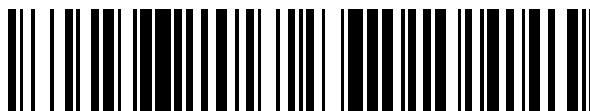


19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 668 699**

51 Int. Cl.:

C01B 33/38 (2006.01)

C11D 3/12 (2006.01)

D21H 13/38 (2006.01)

D21H 19/00 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **03.12.2009 PCT/EP2009/008642**

87 Fecha y número de publicación internacional: **10.06.2010 WO10063479**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **03.12.2009 E 09764734 (1)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **21.02.2018 EP 2367760**

54 Título: **Procedimiento para la producción de una composición de filossilicato, así como su empleo**

30 Prioridad:

03.12.2008 DE 102008060296

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

21.05.2018

73 Titular/es:

**SÜD-CHEMIE IP GMBH & CO. KG (100.0%)
Arabellastrasse 4a
81925 München, DE**

72 Inventor/es:

**ZORJANOVIC, JOVICA y
RUF, FRIEDRICH**

74 Agente/Representante:

ELZABURU, S.L.P

ES 2 668 699 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

Procedimiento para la producción de una composición de filosilicato, así como su empleo

La invención se refiere a un procedimiento para la producción de una composición de filosilicato, así como su empleo para la producción de papel, cartulina, cartón y/o material compuesto que contiene cartón.

5 Los filosilicatos activados con álcali se usan, entre otros, en sistemas de retención duales en la producción de papel. En este caso, las dispersiones de filosilicato deben cumplir requisitos estrictos en relación con la presencia de una viscosidad mínima. No obstante, en el caso de filosilicatos activados con álcali, como por ejemplo bentonitas activadas con álcali, también durante un almacenaje de desarrollo normal de un polvo producido acabado o de una dispersión se produce un descenso en la viscosidad durante el tiempo de almacenaje y de transporte. Las causas de este descenso de viscosidad no se han elucidado aún completamente, y la medida del descenso de viscosidad depende de numerosos factores, en especial de la duración del almacenaje (véase, por ejemplo, Lebendenko and Plee, Applied Clay Science, 3 (1988), páginas 1 a 10). Si el descenso de viscosidad se efectúa en medida importante, esto puede conducir a que el material ya no cumpla los requisitos específicos del usuario y a que el producto ya no se utilice, estando esto vinculado a grandes inconvenientes tanto para el fabricante como también para el usuario final.

10 Un método para la modificación de la viscosidad de composiciones de filosilicato se describe, por ejemplo, en el documento US 4,359,339, basándose éste en la adición de sales de aluminio hidrosolubles a dispersiones con un contenido de 11 a 26 % en peso de bentonita sódica. No obstante, en este procedimiento es desfavorable que los iones Al^{3+} no son deseados y al menos algunas sales de aluminio se clasifican como sustancias de acción irritante, así como que un almacenaje y un transporte de dispersiones con contenido en agua elevado es costoso en medida elevada.

15 En el documento US 35,391,228 se describen arcillas de esmectita (también denominadas arcilla de bentonita), y en especial suspensiones de arcilla de esmectita con contenido en producto sólido elevado, así como un procedimiento para la producción de suspensiones que contienen arcilla de bentonita, estables, bombeables, acuosas, con un contenido elevado en producto sólido, que presentan una buena dilución. En este caso, la suspensión presenta una concentración eficaz de sal, cuyo catión es monovalente.

20 En el documento US 5,223,098 se describe un procedimiento de producción de papel, y en especial la puesta a disposición de arcillas hinchadas de bentonita en forma de un concentrado líquido con un contenido en bentonita de más de 15 %, que es especialmente apropiado para el empleo en el molino de papel. El hinchamiento de bentonita se evita mediante electrólitos inorgánicos en el concentrado. Por lo tanto, es tarea de la presente invención la puesta a disposición de un procedimiento alternativo que posibilite la producción de una composición de filosilicato, que, también tras almacenaje más largo, por ejemplo de más de tres meses, en especial de más de seis meses, demuestre su capacidad para poner a disposición una dispersión de viscosidad apropiada en la dispersión en agua, y que presente asimismo un buen poder de hinchamiento. Tal procedimiento debía ser realizable preferentemente de modo económico y usar materiales de partida económicos, que no aumentaran o aumentaran solo en medida reducida los costes del producto final en comparación con procedimientos del estado de la técnica, y que además no contribuyeran o contribuyeran solo en medida reducida a un descenso ulterior del valor de pH del producto final. Además, tal procedimiento debía presentar solo un número reducido de pasos de elaboración y requerir preferentemente menos pasos de elaboración que los procedimientos del estado de la técnica. Un filosilicato activado obtenible mediante tal procedimiento se debía poder emplear en especial en sistemas de retención y drenaje comerciales, como por ejemplo el sistema Hydrocol® o Teliiform®.

25 La tarea de la presente invención se soluciona mediante la puesta a disposición de un procedimiento con las características de la reivindicación 1. En las reivindicaciones subordinadas se indican formas de realización preferentes. Durante los numerosos ensayos que condujeron a la presente invención, los inventores determinaron sorprendentemente que, mediante un tratamiento de un filosilicato con una combinación de carbonato sódico y otro reactivo de activación, que se selecciona a partir de sales metálicas alcalinas del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos, y mezclas de los mismos, se pueden poner a disposición composiciones de filosilicato con muy buenas propiedades materiales, conservándose éstas sensiblemente también tras almacenaje y transporte de la composición de filosilicato. En especial, mediante las composiciones de filosilicato obtenibles a través del procedimiento según la invención, por ejemplo también tras un almacenaje de al menos 12 semanas o más, preferentemente al menos 26 semanas o más en el caso de una dispersión en agua, se pueden poner a disposición dispersiones cuya viscosidad no desciende por debajo de un valor límite de viscosidad. También tras almacenaje más largo, las composiciones de filosilicato accesibles con el procedimiento según la invención presentan un buen poder de hinchamiento. El poder de hinchamiento de las composiciones de filosilicato no aumenta tampoco, o bien aumenta apenas en medida reducida en el caso de un almacenaje durante varios meses, de modo que, también tras un almacenaje, por ejemplo de varias semanas, se pueden obtener dispersiones que presentan la viscosidad elevada deseada. Los inventores han determinado que los aniones de las sales metálicas alcalinas empleadas para la activación del filosilicato tienen una influencia sobre las propiedades de viscosidad de una suspensión de la composición de filosilicato.

- 5 Si se activa un filosilicato con carbonato sódico, la viscosidad de una suspensión producida a partir del filosilicato activado aumenta primeramente con cantidad creciente de carbonato sódico empleado hasta un máximo de viscosidad en el caso de una cantidad de carbonato sódico que corresponde aproximadamente a 100 hasta 110 % de la capacidad de intercambio catiónico del filosilicato. Si la cantidad de carbonato sódico se aumenta ulteriormente, la viscosidad de la suspensión producida a partir del filosilicato activado desciende de nuevo. Sin pretender vincularse a esta teoría, los inventores atribuyen este efecto a cationes polivalentes, en especial iones calcio y magnesio, que se sustituyen por iones sodio a partir del filosilicato. Mediante el exceso de iones carbonato tienen lugar procesos de precipitación y envejecimiento, que tienen un efecto negativo sobre la deslaminación de las capas individuales del filosilicato.
- 10 Si ahora se sustituye el carbonato sódico parcialmente por otras sales metálicas alcalinas, que contienen preferentemente aniones que forman sales convenientemente hidrosolubles con cationes polivalentes, en especial iones calcio y magnesio, en el caso de una sobreactivación del filosilicato se puede obtener un aumento ulterior de la viscosidad de una suspensión del filosilicato activado.
- 15 Sin embargo, el anión de la sal alcalina, empleada unto al carbonato sódico, no se puede seleccionar arbitrariamente. Si se seleccionan aniones complejantes, tales como, por ejemplo, fosfonato sódico o aniones que comprenden, por ejemplo, varios grupos carboxilo, es decir, cationes quelatizantes, como EDTA, la viscosidad de la suspensión desciende si se emplean tales sales metálicas alcalinas junto con carbonato sódico.
- 20 Sin pretender vincularse a esta teoría, los inventores se explican este efecto con el hecho de que estos aniones complejantes se coordinan en los bordes de las plaquetas de filosilicato deslaminadas, en las que están posicionados iones aluminio con puntos de coordinación libres. Mediante la coordinación de aniones se modifica la carga, o bien la densidad de carga en los bordes de las plaquetas de filosilicato.
- 25 Para obtener una viscosidad elevada es deseable que las plaquetas de la composición de filosilicato formen una "estructura de castillo de naipes", en la que respectivamente los bordes de una plaqueta son adyacentes a la superficie de una plaqueta de filosilicato colindante. La superficie de una plaqueta de filosilicato presenta carga negativa. Mediante los aniones complejantes coordinados en los bordes de la plaqueta de filosilicato, también los bordes de la plaqueta de filosilicato adquieren una carga negativa. De este modo ya no se forma una estructura de castillo de naipes y la viscosidad de la suspensión de filosilicato desciende.
- 30 Las sales metálicas alcalinas empleadas en el procedimiento según la invención contienen aniones que no ejercen un efecto desfavorable sobre la viscosidad de la suspensión de la composición de filosilicato. De este modo, la concentración de iones metálicos alcalinos se puede aumentar ulteriormente en la activación del filosilicato, lo que conduce a una mejora de la deslaminación del filosilicato, si éste se suspende en agua, pudiéndose formar una estructura de plaquetas de filosilicato ventajosa para una viscosidad de suspensión elevada.
- Por lo tanto, la invención pone a disposición un procedimiento para la producción de una composición de filosilicato, que comprende:
- 35 a. Puesta a disposición del material de partida que comprende al menos un filosilicato;
- b. Puesta en contacto del material de partida durante un intervalo de tiempo de tratamiento
- Con al menos una sal metálica alcalina, seleccionada a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos, y mezclas de los mismos,
 - Así como con carbonato sódico,
- 40 Seleccionándose la cantidad de carbonato sódico de modo que la cantidad de iones sodio se sitúe entre 80 y 120 % de la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato, y seleccionándose la cantidad de la sal metálica alcalina, al menos una, de modo que la cantidad de iones metálicos alcalinos se sitúe entre 20 y 50 % de la capacidad de intercambio catiónico total, refiriéndose los datos porcentuales a equivalentes,
- Conteniendo una sal metálica alcalina sodio o potasio, y
- 45 Seleccionándose el filosilicato a partir de bentonita, montmorillonita, hectorita, saponita, estevensita, beidelita, nontronita y sus mezclas.
- En el procedimiento según la invención, primeramente se pone a disposición un material de partida que comprende al menos un filosilicato. La proporción de filosilicato, al menos uno, en el material de partida asciende preferentemente al menos a 80 % en peso, preferentemente al menos a 90 % en peso, de modo más preferente al menos 98 % del contenido en producto sólido total del material de partida.
- 50 El material de partida se pone en contacto entonces con al menos una sal metálica alcalina, seleccionada a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos y mezclas de los mismos, así como con carbonato sódico, durante un intervalo de tiempo de tratamiento. Por lo tanto, en el

procedimiento según la invención, el filosilicato se trata con al menos dos sales metálicas alcalinas diferentes, esto es, con una sal metálica alcalina del grupo descrito anteriormente, así como con carbonato sódico.

