

19



OFICINA ESPAÑOLA DE  
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 833 158**

51 Int. Cl.:

**C01B 33/143** (2006.01)

**D21H 17/13** (2006.01)

**D21H 21/10** (2006.01)

12

## TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **08.10.2014 PCT/US2014/059724**

87 Fecha y número de publicación internacional: **28.05.2015 WO15076946**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **08.10.2014 E 14864844 (7)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **26.08.2020 EP 3074343**

54 Título: **Producto de sílice coloidal acuoso estable, y métodos para elaborar y usar el mismo**

30 Prioridad:

**25.11.2013 US 201314089028**

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

**14.06.2021**

73 Titular/es:

**ECOLAB USA INC. (100.0%)  
1 Ecolab Place  
St. Paul, MN 55102, US**

72 Inventor/es:

**LI, MINGHUA;  
WONG SHING, JANE B. y  
MILLER, RAYMOND D., JR.**

74 Agente/Representante:

**SÁNCHEZ SILVA, Jesús Eladio**

ES 2 833 158 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

Producto de sílice coloidal acuoso estable, y métodos para elaborar y usar el mismo

## 5 Campo

Al menos una modalidad de la invención se dirige a soles de sílice coloidal que tienen altos contenidos de sólidos y baja viscosidad, mientras que mantienen un área superficial alta y una estabilidad mejorada. También se dirige a un nuevo proceso que implica una adición semidiscontinua para elaborar dichos soles de sílice coloidal y al uso de dichos soles de sílice coloidal en una producción de papel. Al menos una modalidad de la invención se dirige a un producto de sílice coloidal acuoso, un método para usar un producto de sílice coloidal acuoso, y un método para producir un producto de sílice coloidal acuoso. El producto de sílice coloidal acuoso es estable y tiene una viscosidad más baja de la que se cree que puede lograrse para productos que tienen una concentración de sólidos de sílice coloidal en el intervalo de 16-18 % en peso (es decir, 16-18 % en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$ ) y se produce a través de métodos de producción convencionales.

## Antecedentes

Esta presente invención se dirige a soles de sílice coloidal que tienen altos contenidos de sólidos y baja viscosidad, mientras que mantienen un área superficial alta y una estabilidad mejorada. También se dirige a un nuevo proceso que implica una adición semidiscontinua para elaborar dichos soles de sílice coloidal y al uso de dichos soles de sílice coloidal en una producción de papel. El documento WO 00/66492 A1 se refiere a un proceso para la producción de un sol acuoso que contiene partículas a base de sílice que comprende (a) acidificar una solución acuosa de silicato a un pH de 1 a 4 para formar un sol ácido; (b) alcalinizar el sol ácido a un contenido de  $\text{SiO}_2$  dentro del intervalo de 4,5 a 8 % en peso; (c) permitir el crecimiento de partículas del sol alcalinizado durante al menos 10 minutos; o tratar térmicamente el sol alcalinizado a una temperatura de al menos 30 grados C; (d) alcalinizar el sol obtenido a un pH de al menos 10,0; y (e) concentrar opcionalmente el sol obtenido de acuerdo con (b), (c) o (d) para proporcionar un sol acuoso que contiene partículas a base de sílice y que tiene un área superficial específica de al menos 90  $\text{m}^2/\text{g}$  de sol acuoso; así como también un sol acuoso que contiene partículas a base de sílice obtenibles mediante el proceso. La invención se refiere además a un sol acuoso que contiene partículas a base de sílice cuyo sol tiene un área superficial de al menos 115  $\text{m}^2/\text{g}$  de sol acuoso y un valor S dentro del intervalo de 10 a 45 % o contiene partículas a base de sílice que tienen un área superficial específica de al menos 550 y menos de 1000  $\text{m}^2/\text{g}$   $\text{SiO}_2$ . La invención se refiere además al uso del sol acuoso que contiene partículas a base de sílice como coadyuvante de drenaje y retención en la producción de papel, así como también a un proceso para la producción de papel a partir de una suspensión acuosa que contiene fibras celulósicas, y un relleno opcional, cuyas partículas a base de sílice y al menos un polímero orgánico cargado, se añaden a la suspensión celulósica.

El documento US 6 372 089 A1 describe sílices coloidales acuosas, estables que tienen un área superficial superior a 700  $\text{m}^2/\text{g}$  y valores S de 20 a 50. Estas sílices coloidales no requieren tratamiento con agentes de tratamiento de superficies como el aluminio para lograr estabilidad. Estos acuosoles de sílice coloidal pueden producirse y almacenarse a concentraciones superiores al 7 por ciento en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$ , e incluso tan altas como 15 por ciento en peso de sólidos o más, y permanecen estables a temperatura ambiente durante al menos 30 días en comparación con los acuosoles de sílice conocidos en la técnica. Estos soles de sílice coloidal demuestran un rendimiento ventajosamente mejorado sobre los soles de sílice coloidal conocidos en la técnica en aplicaciones tales como drenaje y retención en procesos de fabricación de papel. Se describen además los procesos para elaborar las sílices coloidales acuosas de la invención y el uso de dichas sílices coloidales en los procesos de fabricación de papel.

Los soles de sílice coloidal de la presente invención exhiben únicamente altos contenidos de sólidos en el intervalo entre 16 y 18 % en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$ , con viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps), mientras que dichos soles de sílice coloidal aún mantienen un área superficial alta y estabilidad mejorada sin modificación de la superficie con, por ejemplo, aluminio. Además, los soles coloidales de la invención se preparan a través de un nuevo proceso semidiscontinuo, que es diferente del proceso convencional de soles de sílice como se describe en las patentes de Estados Unidos 6,372,806 y 6,372,089. Además, los soles de sílice coloidal de la presente invención exhiben ventajosamente una excelente actividad en muchas composiciones para la fabricación de papel. Los soles de sílice de la presente invención son útiles, entre otras áreas, en la industria de la fabricación de papel, por ejemplo, como coadyuvantes de retención y deshidratación.

