

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 620 821**

51 Int. Cl.:

C01B 33/143 (2006.01)

C01B 33/149 (2006.01)

D21H 17/68 (2006.01)

D21H 21/10 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **04.06.2008** **PCT/SE2008/050657**

87 Fecha y número de publicación internacional: **11.12.2008** **WO08150230**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **04.06.2008** **E 08779339 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **04.01.2017** **EP 2150494**

54 Título: **Soles a base de sílice**

30 Prioridad:

07.06.2007 EP 07109790
07.06.2007 US 933636 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la
traducción de la patente:
29.06.2017

73 Titular/es:

AKZO NOBEL N.V. (100.0%)
P.O. BOX 9300 (VELPERWEG 76/6824 BM)
6800 SB ARNHEM, NL

72 Inventor/es:

PERSSON, MICHAEL;
HANSSON, FREDDIE;
PAL, ANNIKA, VIOLA;
LINDAHL, LARS y
CARLÉN, JOAKIM

74 Agente/Representante:

DE ELZABURU MÁRQUEZ, Alberto

ES 2 620 821 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Soles a base de sílice

Campo de la invención

5 La presente invención se refiere a soles a base de en sílice y a su uso. La presente invención proporciona soles a base de sílice con alta estabilidad y contenidos de SiO_2 , así como la mejora del drenaje y el rendimiento de retención en la fabricación de papel.

Antecedentes de la invención

10 En la técnica de fabricación de papel, se introduce una suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas y cargas y aditivos opcionales en una caja de entrada que expulsa la suspensión celulósica sobre un alambre de formación. Se drena agua de la suspensión celulósica para proporcionar una banda de papel húmeda que se deshidrata adicionalmente y se seca en la sección de secado de la máquina de papel. Los adyuvantes de drenaje y retención se introducen convencionalmente en la suspensión celulósica para facilitar el drenaje y aumentar la adsorción de partículas finas sobre las fibras celulósicas de modo que queden retenidas con las fibras.

15 Los soles de partículas a base de sílice se usan ampliamente como agentes auxiliares de drenaje y retención, habitualmente en combinación con polímeros orgánicos cargados. Dichos sistemas aditivos son entre los más eficientes en uso actualmente en la industria papelera, en particular aquellos que contienen soles a base de en sílice que contienen microgel o partículas agregadas de áreas específicas elevadas. Ejemplos de soles a base de sílice de este tipo incluyen los descritos en las patentes de Estados Unidos n.º 5,176,891; 5,368,833; 5,603,805 y 6,372,806, así como la solicitud de patente internacional n.º Pub. WO 98/30753; 98/56715; 00/66491; 00/66492; 2005/097678 y 20 2005/100241.

La patente EP 0335195 describe un sol de sílice estable que tiene una concentración de SiO_2 del 40 % o menos. El sol contiene partículas amorfas de sílice coloidal cada uno con un tamaño de partícula D_1 de 40 a 500 μm , medido por el método de dispersión de luz dinámica, las partículas se dispersan en un medio líquido. Cada partícula tiene una forma alargada en un solo plano y tiene un espesor uniforme de 5 a 40 μm a lo largo de la elongación. El grado de elongación de la partícula es de 5 a 30 en términos de relación de tamaño D_1/D^2 , en donde el tamaño de partícula, D_2 μm , se calcula a partir de la fórmula $D_2 = 2720/S$, en donde S es un área de superficie específica (m^2/g) de las partículas a medir por el método de adsorción de nitrógeno gaseoso (BET). También se describe un sol de sílice coloidal que tiene partículas de sílice y un método para preparar el sol, cada partícula que tiene un espesor de 5 a 20 μm y un diámetro de 40 a 300 μm . También se describe un sol de sílice que tiene partículas de sílice y un método para preparar el sol, cada partícula que tiene un espesor de 5 a 40 μm y un diámetro de 40 a 500 μm y una relación de D_1/D_2 de 5-30.

La patente US 5,597,512 describe un método para preparar un sol de sílice que tiene una forma alargada que comprende una etapa (a) en donde una solución acuosa que contiene una sal de calcio soluble en agua o una sal de magnesio soluble en agua o una mezcla de la sal de calcio soluble en agua o la sal de magnesio soluble en agua, se mezcla con una solución coloidal acuosa de un ácido silícico activo; una etapa (b) en donde se mezcla una sustancia alcalina con el líquido acuoso obtenido en la etapa (a); una etapa (c) en donde una parte o la totalidad de la mezcla obtenida en la etapa (b) se calienta a 60 °C o más para obtener una solución de talón y se prepara una solución de alimentación con una parte de la mezcla obtenida en la etapa (b) o una mezcla preparada separadamente por la etapa (b) y la solución de alimentación se añade a la solución de talón; y una etapa en donde se evapora agua durante dicha etapa de adición para que la concentración de SiO_2 se concentre del 6 al 30 % en peso.

45 Las partículas esféricas a base de sílice pueden crecer y agregarse de diversas maneras dependiendo de las condiciones. Bajo ciertas condiciones, las partículas crecen simétricamente, manteniendo así una forma esférica. Bajo otras condiciones, las partículas esféricas se agregan en grupos de partículas y forman redes tridimensionales y microgeles. Las partículas a base de sílice también pueden formar agregados alargados que son más o menos lineales, formando así agregados con diferentes grados de agregación en diferentes direcciones o ejes.

Los soles a base de sílice acuosa de área específica elevada que contienen microgel suelen tener una mala estabilidad y normalmente es necesaria una alta dilución para evitar una gelificación completa. Debido a los problemas de estabilidad asociados a dichos productos y al coste prohibitivo del envío de productos estables pero extremadamente diluidos, los soles a base de sílice acuosa de área específica elevada que contienen microgel se preparan preferiblemente en el lugar de uso previsto, por ejemplo en la fábrica de papel.

Los soles de partículas agregadas a base de sílice pueden definirse por medio de diferentes parámetros, incluyendo el valor de S y la relación axial. El valor de S indica el grado de formación de agregado o microgel; un valor de S más bajo es indicativo de un mayor grado de agregación de las partículas a base de sílice. La relación axial es aplicable a los agregados alargados de partículas de sílice e indica la relación entre el eje mayor y el eje menor.

55 Sería ventajoso poder proporcionar soles a base de sílice con mejor rendimiento del drenaje y retención. También sería ventajoso poder proporcionar soles a base de sílice y, en particular, soles a base de sílice que contienen

agregado o microgel con una mejor estabilidad del área de superficie en zonas con áreas específicas y contenidos de SiO_2 muy altos. También sería ventajoso poder proporcionar un método para producir dichos soles a base de sílice. También sería ventajoso poder proporcionar un proceso de fabricación de papel con un rendimiento mejorado de drenaje y retención.

5 Compendio de la invención

La presente invención se refiere en general a un sol acuoso que contiene partículas coloidales a base de sílice que tienen una relación axial de al menos 10 hasta 100 y un área de superficie específica de al menos $700 \text{ m}^2/\text{g}$.

La invención se refiere además de manera general a un proceso para producir papel que comprende

(a) proporcionar una suspensión acuosa que comprende fibras celulósicas;

10 (b) añadir a la suspensión uno o más agentes auxiliares de drenaje y retención que comprenden un sol que contiene partículas a base de sílice según la invención; y

(c) deshidratar la suspensión obtenida para proporcionar una hoja o banda de papel.

Descripción detallada

De acuerdo con la presente solicitud, se proporcionan soles que contienen partículas a base de sílice, también denominadas en la presente memoria soles a base de sílice, que son adecuados para su uso como agentes floculantes en la fabricación de papel y purificación de agua, en particular como agentes auxiliares de drenaje y retención en la fabricación de papel. El término "agentes auxiliares de drenaje y retención", tal como se utiliza en la presente memoria, se refiere a uno o más aditivos que, cuando se añaden a una suspensión celulósica acuosa, proporcionan un mejor drenaje y/o retención que el que se obtiene cuando no se añade dicho uno o más aditivos.

20 Los soles a base de sílice de la solicitud exhiben una buena estabilidad durante periodos de tiempo prolongados, notablemente una alta relación axial y estabilidad del área específica y una alta estabilidad para completar la formación del gel. Los soles a base de sílice resultan además en un mejor drenaje y retención cuando se usan en la fabricación de papel. Por lo tanto, la presente solicitud hace posible aumentar la velocidad de la máquina de papel y utilizar una dosis más baja de aditivo para dar un correspondiente efecto de drenaje y retención, dando lugar de este modo a un proceso de fabricación de papel mejorado y a beneficios económicos.

El sol acuoso a base de sílice de acuerdo con la solicitud contiene partículas a base de sílice, es decir partículas a base de sílice o SiO_2 , que son preferiblemente aniónicas y preferiblemente coloidales, es decir, en el intervalo coloidal de tamaño de partícula. Las dispersiones acuosas de este tipo se denominan habitualmente soles. Preferiblemente, las partículas a base de sílice se han preparado por polimerización por condensación de compuestos silíceos, por ejemplo ácidos silícicos y silicatos, que se pueden homo o copolimerizar. Los soles a base de sílice se pueden modificar y contienen otros elementos, por ejemplo aluminio, boro, nitrógeno, zirconio, galio y titanio, que pueden estar presentes en la fase acuosa del sol y/o en las partículas a base de sílice. Dichos elementos también pueden estar presentes en los soles a base de sílice como impurezas.

