (50 g/t de un material celulósico) y una adición variable de una bentonita.

## MÉTODOS Y MATERIALES

5 Para la determinación de los parámetros del procedimiento conforme al invento y de los materiales empleados en tal caso se emplean los siguientes métodos:

### 1. Determinación de la capacidad total de intercambio de cationes (CEC) y de la proporción de cationes

10 En el caso de la determinación de la proporción de iones de metales alcalinos, en particular en la capacidad total de intercambio de cationes, se toman en consideración solamente las proporciones de cationes de sodio, potasio y litio. La suma de las proporciones de cationes de sodio, potasio y litio, en particular en la capacidad total de intercambio de cationes, corresponde por lo tanto a la proporción de iones de metales alcalinos en la capacidad total de intercambio de cationes, mientras que no se toma en consideración la proporción de otros iones de metales alcalinos (en particular de los de rubidio, cesio y francio).

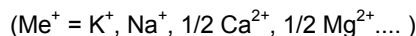
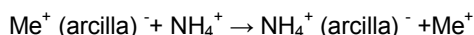
15 En el caso de la determinación de la proporción de cationes monovalentes, en particular en la capacidad total de intercambio de cationes, se toman en consideración solamente las proporciones de cationes de amonio, sodio, potasio y litio. La suma de las proporciones de cationes de amonio, sodio, potasio y litio, en particular en la capacidad total de intercambio de cationes, corresponde por lo tanto a la proporción de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes, mientras que no se toma en consideración la proporción de otros cationes monovalentes.

20 En el caso de la determinación de la proporción divalentes (de cationes divalentes y de mayor valencia) en particular en la capacidad total de intercambio de cationes, se toman en consideración solamente las proporciones de cationes de magnesio y calcio (solamente las proporciones de cationes de aluminio, hierro, magnesio y calcio). La suma de las proporciones de los cationes que en cada caso se han mencionado precedentemente, en particular en la capacidad total de intercambio de cationes, corresponde por lo tanto a la proporción de cationes divalentes (de cationes y de mayor valencia) en la capacidad total de intercambio de cationes, mientras que no se toma en consideración la proporción de otros cationes.

30 La determinación de las proporciones de iones de amonio en la CEC (siempre y cuando se tome en consideración) se efectúa en una determinación por separado, determinando por medio de un análisis elemental el contenido de nitrógeno del silicato estratificado que se ha de investigar. En el presente caso se supone que todo el nitrógeno se presenta en forma de iones de amonio. La determinación de las proporciones de carbono, nitrógeno e hidrógeno, se puede efectuar en particular mediante el método de combustión.

#### a) Principio de la determinación de la CEC:

35 El material que contiene el silicato estratificado que se ha de investigar o que se compone de un silicato estratificado (que seguidamente se designa como silicato estratificado), por ejemplo una arcilla, se somete a tratamiento con un gran exceso de una solución acuosa de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , se separa por lavado y la cantidad de  $\text{NH}_4^+$  que ha quedado sobre el silicato estratificado se determina como nitrógeno en un aparato para análisis elementales (de la entidad Elementar).



40 Aparatos: Una tela de máquina papelera de 63  $\mu\text{m}$ ; un matraz amolado de Erlenmeyer, capacidad 300 ml; una báscula analítica; un embudo Buchner de membrana, capacidad 400 ml; un filtro de nitrato de celulosa, de 0,2  $\mu\text{m}$  (de la entidad Machery & Nagel); una botella de succión en vacío, capacidad 500 ml; un armario estufa de desecación 110°C; un refrigerante de reflujo; una placa de calefacción; un matraz aforado capacidad 250 ml; un vaso de precipitados capacidad 600 ml; ICP - OES; una capacidad pipeta 5 ml; cilindro aforado (probeta graduada) capacidad 25 ml.

45 Agentes químicos: Una solución de  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , 2 mol/l p.a. = pura analíticamente (de Merck); ácido clorhídrico 1:2.

Realización: 5 g de un silicato estratificado se tamizan cuantitativamente a través de un tamiz de 63  $\mu\text{m}$  y se secan a 110 °C hasta la constancia del peso. Después de esto, se pesan inicialmente en la báscula analítica entre 200 y 300 mg en un matraz amolado de Erlenmeyer. Se añaden 25 ml de una solución 2 molar de  $\text{NH}_4\text{Cl}$  y la suspensión se hierve a reflujo durante una hora.