En contraste, la presente invención proporciona una composición estable de soles de sílice coloidal que tienen una concentración en el intervalo de 16 a 18 por ciento en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$  con baja viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps), lo cual no está en las enseñanzas de las patentes de referencia anteriores. La presente invención proporciona soles de sílice coloidal estables con área superficial alta y estabilidad mejorada sin modificar la superficie con aluminio, como se describe en la patente de Estados Unidos 5,368,833.

65

## Breve resumen

Una primera modalidad de acuerdo con la invención se dirige a un producto de sílice coloidal acuoso estable de acuerdo con la reivindicación 1. Los soles de sílice coloidal pueden producirse y almacenarse en concentraciones de 16 a 18 por ciento en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$ . El producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps) y un valor S en el intervalo de 26 a 40 %. Los sólidos de sílice coloidal tienen un área superficial específica en el intervalo de 750 a 850  $\text{m}^2/\text{g}$ .

Una segunda modalidad de acuerdo con la invención se dirige a un método para producir un producto de sílice coloidal acuoso de acuerdo con la reivindicación 5. El método comprende, primero, añadir una primera cantidad de silicato de metal alcalino al agua y una resina de intercambio iónico catiónica parcialmente regenerada con agitación, lo que forma por consiguiente una primera composición intermedia que comprende una primera parte de producto de sílice coloidal acuoso, en donde la primera composición intermedia tiene una temperatura en el intervalo de 38 a 71 °C (100 a 160 grados Fahrenheit) y un pH en el intervalo de 8 a 14, y la primera cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una primera velocidad suficiente para permitir que la primera adición dure de 1 a 45 minutos. En segundo lugar, después de 0 a 90 minutos, añadir una segunda cantidad de silicato de metal alcalino a la primera composición intermedia con agitación, lo que forma por consiguiente una segunda composición intermedia que comprende una segunda parte de producto de sílice coloidal acuoso, en donde la segunda composición intermedia tiene una temperatura en el intervalo de 38 a 71 °C (100 a 160 grados Fahrenheit) y un pH en el intervalo de 9 a 11, y la segunda cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una segunda velocidad suficiente para permitir que la segunda adición dure de 5 a 120 minutos; después de 0 minutos a 24 horas, separar la primera y segunda porciones de productos de sílice coloidal acuosos de la segunda composición intermedia, lo que produce por consiguiente el producto de sílice coloidal acuoso; en donde la primera cantidad y la segunda cantidad comprenden una cantidad total, la primera cantidad varía de 60 a 95 por ciento en peso de la cantidad total.

Una tercera modalidad de acuerdo con la invención se dirige a un método para elaborar una hoja celulósica de acuerdo con la reivindicación 10. El método comprende preparar una pasta celulósica que contiene de 0,01 a 1,5 por ciento en peso de fibra celulósica. Se añade una cantidad de producto de sílice coloidal acuoso a la pasta celulósica como se describe en la primera modalidad ilustrativa. La cantidad de producto de sílice coloidal acuoso es suficiente para lograr una concentración de sólidos de sílice coloidal de 0,00005 a 1,5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica. Se añade una cantidad de floculante polimérico soluble en agua al material celulósico. La cantidad de floculante polimérico soluble en agua es suficiente para lograr una concentración de floculante polimérico soluble en agua de 0,001 a 5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica. El floculante polimérico soluble en agua tiene un peso molecular en el intervalo de 500 000 a 30 millones de daltons. A continuación, la pasta celulósica se deshidrata para obtener una hoja celulósica.

## Breve descripción de los dibujos

Las ventajas de la presente descripción se harán más evidentes para los expertos en la técnica relevante después de revisar la siguiente descripción detallada y el dibujo adjunto, en donde:

La **Figura 1** es un gráfico que ilustra la retención mejorada de cenizas de primer paso de tres lotes que incorporan el producto de sílice coloidal acuoso inventivo de la presente descripción, en comparación con una muestra control.

## Descripción detallada

Si bien las modalidades que abarcan los conceptos inventivos generales pueden adoptar diversas formas, a continuación, se describirán diversas modalidades con la comprensión de que la presente descripción debe considerarse simplemente una ejemplificación, y los conceptos inventivos generales no pretenden limitarse a las modalidades descritas.

Todos los porcentajes, partes y relaciones, tal como se usan en la presente descripción, son en peso del producto total, a menos que se especifique lo contrario. Todos los pesos correspondientes a los ingredientes enumerados se basan en el nivel activo y, por lo tanto, no incluyen solventes o subproductos que puedan incluirse en materiales disponibles comercialmente, a menos que se especifique lo contrario.

Se entiende que todos los intervalos y parámetros, que incluyen, pero no se limitan a, porcentajes, partes, y relaciones, descritos en la presente, abarcan todos y cada uno de los subintervalos asumidos y subsumidos en esos, y todos los números entre los puntos extremos. Por ejemplo, un intervalo establecido de "1 a 10" debe considerarse que incluye todos y cada uno de los subintervalos entre (e inclusive) el valor mínimo de 1 y el valor máximo de 10; es decir, todos los subintervalos que comienzan con un valor mínimo de 1 o más (*por ejemplo*, 1 a 6,1) y terminan con un valor máximo de 10 o menos (*por ejemplo*, 2,3 a 9,4, 3 a 8, 4 a 7), y finalmente a cada número 1, 2, 3, 4, 5, 6, 7, 8, 9, y 10 contenido dentro del intervalo.

Los números ordinales (*por ejemplo*, primero, segundo, tercero, etcétera) pueden utilizarse en la presente descripción para describir varios aspectos de la presente descripción que pueden ser similares. Por ejemplo, pueden definirse dos etapas de adición mediante el uso de números ordinales (*por ejemplo*, "primera adición" y "segunda adición"). Cuando se utilizan, los números ordinales se usan con el propósito de diferenciar un elemento de otro elemento con un nombre similar, lo que permite por consiguiente una mayor claridad al hacer referencia a los elementos con un nombre similar. Los números ordinales no deben interpretarse como necesariamente limitantes del orden de los elementos, a menos que estén claramente definidos por el contexto de la descripción.