Los soles a base de sílice de acuerdo con la solicitud contienen partículas a base de sílice asimétricas o alargadas. preferiblemente, dichas partículas asimétricas se modelan como elipsoides de revolución caracterizados por la relación axial, es decir, la relación entre el eje mayor y el eje menor. La asimetría de las partículas afecta a los coeficientes de difusión de rotación y translación de las partículas a base de sílice coloidal y también a la viscosidad de sus soles o soluciones. Estas propiedades se pueden utilizar para determinar la relación axial, directa o indirectamente, utilizando una combinación de viscosidad y dispersión dinámica de la luz. El sol a base de sílice de la solicitud normalmente tiene una relación axial de al menos aproximadamente 10 o al menos aproximadamente 11, de manera adecuada de al menos 12 y preferiblemente de al menos 13. Habitualmente, la relación axial es de hasta aproximadamente 100 o hasta aproximadamente 50. De forma conveniente de hasta aproximadamente 40 y preferiblemente de hasta aproximadamente 35. Las relaciones axiales dadas en la presente memoria representan la relación axial media de las partículas a base de sílice presentes en un sol. La relación axial se mide y se calcula como se describe por D. Biddle, C. Walldal y S. Wall en Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects 118(1996), 89-95, determinando las dimensiones y las relaciones axiales de elipsoides equivalentes alargados no solvatados. Este modelo de elipsoide se caracteriza por la relación entre el diámetro más largo (a) y el diámetro más corto (b). La relación axial se define como a/b . El modelo utilizado es una combinación de datos obtenidos de mediciones de viscosidad intrínseca y mediciones dinámicas de dispersión de luz y las relaciones de Simha y Perrin para la viscosidad intrínseca y factores fraccionarios, respectivamente, de elipsoides de revolución. Estos datos se pueden usar entonces para iterar un ajuste matemático a la forma elipsoide, dando así la relación axial que describe la forma de las partículas a base de sílice.

El sol a base de sílice de la solicitud tiene habitualmente un valor de S de al menos aproximadamente el 4 % o al menos aproximadamente el 6 %, convenientemente al menos el 8 % y preferiblemente al menos el 10 %. Normalmente, el valor de S es de hasta aproximadamente el 50 % o de hasta aproximadamente el 35 %, de forma conveniente de hasta aproximadamente el 30 % y preferiblemente de hasta aproximadamente el 25 %. El valor de S se mide y se calcula como se describe por R. K. Iler y R. L. Dalton en J. Phys. Chem. 60 (1956), 955-957. El valor de

S de un sol a base de sílice indica el grado de formación de agregado o microgel y un valor de S más bajo es indicativo de un mayor grado de formación de agregado o microgel.

Las partículas a base de sílice presentes en el sol habitualmente tienen un área de superficie específica de al menos aproximadamente 400 m²/g o al menos aproximadamente 500 m²/g, de forma conveniente de al menos aproximadamente 600 m²/g o de al menos aproximadamente 700 m²/g, preferiblemente de al menos aproximadamente 800 m²/g y más preferiblemente de al menos aproximadamente 1000 m²/g. El área de superficie específica es de hasta 1600 m²/g o de al menos aproximadamente 1500 m²/g, de forma conveniente de hasta aproximadamente 1400 m²/g y preferiblemente de hasta aproximadamente 1300 m²/g. El área de superficie específica se mide mediante titulación con NaOH como se describe por G.W. Sears, Jr. en Analytical Chemistry 28 (1956):12, 1981-1983, después de la eliminación o el ajuste apropiado de cualquier compuesto presente en la muestra que pueda perturbar la titulación, tal como el aluminio y los compuestos de boro, por ejemplo, como se describe por Sears y en la patente de Estados Unidos n.º 5,176,891. Las áreas de superficie específicas dadas en la presente memoria representan el área de superficie específica media de las partículas a base de sílice presentes en un sol.

En una realización de la solicitud, el sol a base de sílice se modifica con aluminio. Ejemplos de compuestos de aluminio adecuados incluyen los definidos en la presente memoria. De acuerdo con esta realización, las partículas a base de sílice preferiblemente están al menos modificadas superficialmente con aluminio. Si se modifica con aluminio, el sol a base de sílice habitualmente tiene una relación molar de Si:Al de aproximadamente 1:1 a 40:1, de forma conveniente de aproximadamente 3:1 a 30:1 y preferiblemente de aproximadamente 5:1 a 20:1.

En una realización de la solicitud, el sol a base de sílice se modifica con un compuesto orgánico que contiene nitrógeno. Ejemplos de compuestos que contienen nitrógeno orgánico adecuados incluyen los definidos en la presente memoria. De acuerdo con esta realización, las partículas a base de sílice preferiblemente están al menos modificadas en su superficie con el compuesto orgánico que contiene nitrógeno. Si se modifica con un compuesto orgánico que contiene nitrógeno, el sol a base de sílice normalmente tiene una relación molar de Si:N de aproximadamente 1:1 a 50:1, de forma conveniente de aproximadamente 2:1 a 40:1 y preferiblemente de aproximadamente 2,5:1 a 25:1.

El sol a base de sílice de la solicitud habitualmente tiene una relación molar de Si:X, en donde X = metal alcalino, de al menos 5:1, de forma conveniente de al menos 6:1, preferiblemente de al menos aproximadamente 7:1 y lo más preferiblemente de al menos 8:1. La relación molar de Si:X, en donde X = metal alcalino, habitualmente es de hasta 30:1, de forma conveniente de hasta 20:1, preferiblemente de hasta 15:1 y más preferiblemente de hasta 12:1.

El sol de la solicitud a base de sílice habitualmente tiene un pH de al menos aproximadamente 6,0 o al menos aproximadamente 6,5, de forma conveniente de al menos aproximadamente 7,0, al menos aproximadamente 7,5 o al menos aproximadamente 8,0. Normalmente, el pH del sol a base de sílice es de hasta aproximadamente 12,0 o hasta aproximadamente 11,0, de forma conveniente de hasta aproximadamente 10,5, hasta aproximadamente 10,00, o incluso hasta 9,5, hasta aproximadamente 9,0 o puede ser de hasta 8,5 o hasta aproximadamente 8,0.

El sol a base de sílice de la solicitud por lo general tiene un contenido de sílice (SiO₂) de al menos aproximadamente el 2 % en peso, de forma conveniente de al menos aproximadamente el 3 en peso o al menos aproximadamente el 4 en peso y preferiblemente al menos aproximadamente el 5 en peso. Normalmente, el contenido de sílice es de hasta aproximadamente el 30 % en peso o hasta aproximadamente el 20 % en peso, de forma conveniente de hasta aproximadamente el 15 % en peso y preferiblemente de hasta aproximadamente el 10 % en peso. Con el fin de simplificar el transporte y reducir los costes de transporte, en general es preferible enviar soles a base de sílice de alta concentración de acuerdo con la solicitud, pero naturalmente es posible y habitualmente es preferible diluir y mezclar los soles a base de sílice a contenidos de sílice sustancialmente inferiores antes de su uso, por ejemplo, a contenidos de sílice en el intervalo del 0,05 al 2 % en peso, con el fin de mejorar la mezcla con los componentes de la composición.

La viscosidad del sol de la solicitud a base de sílice puede variar dependiendo, por ejemplo, del contenido de sílice del sol. Normalmente, la viscosidad es de al menos aproximadamente 5 mPa·s, a menudo de al menos aproximadamente 10 mPa·s o de al menos aproximadamente 20 mPa·s, e incluso puede ser de al menos aproximadamente 50 mPa·s o al menos 75 mPa·s. Normalmente, la viscosidad es de hasta aproximadamente 200 mPa·s o de hasta aproximadamente 175 mPa·s, de forma conveniente de hasta aproximadamente 150 mPa·s. La viscosidad se puede medir por medio de una técnica conocida, por ejemplo usando un viscosímetro Brookfield LVDV II+.

El sol de la solicitud a base de sílice preferiblemente es estable. preferiblemente, el sol a base de sílice mantiene algunos de sus parámetros durante un cierto período de tiempo. Normalmente, el sol mantiene una relación axial de al menos aproximadamente 10, de forma conveniente de al menos aproximadamente 11 y preferiblemente de al menos aproximadamente 12 durante al menos 3 meses de almacenamiento o envejecimiento a 20 °C en condiciones oscuras y no agitadas. Convenientemente, estas relaciones axiales se mantienen a un contenido de sílice de al menos aproximadamente el 3 % en peso y preferiblemente de al menos aproximadamente el 5 % en peso. Por lo general, el sol mantiene un área de superficie específica de al menos aproximadamente 400 m²/g o al

menos aproximadamente 600 m²/g, de forma conveniente de al menos aproximadamente 800 m²/g y más preferiblemente de al menos aproximadamente 1000 m²/g durante al menos 3 meses de almacenamiento o envejecimiento a 20 °C en condiciones oscuras y no agitadas. Convenientemente, estas áreas de superficie específicas se mantienen a un contenido de sílice de al menos aproximadamente el 3 % en peso y preferiblemente de al menos aproximadamente el 5 % en peso. Normalmente, el sol mantiene los valores de viscosidad definidos anteriormente durante al menos 3 meses de almacenamiento o envejecimiento a 20 °C en condiciones oscuras y no agitadas. De forma conveniente, estos valores de viscosidad se mantienen a un contenido de sílice de al menos aproximadamente el 3 % en peso y preferiblemente de al menos aproximadamente el 5 % en peso.

Los soles a base de sílice de la solicitud se pueden producir por un proceso que es simple, rápido y fácil de controlar y regular.