## ES 2 549 360 T3

Después de un período de tiempo de permanencia de 24 h, el silicato estratificado de  $\text{NH}_4^+$  se separa por filtración en un embudo de filtro de succión de membrana. La torta del filtro se lava en pequeñas porciones con agua destilada, en total con 1.200 ml de agua, que a continuación se concentra en porciones dentro de un vaso de precipitados con una capacidad de 600 ml.

- 5 El silicato estratificado con  $\text{NH}_4^+$  que se ha separado por lavado es retirado del filtro y secado durante 16 horas a 110 °C. A partir de la torta seca del filtro se determina el contenido de N en el aparato de análisis elemental.

Cálculo de la capacidad total de intercambio de cationes:

- 10 La capacidad total de intercambio de cationes (CEC) del silicato estratificado es el contenido de  $\text{NH}_4^+$ , determinado mediante un análisis elemental, del silicato estratificado de  $\text{NH}_4^+$  (la CEC de algunos de los minerales arcillosos empleados en los Ejemplos se indica en la siguiente Tabla 3). Los datos se indican en mval/100 g del silicato estratificado (meq/100 g). En este caso se supone que todo el nitrógeno se presenta en forma de  $\text{NH}_4^+$ .

Ejemplo: Contenido de nitrógeno = 0,93 %;

Peso molecular: N = 14,0067 g/mol

15 
$$\text{CEC} = \frac{0,93 \times 1.000}{14,0067} = 66,4 \text{ mVal/100 g del silicato estratificado}$$

Cationes intercambiados

Determinación de los cationes que se han puesto en libertad

- 20 Los cationes que se han puesto en libertad mediante el intercambio se encuentran en un agua de lavado (material filtrado). La proporción y el tipo de los cationes ("cationes intercambiables"), en particular de los cationes de metales alcalinos, se determinó en el material filtrado por espectroscopia de acuerdo con la norma DIN 38406, parte 22. Por ejemplo, para la determinación de la AAS (espectroscopia de absorción atómica) del agua de lavado (material filtrado) se concentra por evaporación, se transfiere a un matraz aforado de medición con una capacidad de 250 ml y se rellena con agua destilada hasta llegar a la marca de medición. Unas condiciones de medición apropiadas para una FAAS (espectroscopia de absorción atómica de llama) se pueden deducir de las siguientes Tablas.
- 25

Tabla 1: Parámetros para la determinación del FAAS Parte 1

Elemento	Calcio	Potasio	Litio	Magnesio	Sodio
Longitud de onda (nm)	422,7	766,5	670,8	285,2 (202,6)	589,0
Anchura de rendija (nm):	0,2	0,5	0,5	0,5	0,2
Tiempo integr. (s):	3	3	3	3	3
Gases de llama:	$\text{N}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_2$	Aire/ $\text{C}_2\text{H}_2$	Aire/ $\text{C}_2\text{H}_2$	$\text{N}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_2$	Aire/ $\text{C}_2\text{H}_2$
Comp. de fondo	no	no	no	si	No
Modo de medición:	conc.	conc.	conc.	conc.	conc.
Tampón de ionización:	0,1 % de KCl	0,1 % de NaCl	0,1 % de NaCl	0,1 % de KCl	0,1 % de KCl
Posición de los quemadores	15-20°	-	-	-	-
Nivel de calibración (mg/l)	1-5 mg/l	1,5 mg/l	2-10 mg/l	0,5-3 mg/l (5-40 mg/l)	1-5 mg/l

Tabla 2: Parámetros para la determinación del FAAS Parte 2

Elemento	Aluminio	Hierro
Longitud de onda (nm):	309,3	248,3
Anchura de rendija (nm):	0,5	0,2
Tiempo integr. (s):	3	3
Gases de llama:	$\text{N}_2\text{O}/\text{C}_2\text{H}_2$	Aire/ $\text{C}_2\text{H}_2$
Comp. de fondo:	Si	No
Modo de medición		
Tampón de ionización	0,1 % de KCl	-
Posición de los quemadores	-	-
Nivel de calibrado (mg/l)	10-50 mg/l	1-5 mg/l