Las diversas modalidades de las composiciones y productos de la presente descripción pueden ser además sustancialmente sin cualquier ingrediente o característica opcional descrita en la presente, siempre que la composición o producto restante aún contenga todos los ingredientes o características requeridos como se describe en la presente descripción. En este contexto, y a menos que se especifique lo contrario, el término "sustancialmente sin" significa que la composición o producto seleccionado contiene menos de una cantidad funcional del ingrediente opcional, típicamente menos del 1 %, que incluye menos del 0,5 %, que incluye menos del 0,1 %, y además, incluye cero por ciento, en peso de tal ingrediente opcional.

Las composiciones y productos pueden comprender, consistir en o consistir esencialmente en los elementos requeridos de los productos como se describe en la presente, así como también cualquier elemento adicional u opcional descrito en la presente o de otra manera útil en aplicaciones de productos.

El término "acuoso" como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique lo contrario, pretende que se interprete como un modificador que significa "que contiene agua" o "en agua", en oposición a "que contiene aceite" o "en aceite". Para los propósitos de esta descripción, "agua" se refiere a agua líquida. Una composición acuosa puede ser agua líquida, una solución que tiene agua líquida como solvente, o una suspensión de sólidos en agua líquida. Notablemente, un sol de sílice es una composición acuosa, ya que comprende sólidos de sílice coloidal en agua líquida.

El término "coloide" como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique lo contrario, pretende que se interprete como una sustancia que contiene partículas ultrapequeñas dispersas sustancialmente de manera uniforme en otra sustancia. El coloide consta de dos fases separadas: una fase dispersa (o fase interna) y una fase continua (o medio de dispersión) dentro de la cual se dispersan las partículas de la fase dispersa. Las partículas de la fase dispersa pueden ser sólidas, líquidas, o gaseosas. Las partículas de la fase dispersa pueden tener un diámetro en el intervalo de 1 a 1 000 000 nanómetros. El coloide puede afectarse sustancialmente por la química de la superficie presente en las partículas en fase dispersa. Una modalidad ilustrativa de un coloide es un producto de sílice coloidal acuoso. Las modalidades ilustrativas de partículas en fase dispersa son sólidos de sílice coloidal.

El término "sílice coloidal" como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique lo contrario, pretende que se interprete como un coloide en el que las partículas de fase dispersa primaria comprenden moléculas que contienen silicio. Esta definición incluye las enseñanzas completas del libro de referencia: *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry of Silica*, por Ralph K. Iler, John Wiley and Sons, Inc. (1979), en general, y particularmente las páginas 312-599. Cuando las partículas tienen un diámetro superior a 100 nm, las partículas pueden denominarse "soles", "soles de sílice", "acuasoles", o "nanopartículas".

El término "producto", como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique lo contrario, pretende que se interprete como una sustancia que se crea a partir de una reacción química o una serie de esta y que puede utilizarse como ingrediente en un proceso de fabricación. Como se usa en la presente descripción, un "producto" es generalmente una parte de la composición que es resultado de la reacción química o una serie de esta.

El término "producto de sílice coloidal acuoso" (o "AqCSP") como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique lo contrario, pretende que se interprete como una mezcla homogénea con partículas/agregados de sílice dispersos en fase acuosa que se crearon a partir de una reacción química o una serie de esta, y que puede utilizarse como ingrediente en un proceso de fabricación, particularmente en un proceso de fabricación de papel. En ciertas modalidades, un "producto de sílice coloidal acuoso" es un sol de sílice.

El término "sol de sílice" como se usa en la presente descripción, a menos que se especifique lo contrario, pretende que se interprete como una composición de mezcla acuosa homogénea que contiene partículas o agregados de sílice coloidal.

En el caso de que las definiciones anteriores o una descripción establecida en otra parte de esta solicitud sea inconsistente con un significado (explícito o implícito) que se usa comúnmente o en un diccionario, la solicitud y los términos de la reivindicación en particular se entenderá que se interpreten de acuerdo con la definición o descripción en esta aplicación, y no de acuerdo con la definición común o la definición del diccionario. A la luz de lo anterior, en el caso de que un término solo pueda entenderse si se interpreta por un diccionario, si el término está definido por the Kirk-Othmer Encyclopedia of Chemical Technology, 5ta Edición, (2005), (Publicado por Wiley, John & Sons, Inc.) esta definición controlará cómo se definirá el término en las reclamaciones.

En al menos una modalidad, los soles de sílice coloidal exhiben únicamente altos contenidos de sólidos en el intervalo entre 16 y 18 % en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$ , con una viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cPs), mientras que dichos soles de sílice coloidal aún mantienen un área superficial alta y estabilidad mejorada sin modificación de la superficie con, por ejemplo, aluminio. Además, los soles coloidales de la invención se preparan mediante un nuevo proceso semidiscontinuo, que es un proceso de soles de sílice convencional diferente, tal como se describe en las patentes de Estados Unidos 5,368,833, 6,372,806 y 6,372,089. Además, los soles de sílice coloidal de la presente invención exhiben ventajosamente una excelente actividad en muchas composiciones para la fabricación de papel. Los soles de sílice de la presente invención son útiles, entre otras áreas, en la industria de la fabricación de papel, por ejemplo, como coadyuvantes de retención y deshidratación.

Al menos una modalidad es una composición estable de soles de sílice coloidal que tienen una concentración en el intervalo de 16 a 18 por ciento en peso de sólidos de  $\text{SiO}_2$  con baja viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps), lo cual no se logra de acuerdo con las enseñanzas de las patentes de referencia anteriores. En particular, el sol puede excluir la presencia de aluminio, pero tiene un área superficial tan alta o más alta y/o es tan estable o más estable, que los soles descritos en la patente de Estados Unidos 5,368,833.