La etapa (a) del proceso comprende proporcionar un recipiente de reacción que comprende una fase acuosa que contiene agua y una resina de intercambio iónico. La resina de intercambio iónico utilizada en el proceso es catiónica y tiene al menos una parte de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno, es decir, una resina de intercambio iónico catiónica ácida, preferiblemente una resina de intercambio iónico catiónica de ácido débil. De forma conveniente, la resina de intercambio iónico tiene al menos el 40 % de su capacidad de intercambio iónico en la forma de hidrógeno, preferiblemente al menos el 50 %. Las resinas de intercambio iónico adecuadas se encuentran disponibles en el mercado de varios fabricantes, por ejemplo Amberlite™ IRC84SPI de Rohm & Haas. Preferiblemente, un recipiente de reacción equipado con medios de mezcla, por ejemplo un agitador, se carga con la resina de intercambio iónico y agua. Preferiblemente, la resina de intercambio iónico se regenera mediante la adición de un ácido, por ejemplo ácido sulfúrico, preferiblemente de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

La etapa (b) del proceso comprende añadir un silicato acuoso de metal alcalino al recipiente de reacción que contiene agua y la resina de intercambio iónico, preferiblemente resina de intercambio iónico regenerada, para formar una suspensión acuosa de silicato. Normalmente, el silicato acuoso de metal alcalino se añade al recipiente de reacción a una velocidad de al menos aproximadamente 400, de forma conveniente de al menos aproximadamente 450 y preferiblemente al menos aproximadamente 500 g de SiO₂ por hora y kg de resina de intercambio iónico presente en el recipiente de reacción. Por lo general, la velocidad es de hasta aproximadamente 10000 o hasta aproximadamente 7000, de forma conveniente de hasta aproximadamente 5000 y preferiblemente de hasta aproximadamente 4000 g de SiO₂ por hora y kg de resina de intercambio iónico presente en el recipiente de reacción.

Ejemplos de silicatos de metales alcalinos acuosos adecuados o vidrio de agua incluyen materiales convencionales, por ejemplo silicatos de litio, sodio y potasio, preferiblemente silicato de sodio. La relación molar de sílice a óxido de metal alcalino, por ejemplo, SiO₂ a Na₂O, K₂O o Li₂O, o una mezcla de los mismos, en la solución de silicato puede estar en el intervalo de 15:1 a 1:1, de forma conveniente en el intervalo de 4,5:1 a 1,5:1, preferiblemente de 3,9:1 a 2,5:1. El silicato acuoso de metal alcalino utilizado puede tener un contenido de SiO₂ de aproximadamente el 2 a aproximadamente el 35 % en peso, de forma conveniente de aproximadamente el 5 a aproximadamente el 30 % en peso, y preferiblemente de aproximadamente el 15 a aproximadamente el 25 % en peso. El pH del silicato acuoso de metal alcalino está normalmente por encima de 11, normalmente por encima de 12. De acuerdo con una realización preferida de la solicitud la etapa (b) del proceso comprende mantener la temperatura de la suspensión acuosa de silicato que se forma de al menos aproximadamente 0, de forma conveniente de al menos aproximadamente 5 y preferiblemente de al menos aproximadamente 10 °C hasta aproximadamente 80 o hasta 50, de forma conveniente hasta aproximadamente 40 y preferiblemente hasta aproximadamente 35 °C. Esto se puede conseguir enfriando o controlando la temperatura del recipiente de reacción mientras se añade el silicato acuoso de metal alcalino al recipiente de reacción que contiene agua y la resina de intercambio iónico.

La etapa (c) del proceso comprende agitar la suspensión acuosa de silicato hasta que su fase acuosa alcance un cierto valor de pH. Habitualmente, la fase acuosa tiene un pH de al menos aproximadamente 5,0, de forma conveniente de al menos aproximadamente 6,0 o al menos aproximadamente 6,5, preferiblemente de al menos aproximadamente 7,0. Habitualmente, la fase acuosa alcanza un pH de hasta aproximadamente 9,0, de forma conveniente de hasta aproximadamente 8,5 y preferiblemente de hasta aproximadamente 8,0. preferiblemente, el crecimiento de las partículas tiene lugar mientras se agita la suspensión acuosa de silicato. Las partículas a base de sílice formadas habitualmente tienen un área de superficie específica de al menos 300 m²/g, convenientemente de al menos aproximadamente 600 m²/g y preferiblemente de al menos aproximadamente 1000 m²/g. La superficie específica habitualmente es muy alta, por ejemplo de hasta aproximadamente 1600 m²/g o de hasta aproximadamente 1400 m²/g. Convenientemente, la suspensión se agita para permitir la agregación de las partículas y, preferiblemente, la formación de agregados alargados de partículas a base de sílice. La agitación tiene lugar habitualmente durante un periodo de tiempo de aproximadamente 1 a aproximadamente 480 minutos, de forma conveniente de aproximadamente 3 a aproximadamente 120 minutos y preferiblemente de aproximadamente 5 a aproximadamente 60 minutos.

De acuerdo con una realización de la solicitud la etapa (c) del proceso comprende mantener la temperatura de la suspensión acuosa de silicato mientras se agita de al menos aproximadamente 0 °C, de forma conveniente de al menos aproximadamente 5 °C y preferiblemente de al menos aproximadamente 10 °C hasta aproximadamente 80 °C o hasta 50 °C, de forma conveniente de hasta aproximadamente 40 °C y preferiblemente de hasta

aproximadamente 35 °C. Esto se puede conseguir enfriando o controlando la temperatura del recipiente de reacción mientras se agita la suspensión acuosa de silicato.

Si se desea, se puede añadir agua adicional al recipiente de reacción durante o después de la etapa (c) para disminuir la viscosidad de la fase acuosa y reducir la velocidad de crecimiento de las partículas, la agregación de las partículas y la formación de agregados alargados de partículas a base de sílice.

La etapa (d) del proceso comprende añadir uno o más materiales alcalinos a la fase acuosa. Normalmente, la adición de dichos uno o más materiales alcalinos aumenta el pH de la fase acuosa hasta al menos aproximadamente 6,0 o al menos aproximadamente 6,5, de forma conveniente al menos aproximadamente 7,0, al menos aproximadamente 7,5 o al menos aproximadamente 8,0. Normalmente, el pH de la fase acuosa es de hasta aproximadamente 12,0 o hasta aproximadamente 11,0, de forma conveniente de hasta aproximadamente 10,5, hasta aproximadamente 10,00, o incluso hasta 9,5, hasta aproximadamente 9,0 o puede ser de hasta 8,5 o hasta aproximadamente 8,0. Preferiblemente, se añade al menos un material alcalino, ya sea individualmente o en combinación con al menos un segundo material.

Ejemplos de materiales alcalinos adecuados incluyen silicatos alcalinos acuosos, por ejemplo cualquiera de los definidos anteriormente, preferiblemente silicato de sodio; hidróxidos de metales alcalinos acuosos, por ejemplo hidróxidos de sodio y de potasio, preferiblemente hidróxido de sodio; hidróxido de amonio; sales de aluminio alcalinas, por ejemplo aluminatos, aluminatos de forma conveniente acuosos, por ejemplo aluminatos de sodio y potasio, preferiblemente aluminato de sodio.

Ejemplos de los segundos materiales adecuados incluyen compuestos de aluminio y compuestos orgánicos que contienen nitrógeno. Ejemplos de compuestos de aluminio adecuados incluyen sales de aluminio neutras y esencialmente neutras, por ejemplo nitrato de aluminio, sales de aluminio alcalino, por ejemplo cualquiera de las definidas anteriormente, preferiblemente aluminato de sodio.

Ejemplos de compuestos orgánicos adecuados que contienen nitrógeno incluyen aminas primarias, aminas secundarias, aminas terciarias y aminas cuaternarias, a las que también se hace referencia como compuestos de amonio cuaternario. El compuesto que contiene nitrógeno preferiblemente es soluble en agua o dispersable en agua. La amina puede no tener carga o ser catiónica. Ejemplos de aminas catiónicas incluyen sales de adición de ácido de aminas primarias, secundarias y terciarias y, preferiblemente, compuestos de amonio cuaternario, así como sus hidróxidos. Preferiblemente, se utiliza un compuesto orgánico que contiene nitrógeno de bajo peso molecular, por ejemplo aquellos compuestos que tienen hasta 25 átomos de carbono, de forma adecuada hasta un máximo de 20 átomos de carbono, preferiblemente de 2 a 12 átomos de carbono y lo más preferiblemente de 2 a 8 átomos de carbono. En una realización preferida, el compuesto orgánico que contiene nitrógeno tiene uno o más sustituyentes que contienen oxígeno, por ejemplo con oxígeno en forma de grupos hidroxilo y/o grupos alquiloxi. Ejemplos de sustituyentes preferidos de este tipo incluyen grupos hidroxialquilo, por ejemplo grupos etanol, y grupos metoxi y etoxi. Los compuestos orgánicos que contienen nitrógeno pueden incluir uno o más átomos de nitrógeno, preferiblemente uno o dos. Las aminas preferidas incluyen aquellas que tienen un valor de pKa de al menos 6, de forma conveniente de al menos 7 y preferiblemente de al menos 7,5.