## ES 2 549 360 T3

### Cálculo de los cationes:

$$\text{Me} = \frac{\text{Valor de Me (mg/l)} \times 100 \times \text{dilución}}{4 \times \text{pesaje inicial (en g)} \times \text{masa molecular (g g/mol)}} = \text{mval/100 g}$$

- 5 Masas moleculares (g/mol): Ca = 20,040; K = 39,096; Li = 6,94; Mg = 12,156; Na = 22,990; Al = 8,994; Fe = 18,616

### 2. Determinación de la retención y del drenaje

#### Realización de los ensayos de retención y de drenaje

Los ensayos de retención y de drenaje se llevaron a cabo en un aparato DRF 04, de la entidad BTG Instruments AB. En este caso se utilizó un material celulósico del tipo 910 BIO TOP 3, de la entidad Mondi Austria.

- 10 En el aparato se escogieron los siguientes perfiles de agitación o respectivamente ajustes

#### Para la retención:

Suspensión de material celulósico 1,3 % en peso de material celulósico, referido al peso total de la suspensión de material celulósico

- 15 Polímero: Percol 178 (de Ciba AG), 0,1 % en peso del polímero, referido al peso total de la solución de polímero; solución recientemente preparada.

Perfil de agitación: durante 3 s (segundos) a 750 rpm (revoluciones por minuto) y adición de un polímero, luego agitación durante 15 s a 1.400 rpm, a continuación agitación durante 3 s a 750 rpm y adición de una bentonita y ulteriormente agitación durante 7 s a 1.200 rpm, a continuación registro de la retención durante 1 s a 400 rpm.

El aparato calcula directamente la retención total y la de material de carga

- 20 Para el drenaje:

1,3 % en peso de un material celulósico, referido al peso total de la suspensión de material celulósico.

Polímero: Percol 178 (de Ciba AG), 0,1 % en peso del polímero, referido al peso total de la solución de polímero; solución recientemente preparada.

- 25 Perfil de agitación: durante 3 s a 750 rpm, y adición de un polímero, luego agitación durante 15 s a 1.000 rpm, a continuación adición de una bentonita durante 3 s a 750 rpm y ulteriormente agitación durante 7 s a 1.200 rpm, a continuación registro del drenaje.

El aparato calcula directamente el drenaje después de un período de tiempo previamente ajustado, a saber después de 5 s, 10 s y 30 s.

### 3. Determinación del peso de silicato estratificado

- 30 Los datos ponderales acerca de silicatos estratificados (o respectivamente de las composiciones de silicatos estratificados) se refieren, cuando no se indique explícitamente algo divergente, a unos silicatos estratificados (o respectivamente a unas composiciones de silicatos estratificados) que tienen una humedad residual de 12 % en peso. El dato de la humedad residual está referido al peso total de silicatos estratificados (o respectivamente de composiciones de silicatos estratificados) que se han secado a 130°C hasta la constancia del peso.

- 35 4. Proporción de partículas con un diámetro de las partículas de menos que 600 nm

- 40 El fraccionamiento de las partículas con un diámetro de partículas situado por debajo de 0,2 y por encima de 100 µm y su separación en partículas con un diámetro de partículas de menos que 600 nm y con 600 nm o más, se puede efectuar de acuerdo con C.B. Tanner y M.L. Jackson, "Nomographs of Sedimentation Times for Soil Particles Under Gravity or Centrifugal Acceleration" [Nomografías de los tiempos de sedimentación para partículas de suciedad bajo la aceleración de la gravedad o centrífuga], SOIL SCIENCE SOCIETY PROCEEDINGS, 12, páginas 60 hasta 65 (1947). En primer lugar se efectúa una separación de la fracción de las partículas más pequeñas que 2 µm en el campo de la gravedad, correspondiendo al método más arriba mencionado. A continuación, se lleva a cabo una separación de las partículas más pequeñas que 600 nm en el campo centrífugo (en la centrífuga de la entidad

Heraeus Instruments, Megafuge 1.0). La temperatura de la muestra que se ha de separar es mantenida constante en 20°C durante la separación y la centrifugación y se mantienen igual de largos los períodos de tiempo de afluencia y salida en y desde la centrífuga.

- 5 Después de una separación de las fracciones de partículas de 0,2 µm o hasta menos que 600 nm y desde 600 nm hasta 100 µm, éstas se secan a 130 °C hasta la constancia del peso. A continuación se determina el respectivo peso de las fracciones de partículas.