Al menos una modalidad se dirige a un producto de sílice coloidal acuoso. El producto de sílice coloidal acuoso comprende agua y de 16 a 18 por ciento en peso de sólidos de sílice coloidal. El producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps) y un valor S en el intervalo de 26 a 40 %. Los sólidos de sílice coloidal tienen un área superficial específica en el intervalo de 700 a 850  $\text{m}^2/\text{g}$ .

Al menos una modalidad se dirige a un método para producir un producto de sílice coloidal acuoso. El método comprende, en primer lugar, cargar un recipiente de reacción con una resina de intercambio iónico catiónico que tiene al menos el 40 por ciento, preferentemente al menos el 50 por ciento de su capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno, en donde el recipiente de reacción tiene, por ejemplo, un tamiz cerca del fondo del recipiente de reacción, para separar la sílice coloidal formada durante el proceso, de la resina de intercambio iónico. En segundo lugar, cargar el recipiente de reacción con agua y agitar el contenido del recipiente de reacción. En tercer lugar, ajustar la temperatura del contenido de dicho recipiente de reacción para que esté en el intervalo de 21,22 a 93,33 °C (70 a 200 grados Fahrenheit), preferentemente en el intervalo de 100 a 160 grados Fahrenheit. En cuarto lugar, añadir una primera cantidad de silicato de metal alcalino a dicha resina de intercambio iónico catiónico y agua con agitación, lo que forma por consiguiente una primera composición intermedia que comprende una primera parte del producto de sílice coloidal acuoso. En quinto lugar, después de 0 a 90 minutos, se añade una segunda cantidad de silicato de metal alcalino a la primera composición intermedia con agitación, lo que forma por consiguiente una segunda composición intermedia que comprende una segunda parte del producto de sílice coloidal acuoso. Después de 0 minutos a 24 horas, la primera y segunda partes de productos de sílice coloidal acuosos se separan de la segunda composición intermedia, lo que produce por consiguiente el producto de sílice coloidal acuoso. La primera y segunda cantidad de silicato de metal alcalino comprenden una cantidad total, con la primera cantidad en el intervalo de 60 a 95 por ciento en peso de la cantidad total. La primera composición intermedia tiene una temperatura en el intervalo de 21,22 a 93,33 °C (70 a 200 grados Fahrenheit) y un pH en el intervalo de 8 a 14. La primera cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una primera velocidad suficiente para permitir que la primera adición dure de 1 a 45 minutos. La segunda composición intermedia tiene una temperatura en el intervalo de 21,22 a 93,33 °C (70 a 200 grados Fahrenheit) y un pH en el intervalo de 9 a 11. La segunda cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una segunda velocidad suficiente para permitir que la segunda adición dure de 5 a 120 minutos.

Al menos una modalidad se dirige a un método para elaborar una hoja celulósica. El método comprende preparar una pasta celulósica que contiene de 0,01 a 1,5 por ciento en peso de fibra celulósica. Se añade una cantidad de producto de sílice coloidal acuoso a la pasta celulósica como se describe en la primera modalidad ilustrativa. La cantidad de producto de sílice coloidal acuoso es suficiente para lograr una concentración de sólidos de sílice coloidal de 0,00005 a 1,5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica. Se añade una cantidad de floculante polimérico soluble en agua al material celulósico. La cantidad de floculante polimérico soluble en agua es suficiente para lograr una concentración de floculante polimérico soluble en agua de 0,001 a 5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica. El floculante polimérico soluble en agua tiene un peso molecular en el intervalo de 500 000 a 30 millones de daltons. A continuación, la pasta celulósica se deshidrata para obtener una hoja celulósica.

Al menos una modalidad se dirige a un producto de sílice coloidal acuoso que tiene ciertas características químicas y físicas. Aunque una persona experta en la técnica reconocerá fácilmente que los métodos de la segunda modalidad ilustrativa pueden usarse para producir la primera modalidad ilustrativa, la primera modalidad ilustrativa no debe interpretarse como limitada al método de la segunda modalidad ilustrativa. En otras palabras, el producto de sílice coloidal acuoso puede producirse mediante métodos que difieren de los de la segunda modalidad.

En al menos una modalidad, el producto de sílice coloidal acuoso comprende sólidos de sílice coloidal a una concentración en el intervalo de 16 a 18 por ciento en peso, o de 16 a 17, o de 17 a 18, del producto de sílice coloidal acuoso. En ciertas modalidades ilustrativas, el producto de sílice coloidal acuoso comprende sólidos de sílice coloidal en una concentración de al menos 16 por ciento en peso, o al menos 16,2 por ciento en peso, o al menos 16,5 por ciento en peso, o al menos 16,6 por ciento en peso, o al menos 16,7 por ciento en peso, o al menos

16,8 por ciento en peso, o al menos 16,9 por ciento en peso, o al menos 17 por ciento en peso, hasta 18 por ciento en peso.

La viscosidad del producto de sílice coloidal acuoso es un parámetro que puede ser importante para los fabricantes y usuarios de productos de sílice coloidal acuosa. Los productos de sílice coloidal acuosa deben fluir a través del lecho de resina catiónica y las tuberías con relativa facilidad para que sean útiles en los procesos de fabricación. De acuerdo con la primera modalidad ilustrativa de la presente descripción, el producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps). En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad de al menos 4 mPas (cps), y hasta 20 mPas (cps), o hasta 18 mPas (cps), o hasta 15 mPas (cps), o hasta 12 mPas (cps), o hasta 10 mPas (cps), o hasta 8 mPas (cps). En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad en el intervalo de 4 a 18 mPas (cps), o de 4 a 15 mPas (cps), o de 4 a 10 mPas (cps).