Ejemplos de aminas primarias adecuadas, es decir, aminas que tienen un sustituyente orgánico, incluyen alquilaminas, por ejemplo propilamina, butilamina y ciclohexilamina; alcanol aminas, por ejemplo etanolamina; y alcoxilalquilaminas, por ejemplo 2-metoxietilamina. Ejemplos de aminas secundarias adecuadas, es decir, aminas que tienen dos sustituyentes orgánicos, incluyen dialquilaminas, por ejemplo dietilamina, dipropilamina y diisopropilamina; dialcanolaminas, por ejemplo, dietanolamina y pirrolidina. Ejemplos de aminas terciarias adecuadas, es decir, aminas que tienen tres sustituyentes orgánicos, incluyen trialquilaminas, por ejemplo trietilamina; trialcanolaminas, por ejemplo trietanolamina; N,N-dialquil alcanol aminas, por ejemplo, N,N-dimetil etanolamina. Ejemplos de aminas cuaternarias adecuadas, o compuestos de amonio cuaternario, es decir, aminas que tienen cuatro sustituyentes orgánicos, incluyen tetraalcanolaminas, por ejemplo hidróxido de tetraetanol amonio y cloruro de tetraetanol amonio; aminas o compuestos de amonio cuaternarios con ambos sustituyentes alcanol y alquilo tales como N-alquiltrialcanolaminas, por ejemplo hidróxido de metiltrietanol amonio y cloruro de metiltrietanol amonio; N,N-dialquildialcanol aminas, por ejemplo, hidróxido de dimetil dietanol amonio y cloruro de dimetil dietanol amonio; N,N,N-trialquil alcanol aminas, por ejemplo hidróxido de colina y cloruro de colina; N,N,N-trialquibencilaminas, por ejemplo hidróxido de dimetil cocobencilamonio, cloruro de dimetil cocobencilamonio e hidróxido de trimetilbencilamonio; sales de tetraalquilamonio, por ejemplo hidróxido de tetrametilamonio, cloruro de tetrametilamonio, hidróxido de tetraetilamonio, cloruro de tetraetilamonio, hidróxido de tetrapropilamonio, cloruro de tetrapropilamonio, hidróxido de dietildimetilamonio, cloruro de dietildimetilamonio, hidróxido de trietilmetilamonio y cloruro de trietilmetilamonio. Ejemplos de diaminas adecuadas incluyen amino-alquilalcanolaminas, por ejemplo aminoetil etanolamina, piperazina y piperazinas sustituidas con nitrógeno que tienen uno o dos grupos alquilo inferiores de 1 a 4 átomos de carbono. Ejemplos de compuestos orgánicos que contienen nitrógeno preferidos incluyen trietanolamina, dietanolamina, dipropilamina, aminoetil etanolamina, 2-metoxietilamina, N,N-dimetiletanolamina, hidróxido de colina, cloruro de colina, hidróxido de tetrametilamonio, hidróxido de tetraetilamonio e hidróxido de tetraetanol amonio.

Preferiblemente, se añade silicato de metal alcalino acuoso, ya sea individualmente o en combinación con aluminato

de sodio acuoso o compuesto orgánico acuoso que contiene nitrógeno.

Cuando se utiliza silicato acuoso de metal alcalino en la etapa (d) del proceso de la solicitud, el silicato acuoso de metal alcalino se añade habitualmente al recipiente de reacción a una velocidad de al menos aproximadamente 300 o al menos aproximadamente 350 y convenientemente al menos aproximadamente 400 o al menos aproximadamente 450 g de SiO₂ por hora y kg de resina de intercambio iónico presente en el recipiente de reacción. Por lo general, la velocidad es de hasta aproximadamente 10000 o de hasta aproximadamente 7000, de forma conveniente de hasta aproximadamente 5000 y preferiblemente de hasta aproximadamente 4000 g de SiO₂ por hora y kg de resina de intercambio iónico presente en el recipiente de reacción.

Cuando se utilizan dos o más materiales que comprenden al menos un material alcalino y al menos un segundo material, los materiales se pueden añadir en cualquier orden, preferiblemente el material alcalino primero se añade seguido de la adición del segundo material.

En una realización, primero se añade silicato de metal alcalino, por ejemplo silicato de sodio, y después se añade una sal de aluminio alcalino, por ejemplo aluminato de sodio acuoso. En otra realización, primero se añade hidróxido de metal alcalino acuoso, por ejemplo hidróxido sódico, y después se añade una sal de aluminio alcalino, por ejemplo aluminato de sodio acuoso. La adición del compuesto de aluminio proporciona un sol aluminizado a base de sílice. De forma conveniente, la adición de un compuesto de aluminio da como resultado la modificación de las partículas a base de sílice con aluminio, preferiblemente las partículas son modificadas superficialmente por el aluminio. La cantidad de compuesto de aluminio utilizada puede modificarse dentro de límites amplios. Normalmente, la cantidad de compuesto de aluminio añadido corresponde a una relación molar de Si:Al de aproximadamente 1:1 a aproximadamente 40:1, de forma conveniente de aproximadamente 3:1 a aproximadamente 30:1 y preferiblemente de aproximadamente 5:1 a aproximadamente 20:1.

En otra realización, primero se añade silicato de metal alcalino, por ejemplo silicato sódico, y después se añade un compuesto orgánico que contiene nitrógeno, por ejemplo hidróxido de colina acuoso. En otra realización, primero se añade hidróxido de metal alcalino acuoso, por ejemplo hidróxido de sodio y después se añade un compuesto orgánico que contiene nitrógeno, por ejemplo hidróxido de colina acuoso. La adición del compuesto orgánico que contiene nitrógeno proporciona un sol a base de sílice modificado con nitrógeno. La cantidad de compuesto orgánico que contiene nitrógeno usada se puede variar dentro de límites amplios. Normalmente, la cantidad de compuesto orgánico que contiene nitrógeno se añade a una relación molar de Si:N de 1:1 a 50:1, de forma conveniente de 2:1 a 40:1 y preferiblemente de 2,5:1 a 25:1.

De acuerdo con una realización de la solicitud, la etapa (d) del proceso comprende mantener la temperatura de la fase acuosa mientras se añade uno o más materiales alcalinos a la fase acuosa de al menos aproximadamente 0 °C, convenientemente de al menos aproximadamente 5 °C y preferiblemente de al menos aproximadamente 10 °C hasta aproximadamente 80 °C o hasta 50 °C, de forma conveniente de hasta aproximadamente 40 °C y preferiblemente de hasta aproximadamente 35 °C. Esto se puede conseguir enfriando o controlando la temperatura del recipiente de reacción mientras se añaden dichos uno o más materiales alcalinos a la fase acuosa.

Si se desea, se puede añadir agua adicional al recipiente de reacción durante o después de la etapa (d) para disminuir la viscosidad de la fase acuosa y reducir la velocidad de crecimiento de las partículas, la agregación de las partículas y la formación de agregados alargados de partículas a base de sílice.

En la etapa (e) del proceso, la resina de intercambio iónico se separa de la fase acuosa, por ejemplo por filtración. Esto se puede llevar a cabo después de la etapa (c), por ejemplo después de la etapa (c) pero antes de la etapa (d), o después de la etapa (d). También es posible separar la resina de intercambio iónico de la fase acuosa durante la etapa (d). Por ejemplo, la resina de intercambio iónico se puede separar después de añadir un material alcalino pero antes de añadir un segundo material. También es posible añadir parte de un material alcalino, por ejemplo, silicato de metal alcalino acuoso, separando después la resina de intercambio iónico de la fase acuosa seguido de adición de la parte restante del material alcalino. Preferiblemente, la resina de intercambio iónico se separa de la fase acuosa después de la etapa (d).

La concentración de los materiales acuosos de partida utilizados en el proceso, por ejemplo, el silicato acuoso de metal alcalino, hidróxido de metal alcalino acuoso y aluminato de sodio acuoso, se ajusta preferiblemente a fin de proporcionar un sol a base de sílice que tiene un contenido de sílice (SiO₂) como se ha definido anteriormente.

Si se desea, el sol a base de sílice obtenido después de separar la resina de intercambio iónico de la fase acuosa se puede someter a concentración. Esto se puede llevar a cabo de una manera conocida tal como, por ejemplo, mediante métodos osmóticos, evaporación y ultrafiltración. La concentración se puede realizar para proporcionar un sol a base de sílice que tiene los contenidos de sílice como se ha definido anteriormente.

El sol a base de sílice de acuerdo con esta invención es adecuado para su uso como agente floculante, por ejemplo en la producción de pasta y papel, especialmente como agente auxiliar de drenaje y retención, y dentro del campo de la purificación del agua, tanto para la purificación de diferentes tipos de aguas residuales como para la purificación específicamente del agua blanca procedente de la industria de la pasta y del papel. Los soles a base de sílice se pueden usar como agente floculante, en particular como agente auxiliar de drenaje y retención, en

combinación con polímeros orgánicos que se pueden seleccionar entre polímeros aniónicos, anfóteros, no iónicos y catiónicos y mezclas de los mismos. El uso de dichos polímeros como agentes floculantes y como agentes auxiliares de drenaje y retención es bien conocido en la técnica. Los polímeros pueden proceder de fuentes naturales o sintéticas, y pueden ser lineales, ramificados o reticulados. Ejemplos de polímeros orgánicos en general adecuados incluyen almidones aniónicos, anfóteros y catiónicos; polímeros aniónicos, anfóteros y catiónicos a base de acrilamida, que incluyen polímeros aniónicos y catiónicos a base de acrilamida esencialmente lineales, ramificados y reticulados; así como poli (cloruro de dialil-dimetilamonio) catiónico; polietileniminas catiónicas; poliaminas catiónicas; poliamidaaminas catiónicas y polímeros a base de vinilamida, resinas de melamina-formaldehído y de urea-formaldehído. Convenientemente, los sales a base de sílice se usan en combinación con al menos un polímero catiónico o anfótero, preferiblemente un polímero catiónico. El almidón catiónico y la poli(acrilamida) catiónica son polímeros particularmente preferidos y se pueden usar solos, conjuntamente o junto con otros polímeros, por ejemplo, otros polímeros catiónicos y/o aniónicos. El peso molecular promedio en peso del polímero es de forma conveniente superior a 1000000 y preferiblemente superior a 2000000. El límite superior del peso molecular promedio en peso del polímero no es crítico; puede ser de aproximadamente 50000000, habitualmente de 30000000 y de forma conveniente de aproximadamente 25000000. Sin embargo, el peso molecular promedio en peso de los polímeros derivados de fuentes naturales puede ser mayor.