5. Materiales empleados

a) Bentonitas

- 10 Los silicatos estratificados que se emplean en los Ejemplos seguidamente descritos se exponen en la Tabla 3, siendo designados éstos en los Ejemplos subsiguientes también como “bentonitas en bruto”.

Tabla 3: Bentonitas (en bruto) empleadas

	Bentonita (en bruto) 1	Bentonita (en bruto) 2
Catión de la capa intermedia principal [meq/100 g]	Na <sup>+</sup> /Ca <sup>2+</sup>	Ca <sup>2+</sup>
Proporción de Ca <sup>2+</sup> intercambiable [meq/100 g] **	58	57
Proporción de Na <sup>+</sup> intercambiable [meq/100 g] **	64	2,7
Proporción de K <sup>+</sup> intercambiable [meq/100 g] **	2,8	2
Proporción de Mg <sub>2+</sub> intercambiable [meq/100 g] **	25	16
CEC [meq/100 g]*	100	58
Contenido de montmorillonita [%]	98	64
Valor del pH	9,0	8,3
Volumen de hinchamiento en agua destilada [ml/2 g]	11	6
* Capacidad total de intercambio de cationes de la muestra		
** determinada de acuerdo con el procedimiento que se ha descrito en la precedente parte de método (método de intercambio con cloruro de amonio)		

b) Sales empleadas para la activación de una bentonita

Se emplearon las siguientes sales de metales alcalinos.

Carbonato de sodio (sosa) en calidad técnica de la entidad Solvay.

- 15 Fosfonatos de la familia de Cublen® tales como 1-hidroxietano-(ácido 1,1-di-fosfónico) (HEDP, como la sal de Na<sub>4</sub> y como la sal de Na<sub>2</sub>), amino-tris(ácido metilfosfónico) (ATMP, como la sal de Na<sub>5</sub>) y etilendiamina-tetra(ácido metilfosfónico) (EDTMP, como la sal de Na<sub>6</sub>), de la entidad Zschimmer&Schwarz.

c) Polímeros empleados en los casos de los ensayos de retención y drenaje

- 20 Se emplearon unas poli(acrilamidas) (PAM) cargadas catiónicamente de la entidad Ciba® AG. En este caso se emplearon unas poli(acrilamidas) de la familia Percol, en particular el Percol® 178.

El invento es explicado seguidamente con mayor detalle con ayuda de los siguientes Ejemplos no restrictivos.

EJEMPLOS

Ejemplo 1:

Activación de una bentonita

- 25 En una extrusora (amasadora W&P) se dispone previamente la arcilla en bruto que tiene un contenido de agua de 25-38 % en peso y se homogeneiza (se amasa previamente) durante 3 minutos. A continuación se añade la correspondiente cantidad de una sal o respectivamente de una mezcla de sales. La mezcla obtenida de este modo se amasa por toda la duración del amasado que en cada caso se indica en la siguiente Tabla, habiéndose interrumpido la amasadura en el caso de algunos ensayos y habiéndose añadido otra sal o respectivamente una mezcla de sales, y a continuación se secó a 80°C hasta alcanzar una humedad residual de 12 % en peso y seguidamente se molió en un molino (machacadora de rotor y martillos de la entidad Retsch, con un tamiz de 0,12 mm) y se molió finamente en uno de los molinos de ultracentrífuga (de la entidad Retsch, con un tamiz de 0,08 mm).

En el caso de las muestras, que se habían producido mediante una simultánea adición de sosa y un fosfonato, se mantuvo un período de tiempo de amasadura principal de 10 minutos. En el caso de las muestras indicadas en la siguiente Tabla, en cuyos casos se había efectuado una adición desfasada cronológicamente de sosa y de un fosfonato, se mantuvieron los períodos de tiempo de amasadura principal que se indican seguidamente.