El valor S del producto de sílice coloidal acuoso es otro parámetro que puede controlarse y notificarse a los usuarios de productos de sílice coloidal acuosa. El valor S es una cuantificación del grado de microagregación de materiales coloidales. La definición exacta del valor S puede encontrarse en *The Chemistry of Silica: Solubility, Polymerization, Colloid and Surface Properties and Biochemistry of Silica*, by Ralph K. Iler, John Wiley and Sons, Inc. (1979). De acuerdo con la primera modalidad ilustrativa de la presente descripción, el producto de sílice coloidal acuoso tiene un valor S en el intervalo de 26 a 40 %. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso tiene un valor S de al menos 26 %, o al menos 27 %, o al menos 28 %, o al menos 29 %, y hasta 40 % o hasta 39 %, o hasta 38 %, o hasta 37 %, o hasta 36 %, o hasta 35 %, o hasta 34 %, o hasta 33 %, o hasta 32 %, o hasta 31 %, o hasta 30 %. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso tiene un valor S en el intervalo de 28 a 40 % o de 29 a 39 %.

El área superficial específica de los sólidos de sílice coloidal en un producto de sílice coloidal acuoso es un parámetro que puede controlarse y notificarse a los usuarios del producto de sílice coloidal acuoso. El área de superficie específica se informa en unidades de área por peso o masa de una sustancia (*por ejemplo*, m<sup>2</sup>/g). La primera modalidad ilustrativa de la presente descripción comprende sólidos de sílice coloidal que tienen un área superficial específica en el intervalo de 700 a 850 m<sup>2</sup>/g. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso comprende sólidos de sílice coloidal que tienen un área superficial específica de al menos 700 m<sup>2</sup>/g, o al menos 750 m<sup>2</sup>/g, o al menos 800 m<sup>2</sup>/g, y hasta 850 m<sup>2</sup>/g. En ciertas modalidades, los sólidos de sílice coloidal del producto de sílice coloidal acuoso tienen un área superficial específica en el intervalo de 750 a 850 m<sup>2</sup>/g, o de 800 a 850 m<sup>2</sup>/g. De acuerdo con la invención, los sólidos de sílice coloidal tienen un área superficial específica en el intervalo de 750 a 850 m<sup>2</sup>/g.

Los productos de sílice coloidal acuosos pueden considerarse estables durante al menos 30 días. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso es estable durante al menos 60 días, o al menos 90 días, o al menos 120 días, o al menos 180 días, y, en ciertas modalidades, hasta 360 días o más. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso es estable durante 30 a 360 días, o de 60 a 360 días, o de 90 a 360 días, o de 120 a 360 días, o de 180 a 360 días. Por "estable" se entiende que el producto de sílice coloidal acuoso conserva sus propiedades físicas y químicas relacionadas con uno o más de los por cientos en peso de sólidos de sílice coloidal, la viscosidad, el valor S, y el área superficial específica al menos en los niveles más amplios definidos en la presente descripción, incluso en el caso de que el producto de sílice coloidal acuoso no se agite más. En otras palabras, el producto de sílice coloidal acuoso no se degrada sustancialmente ni pierde su capacidad para su uso en un proceso de fabricación, como un proceso de fabricación de papel.

A veces se añaden aluminio o compuestos que contienen aluminio a productos de sílice coloidal acuosos para tratar el área superficial de los sólidos de sílice coloidal, lo que estabiliza por consiguiente el producto de sílice coloidal acuoso. Las modalidades del producto de sílice coloidal acuoso descritas en la presente generalmente son sin aluminio y no necesitan tratarse con aluminio o compuestos que contienen aluminio para mantener su estabilidad. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso es sin aluminio y es estable durante al menos 30 días, o al menos 60 días, o al menos 90 días, o al menos 120 días, o al menos 180 días, y hasta 360 días. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso es estable durante 30 a 360 días, o de 60 a 360 días, o de 90 a 360 días, o de 120 a 360 días, o de 180 a 360 días. El término "sin aluminio" indica que el producto de sílice coloidal acuoso no contiene más que trazas de aluminio o compuestos que contienen aluminio, *por ejemplo*, menos de 500 ppm de aluminio.

En ciertas modalidades del producto de sílice coloidal acuoso, el producto de sílice coloidal acuoso comprende además un metal alcalino o un compuesto que contiene un metal alcalino. El metal alcalino o el compuesto que contiene un metal alcalino puede estar en forma de un ión de metal alcalino, un óxido de metal alcalino, un silicato de metal alcalino, una sal de metal alcalino, u otra forma conocida por los expertos en la técnica. Un compuesto que contiene un metal alcalino adecuado usado para elaborar ciertas modalidades del producto de sílice coloidal acuoso es un silicato de metal alcalino, como se describe en la presente. Las modalidades ilustrativas de metales alcalinos que pueden estar presentes en el producto de sílice coloidal acuoso incluyen sodio, potasio, litio y combinaciones de estos. Ciertas modalidades del producto de sílice coloidal acuoso comprenden además un compuesto que contiene sodio.

En modalidades del producto de sílice coloidal acuoso que además comprenden un metal alcalino o un compuesto que contiene un metal alcalino, el metal alcalino o el compuesto que contiene un metal alcalino puede estar presente en el producto de sílice coloidal acuoso en una cantidad suficiente para proporcionar una relación molar de sílice a metal alcalino en el intervalo de 5:1 a 50:1, o de 5:1 a 30:1, o de 5:1 a 25:1, o de 5:1 a 20:1, o de 5:1 a 15:1. En ciertas modalidades, el producto de sílice coloidal acuoso tiene una relación molar de  $\text{SiO}_2$  a metal alcalino de al menos 8:1 y hasta 50:1, o hasta 30:1, o hasta 25:1, o hasta 20:1 o hasta 15:1.

Ciertas modalidades del producto de sílice coloidal acuoso tienen un pH en el intervalo de 9 a 11. El pH del producto de sílice coloidal acuoso puede variar además de 10 a 11.

Al menos una modalidad se dirige a un método para producir un producto de sílice coloidal acuoso. En una modalidad, puede utilizarse cualquiera de los métodos anteriores para producir el producto de sílice coloidal acuoso de la primera modalidad ilustrativa de la presente descripción. Sin embargo, los métodos anteriores no se limitan a producir solo el producto de sílice coloidal acuoso anterior. Además, debido a que la adición del silicato de metal alcalino se realiza en dos etapas, el método para producir un producto de sílice coloidal acuoso puede describirse como "semidiscontinuo" en oposición a "discontinuo."