5 En el ámbito de la presente invención, las modificaciones en las propiedades químicas y/o físicas de una composición de filosilicato una vez concluido el tratamiento del material de partida, en especial tras obtención de la composición de filosilicato, se denominan también "envejecimiento".

10 Sin que la presente invención esté limitada a la veracidad de la siguiente suposición, se considera que un envejecimiento de composiciones de filosilicato tratadas con carbonato sódico se basa en que con el tiempo tenga lugar una migración y una subsiguiente inmovilización de cationes monovalentes, en especial de cationes sodio, a partir de las capas intermedias de las plaquetas de bentonita, lo que contribuye a que los cationes monovalentes se acumulen en la superficie de los filosilicatos, por ejemplo de bentonita. Además, un envejecimiento de composiciones de filosilicato tratadas con carbonato sódico se puede basar también en que tenga lugar una denominada reactivación, es decir, un intercambio de cationes monovalentes, como cationes sodio, por cationes divalentes, como cationes calcio y magnesio. Esto puede conducir a su vez a que, en el caso de una dispersión de filosilicatos en agua, en especial en el caso de dispersiones con un contenido de 1 a 7 en peso, en especial de aproximadamente 5 % en peso de filosilicato, referido al peso total de la dispersión, la capa iónica difusa alrededor de las plaquetas de filosilicato se reduzca hasta que las partículas comienzan a coagular y se forman cada vez más aglomerados con el tiempo. Por consiguiente, las dispersiones que se producen partiendo de composiciones de filosilicato de diferente edad presentan diferente viscosidad y diferentes propiedades de hinchamiento.

20 En el caso del filosilicato se puede tratar tanto de un filosilicato natural, es decir de un filosilicato que se puede obtener mediante una degradación de los recursos naturales, o de un filosilicato producido por vía sintética, en especial de un filosilicato que se produce partiendo de otros materiales silicáticos, en especial filosilicatos.

25 En el caso del filosilicato se trata de un filosilicato esméctico o de una mezcla de filosilicatos esmécticos seleccionados a partir del grupo constituido por bentonita, montmorillonita, hectorina, saponita, estevensita, beidelita, nontronita y sus mezclas. En el caso del filosilicato se trata preferentemente de un filosilicato no calcinado, es decir, de un filosilicato que, tras su síntesis u obtención, no se calentó por ejemplo por encima de 500°C, preferentemente no se calentó por encima de 200°C, en especial no se calentó por encima de 115°C. Los silicatos, así como su estructura y su composición, se explican, por ejemplo, en el libro de texto "Holleman-Wiberg, Lehrbuch der Anorganischen Chemie" por N. Wiberg, edición nº 91-100, Walter de Gruyter & Co., 1985, ISBN 3-11-007511-3, páginas 768 a 779.

30 Es especialmente preferente que el filosilicato, al menos uno, comprenda bentonita o esté constituido por ésta. Las bentonitas presentan como componente principal montmorillonita, distinguiéndose ésta por un comportamiento químico-físico especialmente ventajoso, en especial por un poder de hinchamiento especialmente ventajoso. Montmorillonita es un mineral de tres capas, constituido por capas tetraédricas de SiO₄ entre las que se encuentra una capa octaédrica que contiene predominantemente iones aluminio. El comportamiento de bentonita en sistemas acuosos se marca por la permanente carga negativa de capa, que se produce mediante sustitución isomórfica y defectos en la capa de silicato, e influye sobre la carga variable en los bordes de los cristales de bentonita. Entre las capas se encuentran cationes que son intercambiables.

35 Según una forma de realización, el filosilicato puede contener predominantemente cationes polivalentes como cationes intercambiables. Los cationes polivalentes se forman preferentemente por cationes divalentes, de modo especialmente preferente a partir del grupo de iones calcio e iones magnesio. Preferentemente, al menos 50 %, según otra forma de realización al menos 60 %, según otra forma de realización al menos 80 % de la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato está constituido por cationes polivalentes, en especial Ca²⁺ y/o Mg²⁺. Los datos se refieren a equivalentes. En los ejemplos se describe un procedimiento para la determinación de la capacidad de intercambio catiónico y la fracción de iones metálicos individuales en la capacidad de intercambio catiónico del filosilicato.

40 Según una forma de realización se emplea bentonita de calcio o bentonita de calcio/magnesio como filosilicato. Se entiende por una bentonita de calcio, o bien una bentonita de calcio/magnesio, una bentonita en la que los cationes intercambiables se forman mediante iones calcio, o bien iones calcio y magnesio. La proporción de iones calcio, o bien iones calcio y magnesio en la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato asciende preferentemente a 50 %, según otra forma de realización al menos 60 %, según otra forma de realización al menos 80 % de la capacidad de intercambio catiónico.

El material de partida que comprende filosilicato se pone en contacto y se trata entonces con al menos una sal metálica alcalina, seleccionada a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos y mezclas de los mismos, así como, adicionalmente, con carbonato sódico.

55 El material de partida se puede poner en contacto con la sal metálica alcalina, al menos una, y el carbonato sódico, de modo conocido por el especialista. Se obtienen composiciones de filosilicato con muy buenas propiedades materiales en especial si la sal metálica alcalina, al menos una, y/o el carbonato sódico se añade como fluido, por ejemplo como disolución o dispersión, o como producto sólido al material de partida. La adición de sal metálica

alcalina y/o carbonato sódico se puede efectuar en una o varias porciones parciales y, si se desea, continuamente durante el intervalo de tiempo de tratamiento total o una parte del mismo. La sal metálica alcalina, al menos una, así como el carbonato sódico, se puede poner en contacto con el material de partida en forma de una mezcla, que comprende una o varias sales metálicas alcalinas y carbonato sódico, o respectivamente por separado entre sí.

5 El tratamiento del material de partida con la sal metálica alcalina, al menos una, y/o carbonato sódico, se puede efectuar de un modo conocido por el especialista, mezclándose, en especial mezclándose mecánicamente el material de partida con una o varias sales metálicas alcalinas y carbonato sódico o una mezcla que comprende carbonato sódico y una o varias sales metálicas alcalinas, de modo conocido por el especialista.

10 Un mezclado mecánico se puede efectuar preferentemente mediante agitación, amasado y/o extrusión. El material de partida se puede presentar en forma sólida, por ejemplo como polvo, o en forma fluida, por ejemplo como dispersión.

15 En especial para el amasado o la extrusión, el filosilicato, o bien la mezcla constituida por el filosilicato y la sal metálica alcalina, al menos una, y el carbonato sódico, debía presentar una plasticidad suficiente. El filosilicato, o bien la mezcla constituida por el filosilicato y la sal metálica alcalina, al menos una, y el carbonato sódico, presenta preferentemente un contenido en agua de al menos 20 % en peso, según una forma de realización un contenido en agua en el intervalo de 25 a 40 % en peso.

20 En caso deseado, durante el paso de tratamiento del material de partida con una o varias sales metálicas alcalinas y/o carbonato sódico se puede añadir agua, de modo que se puede obtener un fluido, por ejemplo una dispersión, en función de la cantidad de agua añadida una vez concluido el tratamiento. Según una forma de realización, el agua se puede añadir adicionándose la sal metálica alcalina, o bien el carbonato sódico, en forma de una disolución acuosa al filosilicato.

25 Además, durante el paso de tratamiento del material de partida se pueden añadir uno o varios componentes adicionales, que se pueden seleccionar por un especialista. En especial se pueden añadir uno o varios componentes seleccionados a partir del grupo constituido por disolventes orgánicos y/o inorgánicos, ácidos inorgánicos y/u orgánicos y sus sales, bases inorgánicas y/u orgánicas y sus sales, agentes tensioactivos, agentes de floculación, colorantes, etc.

30 No obstante, también se puede efectuar un tratamiento sin un mezclado mecánico. En especial, se puede poner en contacto el material de partida con un fluido, en especial un fluido acuoso, por ejemplo una disolución o dispersión de la sal metálica alcalina, al menos una, o bien del carbonato sódico en la superficie, y dejar actuar éste. En este caso se efectúa un tratamiento del material de partida penetrando la disolución de la sal metálica alcalina, al menos una, o bien de carbonato potásico, en el material de partida a través de poros o grietas en la superficie, así como mediante fuerzas físicas y/o químicas, como por ejemplo fuerzas capilares. Opcionalmente, antes de una puesta en contacto del material de partida con la sal metálica alcalina, al menos una, en especial con al menos un fluido de sal metálica alcalina, la superficie del material de partida se puede tratar previamente, por ejemplo esmerilar o dotar de orificios y/o canales de paso, para fomentar de este modo la penetración de la sal metálica alcalina, o bien del carbonato sódico en el interior del material de partida.

35 Un especialista puede seleccionar el intervalo de tiempo de tratamiento con al menos una sal metálica alcalina, así como con carbonato sódico, en función de los materiales de partida empleados, dependiendo éstos en medida elevada de los pasos de tratamiento seleccionados. Si el tratamiento comprende un mezclado, un especialista seleccionará la duración en función de los materiales de partida empleados. La duración asciende preferentemente a 0,5 hasta 20 horas, particularmente a 1 hasta 11 minutos, en especial a 2 hasta 6 minutos. Si el tratamiento comprende una aplicación, por ejemplo pulverización de una disolución de sal metálica alcalina, o bien carbonato sódico, la aplicación, que se puede efectuar una o varias veces, y la siguiente acción pueden requerir una duración, por ejemplo, de al menos 3 horas, preferentemente de 3 horas a 3 días, preferentemente 18 horas a 2 días. En el ámbito de la presente invención se considera fin del intervalo de tiempo de tratamiento el final del mezclado en el caso de un mezclado mecánico (por ejemplo de una extrusión o de un amasado) como paso de tratamiento único o final, o un momento correspondiente a 1 día después de concluir la aplicación en el caso de una aplicación y acción en ausencia de un mezclado mecánico (por ejemplo una pulverización y un reposo del material pulverizado) como paso de tratamiento único o final.