5 Tabla 4: Activación de la arcilla en bruto con diferentes sales

Muestras	Realización de la activación
Activación clásica (bentonita clásica) (COMPARACIÓN)	Empleo de la bentonita en bruto 1, amasadura previa durante 3 min, adición de 5 % en peso de sosa, período de tiempo de amasadura principal 10 min
Bentonita 6 (COMPARACIÓN)	Empleo de la bentonita en bruto 2, amasadura previa durante 3 min, adición de 2 % en peso de HEDP (sal de Na <sub>4</sub> ), período de tiempo de amasadura principal 10 min
Bentonita 14	Empleo de la bentonita en bruto 1, amasadura previa durante 3 min, adición de 2,5 % en peso de sosa, amasadura durante 7 min, a continuación adición de 2 % en peso de HEDP (sal de Na <sub>2</sub> ), amasadura durante 3 min
Bentonita 15	Empleo de la bentonita en bruto 1, amasadura previa durante 3 min, adición de 2,5 % en peso de sosa, amasadura durante 7 min, a continuación adición de 2 % en peso de HEDP (sal de Na <sub>4</sub> ), amasadura durante 3 min

Los datos porcentuales en peso de sosa así como de fosfonatos, que se indican en la Tabla precedente, se refieren por cálculo en cada caso al peso total de una bentonita seca, que se había obtenido por desecación a 130°C hasta llegar a la constancia del peso.

Ejemplo 2:

10 Producción de una suspensión espesa de bentonita para los ensayos de retención y drenaje

En un vaso de precipitados con una capacidad de 5 l se disponen previamente 2 l de agua y mediando agitación (en el agitador de Pendraulik con un disco disolvedor a 930 rpm) en un período de tiempo de hasta 3 minutos se añade en porciones una bentonita finamente molida y se dispersa a 1.865 rpm durante otros 15 minutos. En el caso de este modo de producción la porción de bentonita en la suspensión espesa preparada de esta manera puede presentarse concentrada al 1-3 % en peso, referido al peso total de la suspensión.

15 La suspensión espesa de bentonita producida de esta manera se emplea en los ensayos acerca de la retención y del drenaje.

Ejemplo 3

Ensayos de drenaje

20 Unas suspensiones espesas de bentonita se produjeron tal como se ha descrito en el Ejemplo 2 mediando utilización de una "bentonita clásica o respectivamente activada clásicamente", de una "bentonita 6", de una "bentonita 14" y de una "bentonita 15".

25 La "bentonita 6" corresponde en este caso a un procedimiento tal como se ha descrito en el documento WO97/33040, es decir que la bentonita de calcio se hace reaccionar directamente con una sal de sodio de un compuesto formador de complejos, sin que se lleve a cabo previamente una activación con carbonato de sodio.

30 En el marco de los ensayos de drenaje se investigó la influencia de la adición de las suspensiones de bentonita en diversas dosificaciones a la suspensión de material celulósico, siendo añadidas las suspensiones precedentemente indicadas en unas cantidades tales que se obtuvieron unas suspensiones de material celulósico con unas concentraciones de desde 0,25 kg de bentonita por tonelada de material celulósico hasta de 2 kg de bentonita por tonelada de material celulósico.

El drenaje se determinó después de 5, 10 y 30 segundos. Los datos para el drenaje y la retención se recopilan en las Tablas 5 y 6 y se reproducen gráficamente en las Figuras 1 y 2.

Tabla 5: Resultados de los ensayos acerca de la retención total y la retención de materiales de carga

Cantidad	Retención total [ %]	Retención de materiales de carga [ %]
Muestra cero	80,1	14,1
50 g/t de PAM	84	30,8
50 g/t de PAM + bentonita clásica		
0,5 kg/t	86	39,8
1 kg/t	89,9	52,4
2 kg/t	91,6	63,8
50 g/t de PAM + bentonita 6		
0,5 kg/t	84,9	35,1
1 kg/t	86,3	40,9
2 kg/t	89,4	54,6
50 g/t de PAM + bentonita 14		
0,5 kg/t	88,1	49,3
1 kg/t	90,1	57,5
2 kg/t	91,9	65,7
50 g/t de PAM + bentonita 15		
0,5 kg/t	87,6	46,8
1 kg/t	89,6	55,5
2 kg/t	92,4	67,4

Tabla 6 Drenaje [g] en dependencia del tiempo

Cantidad	Después de 5 s	Después de 10 s	Después de 30 s
Muestra cero	169	230	376
50 g/t de PAM	157	225	379
50 g/t de PAM + bentonita clásica			
0,5 kg/t	179	260	440
1 kg/t	187	292	483
2 kg/t	226	333	540
50 g/t de PAM + bentonita 6			
0,5 kg/t	173	257	428
1 kg/t	192	270	447
2 kg/t	203	290	508
50 g/t de PAM + bentonita 14			
0,5 kg/t	193	280	458
1 kg/t	223	305	502
2 kg/t	244	348	584
50 g/t de PAM + bentonita 15			
0,5 kg/t	203	290	480
1 kg/t	225	334	551
2 kg/t	236	347	576

5 La Fig. 1 muestra la retención total y la retención de materiales de carga con unas bentonitas tratadas diferentemente en el caso de una adición constante de un polímero (50 g/t del material celulósico) y una diversa dosificación de bentonita.