En al menos una modalidad, se añade una primera cantidad de silicato de metal alcalino al agua y una resina de intercambio iónico catiónico parcialmente regenerada con agitación y a una temperatura en el intervalo de 21,22 a 93,33 °C (70 a 200 grados Fahrenheit), lo que forma por consiguiente una primera composición intermedia que comprende una primera parte del producto de sílice coloidal acuoso. La primera composición intermedia tiene un pH de 8 a 14, o de 8 a 12, o de 9 a 11, y en ciertas modalidades, un pH de al menos 8, o al menos 9 o al menos 10, y hasta 14, o hasta 13, o hasta 12, o hasta 11. La primera cantidad de silicato de metal alcalino se añade al agua y la resina de intercambio iónico catiónico a una velocidad suficiente para permitir que la adición dure de 1 a 45 minutos, o de 2 a 30 minutos, y en ciertas modalidades, al menos 1, o al menos 2 minutos, y hasta 45, o hasta 30, o hasta 20, o hasta 10 minutos.

Después de añadir la primera cantidad de silicato de metal alcalino, se añade una segunda cantidad de silicato de metal alcalino a la primera composición intermedia con agitación y a una temperatura en el intervalo de 21,22 a 93,33 °C (70 a 200 grados Fahrenheit), lo que forma por consiguiente una segunda composición intermedia que comprende una segunda parte del producto de sílice coloidal acuoso. La segunda cantidad puede añadirse en cualquier momento desde justo después de que se completa la adición de la primera cantidad de silicato de metal alcalino (*por ejemplo*, 0 minutos), hasta 90 minutos después de la adición de la primera cantidad. La segunda composición intermedia tiene un pH en el intervalo de 8 a 11, o de 9 a 11. La segunda cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una segunda velocidad suficiente para permitir que la adición dure de 5 a 120 minutos, o de 10 a 60 minutos, y en ciertas modalidades, al menos 5 minutos, o al menos 10 minutos, o al menos 15 minutos, hasta 120 minutos, o hasta 90 minutos, o hasta 60 minutos, o hasta 45 minutos, o hasta 30 minutos.

En ciertas modalidades del método para producir un producto de sílice coloidal acuoso, se deja agitar la segunda composición intermedia durante 0 minutos a 24 horas, y en ciertas modalidades durante al menos 0 minutos, o al menos 15 minutos, o al menos 30 minutos, hasta 24 horas, o hasta 18 horas, o hasta 12 horas, o hasta 6 horas, o hasta 3 horas, o hasta 2 horas. En ciertas modalidades del método para producir el producto de sílice coloidal acuoso, el primer o segundo producto intermedio, o ambos, pueden agitarse de una o varias formas conocidas por el experto en la técnica, que incluyen, pero no se limitan a, mezcla de impulsor o paleta, recirculación, burbujeo de aire, vibración, agitación del recipiente, y combinaciones de estos.

Después de 0 minutos a 24 horas de agitación, la primera y la segunda partes de producto de sílice coloidal acuoso se separan de la segunda composición intermedia, lo que produce por consiguiente el producto de sílice coloidal acuoso. En ciertas modalidades, la separación del producto de sílice coloidal acuoso de la segunda composición intermedia se realiza mediante filtración.

En al menos una modalidad, la filtración se realiza mediante el uso de otro tipo de dispositivo de separación de líquido/sólido construido y dispuesto para eliminar el material suspendido de un medio portador líquido. Esto puede lograrse mediante cualquier dispositivo de filtración, como un tamiz, tubería ranurada/perforada, membrana o un dispositivo de filtración de crudo similar, o combinaciones de estos. Los ejemplos representativos incluyen, pero no se limitan a, filtros de arena, papel de filtro, filtros de membrana, RO, NF, UF, MF, filtros sumergidos, filtros de presión (centrífugas, ciclones, hidrociclones, precipitadores electrostáticos, separadores por gravedad, eliminadores de neblina, tamices, purgadores de vapor, absorbentes, adsorbentes, biofiltros, cristalizadores, deshumidificadores, columnas de destilación, secadores, evaporadores, extractores, humidificadores, columnas de intercambio iónico, decapantes) y cualquier combinación de estos. En al menos una modalidad, el filtro incluye una o más de las técnicas de filtración descritas en el artículo Terminology for Membranes and Membrane Processes, de WJ Koros y otros, Journal of Membrane Science, vol. 120 págs. 149-159 (1996). En al menos una modalidad, el filtro comprende uno o más de los procesos de separación química descritos en el sitio web:

<http://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/SeparationsChemical/SeparationsChemical.html> (consultado el 17 de octubre de 2013) y/o uno o más de los procesos mecánicos descritos en el sitio web:

[http://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/SeparationsMechanical/Separations\\_Mechanical.html](http://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/SeparationsMechanical/Separations_Mechanical.html) (consultado el 17 de octubre de 2013). El filtro de membrana puede estar hecho de materiales poliméricos, cerámicos, de acero o de vidrio.

De acuerdo con una modalidad, en el método para producir, *por ejemplo*, un producto de sílice coloidal acuoso, la primera cantidad y la segunda cantidad de silicato de metal alcalino comprenden una cantidad total, con la primera cantidad en el intervalo de 60 a 95 por ciento en peso, o 65 a 90 por ciento en peso, o 70 a 80 por ciento en peso, de la cantidad total, y en ciertas modalidades es al menos 60 por ciento en peso, o al menos 65 por ciento en peso, o al menos 70 por ciento en peso, hasta 95 por ciento en peso, o hasta 90 por ciento en peso, o hasta 85 por ciento en peso, o hasta 80 por ciento en peso, o hasta 75 por ciento en peso de la cantidad total.