50 Además, el tratamiento del material de partida se puede efectuar a una temperatura, por ejemplo, por debajo de 90°C, preferentemente a una temperatura por debajo de 70°C, en especial a una temperatura por debajo de 45°C.

La composición de filosilicato se puede emplear en otros procedimientos, por ejemplo en la producción de papel, directamente en la forma en la que se obtiene en el procedimiento según la invención.

55 No obstante, la composición de filosilicato también se puede secar, y en caso dado molturar. Esto es ventajoso, por ejemplo, si la composición de filosilicato se debe envasar y transportar a un lugar alejado para la elaboración ulterior. Tras el secado, la composición de filosilicato presenta preferentemente un contenido en agua en el intervalo de 10 a 30 % en peso, según otra forma de realización un contenido en agua de 15 a 25 % en peso.

El tratamiento del filosilicato con la sal metálica alcalina, al menos una, y el carbonato sódico se puede efectuar en cualquier orden en sí. El filosilicato se puede poner en contacto primeramente con el carbonato sódico, y a continuación con la sal metálica alcalina, al menos una. No obstante, también se puede seleccionar otro orden.

5 Según una forma de realización, la puesta en contacto del filosilicato con carbonato sódico se puede efectuar simultáneamente o tras la puesta en contacto con la sal metálica alcalina, al menos una.

10 El orden de puesta en contacto y y de tratamiento del material de partida con la sal alcalina, al menos una, y carbonato sódico indicado anteriormente conduce a composiciones de filosilicato con muy buenas propiedades materiales, que presentan una viscosidad relativamente elevada en el caso de dispersión en agua, y presentan valores de viscosidad suficientemente elevados también después de hasta 12 semanas, en especial hasta 26 semanas, en el caso de una dispersión en agua.

15 Si la puesta en contacto con carbonato sódico se efectúa simultáneamente o tras la puesta en contacto con la sal metálica alcalina, al menos una, como se enseña conforme a la forma de realización del procedimiento según la invención, la sal metálica alcalina, al menos una, puede interaccionar con el material de partida que contiene filosilicato y actuar sobre éste simultáneamente o antes del comienzo de la acción de carbonato sódico. Las sales metálicas alcalinas empleadas según la invención son muy convenientemente hidrosolubles. Por lo tanto, éstas se encuentran muy convenientemente disponibles para un intercambio de los cationes sustituibles presentes en el filosilicato, en especial cationes polivalentes, en especial iones calcio e iones magnesio. Los aniones forman sales que presentan una solubilidad en agua relativamente elevada con los cationes sustituidos, en especial iones calcio e iones magnesio, de modo que los iones sustituidos no se precipitan inmediatamente mediante iones carbonato.

20 El paso b) de puesta en contacto y tratamiento del material de partida puede comprender preferentemente un tratamiento del material de partida con la sal metálica alcalina, al menos una, seguido de una puesta en contacto y un tratamiento con carbonato sódico del material de partida tratado con al menos una sal metálica alcalina, y/o comprender un tratamiento del material de partida durante el intervalo de tiempo de tratamiento total o de una sección del mismo, simultáneamente con la sal metálica alcalina, al menos una, y carbonato sódico, preferentemente con una mezcla que comprende al menos una sal metálica alcalina y carbonato sódico.

En el procedimiento según la invención, según una forma de realización preferente, la sal metálica alcalina, al menos una, y el carbonato sódico, se añaden simultáneamente al filosilicato, según una forma de realización en forma de una mezcla.

30 Las composiciones de filosilicato con muy buenas propiedades materiales y aptitud para almacenamiento se pueden obtener en especial si la sal metálica alcalina, al menos una, comprende una sal metálica alcalina seleccionada a partir del grupo constituido por cloruro sódico, sulfato sódico, fosfato sódico, monohidrogenofosfato sódico, dihidrogenofosfato sódico, nitrato sódico, cloruro potásico, sulfato potásico, fosfato potásico, monohidrogenofosfato potásico, dihidrogenofosfato potásico, nitrato potásico y mezclas de los mismos. Se pueden obtener composiciones de filosilicato de valor especialmente elevado si la sal metálica alcalina, al menos una, comprende una sal metálica alcalina seleccionada a partir del grupo constituido por cloruro sódico, sulfato sódico, fosfato sódico, monohidrogenofosfato sódico, dihidrogenofosfato sódico, nitrato sódico y mezclas de los mismos.

40 En el ámbito de la presente invención, los conceptos "sal metálica alcalina" y "carbonato sódico" comprenden tanto la respectiva sal anhidra como también sales en forma de hidratos. El carbonato sódico comprende preferentemente sosa, o está constituido por ésta. Además, en el ámbito de la presente invención, el concepto "sal metálica alcalina" no comprende carbonato sódico ni hidrogenocarbonato sódico.

45 Si el material de partida se pone en contacto primeramente con la sal metálica alcalina, al menos una, esto se puede efectuar en especial mediante aplicación, por ejemplo pulverización, de un fluido de sal metálica alcalina que contiene agua, en especial de un fluido de cloruro sódico o sulfato sódico, o mediante adición de una o varias sales metálicas alcalinas en forma sólida, por ejemplo como polvo. El tratamiento en esta forma de realización se puede efectuar en especial mediante acción del fluido de sal metálica alcalina que contiene agua y/o mediante mezclado mecánico, por ejemplo mediante amasado y/o extrusión. Tras una adición siguiente de carbonato sódico o de una mezcla que comprende carbonato sódico y/o una o varias sales metálicas alcalinas se puede efectuar un mezclado mecánico, por ejemplo amasado y/o extrusión.

50 Además, la puesta en contacto del material de partida con la sal metálica alcalina, al menos una, y carbonato sódico se puede efectuar simultáneamente. En especial, la sal metálica alcalina, al menos una, y carbonato sódico se pueden añadir al material de partida simultáneamente, por ejemplo en forma de una mezcla sólida o fluida, y mezclar con el mismo.

55 Sorprendentemente, ya una extrusión de un material de partida que contiene filosilicato con carbonato sódico, en especial sosa, y al menos una sal metálica alcalina, en especial cloruro sódico, conduce a composiciones de filosilicato que posibilitan una producción de dispersiones de composición de filosilicato con viscosidad muy conveniente y un buen comportamiento de hinchamiento. Es interesante observar que, tras una producción de una composición de filosilicato según la invención y un almacenamiento de 2 a 6 meses se obtienen dispersiones de

composición de filosilicato con viscosidad claramente mejor que en composiciones de filosilicato convencionales, tratadas con carbonato sódico.

5 Ya en el caso de una única extrusión exclusivamente, las composiciones de filosilicato según la invención presentan en especial todas las características necesarias para un empleo para la producción de papel, cartulina, cartón y materiales compuestos que contienen papel, en especial la capacidad de puesta a disposición de una buena retención. Además, las composiciones de filosilicato según la invención ponen a disposición un poder de hinchamiento más elevado que las composiciones de filosilicato convencionales, puestas en contacto con carbonato sódico.

10 Bajo puntos de vista técnicos de procedimiento es además ventajoso que, en el procedimiento según la invención, la activación se puede desarrollar en varias etapas, de modo que la activación a efectuar mediante el tratamiento se puede obtener en un momento deseado y en cantidades seleccionadas específicamente para la aplicación. En el caso de un tratamiento a efectuar gradualmente, en una primera etapa se puede efectuar preferentemente un tratamiento con al menos una sal metálica alcalina o con al menos una sal metálica alcalina y carbonato sódico, o con carbonato sódico, y en una segunda etapa se puede efectuar un tratamiento con carbonato sódico o al menos una sal metálica alcalina y carbonato sódico, o al menos una sal metálica alcalina.

15 Esta forma de realización posibilita, por ejemplo, efectuar primeramente una activación parcial del filosilicato y activar ulteriormente en un momento posterior, por ejemplo si la composición de filosilicato se emplea tras un cierto tiempo de almacenaje en una aplicación, por ejemplo para la producción de papel. De este modo se pueden compensar al menos parcialmente influencias del envejecimiento, que se producen en el almacenaje de la composición de filosilicato.

Un empleo de una cantidad muy grande de la sal metálica alcalina, al menos una, no es deseable bajo puntos de vista económicos. Además, en el caso de cantidades muy grandes de sal metálica alcalina, al menos una, se observa de nuevo un descenso de la viscosidad de la suspensión de la composición de filosilicato.

25 La cantidad de carbonato sódico se selecciona de modo que la cantidad de iones sodio se sitúe entre 80 y 120 %, según otra forma de realización entre 90 y 110 % de la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato.

La cantidad de sal metálica alcalina, al menos una, se selecciona de modo que la cantidad de iones metálicos alcalinos se sitúe entre 20 y 50 %, según otra forma de realización entre 25 y 40 % de la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato.

30 Según otra forma de realización, la cantidad total de carbonato sódico y de sal metálica alcalina, al menos una, se selecciona de modo que la cantidad de iones sodio y de iones metálicos alcalinos se sitúe entre 90 y 140 %, según otra forma de realización entre 100 y 130 % de la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato.

Los datos porcentuales se refieren a equivalentes.

35 Se pueden obtener composiciones de filosilicato con buena aptitud para almacenamiento, por ejemplo, si la proporción ponderal entre el peso total de la sal metálica alcalina, al menos una, (seleccionándose la sal metálica alcalina, al menos una, a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos y mezclas de los mismos) respecto al peso total de carbonato sódico, que se emplean respectivamente para el tratamiento del material de partida durante el procedimiento según la invención, asciende al menos a 0,05, preferentemente si se sitúa en el intervalo de 0,1 a 1,0, preferentemente de 0,5 a 1,0.

40 Además, se pueden obtener composiciones de filosilicato de valor cualitativo especialmente elevado si la proporción ponderal entre el peso total de sal metálica alcalina, al menos una, (seleccionándose la sal metálica alcalina, al menos una, a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos y mezclas de los mismos), que se emplea para el tratamiento del material de partida durante el procedimiento según la invención, respecto al peso total de filosilicato del material de partida, asciende al menos a 0,5:100, preferentemente si se sitúa en el intervalo de 1:100 a 3:100, preferentemente si se sitúa de 1,5:100 a 3:100.