10 Para esto se produjeron, tal como se ha descrito en el Ejemplo 2, unas suspensiones espesas mediando utilización de una "bentonita activada clásicamente", de una "bentonita 6", de una "bentonita 14" y de una "bentonita 15" y se añadieron unas suspensiones de material celulósico en tales cantidades que se obtuvieron unas suspensiones de material celulósico con unas concentraciones de 0,5 kg o respectivamente 1 kg o respectivamente 2 kg de bentonita por tonelada del material celulósico. Además de ello, a la suspensión de material celulósico se le añadió una poli(acrilamida) (PAM, Percol® 178, de Ciba AG) en una cantidad de 50 g por tonelada del material celulósico.

En el caso de la "bentonita activada clásicamente", la bentonita de calcio se activó solamente con sosa.

En el caso de la "bentonita 6" la activación se efectuó tal como se ha descrito en el documento WO 97/33040, es decir que la activación se efectuó solamente mediante una adición de fosfonato de sodio (HEDP).

La "bentonita 14" y la "bentonita 15" se activaron conforme al invento, es decir que la bentonita de calcio se activó en primer lugar con sosa y luego con fosfonato de sodio (HEDP).

5 Para el control se midió por lo demás una muestra cero, en la que a la suspensión de fibras de papel no se le añadieron ni un polímero catiónico ni un silicato estratificado, así como una muestra, en la que a la suspensión de fibras de papel se le añadió solamente el polímero catiónico.

En las Fig. 1 y 2, puede verse que las bentonitas activadas conforme al invento con sosa y HEDP (bentonita 14 y bentonita 15) conducen, en comparación con una bentonita activada clásicamente, en el caso de una igual dosificación, a un mejor resultado en lo referente al drenaje y a la retención.

10 Si la bentonita es activada solamente con un fosfato de sodio (HEDP) (bentonita 6) esto conduce, en el caso de una igual dosificación, a unos peores resultados en lo referente a la retención y al drenaje que en el caso de una activación de dos etapas con sosa y HEDP, tal como se efectúa en el caso del procedimiento conforme al invento.

**REIVINDICACIONES**

1. Procedimiento para la producción de una composición de silicato estratificado, con las etapas de:
  - a. poner a disposición por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes intercambiables;
  - b. tratar el por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes intercambiables con por lo menos un componente de tratamiento, siendo el componente de tratamiento un compuesto formador de complejos para metales.
2. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 1, siendo obtenido el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes intercambiables tratando un silicato estratificado precursor con un componente de activación, siendo el componente de activación una sal de un catión monovalente y siendo el silicato estratificado precursor un silicato estratificado que contiene cationes plurivalentes.
3. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2, siendo seleccionado el componente de activación entre unos carbonatos de metales alcalinos, el carbonato de amonio, el hidrógenocarbonato de amonio y unos hidrógenocarbonatos de metales alcalinos.
4. Procedimiento de acuerdo con la reivindicación 2 ó 3, siendo tratado el silicato estratificado que contiene cationes plurivalentes en primer lugar con un componente de activación y a continuación con el componente de tratamiento.
5. Procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, teniendo el silicato estratificado que contiene cationes monovalentes una proporción de cationes monovalentes en la capacidad total de intercambio de cationes de por lo menos 50 %.
6. Procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, siendo el componente de tratamiento una sal de un catión monovalente.
7. Procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, siendo seleccionado el componente de tratamiento entre el conjunto que se compone de unos fosfonatos, unos ácidos hidroxicarboxílicos, unos ácidos aminocarboxílicos, unos ácidos policarboxílicos, unas sales del ácido iminodisuccínico, una polisuccinimida, unos materiales parcialmente hidrolizados de una polisuccinimida, un poli(ácido aspártico) y unas mezclas de estos compuestos.
8. Procedimiento de acuerdo con una de las precedentes reivindicaciones, siendo añadido el componente de tratamiento, referido al por lo menos un silicato estratificado que contiene cationes monovalentes, en una proporción de por lo menos 0,5 % en peso.
9. Procedimiento de acuerdo con una de las reivindicaciones 2 hasta 8, siendo escogida la relación ponderal del componente de activación al componente de tratamiento en el intervalo de 1,0 a 4,5.
10. Utilización de una composición de un silicato estratificado, producida de acuerdo con un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 hasta 9, para la producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel.
11. Utilización de acuerdo con la reivindicación 10, para el mejoramiento de la retención, en particular de la retención total y/o de materiales de carga, así como del drenaje en el caso de una producción de papel, cartulina, cartón o de materiales compuestos que contienen papel.
12. Utilización de acuerdo con una de las reivindicaciones 10 u 11, empleándose la composición de silicato estratificado para el estucado y/o el revestimiento de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel y/o para la fijación de sustancias perturbadoras y/o como componente de un sistema doble de agentes de retención o de un sistema de múltiples componentes de agentes de retención.