Generalmente, el silicato de metal alcalino (tanto la primera como la segunda cantidad de este) que se añade en el método de la segunda modalidad ilustrativa se selecciona del grupo que consiste en silicato de sodio, silicato de potasio, silicato de litio y combinaciones de estos. En ciertas modalidades, el silicato de metal alcalino es silicato de sodio. Si bien la primera y la segunda cantidades de silicato de metal alcalino tienen generalmente la misma composición (*por ejemplo*, generalmente tienen la misma composición química, las mismas propiedades físicas, las mismas impurezas, etcétera), la primera y la segunda cantidades pueden, en teoría, ser composiciones que tienen diferentes características físicas o químicas. Por ejemplo, la primera cantidad es silicato de sodio y la segunda cantidad es silicato de potasio. En ciertas modalidades, la primera y segunda cantidades del silicato de metal alcalino tienen la misma composición. Por ejemplo, la primera cantidad es silicato de sodio y la segunda cantidad es el mismo tipo de silicato de sodio.

Si bien la calidad de los ingredientes de partida (*es decir*, silicato de metal alcalino, resina de intercambio iónico catiónico, agua, etcétera) puede proporcionar alguna variación en el producto de sílice coloidal acuoso, el método ha producido inesperadamente un producto de sílice coloidal acuoso que tiene propiedades particularmente beneficiosas para la industria de fabricación de papel, por ejemplo, como coadyuvantes de retención y deshidratación. El silicato de metal alcalino puede ser cualquier número de materiales convencionales, tales como vasos de agua. La relación molar de  $\text{SiO}_2$  a  $\text{Na}_2\text{O}$ , o  $\text{K}_2\text{O}$ , o  $\text{Li}_2\text{O}$ , o una combinación de  $\text{Na}_2\text{O}$ ,  $\text{K}_2\text{O}$  y  $\text{Li}_2\text{O}$ , en el silicato de metal alcalino, puede estar en el intervalo de 15:1 a 1:1 y preferentemente está dentro del intervalo de 2,5:1 a 3,9:1. Dicha solución de silicato de metal alcalino típicamente tendrá un pH por encima de 10, típicamente al menos 11. Dicho metal alcalino puede contener impurezas, que incluyen, pero no se limitan a, iones de aluminio, hierro, calcio, magnesio, cloruro, y sulfato. Los sólidos contenidos en dicho silicato de metal alcalino pueden estar en el intervalo de 15 a 40 por ciento en peso como  $\text{SiO}_2$ .

El agua usada para producir el producto de sílice coloidal acuoso no está particularmente limitada y puede ser cualquier agua dulce razonablemente blanda (*es decir*, ni salmuera ni que tenga una conductancia inferior a 2000  $\mu\text{S}/\text{cm}$ ). En ciertas modalidades, el agua es agua del grifo, agua de pozo, agua destilada, agua desionizada, agua purificada de otro modo, o cualquier combinación de estas.

La resina de intercambio iónico catiónico utilizada en los métodos de la segunda modalidad ilustrativa no está particularmente limitada. En ciertas modalidades, es preferible que la resina de intercambio iónico catiónico sea una resina catiónica de ácido débil, que incluya, pero no se limite a, Amberlite® IRC84SP.

En ciertas modalidades, la resina de intercambio iónico catiónico puede reusarse de procesos de producción anteriores después de la regeneración. La resina de intercambio iónico catiónico puede regenerarse mediante el uso de un ácido orgánico o mineral. Las modalidades ilustrativas de ácidos que pueden usarse para regenerar la resina de intercambio iónico catiónico incluyen, pero no se limitan a, los siguientes: ácido sulfúrico, ácido clorhídrico, ácido fosfórico, o materiales tales como dióxido de carbono, y combinaciones de estos. Los ejemplos de ácidos orgánicos adecuados incluyen, pero no se limitan a: ácido acético, ácido fórmico y ácido propiónico. En ciertas modalidades, las sales minerales y orgánicas pueden usarse como un ácido débil para regenerar la resina o pueden usarse para reducir la viscosidad del producto de sílice coloidal. Los ejemplos de sales adecuadas incluyen, pero no se limitan a: sulfato de sodio, acetato de sodio, sulfato de potasio, acetato de potasio, fosfato trisódico y monohidrogenofosfato de sodio.

Si bien la resina de intercambio iónico catiónico tiene una capacidad de intercambio iónico en forma de hidrógeno que no está particularmente limitada, en ciertas modalidades, la resina de intercambio iónico catiónico tiene una capacidad de intercambio iónico del 40 al 100 %, o del 50 al 100 % o del 60 al 100 %, y en ciertas modalidades al menos el 40 %, o al menos el 50 %, o al menos el 60 %, en forma de hidrógeno.

Inesperadamente, se ha demostrado que los métodos de acuerdo con la segunda modalidad son capaces de producir un producto de sílice coloidal acuoso que tiene de 16 a 18 por ciento en peso de sólidos de sílice coloidal, una viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPas (cps), un valor S en el intervalo de 26 a 40 %, y con sólidos de sílice coloidal que tienen un área superficial específica en el intervalo de 750 a 850  $\text{m}^2/\text{g}$ , todo ello sin usar ácido silícico ni ultrafiltración.



En ciertas modalidades de la segunda modalidad ilustrativa, la primera o la segunda composición intermedia, el producto de sílice coloidal acuoso, o cualquiera o todos los mencionados anteriormente, tienen un pH en el intervalo de 8 a 11, y el pH puede variar además de 9 a 11.

- 5 En ciertas modalidades de la segunda modalidad ilustrativa, la primera y segunda composiciones intermedias tienen temperaturas que varían de 100 a 160 grados Fahrenheit.

- 10 En ciertas modalidades de la segunda modalidad ilustrativa, la primera velocidad de adición del silicato de metal alcalino es suficiente para permitir que la adición de la primera cantidad de silicato de metal alcalino dure de 1 a 45 minutos. En ciertas modalidades de la segunda modalidad ilustrativa, la segunda velocidad de adición del silicato de metal alcalino es suficiente para permitir que la adición de la segunda cantidad de silicato de metal alcalino dure de 5 a 120 minutos.