45 Además, se pueden obtener composiciones de filosilicato con muy buenas propiedades materiales si la proporción ponderal entre el peso total de carbonato sódico, que se emplea para el tratamiento del material de partida durante el procedimiento según la invención, respecto al peso total de filosilicato del material de partida asciende al menos a 0,5:100, preferentemente si se sitúa en el intervalo de 1:100 a 7:100, preferentemente si se sitúa en el intervalo de 4:100 a 7:100, en especial si se sitúa en el intervalo de 2:100 a 3,5:100.

En el tratamiento con la sal metálica alcalina, al menos una, y carbonato sódico se forma una composición de filosilicato, pudiéndose presentar ésta, por ejemplo, como producto de extrusión, masa de amasado, suspensión o dispersión una vez concluido el tratamiento, preferentemente con un contenido en producto sólido de 1 a 7 % en peso, referido al peso total de la dispersión.

El procedimiento puede, pero no tiene por qué comprender un paso de obtención especial. Por ejemplo, también se puede emplear ulteriormente de manera inmediata la mezcla de reacción producida tras el tratamiento. La composición de filosilicato se puede obtener en especial en forma de un polvo, granulado, producto de extrusión, cuerpo moldeado, suspensión o dispersión, preferentemente con un contenido en producto sólido de 1 a 7 %, referido al peso total de la dispersión. Las medidas de procedimiento a tal efecto, en especial para el secado, la granulación, la formación de un cuerpo moldeado, se pueden efectuar según el conocimiento del especialista conforme a cualquier procedimiento.

El procedimiento para la producción de una composición de filosilicato puede comprender además una adición de fibras de material de papel, en especial materiales fibrosos que contienen celulosa, y/o de al menos un agente de floculación. El agente de floculación, al menos uno, puede comprender, por ejemplo, un polímero, en especial un polímero de carga catiónica, preferentemente una poliacrilamida, en especial una poliacrilamida de carga catiónica, y/o una micropartícula de carga aniónica, en especial un polímero de carga aniónica, o estar constituido por el mismo. El polímero puede estar constituido por una o varias unidades monoméricas diferentes. El polímero puede comprender preferentemente 20 unidades monoméricas o más, pudiendo éstas ser iguales o diferentes. En especial, en el caso del polímero se puede tratar de un homopolímero de metacrilamida o acrilamida, o de un copolímero de acrilamida y/o metacrilamida modificado catiónicamente, es decir, en especial un copolímero que comprende unidades monoméricas de metacrilamida o acrilamida, así como una o varias unidades monoméricas catiónicas iguales o diferentes. Es especialmente preferente que un agente de floculación comprenda un copolímero que contiene acrilamida y cloruro de acriloxietiltrimetilamonio como unidades monoméricas, o esté constituido por el mismo. En el caso del polímero de carga aniónica se puede tratar en especial de un polímero que se puede obtener mediante polimerización de monómeros iguales o diferentes, pudiendo comprender los monómeros uno o varios monómeros seleccionados a partir del grupo constituido por ácido (metil)acrílico y sus sales, (met)acrilato de sulfoetilo, ácido itacónico, 2-acrilamido-2-metilpropanosulfonato, ácido alilsulfónico, ácido estirenosulfónico, ácido vinilsulfónico, ácido maleico, así como otros compuestos que comprenden al menos dos funciones ácidas y sus sales.

Durante el procedimiento para la obtención de una composición de filosilicato, en cualquier momento se pueden añadir otros componentes que se pueden seleccionar por un especialista. Por ejemplo se pueden añadir uno o varios componentes seleccionados a partir del grupo constituido por disolventes orgánicos y/o inorgánicos, en especial agua, ácidos inorgánicos y/u orgánicos y sus sales, bases inorgánicas y/u orgánicas y sus sales, agentes tensioactivos, agentes de floculación, colorantes, etc.

En el procedimiento de producción se pueden obtener resultados especialmente buenos si como sal metálica alcalina, al menos una, se emplean cloruro sódico o sulfato sódico, o mezclas que comprenden cloruro sódico y sulfato sódico. En función de la sal metálica alcalina empleada, en este caso se obtienen diferentes volúmenes de hinchamiento.

Si se desea, tras la puesta en contacto y, en caso dado, la obtención de la composición de filosilicato se puede efectuar de nuevo un tratamiento ulterior con al menos una sal metálica alcalina y/o carbonato sódico. En especial se puede llevar a cabo un procedimiento de tratamiento subsiguiente como se explica detalladamente a continuación.

Según otra forma de realización del procedimiento según la invención, la composición de filosilicato se pone en contacto con el carbonato sódico, de modo que se obtiene una composición de filosilicato activada por vía alcalina. La composición de filosilicato activada por vía alcalina se almacena durante un intervalo de tiempo. Tras el intervalo de tiempo se añade la sal metálica alcalina a la composición de filosilicato activada por vía alcalina.

El intervalo de tiempo se selecciona preferentemente mayor que 1 minuto, según una forma de realización mayor que 1 día, según otra forma de realización mayor que 4 semanas, y según otra forma de realización mayor que 26 semanas. Según otra forma de realización, el intervalo de tiempo se selecciona menor que 36 meses, según otra forma de realización menor que 30 meses.

El concepto "composición de filosilicato activada por vía alcalina", como se emplea en el ámbito de la presente invención, comprende cualquier filosilicato o cualquier material de partida que contenga filosilicato, que se pone en contacto con carbonato sódico o hidrogenocarbonato sódico tras su producción u obtención, y preferentemente se ha mezclado con el mismo.

No obstante, tal composición de filosilicato activada por vía alcalina se puede haber obtenido ya conforme al procedimiento según la invención, es decir, la composición de filosilicato se ha puesto ya en contacto con carbonato sódico y la sal metálica alcalina, al menos una.

Esta forma de realización de la invención posibilita el tratamiento subsiguiente de una composición de filosilicato ya activada por vía alcalina, en especial para el aumento de la viscosidad de dispersiones acuosas de esta composición de filosilicato activada por vía alcalina, si ésta se almacenó, por ejemplo, durante un intervalo de tiempo más largo, por ejemplo varias semanas, antes de ser empleada, por ejemplo, para la producción de papel.

Según una forma de realización, este tratamiento subsiguiente de una composición de filosilicato activada por vía alcalina puede comprender los pasos:

- 5 a) Puesta a disposición de una composición de filosilicato que se presenta en forma sólida al menos parcialmente, activada por vía alcalina, que presenta un contenido en producto sólido total de más de 80 %, referido al peso total de la composición de filosilicato activada por vía alcalina, poniendo a disposición esta composición de filosilicato en un primer momento, en el caso de una dispersión en agua, una dispersión que presenta un primer valor de viscosidad, y poniendo a disposición en un segundo momento posterior, en el caso de una dispersión en agua bajo las mismas condiciones y a la misma concentración que en la puesta a disposición de la primera dispersión, una segunda dispersión que presenta un segundo valor de viscosidad que es menor que el primer valor de viscosidad; y
- 10 b) Puesta en contacto de la composición de filosilicato activada por vía alcalina tras el segundo momento con al menos una sal metálica alcalina, seleccionada a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos, y mezclas de los mismos, en especial con una cantidad total de sal metálica alcalina, al menos una, preferentemente de al menos 5 mg, además preferentemente de 5 mg a 50 mg, de modo preferente de 18 mg a 50 mg por 1 g de filosilicato contenido en la composición de filosilicato, obteniéndose tras el tratamiento una composición de filosilicato que, en el caso de una dispersión en agua bajo las mismas condiciones y a la misma concentración que en la puesta a disposición de la primera y la segunda dispersión, una tercera dispersión que presenta un tercer valor de viscosidad que es más elevado que el segundo valor de viscosidad.

20 Tal tratamiento subsiguiente de una composición de filosilicato ya activada previamente por vía alcalina es especialmente ventajoso en gran medida, ya que posibilita que las composiciones de filosilicato, que presentan una viscosidad insuficiente en el caso de una dispersión en agua, cumplan de nuevo un valor de viscosidad aceptable dentro de una especificación predeterminada por parte del usuario tras el tratamiento subsiguiente. De este modo se pueden impedir pérdidas de productos y recursos valiosos y ahorrar costes de transporte. Por lo tanto, tal procedimiento será estimado tanto por los fabricantes, como también por los usuarios de composiciones de filosilicato, por ejemplo fabricantes de papel.

30 Sorprendentemente, la tercera composición de filosilicato obtenible en el tratamiento subsiguiente de composiciones de filosilicato ya activadas por vía alcalina, tras el tratamiento con la sal metálica alcalina, al menos una, presenta un peso total de partículas con un diámetro de partícula de menos de 200 nm, que es más elevado que el peso total de partículas con un diámetro de partícula por debajo de 200 nm en la segunda dispersión de la composición de filosilicato.

En el tratamiento subsiguiente de composiciones de filosilicato ya activadas por vía alcalina se pueden obtener resultados especialmente buenos si se emplean cloruro sódico o sulfato sódico, o mezclas que comprenden cloruro sódico y sulfato sódico, como sal metálica alcalina, al menos una.

35 Durante el tratamiento subsiguiente de una composición de filosilicato activada por vía alcalina, en cualquier momento se pueden añadir otros componentes, que se pueden seleccionar por un especialista. En especial se pueden añadir uno o varios componentes seleccionados a partir del grupo constituido por disolventes orgánicos y/o inorgánicos, en especial agua, ácidos inorgánicos y/u orgánicos y sus sales, bases inorgánicas y/u orgánicas y sus sales, agentes tensioactivos, agentes de floculación, colorantes, etc. El agente de floculación, al menos uno, puede ser por ejemplo un polímero, en especial un polímero de carga catiónica, preferentemente una poliacrilamida, en especial una poliacrilamida de carga catiónica (entre otras poliacrilamidas de la familia Percol® (Ciba AG), en particular Percol® 178), y/o una micropartícula aniónica. El polímero puede estar constituido por una o varias unidades monoméricas diferentes. En el caso del polímero se trata en especial de un homopolímero de metacrilamida o acrilamida, o de un copolímero de acrilamida y/o metacrilamida modificado por vía catiónica, es decir, en especial un copolímero que comprende unidades monoméricas de metacrilamida o acrilamida, así como una o varias unidades monoméricas catiónicas iguales o diferentes. Es especialmente preferente que un agente de floculación contenga un copolímero que comprende acrilamida y cloruro de acriloxietiltrimetilamonio como unidades monoméricas.