El presente sol a base de sílice también se puede usar en combinación con coagulante(s) catiónico(s), con o sin el uso simultáneo del o los polímeros orgánicos descritos anteriormente. Ejemplos de coagulantes catiónicos adecuados incluyen coagulantes poliméricos orgánicos solubles en agua y coagulantes inorgánicos. Los coagulantes catiónicos se pueden usar solos o conjuntamente, es decir, se puede usar un coagulante polimérico en combinación con un coagulante inorgánico. Ejemplos de coagulantes catiónicos poliméricos orgánicos solubles en agua adecuados incluyen poliaminas catiónicas, poliamidaaminas, polietileniminas, polímeros de condensación de dicianidamida y polímeros de monómero etilénicamente insaturado soluble en agua o mezcla de monómeros que está formada del 50 al 100 % molar de monómero catiónico y del 0 al 50 % de otro monómero. La cantidad de monómero catiónico habitualmente es de al menos el 80 % molar, de forma conveniente del 100 % molar. Ejemplos de monómeros catiónicos etilénicamente insaturados adecuados incluyen (met)acrilatos y acrilamidas de dialquilaminoalquilo, preferiblemente en forma cuaternizada, y cloruros de dialildialquil amonio, por ejemplo cloruro de dialildimetil amonio (DADMAC), preferiblemente homopolímeros y copolímeros de DADMAC. Los coagulantes catiónicos poliméricos orgánicos habitualmente tienen un peso molecular promedio en peso en el intervalo de 1000 a 700000, de forma conveniente de 10000 a 500000. Ejemplos de coagulantes inorgánicos adecuados incluyen compuestos de aluminio, por ejemplo compuestos de aluminio y de polialuminio, por ejemplo cloruros de polialuminio, sulfatos de polialuminio, sulfatos de silicato de polialuminio y mezclas de los mismos.

Los componentes de los agentes auxiliares de drenaje y retención según la invención se pueden añadir a la suspensión celulósica acuosa, de manera convencional y en cualquier orden. Cuando se usan agentes auxiliares de drenaje y retención que comprenden un sol a base de sílice y un polímero orgánico, se prefiere añadir el polímero orgánico al material antes de añadir el sol a base de sílice, incluso si se puede usar el orden de adición opuesto. Adicionalmente se prefiere añadir el polímero orgánico antes de una etapa de cizallamiento, que se puede seleccionar entre bombeo, mezcla, limpieza, etc., y añadir el sol a base de sílice después de esa etapa de cizallamiento. Cuando se usan agentes auxiliares de drenaje y retención que comprenden un sol a base de sílice y polímeros orgánicos aniónicos y catiónicos, se prefiere añadir el polímero orgánico catiónico al material antes de añadir el sol de sílice y el polímero orgánico aniónico. Cuando se usa un coagulante catiónico, se añade preferiblemente a la suspensión celulósica antes de la adición del sol a base de sílice, preferiblemente también antes de la adición del polímero(s) orgánico(s).

Los componentes de los agentes auxiliares de drenaje y retención según la invención se añaden a la materia prima a deshidratar en cantidades que pueden variar dentro de límites amplios dependiendo, entre otros, del tipo y número de componentes, del tipo de sustancia seca, del contenido de carga, del tipo de carga, del punto de adición, etc. En general, los componentes se añaden en cantidades que proporcionan un mejor drenaje y retención que el que se obtiene cuando no se añaden los componentes. El sol a base de sílice habitualmente se añade en una cantidad de al menos aproximadamente el 0,001 % en peso, a menudo de al menos aproximadamente el 0,005 % en peso, calculado como SiO_2 y a base de sustancia seca, es decir, fibras celulósicas secas y cargas opcionales, y el límite superior en general es de aproximadamente el 1,0 % en peso y de forma conveniente de aproximadamente el 0,5 % en peso. Cada uno de los polímeros orgánicos normalmente se añade en una cantidad de al menos aproximadamente el 0,001 % en peso, a menudo de al menos aproximadamente el 0,005 % en peso, en base a la sustancia seca, y el límite superior habitualmente es de aproximadamente el 3 % en peso y de forma conveniente de aproximadamente el 1,5 % por peso. Cuando se usa un coagulante polimérico catiónico, se puede añadir en una cantidad de al menos aproximadamente el 0,05 % en peso, en base a la sustancia seca. Convenientemente, la cantidad se encuentra en el intervalo de aproximadamente el 0,07 a aproximadamente el 0,5 % en peso, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 0,35 % en peso. Cuando se usa un compuesto de aluminio como coagulante inorgánico, la cantidad total añadida habitualmente es de al menos aproximadamente el 0,05 % en peso, calculada como Al_2O_3 y en base a la sustancia seca. Convenientemente, la cantidad se encuentra en el intervalo de aproximadamente el 0,1 a aproximadamente el 3,0 % en peso, preferiblemente en el intervalo de aproximadamente el 0,5 a aproximadamente el 2,0 % en peso.

Naturalmente, adicionalmente se pueden usar otros aditivos que son convencionales en la fabricación de papel en

combinación con los aditivos según la invención, tales como, por ejemplo, agentes de resistencia en seco, agentes de resistencia en húmedo, agentes abrillantamiento ópticos, tintes, agentes de apresto como agentes de encolado a base de colofonia y agentes de encolado reactivos con celulosa, por ejemplo dímeros de alquil y alquencilceteno y multímeros de ceteno, anhídridos alquil y alquencilsuccínicos, etc. La suspensión celulósica, o materia prima, también puede contener cargas minerales de tipos convencionales tales como, por ejemplo, caolín, arcilla china, dióxido de titanio, yeso, talco y carbonatos de calcio naturales y sintéticos tales como tiza, mármol molido y carbonato de calcio precipitado.

El proceso de esta invención se utiliza para la producción de papel. El término "papel", tal como se utiliza en la presente memoria, incluye, naturalmente, no solo papel y su producción, sino también otros productos celulósicos en forma de hoja o de banda, tales como por ejemplo cartón y cartulina, y su producción. El proceso se puede utilizar en la producción de papel a partir de diferentes tipos de suspensiones de fibras que contienen celulosa y las suspensiones deben contener de forma conveniente al menos aproximadamente el 25 % en peso y preferiblemente al menos aproximadamente el 50 % en peso de dichas fibras, en base a la sustancia seca. La suspensión puede ser a base de fibras de pasta química tales como pastas de sulfato, sulfito y organosolv, pastas mecánicas tales como pasta termomecánica, pasta quimiatermomecánica, pasta de refinería y pasta de madera molida, tanto de madera dura como de madera blanda y también puede ser a base de fibras recicladas, opcionalmente de pastas destintadas, y mezclas de las mismas. El pH de la suspensión, la materia prima, puede estar dentro del intervalo de aproximadamente 3 a aproximadamente 10. El pH está de forma conveniente por encima de aproximadamente 3,5 y preferiblemente dentro del intervalo de aproximadamente 4 a aproximadamente 9.

La invención se ilustra adicionalmente en el siguiente ejemplo que, sin embargo, no pretende limitarla. Las partes y % se refieren a partes en peso y % en peso, respectivamente, a menos que se indique lo contrario.

Ejemplo 1

Se usaron los siguientes equipos y materiales de partida para producir soles a base de sílice según la invención, a menos que se indique lo contrario:

(a) Reactor equipado con un agitador;

(b) Tesina de intercambio iónico Amberlite™ IRC84SPI (disponible en Rohm & Haas) que se regeneró con ácido sulfúrico de acuerdo con las instrucciones del fabricante;

(c) Solución acuosa de silicato de sodio que tiene un contenido de SiO_2 de aproximadamente el 23,9 % en peso y una relación molar de SiO_2 a Na_2O de aproximadamente 3,4; y

(d) Solución acuosa de aluminato de sodio que contiene aproximadamente el 24,5 % en peso de Al_2O_3 .

Ejemplo 2

Este ejemplo ilustra la preparación de un sol a base de sílice según la invención: Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (400 g) y agua (1350 g) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 21 °C durante toda la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (449 g) a la suspensión durante 5,5 min (velocidad de adición de 2927 g de SiO_2 /(h x kg de resina de intercambio iónico)). A continuación la suspensión se agitó durante aproximadamente 19 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7,4. Se añadió agua (6 x 200 g) a la suspensión durante un periodo de 17 minutos, después de lo cual la suspensión se agitó adicionalmente durante otros 36 minutos hasta que el pH era de aproximadamente 7,2. El aluminato sódico acuoso (33 g) se diluyó con agua (297 g) y la disolución diluida de aluminato de sodio obtenida se añadió a la suspensión durante 5 min, después de lo cual se continuó con la agitación durante 9 min y a continuación el sol a base de sílice obtenido se separó de la solución resina de intercambio iónico.

El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 2, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 3,1 %, una relación molar de Si:Na de 9,4, una relación molar de Si:Al de 9,8, un pH de 7,7, una viscosidad de 96 mPa·s, una relación axial de 30, un área de superficie específica de 1210 m^2/g y un valor de S del 6 %.

Ejemplo 3

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol a base de sílice según la invención:

Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (332 g) y agua (1350 g) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 21 °C durante toda la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (449 g) a la suspensión durante 5,5 min (velocidad de adición de 3526 g de SiO_2 /(h x kg de resina de intercambio iónico)). A continuación la suspensión se agitó durante aproximadamente 55 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7,6. Se añadió agua (4 x 200 g) a la suspensión durante un periodo de 15 minutos, después de lo cual la suspensión se agitó adicionalmente durante otros 44 minutos hasta que el pH era de aproximadamente 7,5. El aluminato sódico acuoso (33 g) se diluyó con agua (297 g) y la disolución

diluida de aluminato de sodio obtenida se añadió a la suspensión durante 4 min, después de lo cual se continuó con la agitación durante 5 min y el sol obtenido a base de sílice se separó de la resina de intercambio iónico.