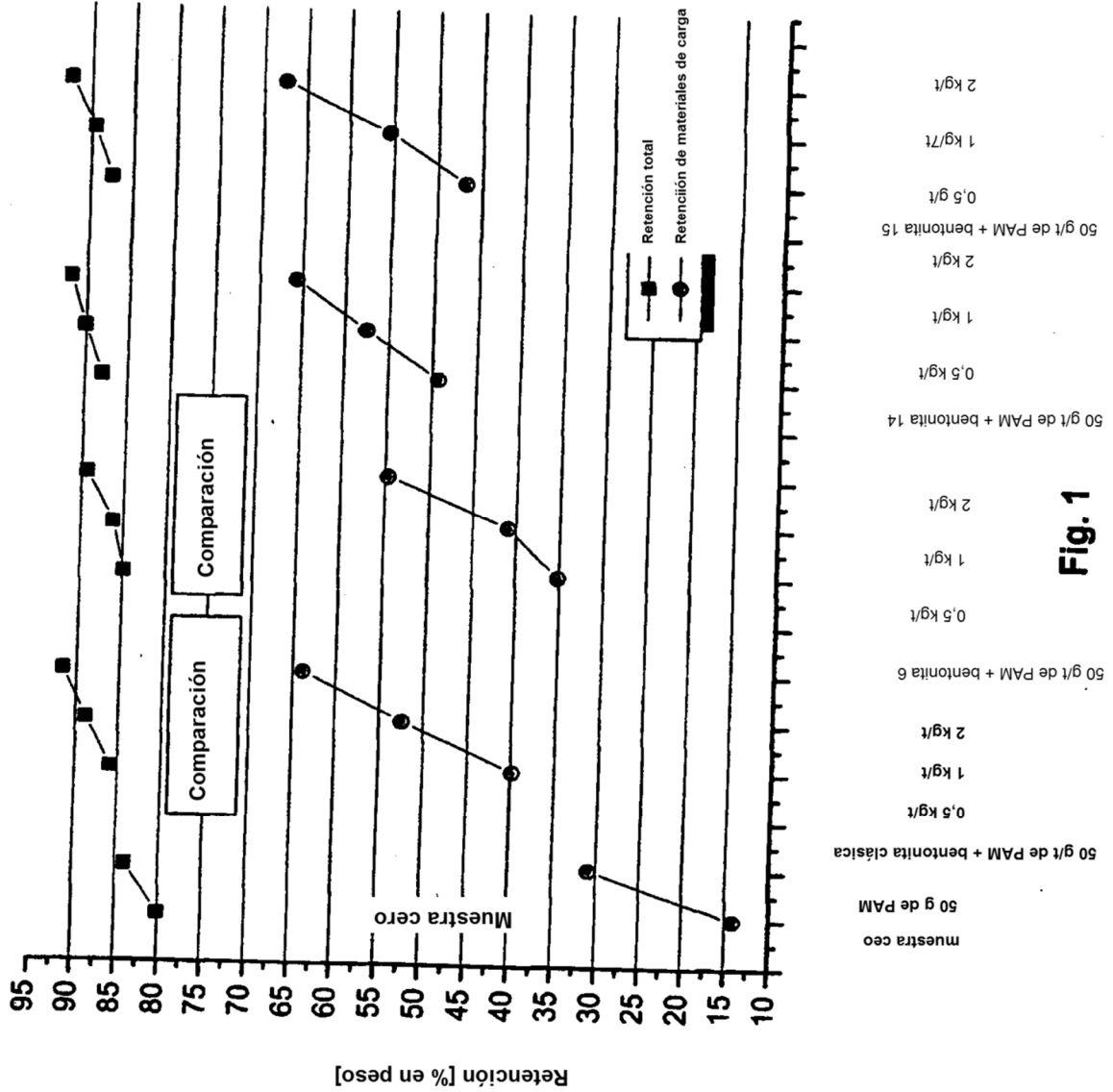


Fig. 1