50 En el tratamiento subsiguiente con la sal metálica alcalina, al menos una, se forma una composición de filosilicato, pudiéndose presentar éste, por ejemplo, como producto de extrusión, masa de modelar, suspensión o dispersión, preferentemente con un contenido en producto sólido de 1 a 7 % en peso, referido al peso total de la dispersión, una vez concluido el tratamiento con al menos una sal metálica alcalina.

La mezcla de reacción que se produce tras el tratamiento de la composición de filosilicato activada por vía alcalina con la sal metálica alcalina, al menos una, se puede emplear ulteriormente de manera inmediata.

55 No obstante, la composición de filosilicato obtenible mediante el procedimiento de tratamiento subsiguiente se puede obtener también en forma de un polvo, granulado, producto de extrusión, cuerpo moldeado, una suspensión o dispersión, preferentemente con un contenido en producto sólido de 1 a 7 %, referido al peso total de la dispersión.

Las medidas de procedimiento a tal efecto, en especial para el secado, granulación, formación de un cuerpo moldeado, se puede efectuar según cualquier procedimiento

Se describe adicionalmente una composición de filosilicato, como es obtenible con el procedimiento según la invención.

- 5 Durante un intervalo de tiempo que comienza con el fin del intervalo de tiempo de tratamiento y dura hasta al menos 4 semanas después, en el caso de una dispersión en agua, tal composición de filosilicato puede poner a disposición en especial una dispersión en la que la proporción de partículas, en especial de partículas de filosilicato, con un diámetro de partícula de menos de 200 nm asciende al menos a 10 % en peso del peso total de partículas con un diámetro de partícula menor que 100 µm.
- 10 Una composición de filosilicato, como es obtenible con el procedimiento según la invención, durante un intervalo de tiempo que comienza con el fin del intervalo de tiempo de tratamiento y dura hasta al menos 12 semanas, preferentemente al menos 26 semanas, en el caso de una dispersión en agua, pone a disposición preferentemente una dispersión acuosa (con un contenido de 5 % en peso de composición de filosilicato, referido al peso total de la dispersión), cuya viscosidad es al menos igual o no mayor que, por ejemplo, aproximadamente 20 %, preferentemente no más que aproximadamente 10 %, preferentemente no más que aproximadamente 5 %, en especial no más que aproximadamente 2 % por debajo de la viscosidad de una dispersión producida una vez concluido el intervalo de tiempo de tratamiento a partir de una composición de filosilicato. Una composición de filosilicato que es obtenible mediante el procedimiento según la invención, durante un intervalo de tiempo que comienza con el fin del intervalo de tiempo de tratamiento y dura hasta la menos 12 semanas, preferentemente al menos 26 semanas después, en el caso de una dispersión en agua, pone a disposición preferentemente una dispersión acuosa (con un contenido de 5 % en peso de composición de filosilicato, referido al peso total de la dispersión), cuya viscosidad no desciende por debajo de un valor de viscosidad límite de 300 mPa.s, preferentemente no desciende por debajo de un valor de viscosidad límite de 400 mPa.s, de modo más preferente no desciende por debajo de 790 mPa.s, preferentemente no desciende por debajo de 850 mPa.s, de modo más preferente no desciende por debajo de 870 mPa.s, en especial no desciende por debajo de 890 mPa.s. Según una forma de realización, la composición de filosilicato puede comprender fibras de material de papel, en especial materiales fibrosos que contienen celulosa, y/o preferentemente al menos un agente de floculación. El agente de floculación puede comprender, por ejemplo, un homopolímero de acrilamida o metacrilamida y/o un copolímero de acrilamida y/o metacrilamida modificado por vía catiónica, preferentemente una poli(acrilamida), en especial una poli(acrilamida) de carga catiónica, y/o una micropartícula de carga aniónica. Según otro aspecto, la invención se refiere a un empleo de una composición de filosilicato, como es obtenible mediante el procedimiento según la invención, para la producción de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel, en especial para la extensión y/o el revestimiento de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel, o para la unión de materiales interferentes.
- 20
- 25
- 30
- 35 La composición de filosilicato obtenida conforme al procedimiento antes descrito se puede emplear directamente, de modo preferente en forma de una suspensión, en la producción de papel. No obstante, también es posible emplear la composición de filosilicato como polvo anhidro o como granulado. Según una forma de realización, la composición de filosilicato se seca y se moltura. De este modo, la composición de filosilicato se puede, por ejemplo, envasar y transportar fácilmente. Antes del empleo en la producción de papel, el polvo anhidro se introduce en agua con agitación, de modo que se obtiene una suspensión. La introducción con agitación se efectúa preferentemente bajo acción de fuerzas de cizallamiento elevadas, de modo que se efectúa una deslaminación del filosilicato y se obtiene una suspensión con una proporción elevada de partículas reducidas. El contenido en producto sólido de la dispersión acuosa asciende preferentemente a 0,1 hasta 10 % en peso, de modo más preferente 1 a 5 % en peso, y según otra forma de realización 1 a 3 % en peso.
- 40
- 45 En una producción de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel, se puede añadir una cantidad de 0,4 a 2,5 kg por tonelada de material fibroso, preferentemente una cantidad de 0,5 a 1,1 kg por tonelada de material fibroso, en especial celulosa, de la composición de filosilicato.
- 50 En la producción de papel se puede proceder de modo conocido en sí. En este caso, primeramente se produce una suspensión de fibras de papel de modo habitual. La suspensión de fibras de papel contiene preferentemente 0,1 a 5 % en peso, de modo más preferente 0,5 a 3 % en peso de fibras de material de papel.
- En el ámbito de la presente invención se consideran fibras de material de papel fibras que se emplean para la producción de papel y, por ejemplo, se pueden presnetar como tales o en una forma modificada química, biológica o físicamente en el papel formado a continuación. Las fibras de material de papel son, por ejemplo pero no exclusivamente, materiales fibrosos que contienen celulosa.
- 55 Para la producción de la suspensión de fibras de papel se puede partir tanto de materiales fibrosos primarios, como también de materiales fibrosos secundarios, es decir, materiales reciclados, es especial papel usado, que se alimentan de nuevo al proceso de producción tras el empleo.

La suspensión de fibras de papel puede contener cargas habituales, como caolín, talco, yeso, sulfato de bario, creta, blanco de titanio. Según la calidad de papel deseada, estas cargas se añaden, por ejemplo, en una proporción de 10 a 40 % en peso, según otra forma en una proporción de 20 a 35 % en peso, referido a la proporción de fibras, a la suspensión de fibras de papel.

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

La suspensión de fibras de papel se puede producir de modo habitual. A tal efecto se puede introducir, por ejemplo, una papilla de papel en agua bajo acción de fuerzas de cizallamiento elevadas, de modo que las fibras de papel se suspenden en agua y se obtiene una suspensión homogénea. En caso dado pueden estar previstos pasos de purificación en los que se separan, por ejemplo, aglomerados de la suspensión.

La suspensión de fibras de papel se flocula seguidamente. Para la floculación se añade un agente de floculación a la suspensión de fibras de papel. Se puede añadir tanto un agente de floculación aislado como también una combinación de diversos agentes de floculación a la suspensión de fibras de papel. Según una forma de realización preferente se añade un polímero catiónico a la suspensión de fibras de papel como agente de floculación. El polímero catiónico presenta preferentemente un peso molecular elevado. Según una forma de realización, el peso molecular presenta un peso molecular de más de 200 000 g/mol, según otra forma de realización un peso molecular de más de 500 000 g/mol. Se denomina peso molecular el peso molecular promedio en peso de la distribución de pesos moleculares del polímero. El polímero de carga catiónica puede estar constituido por unidades monoméricas iguales o dos o más unidades monoméricas diferentes. Según una forma de realización se emplea una poli(acrilamida) como polímero catiónico. Según una forma de realización, como poli(acrilamida) se puede emplear un homopolímero de metacrilamida o acrilamida, o también un copolímero de acrilamida y/o metacrilamida modificado por vía catiónica. Como polímero catiónico se puede emplear en especial un copolímero que comprende unidades monoméricas de metacrilamida o acrilamida, así como una o varias unidades monoméricas catiónicas iguales o diferentes. Según una forma de realización preferente, como agente de floculación se emplea un copolímero que comprende acrilamida y cloruro de aciloxietiltrimetilamonio como unidades monoméricas.

Además de los citados polímeros catiónicos, también se pueden emplear otros polímeros catiónicos habituales en la producción de papel. Polímeros catiónicos ejemplares son almidón catiónico, polietiliminina, productos de poliaminas y epíclorhidrina, o polímeros de cloruro de dialildimetilamonio.

El agente de floculación, en especial el polímero catiónico, se añade a la suspensión de fibras de papel preferentemente en una proporción de al menos 0,03 % en peso, según una forma de realización en una proporción de 0,06 a 0,2 % en peso, referido al peso anhidro de la suspensión de fibras de papel. La cantidad de agente de floculación añadida a la suspensión de fibras de papel debía ser suficiente para que las fibras de papel formen copos.

Además, como agente de floculación se pueden emplear también polímeros aniónicos. Esto puede ser ventajoso, por ejemplo, en el caso de empleo de papel reciclado.

La adición del agente de floculación a la suspensión de fibras de papel se efectúa preferentemente mientras que actúan fuerzas de cizallamiento sobre la suspensión.

La composición de filosilicato obtenida conforme al procedimiento según la invención se puede añadir conjuntamente o por separado del agente de floculación.

Según una forma de realización preferente se añade primeramente el agente de floculación, preferentemente un polímero catiónico, a la suspensión de fibras de papel. La adición del agente de floculación ocasiona la floculación de las fibras de papel. Los copos se pueden desmenuzar en caso dado, por ejemplo bajo la acción de fuerzas de cizallamiento, para dar microcopos, que resisten la degradación mediante acción de fuerza de cizallamiento, de modo que se aumenta la estabilidad de los copos fibrosos.

A la suspensión de fibras de papel floculada, y en caso dado sometida a un tratamiento bajo acción de fuerzas de cizallamiento, se añade entonces la composición de filosilicato obtenida conforme al procedimiento según la invención. La composición de filosilicato se añade preferentemente en forma de una suspensión acuosa.

La adición de la composición de filosilicato se puede efectuar en cualquier momento apropiado para el especialista. La composición de filosilicato se añade preferentemente bajo acción de fuerza de cizallamiento elevada, de modo preferente inmediatamente antes de que la suspensión se vierta.

Para cizallar la suspensión se pueden emplear dispositivos habituales.