El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 3, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 3,6 %, una relación molar de Si:Na de 10,3; una relación molar de Si:Al de 10,6, un pH de 8,2, una viscosidad de 30 mPa·s, una relación axial de 18, un área de superficie específica de 1080 m^2/g y un valor de S del 8 %.

Ejemplo 4

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol a base de sílice según la invención:

Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (400 g) y agua (1350 g) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 21 °C durante toda la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (449 g) a la suspensión durante 5,5 min (velocidad de adición de 2927 g de $\text{SiO}_2/(\text{h} \times \text{kg}$ de resina de intercambio iónico)). A continuación la suspensión se agitó durante aproximadamente 20 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7,4. El aluminato sódico acuoso (33 g) se diluyó con agua (297 g) y la solución diluida de aluminato de sodio obtenida se añadió a la suspensión durante 3 minutos junto con agua adicional (440 g), después de lo cual se continuó con la agitación durante 15 min. Se añadió más agua (440 g) a la suspensión y el sol obtenido a base de sílice se separó entonces de la resina de intercambio iónico.

El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 4, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 3,6 %, una relación molar de Si:Na de 10,9, una relación molar de Si:Al de 10,9, un pH de 8,3, una viscosidad de 22 mPa·s, una relación axial de 14, un área de superficie específica de 1200 m^2/g y un valor de S del 8 %.

Ejemplo 5

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol más a base de sílice según la invención:

Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (4500 l, 5130 kg) y agua (22 metros cúbicos) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 29 °C a lo largo de la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (4400 kg, 29 % en peso de SiO_2) a la suspensión a una velocidad de 8000 kg/h, que corresponde a 452 g de $\text{SiO}_2/(\text{h} \times \text{kg}$ de resina de intercambio iónico). A continuación la suspensión se agitó durante aproximadamente 5 a 10 min, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7. Se añadió silicato de sodio acuoso adicional (1600 kg) a la suspensión a una velocidad de 8000 kg/h y a continuación se añadió aluminato sódico acuoso (650 kg) a una velocidad de 650 kg/h junto con agua adicional (5300 kg/h) en línea, después de lo cual se continuó con la agitación durante 15 minutos. La fase acuosa se separó de la resina de intercambio iónico mientras se añadía agua adicional (3000 kg), y el sol obtenido de partículas a base de sílice se sometió a ultrafiltración.

El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 5, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 6,5 %, una relación molar de Si:Na de 10, una relación molar de Si:Al de 10, un pH de 8,3, una viscosidad de 22 mPa·s, una relación axial de 14, un área de superficie específica de 1100 m^2/g y un valor de S del 14 %.

Ejemplo 6

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol a base de sílice según la invención:

Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (3815 kg) y agua (21099 kg) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 25 °C durante toda la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (4,416 kg) a la suspensión (velocidad de adición de 623 g de $\text{SiO}_2/(\text{h} \times \text{kg}$ de resina de intercambio iónico)). A continuación la suspensión se agitó durante 9 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7,5. Se añadió silicato sódico acuoso adicional (1577 kg) a la suspensión a una velocidad de 7278 kg/h, y a continuación se añadió aluminato de sodio acuoso (644 kg) a una velocidad de 1380 kg/h junto con agua adicional (6007 kg). El sol obtenido a base de sílice se separó de la resina de intercambio iónico mientras se añadía agua adicional (4000 kg) a la suspensión, y a continuación se sometió a ultrafiltración.

El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 6, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 6,6 %, una relación molar de Si:Na de 9, una relación molar de Si:Al de 9, un pH de 8,3, una viscosidad de 146 mPa·s, una relación axial de 19, un área de superficie específica de 1110 m^2/g y un valor de S del 12 %.

Ejemplo 7

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol a base de sílice según la invención:

Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (3745 kg) y agua (20845 kg) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 28 °C durante toda la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (4,599 kg) a la suspensión durante 30 min (velocidad de adición de 705 g de $\text{SiO}_2/(\text{h} \times \text{kg}$ de resina de intercambio iónico)). A continuación la suspensión se agitó durante otros 12 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7,4. Se añadió silicato sódico acuoso adicional (1348 kg) a la

suspensión a una velocidad de 6221 kg/h, y a continuación se añadió aluminato de sodio acuoso (601 kg) a una velocidad de 522 kg/h junto con agua adicional (6007 kg). El sol obtenido a base de sílice se separó de la resina de intercambio mientras se añadía agua adicional (4000 kg) a la suspensión, y a continuación se sometió a ultrafiltración.

- 5 El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 7, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 6,5 %, una relación molar de Si:Na de 8, una relación molar de Si:Al de 9, un pH de 7,8, una viscosidad de 115 mPa·s, una relación axial de 18, un área de superficie específica de 1000 m²/g y un valor de S del 12 %.

Ejemplo 8

Este ejemplo ilustra la preparación de otro sol a base de sílice según la invención:

- 10 Se añadieron resina de intercambio iónico regenerada (4500 l, 5130 kg) y agua (21 metros cúbicos) a un reactor. La suspensión obtenida se agitó y se mantuvo a una temperatura de aproximadamente 29 °C a lo largo de la reacción. Se añadió silicato de sodio acuoso (4400 kg; 29 % en peso SiO_2 a la suspensión a una velocidad de 7500 kg/h, que corresponde a 420 g de SiO_2 /(h x kg de resina de intercambio iónico). A continuación la suspensión se agitó durante aproximadamente 9 minutos, después de lo cual el pH de la fase acuosa era de aproximadamente 7. Se añadió
15 silicato sódico acuoso adicional (1800 kg) a la suspensión a una velocidad de 7500 kg/h, y a continuación se añadió aluminato de sodio acuoso a una velocidad de 650 kg/h junto con agua adicional (5300 kg/h) en línea, después de lo cual se continuó con la agitación durante 15 min. La fase acuosa se separó de la resina de intercambio iónico mientras se añadía agua adicional (3000 kg), y el sol obtenido de partículas a base de sílice se sometió a ultrafiltración.
- 20 El sol obtenido de partículas a base de sílice, designado Ej. 8, tenía un contenido de SiO_2 en peso del 7,4 %, una relación molar de Si:Na de 10, una relación molar de Si:Al de 10, un pH de 8,8, una viscosidad de 11 mPa·s, una relación axial de 11,9, un área de superficie específica de 1060 m²/g y un valor de S de 17 %.

Ejemplo 9

- 25 Los siguientes productos se usaron con fines comparativos en los ensayos de rendimiento del drenaje y la retención de los Ejemplos:

La Ref. 1 es un sol de sílice disponible en el mercado con el nombre comercial Nalco 8691, que tenía un pH de 10,9, una viscosidad de 3 mPa·s, un contenido de SiO_2 de 11,4, una relación axial de 7 y un valor de S del 35 %, y contenía partículas de sílice con un área de superficie específica de 800 m²/g.

- 30 La Ref. 2 es un sol a base de sílice preparado de acuerdo con la divulgación del documento WO 00/66491 que tenía un pH de 10,6, una viscosidad de 8 mPa·s, un contenido de SiO_2 de 15, una relación molar de Si:Na de 11, una relación axial de 8 y un valor de S del 35 %, y contenía partículas a base de sílice con un área de superficie específica de 720 m²/g.

- 35 La Ref. 3 es un sol a base de sílice preparado de acuerdo con la descripción general de la patente de EE.UU. n.º 5,368,833 que tenía un pH de 9, una viscosidad de 5 mPa·s, un contenido de SiO_2 de 7,8, una relación molar de Si:Na de 17, una relación molar de Si:Al de 19, una relación axial de 9 y un valor de S del 21 %, y contenía sílice con un área de superficie específica de 810 m²/g.

La Ref. 4 es bentonita en forma de suspensión acuosa

Ejemplo 10

- 40 Se utilizaron los siguientes procedimientos y equipos para evaluar el rendimiento de soles a base de sílice según la invención y los productos utilizados para su comparación:

- 45 El rendimiento del drenaje se evaluó mediante un analizador de drenaje dinámico (DDA), disponible en Akribi AB, Suecia, que mide el tiempo de drenaje de un volumen fijo de materia prima. La materia prima se agitó en un frasco deflector a una velocidad de 1500 rpm a lo largo del ensayo mientras se hacían adiciones de productos químicos. Se drenó un volumen de carga de 800 ml a través de un alambre al retirar un tapón y aplicar vacío en ese lado del alambre opuesto al lado en donde está presente el material. El rendimiento del drenaje se indica como tiempo(s) de deshidratación. Las adiciones se realizaron de acuerdo con la siguiente secuencia general:

(i) añadir el componente D, si lo hubiere, a la materia prima seguido de agitación durante (d) segundos,

(ii) añadir el componente C, si lo hubiere, a la materia prima seguido de agitación durante (c) segundos,

(iii) añadir el componente B a la materia prima seguido de agitación durante (b) segundos,

- 50 (iv) añadir el componente A a la materia prima seguido de agitación durante (a) segundos, y

(v) deshidratar la materia prima mientras se registra automáticamente el tiempo de deshidratación.

Los niveles de adición de polímeros y bentonita se calcularon como producto seco en el sistema de materia prima seca, los niveles de adición de poli-cloruro de aluminio se calcularon como Al_2O_3 y se basó en el sistema de materia prima seca y el nivel de adición de sílice o soles a base de sílice calculado como SiO_2 y basado en el sistema de materia prima seca.