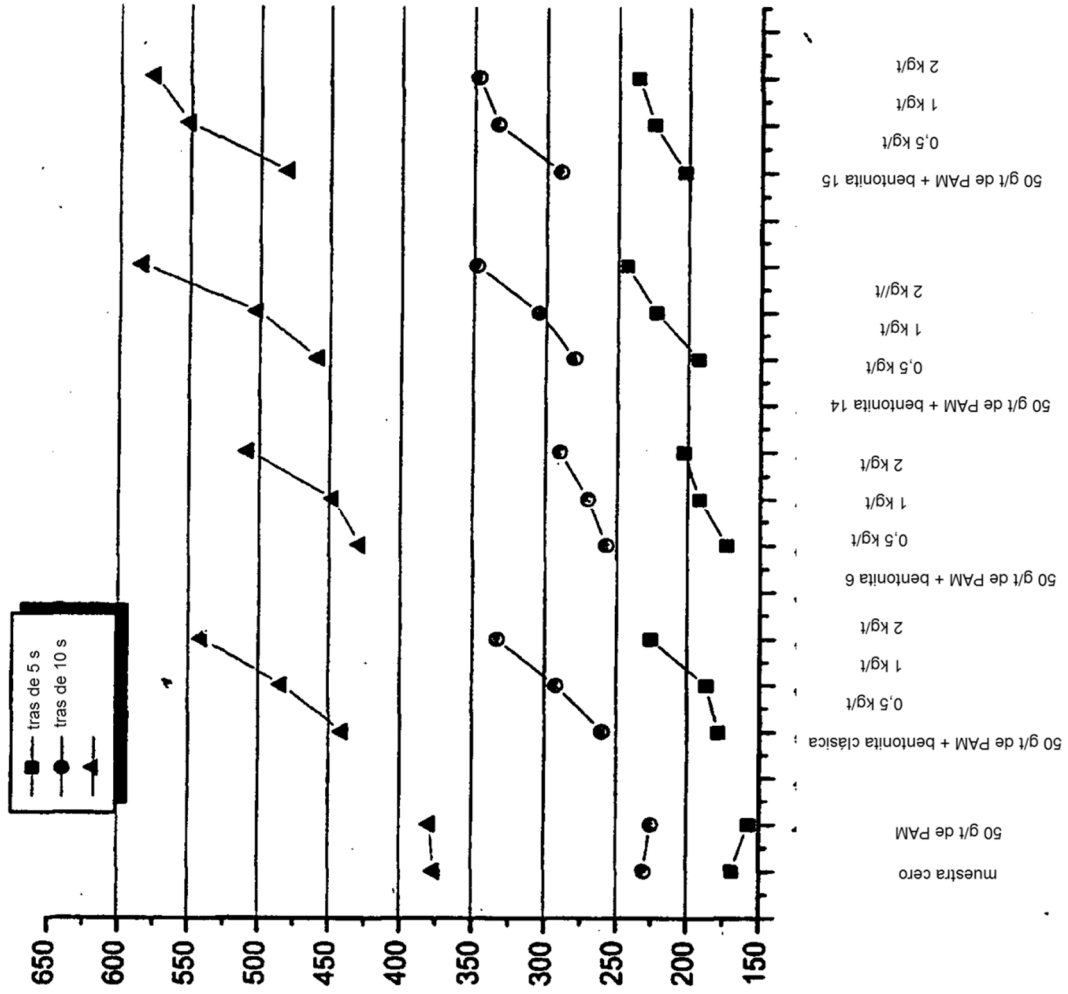


Fig. 2