La suspensión se elabora entonces de modo habitual para dar una banda de papel o una hoja de papel, añadiéndose la suspensión obtenida tras la adición de filosilicato, por ejemplo, a un tamiz. La banda de papel, o bien la hoja de papel se elabora entonces de modo habitual y, por ejemplo, se seca y se unta en caso dado.

Según una forma de realización, antes, junto con o tras la adición de la composición de filosilicato se añade un polímero aniónico a la suspensión.

5 En el caso del polímero de carga aniónica se puede tratar en especial de un polímero que se puede obtener mediante polimerización de monómeros iguales o diferentes, pudiendo comprender los monómeros uno o varios monómeros seleccionados a partir del grupo constituido por ácido (met)acrílico y sus sales, (met)acrilato de sulfoetilo, ácido itacónico, 2-acrilamido-2-metilpropanosulfonato, ácido alilsulfónico, ácido estirenosulfónico, ácido vinilsulfónico, ácido maleico, así como otros compuestos que comprenden al menos dos funciones ácidas y sus sales.

10 El empleo de la composición de filosilicato obtenida conforme al procedimiento según la invención en la producción de papel ocasiona una mejora de la retención, en especial de la retención total y/o de cargas, así como el drenaje en una producción de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel.

Además se describe papel, cartón, cartulina y/o material compuesto que contiene papel, que comprende una composición de filosilicato como se describió anteriormente, y como se obtiene con el procedimiento según la invención.

15 No obstante, un empleo de filosilicatos activados no está limitado a una producción de papel, cartón, cartulina y materiales compuestos que contienen papel, sino que también se puede efectuar en otros muchos campos técnicos, por ejemplo en procedimientos de deshidratación o en procedimientos para la separación de productos sólidos a partir de fluidos, en empleos como aglutinantes de arena de moldeo en la técnica de fundición, en especial en la técnica de fundición de metales y aleaciones, o como líquido de perforación en aplicaciones técnicas de construcción y/o perforación, o en un empleo como aditivo para agentes de lavado o como componente de agentes de lavado.

De este modo, la invención se refiere a un empleo de una composición de filosilicato, como es obtenible mediante el procedimiento según la invención, como líquido de apoyo para rellenos de muro pantalla o como filosilicato de perforación, en especial como bentonita de perforación.

25 La presente invención se refiere además a un empleo de una composición de filosilicato como es obtenible mediante el procedimiento según la invención, como aglutinante de arena de moldeo, en especial para empleos en la técnica de fundición, por ejemplo en la técnica de fundición de metales y aleaciones.

30 Una composición de filosilicato que es obtenible mediante el procedimiento y/o tratamiento subsiguiente según la invención se puede emplear además para la producción de una composición de arena de moldeo, que comprende arena de moldeo y la composición de filosilicato obtenible mediante el procedimiento de producción y/o tratamiento subsiguiente según la invención, o para la producción de un molde de fundición que comprende la composición de arena de moldeo citada anteriormente, en especial para la fundición de metales y/o aleaciones.

35 La invención se refiere además a un empleo de una composición de filosilicato como es obtenible mediante el procedimiento de producción y/o tratamiento subsiguiente según la invención, como aditivo para agentes de lavado o como componente de agentes de lavado.

La invención se explica más detalladamente en lo que sigue por medio de los siguientes ejemplos no limitantes, así como bajo referencia a las figuras adjuntas. Este caso muestra:

40 La Fig. 1: un diagrama que ilustra la modificación de viscosidad dependiente del tiempo en el caso de dispersiones de filosilicato, que son obtenibles partiendo de una composición de filosilicato según la invención, así como de dos composiciones comparativas;

La Fig. 2: la viscosidad de dispersiones de composiciones de filosilicato según la invención y composiciones de filosilicato convencionales;

La Fig. 3: el volumen de hinchamiento de composiciones de filosilicato según la invención y composiciones de filosilicato convencionales tras dispersión en agua; y

45 La Fig. 4: la viscosidad de dispersiones de composiciones de filosilicato según la invención, que se produjeron bajo empleo de NaCl o de Na₂SO₄ en comparación con la viscosidad de una composición de filosilicato producida con sosa de manera convencional.

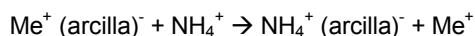
Métodos y materiales

50 Para la determinación de los parámetros del procedimiento según la invención y de los materiales empleados en este caso, en especial filosilicatos, se emplean los siguientes métodos:

1. Determinación de la capacidad de intercambio catiónico total (CEC) y cationes intercambiables

Principio de la determinación CEC

El material que contiene el filosilicato a analizar o constituido por filosilicato (a continuación denominado filosilicato), por ejemplo una arcilla, se trata con un gran exceso de disolución acuosa de NH_4Cl , se lixivia, y la cantidad de NH_4^+ que queda en el filosilicato se determina como nitrógeno en un aparato de análisis elemental (firma Elementar).



5 $(\text{Me}^+ = \text{K}^+, \text{Na}^+, 1/2 \text{Ca}^{2+}, 1/2 \text{Mg}^{2+} \dots)$

Aparatos: tamiz 63 μm ; matraz Erlenmeyer esmerilado, 300 ml; balanza analítica; embudo de filtración de membrana, 400 ml; filtro de nitrato de celulosa, 0,2 μm (firma Machery & Nagel); botella de succión de vacío 500 ml; horno de secado 110°C; refrigerante de reflujo; placa de calefacción; matraz aforado de 250 ml; vaso de precipitados de 600 ml; ICP-OES; pipeta de 5 ml; probeta de 25 ml.

10 Productos químicos: disolución de NH_4Cl , 2 mol/p.a. (Merck); ácido clorhídrico 1:2.

Puesta en práctica: se tamizan 5 g de filosilicato cuantitativamente a través de un tamiz de 63 μm y se secan a 110°C hasta constancia de peso. Después se pesan en la balanza analítica entre 200 y 300 mg en un matraz Erlenmeyer esmerilado. Se añaden 25 ml de disolución de NH_4Cl 2 molar, y la suspensión se lleva a ebullición una hora a reflujo.

15 Tras una vida útil de 24 h, el filosilicato de NH_4^+ se filtra a través de un embudo de filtración de membrana. La torta de filtración se lava con agua destilada en pequeñas porciones con un total de 1200 ml de agua, que, seguidamente, se concentra por evaporación en porciones en un vaso de precipitados de 600 ml.

El filosilicato de NH_4^+ lixiviado es recogido por el filtro, y se seca durante 16 horas a 110°C. Se determina el contenido en N de la torta de filtración anhidra en el analizador elemental.

20 Cálculo de la capacidad de intercambio catiónico total

La capacidad de intercambio catiónico total (CEC) del filosilicato es el contenido en NH_4^+ del filosilicato de NH_4^+ (CEC de algunos de los minerales arcillosos empleados en los ejemplos en la siguiente tabla 3). Las indicaciones se realizaron en meq/100 g de filosilicato (meq/100 g). En este caso se supone que todo el nitrógeno se presenta en forma de NH_4^+ .

25 Ejemplo: contenido en nitrógeno = 0,93 %; peso molecular: N = 14,0067 g/mol

$$\text{CEC} = \frac{0,93 \times 1000}{14,0067} = 66,4 \text{ meq/100 g de filosilicato}$$

Cationes intercambiables

Determinación de los cationes liberados

30 Los cationes liberados mediante el intercambio se encuentran en el agua de lavado (filtrado). La proporción y el tipo de cationes monovalentes ("cationes intercambiables") se determinaron mediante espectroscopía en el filtrado según la norma DIN 38406, parte 22. Por ejemplo, para la determinación de AAS se concentró por evaporación el agua de lavado (filtrado), se trasladó a un matraz aforado de 250 ml, y se enrasó con agua destilada hasta la marca de medida. De las siguientes marcas se pueden extraer condiciones de medición apropiadas para FAAS.

Tabla 1: Parámetros para la determinación de 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 abertura (nm)	0,2	0,5	0,5	0,5	0,2
Tiempo integrado (sec):	3	3	3	3	3
Gases de llama:	N ₂ O/C ₂ H ₂	Air/C ₂ H ₂	Air/C ₂ H ₂	N ₂ O/C ₂ H ₂	Air/C ₂ H ₂
Comp. de sustrato:	no	no	no	yes	no
Tipo de medición:	conc.	conc.	conc.	conc.	conc.
Tampon de ionización:	0,1% KCl	0,1% NaCl	0,1% NaCl	0,1% KCl	0,1% KCl
Posición del quemador	15-20°	-	-	-	-
Intervalo de calibrado (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 determinación de FAAS parte 2

Elemento	Aluminio	Hierro
Longitud de onda (nm)	309,3	248,3
Anchura de abertura (nm)	0,5	0,2
Tiempo integrado (sec):	3	3
Gases de llama:	N ₂ O/C ₂ H ₂	Air/C ₂ H ₂
Comp. de sustrato:	yes	No
Tipo de medición:	conc.	conc.
Tampon de ionización:	0,1% KCl	-
Posición del quemador	-	-
Intervalo de calibrado (mg/l):	10-50 mg/l	1-5 mg/l

5 Cálculo de los cationes

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

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. Proporción de partículas con un diámetro de partícula de menos de 200 nm

10 El fraccionamiento de partículas con un diámetro de partícula de menos de 200 nm, o bien de menos de 100 µm, se puede efectuar según C.B. Tanner y M.L. Jackson, "Nomographs of Sedimentation Times for Soil Particles Under Gravity or Centrifugal Acceleration", SOIL SCIENCE SOCIETY PROCEEDINGS, 12, páginas 60 a 65 (1947). Primeramente se efectúa una separación de la fracción de partículas menores que 200 nm en campo centrífugo (en la centrífuga de la firma Heraeus Instruments, Megafuge 1.0). La temperatura de la muestra a separar se mantiene constante durante la separación y el centrifugado a 20°C, y los tiempos de arranque y de drenaje de la centrífuga se mantienen en la misma duración.

15

3. Determinación de la viscosidad

La viscosidad de las pastas, o bien suspensiones, o bien dispersiones, se puede determinar con un viscosímetro Brookfield (abreviatura: BV), modelo DV-II de la firma Brookfield según los datos del fabricante.

5 Como se efectúa en los ejemplos indicados a continuación, dispersiones al 5 % en peso de las composiciones de filossilicato en agua, respecto al peso total de la dispersión, se pueden someter a una medición de la viscosidad con un viscosímetro Brookfield (abreviatura: BV), modelo DV-II de la firma Brookfield según los datos del fabricante a 1000 rpm (revoluciones por minuto), una temperatura de 25°C, husillo 3, bajo empleo de un vaso con un diámetro de 7,5 cm, un diámetro superior de 9 cm, una altura de vaso de 12,5 cm, así como un llenado del vaso en 75 % de la altura del vaso. La medición se efectuó tras un tiempo de agitación de 2 minutos.