El rendimiento de retención (retención en la primera pasada) se evaluó mediante un nefelómetro midiendo la turbidez del filtrado en el analizador de drenaje dinámico (DDA), el agua blanca, obtenida por drenaje de la materia prima obtenida en el ensayo de rendimiento del drenaje. La turbidez se presenta en unidades nefelométricas (NTU).

Ejemplo 11

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10.

La suspensión celulósica, o materia prima, utilizada en este Ejemplo se basó en una composición de fabricación procedente de una fábrica de cartón para producir este producto líquido a base del 50 % en peso de pasta de sulfato blanqueada con peróxido y el 50 % en peso de pulpa sin pasta. La consistencia del material era de 4,7 g/l, el pH de 7,7, la conductividad 1800 $\mu\text{S}/\text{cm}$, el contenido de iones Ca^{2+} de 40 mg/l y la demanda catiónica de -195 $\mu\text{eq}/\text{l}$. El componente B era almidón catiónico (Perlbond 930) añadido en una cantidad de 10 kg/t seguido por agitación durante 15 segundos. El componente A era la Ref. 1 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 5 segundos. La Tabla 1 muestra los resultados a dosis variables de SiO_2 .

Tabla 1

Ensayo n.º	Dosis de SiO_2 [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 1	Ej. 5	Ref. 1	Ej. 5
1	0	28,6	28,6	92	92
2	0,5	26	22,3	83	82
3	1	20,3	16	79	79
4	1,5	18,7	17	72	71

Ejemplo 12

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando la materia prima del Ejemplo 11.

El componente C era poli (cloruro de aluminio) (Eka ATC 8210) añadido en una cantidad de 0,3 kg/t seguido de agitación durante 10 segundos. El componente B era almidón catiónico (Perlbond 930) añadido en una cantidad de 10 kg/t seguido por agitación durante 15 segundos. El componente A era la Ref. 1 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 5 segundos. La Tabla 2 muestra los resultados a diversas dosis de SiO_2 .

Tabla 2

Ensayo n.º	Dosis de SiO_2 [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 1	Ej. 5	Ref. 1	Ej. 5
1	0	26,7	26,7	87	87
2	0,25	21,7	19,9	86	76
3	0,5	18,7	17,1	84	74
4	1	15,7	14,3	76	75
5	1,5	13,7	12,9	77	76

Ejemplo 13

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando

la materia prima del Ejemplo 11.

- 5 El componente D era una poliacrilamida catiónica altamente cargada y de bajo peso molecular (Eka ATC 5439) añadida en una cantidad de 0,3 kg/t seguida de agitación durante 10 segundos. El componente C era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 0,2 kg/t seguida de agitación durante 5 segundos. El componente B era almidón catiónico (Perlbon 930) añadido en una cantidad de 5 kg/t seguido por agitación durante 20 segundos. El componente A era la Ref. 1 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 5 segundos. La Tabla 3 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 3

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 1	Ej. 5	Ref. 1	Ej. 5
1	0	26,7	26,7	87	87
2	0,25	21,7	19,9	86	76
3	0,5	18,7	17,1	84	74
4	1	15,7	14,3	76	75
5	1,5	13,7	12,9	77	76

10 Ejemplo 14

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando la materia prima del Ejemplo 11.

- 15 El componente C era almidón catiónico (Perlbon 970) añadido en una cantidad de 8 kg/t seguido por agitación durante 15 segundos. El componente B era una poliacrilamida aniónica de alto peso molecular (Eka PL 8660) añadida en una cantidad de 0,25 kg/t seguida de agitación durante 10 segundos. El componente A era la Ref. 2 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 5 segundos. La Tabla 4 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 4

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 2	Ej. 5	Ref. 2	Ej. 5
1	0	28,5	28,5	109	109
2	0,1	21,8	23,3	128	93
3	0,25	18,3	17,4	112	95
4	0,5	12,6	12,5	105	95
5	1	8,5	8	85	80
6	1,5	6,9	6,7	85	73

20 Ejemplo 15

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando la materia prima del Ejemplo 11.

- 25 El componente C era almidón catiónico (Perlbon 970) añadido en una cantidad de 8 kg/t seguido por agitación durante 15 segundos. El componente B era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 0,25 kg/t seguida de agitación durante 10 segundos. El componente A era la Ref. 2 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 5 segundos. La Tabla 5 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 5

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 2	Ej. 5	Ref. 2	Ej. 5
1	0	29,3	29,3	170	170
2	0,25	20,2	14,8	143	125
3	0,5	13	10,3	126	106
4	1	7,9	7,1	103	95

Ejemplo 16

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10.

- 5 La materia prima utilizada en este ejemplo se basó en la composición de fabricación de una fábrica de papel fino que produce papel de copia sin revestimiento que contiene aproximadamente el 65 % en peso de fibras de eucalipto y aproximadamente el 35 % en peso de PCC. La consistencia era de 12,5 g/l y el pH era de aproximadamente 7,1.

- 10 El componente B era almidón catiónico (Amylofax 2200) añadido en una cantidad de 5 kg/t seguido por agitación durante 20 segundos. El componente A era la Ref. 3 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 6 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 6

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 3	Ej. 5	Ref. 3	Ej. 5
1	0	20,1	20,1	340	340
2	0,2	19,1	17,6	285	263
3	0,3	17	15,2	258	223
4	0,4	14,5	13,6	235	186
5	0,6	15,5	11,7	202	156

Ejemplo 17

- 15 El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando una materia prima similar a la del Ejemplo 16, pero la composición de fabricación se tomó del descarte del limpiador secundario de la máquina de papel y la consistencia era de aproximadamente 15 g/l.

- 20 El componente C era almidón catiónico (Amylofax 2200) añadido en una cantidad de 10 kg/t seguido por agitación durante 20 segundos. El componente B era una poliácridamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1710) añadida en una cantidad de 0,2 kg/t seguida de agitación durante 10 segundos. El componente A era la Ref. 2 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 7 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 7

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 2	Ej. 5	Ref. 2	Ej. 5
1	0	7,1	7,1	205	205
2	0,1	6,7	6,3	134	117
3	0,2	6,9	5,6	117	102
4	0,3	5,6	4,8	102	95
5	0,4	5,9	4,6	94	82

Ejemplo 18

El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10.

- 5 La materia prima empleada en este Ejemplo se basó en la composición de fabricación de una fábrica de cartón para fabricar este producto líquido que contiene sulfato de celulosa blanqueada con el 60 % en peso de abedul y el 40 % en peso de abeto/pino. La consistencia del material era de 6,3 g/l, el pH de aproximadamente 8,3 y la conductividad de 1000 µS/cm.

- 10 El componente B era almidón catiónico (HiCat 142) añadido en una cantidad de 6 kg/t seguido por agitación durante 15 segundos. El componente A era la Ref. 4 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 5 segundos. La Tabla 8 muestra los resultados a varias dosis del componente A.

Tabla 8

Ensayo n.º	Dosificación A [g/t]	Tiempo de deshidratación [s]	
		Ref. 4	Ej. 5
1	0	18,9	18,9
2	300	17,6	10,8
3	600	15,1	7,2
4	1200	10,9	6,3
5	2000	9,3	5,5
6	4000	7,5	N/D
7	8000	8,4	N/D

Ejemplo 19

- 15 El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10.

- 20 La materia prima usada en este ejemplo procedía de un molino de revestimiento que produce un revestimiento superior blanco que consistía en una capa superior blanca y una capa inferior de color marrón. Se utilizó la materia prima de la capa superior blanca y tenía una consistencia de 8,4 g/l, un pH de aproximadamente 8,7 y una conductividad de 800 µS/cm. Antes de las adiciones de los componentes C, B y A, se añadieron por separado 100 kg/t de la carga PCC (Hypercarb FS260) a cada muestra de ensayo.

- 25 El componente C era almidón catiónico (PB tapioka) añadido en una cantidad de 10 kg/t seguido por agitación durante 15 segundos. El componente B era una poliacrilamida catiónica (Percol 292NS) añadida en una cantidad de 0,4 kg/t seguido de agitación durante 20 segundos. El componente A era la Ref. 4, Ref. 3 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 9 muestra los resultados a varias dosis del componente A.

Tabla 9

Ensayo n.º	Dosificación A [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		
		Ref. 4	Ref. 3	Ej. 5
1	0	15,3	15,3	15,3
2	0,1	N/D	13,4	11,6
3	0,2	N/D	10,9	9,4
4	0,4	N/D	8,8	7,9
5	0,6	N/D	7,8	7,6
6	1	13,7	N/D	N/D
7	2	11,9	N/D	N/D
8	3	11,4	N/D	N/D
9	4	10,4	N/D	N/D

Ejemplo 20

5 El rendimiento del drenaje y la retención se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10. La materia prima usada en este Ejemplo era de un molino de revestimiento que produce revestimiento de dos capas que consistía en pasta reciclada. La materia prima tenía una consistencia de 13,5 g/l, un pH de aproximadamente 6,4 y una conductividad de 2000 $\mu\text{S}/\text{cm}$.

10 El componente B era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 0,75 kg/t seguida de agitación durante 10 segundos. El componente A era la Ref. 3 o el Ej. 5 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 10 muestra los resultados a diversas dosis de SiO_2 .