10 4. Determinación del peso de filossilicato y del contenido en producto sólido

Los datos de peso respecto a filossilicatos (o bien composiciones de filossilicato) o contenido en producto sólido se refieren, si no se indica explícitamente lo contrario, a filossilicatos (o bien composiciones de filossilicato) o materiales que contienen producto sólido, que se secaron a 130°C hasta constancia de peso.

5. Determinación del volumen de hinchamiento

15 El volumen de hinchamiento se determina como sigue:

Una probeta calibrada de 100 ml se llena con 100 ml de agua destilada. 2,0 g de la sustancia a medir se añaden lentamente sobre la superficie del agua en porciones de 0,1 a 0,2. Tras el descenso del material se añade la siguiente porción. Una vez concluida la adición se espera 1 hora y se lee entonces el volumen de la sustancia hinchada en ml/2 g.

20 Bentonitas utilizadas

Los filossilicatos empleados en los ejemplos descritos a continuación se representan en la tabla 3, designándose éstos también "bentonitas crudas" en los siguientes ejemplos.

Tabla 3: Bentonitas (crudas) utilizadas

	Bentonita (cruda) 1	Bentonita (cruda) 2
Catión intermedio principal [meq/100 g]	Na ⁺ /Ca ²⁺	Ca ²⁺
Proporción de Ca ²⁺ ** intercambiable [meq/100 g]	58	57
Proporción de Na ⁺ ** intercambiable [meq/100 g]	64	2,7
Proporción de K ⁺ ** intercambiable [meq/100 g]	2,8	2
Proporción de Mg ²⁺ ** intercambiable [meq/100 g]	25	16
CEC [meq/100 g]*	100	58
Contenido en montmorillonita [%]	98	64
Valor de pH	9,0	8,3
Volumen de hinchamiento en agua destilada [ml/2 g]	11	6
* Capacidad de intercambio catiónico total de la muestra		
** Determinada según el procedimiento descrito en la anterior sección de método (método de intercambio de cloruro amónico)		

Salas empleadas para la activación:

25 Carbonato sódico (sosa), en calidad técnica de la firma Solvay; cloruro sódico, en calidad técnica de Merck; sulfato sódico, en calidad técnica de Merck.

Ejemplos

Ejemplo 1:

Producción de composiciones de filosilicato

5 En una extrusora (amasadora W&P) se dispone la arcilla cruda (bentonita 2) con un contenido en agua de 25-38 % en peso, y se homogeneiza durante 3 minutos (amasado previo). A continuación se añaden las cantidades de sosa (ensayos comparativos) o mezclas salinas que contienen sosa y cloruro sódico indicadas a continuación. A continuación se amasan las mezclas respectivas durante 10 minutos más.

Los ensayos se agrupan en la tabla 4. Los datos cuantitativos en porcentaje en peso se refieren respectivamente al peso total de arcilla cruda desecada a 130°C hasta constancia de peso.

10 Tabla 4: Ensayos llevados a cabo con bentonita 2

Ensayo	Sosa	Cloruro sódico
Experimento comparativo 1	5,5% en peso	-
Mezcla 1	5,5% en peso	1% en peso
Mezcla 2	5,5% en peso	1,5% en peso
Mezcla 3	5,5% en peso	2% en peso

Se llevaron a cabo experimentos análogos utilizando bentonita 1 en lugar de bentonita 2. Las cantidades de sosa y cloruro sódico o sulfato sódico utilizadas para la activación se agrupan en la tabla 5.

Tabla 5: Ensayos llevados a cabo con bentonita 1

Ensayo	Sosa	Sulfato sódico	Cloruro sódico
Ejemplo comparativo 2	5% en peso	-	-
Mezcla 4	5% en peso	-	1,5% en peso
Mezcla 5	5% en peso	1,5% en peso	-

15 Las composiciones de filosilicato extrusionadas se secaron a 80°C a una humedad residual de 12 % en peso, y a continuación se molturaron previamente en un molino (molino de rotor de impacto de la firma Retsch, tamiz de 0,12 mm), y por último se molturaron finamente en uno de los molinos ultracentrífugos (firma Retsch, tamiz de 0,08 mm).

20 Todas las composiciones de filosilicato presentaban una retención suficiente y un drenaje suficiente en una producción de papel.

Ejemplo 2

25 En una extrusora (amasadora W&P) se dispone la arcilla cruda (bentonita 1) con un contenido en agua de 25-38 % en peso, y se homogeneiza durante 3 minutos (amasado previo). A continuación se añaden las cantidades de sosa (ensayos comparativos) o mezclas salinas que comprenden sosa y cloruro sódico. A continuación se amasan las respectivas mezclas durante 10 minutos más. Se efectuó otro ensayo añadiéndose la cantidad de sosa indicada a continuación y amasándose durante 7 minutos más después de 3 minutos de homogeneizado (amasado previo). A continuación se añaden y se amasan durante 3 minutos más las cantidades de cloruro sódico indicadas más abajo.

30 Para el ensayo comparativo se añade sosa en una cantidad de 5 % en peso (ensayo comparativo 3), mientras que en el ensayo según la invención se añadió y se amasó durante 7 minutos una mezcla salina constituida por sosa en una cantidad de 5 % en peso y cloruro sódico en una cantidad de 2 % en peso (carga 6), o en un ensayo ulterior sosa en una cantidad de 5 % en peso, y a continuación se añadió cloruro sódico en una cantidad de 2 % en peso (carga 7). Los datos cuantitativos en porcentaje ponderal se refieren en cada caso al peso total de arcilla cruda desecada a 130°C hasta constancia de peso.

35 A continuación se secaron a 80°C las composiciones de filosilicato extrusionadas hasta una humedad residual de 12 % en peso, y seguidamente se molturaron previamente en un molino (molino de rotor de impacto de la firma Retsch, tamiz de 0,12 mm), y por último se molturaron finamente en uno de los molinos ultracentrífugos (firma Retsch, tamiz de 0,08 mm).

Todas las composiciones de filosilicato presentaban una retención suficiente y un drenaje suficiente en una producción de papel.

Ejemplo 3

Producción de una suspensión de la composición de filosilicato

5 En un vaso de 5 l se disponen 2 l de agua y se añade bajo agitación (en el agitador Pendraulik con un disco disolventador a 930 rpm) en porciones una composición de filosilicato finamente molturada (producida según el Ejemplo 1) en porciones, y se dispersa durante 15 minutos más a 1865 rpm. En este modo de producción, la proporción de filosilicato en la suspensión producida de tal manera se puede presentar al 1-5 % en peso, referido al peso total de la suspensión.

10 Las suspensiones de la composición de filosilicato producidas de este modo presentaban buenas propiedades en ensayos de retención y drenaje, en especial en una producción de papel.

15 En las suspensiones de filosilicato producidas según el ejemplo 3, que presentaban respectivamente un contenido en composición de filosilicato de 5 % en peso, se midió la viscosidad inmediatamente tras la producción de la suspensión, así como tras los tiempos de almacenamiento indicados en la tabla 6. La muestra activada con una mezcla de sosa y NaCl no mostraba prácticamente un descenso de la viscosidad, tampoco tras almacenamiento más largo. Los resultados se agrupan en la tabla 6, y también se representan gráficamente en la Figura 1.

Tabla 6: Viscosidad de suspensiones de filosilicato producidas a partir de diversas composiciones de filosilicato activadas tras almacenamiento, [mPas], utilizando BV a 100 rpm

Momento de la medición (semanas)	Comparación 3	Mezcla 6	Mezcla 7
Inmediatamente	841	974	834
2	-	920	-
4	616	1380	800
6		663	
8	805	-	-
12	610	-	-
13	-	942	-
15	-	-	400
26	-	950	-

20 En el caso de las suspensiones producidas según el ejemplo 3 conforme al ensayo comparativo 1, así como las cargas 1 a 3, se determinó la viscosidad y el volumen de hinchamiento inmediatamente tras obtención de la composición de filosilicato, así como tras 2 y 6 meses de tiempo de almacenamiento en cada caso. Las suspensiones de filosilicato presentaban un contenido de 5 % en peso de composición de filosilicato, referido al peso total de la suspensión de filosilicato. Los datos se agrupan en la tabla 7, y también se representan gráficamente en las Figuras 2 y 3.

25

Tabla 7: Viscosidad, [mPas] utilizando BV a 100 rpm, y volumen de hinchamiento, [ml/2 g], de suspensiones de filossilicato producidas a partir de diversas composiciones de filossilicato activadas tras almacenaje

	Comparación 1	Carga 1	Carga 2	Carga 3
Viscosidad				
Inmediatamente	361	516	501	630
2 meses	-	446	414	494
6 meses	235	305	438	462
Volumen de hinchamiento				
Inmediatamente	42	44	46	52
2 meses	-	52	56	53
6 meses	36	43	48	46

5 En el caso de las suspensiones del ensayo comparativo 2 producidas según el ejemplo 3 y de las cargas 4 y 5, en las que se emplearon diferentes sales metálicas alcalinas para la activación, la viscosidad se midió inmediatamente tras la producción. Las suspensiones de filossilicato presentaban un contenido de 5 % en peso de composición de filossilicato, referido al peso total de la suspensión de filossilicato. La viscosidad determinada para las diversas composiciones de filossilicato activadas se agrupa en la tabla 8, y se representa gráficamente en la Figura 4.