Tabla 10

Ensayo n.º	Dosis de SiO_2 [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]		Turbidez [NTU]	
		Ref. 3	Ej. 5	Ref. 3	Ej. 5
1	0	12,3	12,3	250	250
2	0,1	10	9,4	240	223
3	0,2	9,3	8,1	220	220
4	0,3	9,2	7,9	238	214

Ejemplo 21

15 El rendimiento de retención se evaluó mediante un recipiente de drenaje dinámico (DDJ), disponible en Paper Research Materials, Inc., que mide la retención de finos cuando se drena un volumen fijo de materia prima. La materia prima se agitó en un frasco deflector a una velocidad de 1200 rpm a lo largo del ensayo. Se usó un volumen de materia prima de 500 ml y se hicieron adiciones de productos químicos. El material se drenó a través de un alambre al abrir la abrazadera de un tubo, el tubo conectado a una abertura en el fondo del recipiente por debajo del alambre. El drenaje se recogió en un vaso de precipitados durante 30 segundos a un caudal establecido en parte por

20 el tamaño de la abertura de la punta conectada al tubo. El caudal fue de aproximadamente 130-160 ml/min. La cantidad de material seco en el vaso de precipitados se determinó por evaporación a 105 °C en un horno. La fracción de partículas totales se determinó por separado. Los resultados se presentan como retención de finos (%).

Las adiciones de productos químicos se realizaron de acuerdo con la secuencia general del Ejemplo 10.

25 La materia prima utilizada en este ejemplo se basó en una composición de fabricación que contenía pasta química con el 80 % de madera dura y el 20 % de madera blanda. La composición contenía el 50 % de esta pasta y el 50 % de carbonato de calcio molido. Se añadieron sales para crear una conductividad de aproximadamente 1,5 mS/cm, el

pH era de aproximadamente 8,1 a 8,2 y la consistencia de la pasta era de aproximadamente 5 g/l.

El componente C era un almidón catiónico (Perlbond 930) añadido en una cantidad de 10 kg/t seguido por agitación durante 20 segundos. El componente B era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 0,5 kg/t seguida de agitación durante 20 segundos. El componente A era cualquiera de la Ref. 3, Ej. 2, Ej. 4, Ej. 5 o Ej. 7 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 11 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 11

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Retención de finos [%]				
		Ref. 3	Ej. 2	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 7
1	0	27	27	27	27	27
2	0,2	31	45	45	41	42
3	0,35	42	58	55	50	54
4	0,5	48	62	60	56	58

Ejemplo 22

- 10 El rendimiento del drenaje se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando una materia prima similar a la usada en el Ejemplo 21.

El componente B era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 2,0 kg/t seguida de agitación durante 20 segundos. El componente A era cualquiera de la Ref. 3, Ej. 2, Ej. 3, Ej. 4, Ej. 5 o Ej. 7 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 12 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 12

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Deshidratación [s]					
		Ref. 3	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 7
1	0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0	20,0
2	0,05	18,2	15,4	N/D	N/D	16,3	16,0
3	0,1	15,6	11,4	11,7	12,1	12,6	12,9
4	0,2	11,4	7,8	7,8	7,5	8,7	8,9
5	0,3	8,4	6,1	6,0	6,0	6,8	6,8
6	0,5	6,2	4,7	4,9	4,4	4,8	4,8

Ejemplo 23

- 20 El rendimiento del drenaje se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando una materia prima similar a la usada en el Ejemplo 21.

El componente C era un almidón catiónico (Perlbond 930) añadido en una cantidad de 10 kg/t seguido de agitación durante 15 segundos. El componente B era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 0,5 kg/t seguida de agitación durante 10 segundos. El componente A era cualquiera de la Ref. 3, Ej. 2, Ej. 3, Ej. 4, Ej. 5, Ej. 6 o Ej. 7 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 13 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 13

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Deshidratación [s]						
		Ref. 3	Ej. 2	Ej. 3	Ej. 4	Ej. 5	Ej. 6	Ej. 7
1	0	27,2	27,2	27,2	27,2	27,2	27,2	27,2
2	0,1	21,9	17,7	17,4	18,1	18,5	18,7	19,0
3	0,2	17,3	12,1	12,4	13,5	13,6	13,7	13,4
4	0,3	14,8	10,4	10,4	10,6	11,9	11,7	11,4
5	0,5	11,8	8,5	8,7	8,8	9,3	9,5	8,9

Ejemplo 24

- 5 Las relaciones axiales se midieron y calcularon como se describe por D. Biddle, C. Walldal y S. Wall en Colloids and Surfaces, A: Physicochemical and Engineering Aspects 118 (1996), 89-95, determinando las dimensiones y las relaciones axiales de los elipsoides equivalentes alargados no solvatados. Este modelo de elipsoide se caracteriza por la relación entre el diámetro más largo (a) y el diámetro más corto (b), la relación axial que se define como a/b. El modelo utilizado es una combinación de datos obtenidos de mediciones de viscosidad intrínseca y mediciones dinámicas de dispersión de luz y las relaciones de Simha y Perrin para la viscosidad intrínseca y factores fraccionarios respectivamente de elipsoides de revolución. Estos datos se utilizaron entonces para iterar un ajuste matemático a la forma elipsoide, dando así una relación axial, a/b.

10 La Tabla 14 muestra las relaciones axiales del Ej. 2, Ej. 3, Ej. 4, Ej. 5, Ej. 6, Ej. 7 y Ref. 3, así como las mejoras en las mejoras de la retención (R) y de la deshidratación (D) observadas en los Ejemplos 21, 22 y 23 cuando se usan los soles de partículas a base de sílice según la invención sobre la Ref. 3 a la dosis de 0,5 kg/t de SiO₂.

15 Tabla 14

Sol a base de sílice	Relación axial [a/b]	Mejora de la retención [%] Ejemplo 21	Mejora de la deshidratación [%] Ejemplo 22	Mejoramiento de la deshidratación [%] Ejemplo 23
Ref. 3	9	0 (ref)	0 (ref)	0 (ref)
Ej. 2	30	29	24	28
Ej. 3	18	N/D	20	26
Ej. 4	14	25	28	25
Ej. 5	14	17	21	21
Ej. 6	19	N/D	N/D	19
Ej. 7	18	21	21	25

Ejemplo 25

El rendimiento del drenaje se evaluó de acuerdo con el procedimiento general del Ejemplo 10 usando una materia prima similar a la usada en el Ejemplo 21.

- 20 El componente B era una poliacrilamida catiónica de alto peso molecular (Eka PL 1510) añadida en una cantidad de 0,8 kg/t seguida de agitación durante 20 segundos. El componente A era la Ref. 3 o el Ej. 8 añadido en cantidades variables seguido de agitación durante 10 segundos. La Tabla 15 muestra los resultados a diversas dosis de SiO₂.

Tabla 15

Ensayo n.º	Dosis de SiO ₂ [kg/t]	Tiempo de deshidratación [s]	
		Ref. 3	Ej. 8
1	0	14,4	14,4
2	0,1	10,5	9,56
3	0,2	8,14	6,65
4	0,4	5,96	5,38

REIVINDICACIONES

1. Sol acuoso que contiene partículas coloidales a base de sílice que tienen una relación axial de al menos 10 hasta 100 y el área de superficie específica de al menos 700 m²/g.
- 5 2. Sol que contiene partículas a base de sílice según la reivindicación 1, en donde el sol tiene un valor de S de hasta el 25 %.
3. Sol que contiene partículas a base de sílice según la reivindicación 1 o 2, en donde el sol tiene una relación axial en el intervalo de 10 a 50, de forma conveniente hasta 40.
4. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde el sol tiene una relación axial en el intervalo de 11 a 35.
- 10 5. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4, en donde las partículas a base de sílice tienen un área de superficie específica en el intervalo de 800 a 1600 m²/g.
6. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5, en donde las partículas a base de sílice tienen un área de superficie específica de al menos 1000 m²/g.
- 15 7. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 6, en donde las partículas a base de sílice se modifican superficialmente con aluminio.
8. Sol que contiene partículas a base de sílice según la reivindicación 7, en donde el sol tiene una relación molar de Si:Al de 5:1 a 20:1.
9. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el sol tiene una relación molar de Si:X, en donde X = metal alcalino, de 6:1 a 20:1.
- 20 10. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 8, en donde el sol tiene un contenido de sílice de al menos 3 % en peso.
11. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 10, en donde el sol tiene un valor de S en el intervalo del 5 al 20 %.
- 25 12. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 11, en donde el sol tiene un pH en el intervalo de 7,0 a 10,0.
13. Sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 12, en donde el sol contiene partículas a base de sílice asimétricas o alargadas.
14. Uso del sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13 como agente floculante.
- 30 15. Uso según la reivindicación 14, en donde el sol que contiene partículas a base de sílice se utiliza como agente auxiliar de drenaje y retención en la fabricación de papel.
16. Uso según la reivindicación 14, en donde el sol que contiene partículas a base de sílice se utiliza como un agente floculante para la purificación de agua.
17. Un proceso para producir papel que comprende
- 35 (a) proporcionar una suspensión acuosa que comprende fibras celulósicas;
- (b) añadir a la suspensión uno o más agentes auxiliares de drenaje y retención que comprenden un sol que contiene partículas a base de sílice según cualquiera de las reivindicaciones 1 a 13; y
- (c) deshidratar la suspensión obtenida para proporcionar una hoja o banda de papel.
18. El proceso según la reivindicación 17, en donde dicho uno o más agentes auxiliares de drenaje y retención comprenden almidón catiónico.
- 40 19. El proceso según la reivindicación 17 o 18, en donde dicho uno o más agentes auxiliares de drenaje y retención comprenden un polímero sintético catiónico.
20. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 17 a 19, en donde dicho uno o más agentes auxiliares de drenaje y retención comprenden un polímero aniónico.
- 45 21. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 17 a 20, en donde dicho uno o más agentes auxiliares de drenaje y retención comprenden una poliacrilamida.

22. El proceso según cualquiera de las reivindicaciones 17 a 21, en donde además comprende añadir un coagulante catiónico a la suspensión.