10 Tabla 8: viscosidad de suspensiones de filossilicato producidas a partir de diversas composiciones de filossilicato activadas tras almacenaje, [mPas], con BV a 100 rpm

Comparación 2	Mezcla 4	Mezcla 5
622	780	798

REIVINDICACIONES

- 1.- Procedimiento para la producción de una composición de filosilicato, que comprende:
- a. Puesta a disposición del material de partida que comprende al menos un filosilicato;
 - b. Puesta en contacto del material de partida
- 5 - Con al menos una sal metálica alcalina, seleccionada a partir del grupo constituido por cloruros, sulfatos, fosfatos, monohidrogenofosfatos, dihidrogenofosfatos, nitratos, y mezclas de los mismos,
- Así como con carbonato sódico,
- 10 Seleccionándose la cantidad de carbonato sódico de modo que la cantidad de iones sodio se sitúe entre 80 y 120 % de la capacidad de intercambio catiónico total del filosilicato, y seleccionándose la cantidad de al menos una sal metálica alcalina de modo que la cantidad de iones metálicos alcalinos se sitúe entre 20 y 50 % de la capacidad de intercambio catiónico total, refiriéndose los datos porcentuales a equivalentes,
- Conteniendo una sal metálica alcalina sodio o potasio, y
- Seleccionándose el filosilicato a partir de bentonita, montmorillonita, hectorita, saponita, estevensita, beidelita, nontronita y sus mezclas.
- 15 2.- Procedimiento según la reivindicación 1, efectuándose la puesta en contacto con carbonato sódico simultáneamente o tras la puesta en contacto del material de partida con la sal metálica alcalina, al menos una.
- 3.- Procedimiento según la reivindicación 1, ascendiendo la proporción ponderal entre la sal metálica alcalina, al menos una, y el carbonato sódico al menos a 0,05.
- 20 4.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, ascendiendo la proporción ponderal entre la sal metálica alcalina, al menos una, y el filosilicato del material de partida al menos a 0,5:100.
- 5.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, ascendiendo la proporción ponderal entre el carbonato sódico y el filosilicato al menos a 0,5:100.
- 25 6.- Procedimiento según una de las reivindicaciones precedentes, poniéndose en contacto la composición de filosilicato con el carbonato sódico de modo que se obtiene una composición de filosilicato activada por vía alcalina, almacenándose la composición de filosilicato activada por vía alcalina durante un intervalo de tiempo, y añadiéndose la sal metálica alcalina a la composición de filosilicato activada por vía alcalina tras el intervalo de tiempo.
- 7.- Procedimiento según la reivindicación 6, ascendiendo la cantidad de sal metálica alcalina adicional al menos a 5 mg por g de filosilicato contenido en la composición de filosilicato.
- 30 8.- Empleo de la composición de filosilicato que se pone a disposición conforme a un procedimiento según una de las reivindicaciones 1 a 7 para la producción de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel.
- 9.- Empleo según la reivindicación 8, empleándose la composición de filosilicato para la extensión y/o revestimiento de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel.
- 10.- Empleo según la reivindicación 8,
- Poniéndose a disposición una suspensión de fibras de papel,
- 35 - Añadiéndose un agente de floculación a la suspensión de fibras de papel, obteniéndose una suspensión de fibras de papel floculada,
- Añadiéndose la composición de filosilicato a la suspensión de fibras de papel floculada, y
- Vertiéndose una mezcla obtenida sobre un tamiz para la formación de hojas,
- Para la producción de papel, cartulina, cartón, materiales compuestos que contienen papel.
- 40 11.- Empleo según la reivindicación 10, siendo el agente de floculación un polímero catiónico.
- 12.- Empleo según la reivindicación 10 u 11, añadiéndose un polímero aniónico con la composición de filosilicato a la suspensión de fibras de papel floculada.

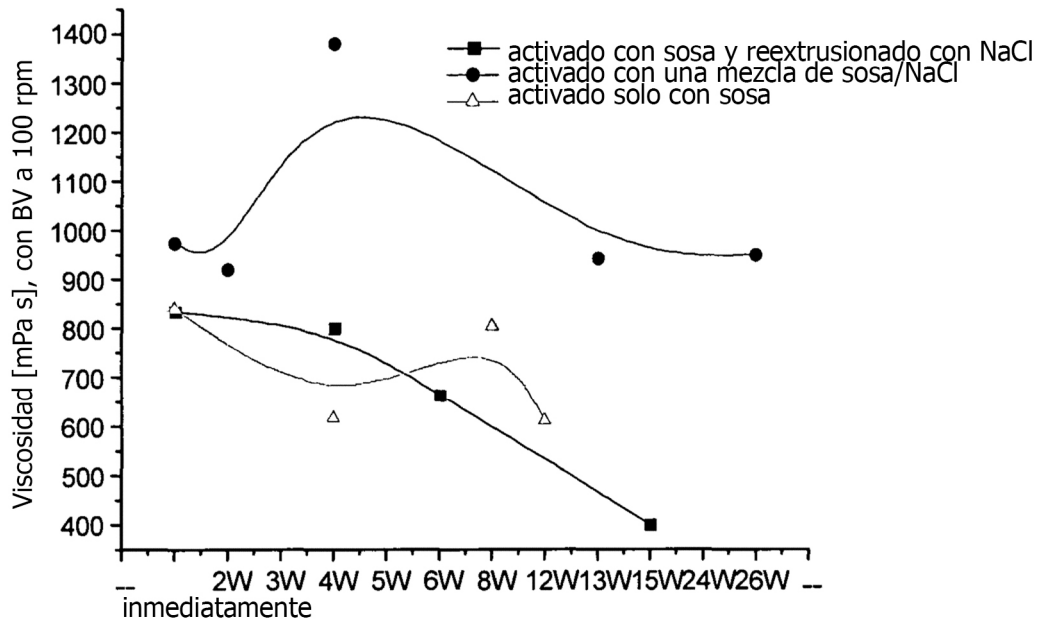


Fig. 1

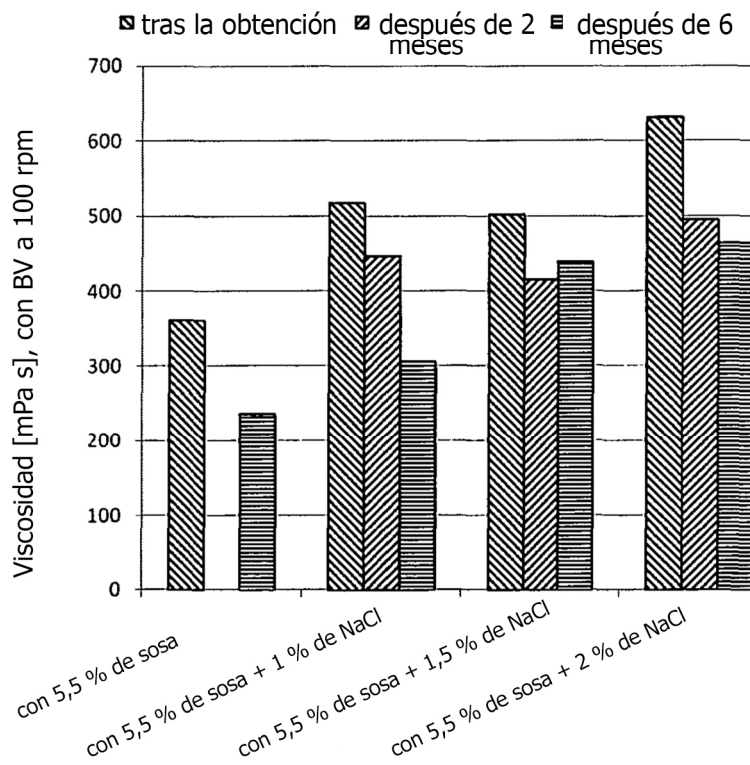


Fig. 2

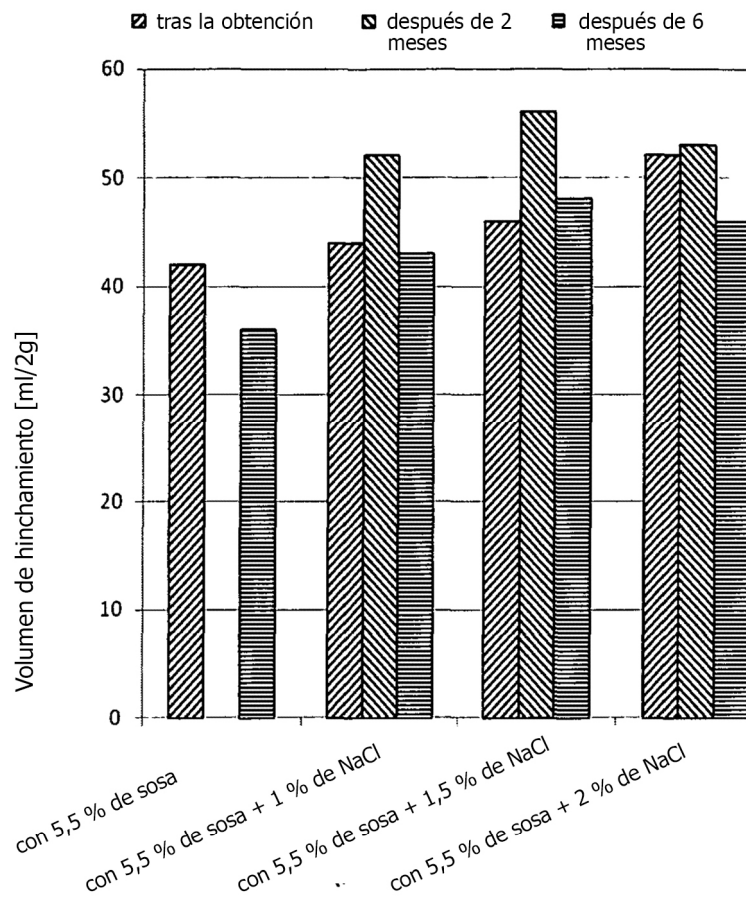


Fig. 3

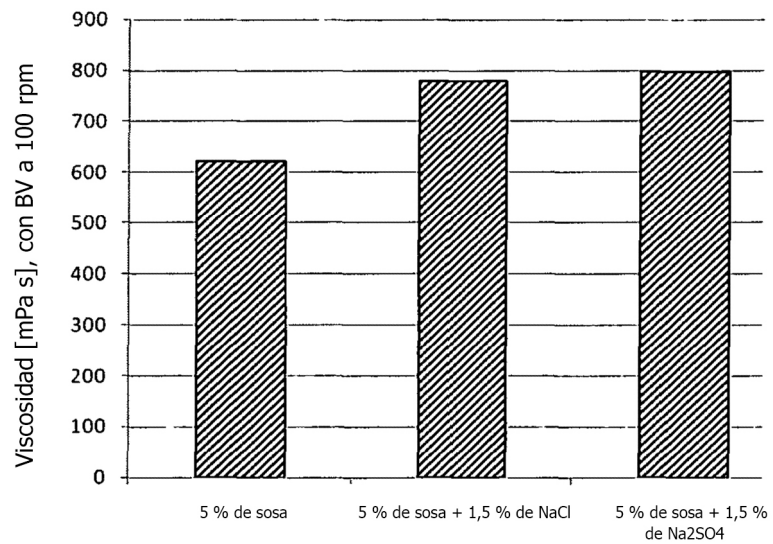


Fig. 4