- 15 El producto de sílice coloidal acuoso descrito en la presente puede usarse en uno o más de varios procesos de fabricación, que incluyen, pero no se limitan a, los siguientes: procesos de fabricación de papel, por ejemplo, retención y drenaje, deshidratación de pulpa; procesos de tratamiento de agua y de tratamiento de aguas residuales, por ejemplo, deshidratación de lodos, clarificación y deshidratación de lodos minerales acuosos, rotura de emulsiones de refinerías y similares; procesos de alimentos y bebidas, por ejemplo, para clarificación de cerveza, vino, zumo y azúcar. El producto de sílice coloidal acuoso descrito en la presente es particularmente adecuado para su uso en el proceso de fabricación de papel.

- 20 El método puede usarse de acuerdo con uno, algunos, o todos los métodos y procesos para utilizar sílice coloidal como se describe en Handbook for Pulp and Paper Technologists, por Gary A. Smook, Angus Wilde Publications Inc., (2001). Además, el producto de sílice coloidal acuoso puede añadirse a una pasta celulósica en el extremo húmedo del proceso de fabricación de papel, lo que mejora por consiguiente la retención de relleno ("cenizas") en la pasta celulósica y, en consecuencia, en la hoja celulósica, mientras que ayuda además en el drenaje de agua de la pasta celulósica.

- 30 Al menos una modalidad de la presente descripción se dirige a un método para elaborar una hoja celulósica. El método comprende preparar una pasta celulósica que contiene de 0,01 a 1,5 por ciento en peso de fibra celulósica basado en el peso total de la pasta celulósica (es decir, que incluye agua). Se añade una cantidad de un producto de sílice coloidal acuoso como se describe en la presente, y una cantidad de un floculante polimérico soluble en agua, al material celulósico. La cantidad de producto de sílice coloidal acuoso añadida a la pasta celulósica es suficiente para lograr una concentración de sólidos de sílice coloidal de 0,00005 a 1,5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica. En otras palabras, por cada 45,35 kg (100 libras) de fibra (peso seco) en la pasta celulósica, estarán presentes 0,00002 a 0,68 kg (0,00005 a 1,5 libras) de sólidos de sílice coloidal. La cantidad de floculante polimérico soluble en agua añadido a la pasta celulósica es suficiente para lograr una concentración de floculante polimérico soluble en agua de 0,001 a 5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica. El floculante polimérico soluble en agua tiene un peso molecular en el intervalo de 500 000 a 30 millones de daltons. Después, la pasta celulósica se deshidrata de una manera conocida por los expertos en la técnica para obtener de esta forma una hoja celulósica. Alternativamente, puede añadirse un almidón catiónico a la composición en lugar de, o además del floculante polimérico sintético, en una cantidad de 0,005 a 5,0 por ciento en peso basado en el peso seco de fibra en la composición. Más preferentemente, el almidón se añade en una cantidad de 0,5 a 1,5 por ciento en peso basado en el peso seco de fibra en la composición. En aún otra modalidad, puede añadirse un coagulante a la composición en lugar de, o además del floculante y/o el almidón en una cantidad de 0,005 a 1,25 por ciento en peso basado en el peso seco de fibra en la fabricación de papel. Preferentemente, el coagulante se añade en una cantidad del 0,025 al 0,5 por ciento en peso basado en el peso seco de fibra en la composición.

- 50 En ciertas modalidades del método de elaboración de la hoja celulósica, el producto de sílice coloidal acuoso se añade al material celulósico.

- Los ejemplos no limitantes de floculantes poliméricos solubles en agua adecuados para su uso en ciertas modalidades de acuerdo con la tercera modalidad ilustrativa incluyen polímeros catiónicos, aniónicos, anfóteros, y bipolares. Los ejemplos de floculantes poliméricos catiónicos solubles en agua incluyen almidón cationizado, y homopolímeros y copolímeros que comprenden los siguientes monómeros: metacrilato de dimetilaminoetilo ("DMAEM"), acrilato de dimetilaminoetilo ("DMAEA"), acrilato de dietilaminoetilo ("DEAEA"), metacrilato de dietilaminoetilo ("DEAEM"), o sus formas de amonio cuaternario preparadas con dimetilsulfato o cloruro de metilo; poliacrilamidas modificadas por reacción de Mannich; clorhidrato de dialilciclohexilamina ("DACHA HCl"); cloruro de dialildimetilamonio ("DADMAC"); cloruro de metacrilamidopropiltrimetilamonio ("MAPTAC"); y alil amina ("ALA").

- 60 En ciertas modalidades, la cantidad de producto de sílice coloidal acuoso añadida a la pasta celulósica es suficiente para lograr una concentración de sólidos de sílice coloidal de 0,00005 a 1,5 por ciento en peso, o 0,0005 a 1 por ciento en peso, o 0,005 a 0,05 por ciento en peso, por peso seco de fibra en la pasta celulósica, y en ciertas modalidades de al menos 0,00005, o al menos 0,0005, o al menos 0,005, o al menos 0,05, hasta 0,5, o hasta 1, o hasta 1,5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica.

La retención de cenizas de primer paso ("retención de cenizas de primer paso" o "FPAR") es un parámetro que es importante para los fabricantes de papel cuando determinan la retención de relleno en la pasta celulósica y, en consecuencia, en la hoja celulósica. El producto de sílice coloidal acuoso añadido a la pasta celulósica permite una mayor retención de cenizas de primer paso, sin afectar negativamente al drenaje de agua de la pasta celulósica. De hecho, se ha descubierto que el producto de sílice coloidal acuoso de la presente descripción ayuda en el drenaje de agua de la pasta celulósica.

Además, la retención de cenizas de primer paso puede usarse para calcular una relación de reemplazo de retención de cenizas de primer paso, que es una relación de la cantidad de dosis de micropartículas necesaria para lograr una retención de cenizas de primer paso equivalente cuando se utiliza el producto de sílice coloidal acuoso de la presente descripción en comparación con cuando se utiliza un producto de sílice coloidal acuoso producido mediante el uso del proceso discontinuo conocido en la técnica (como las Patentes de Estados Unidos 6,372,089 y 6,372,806). La relación de reemplazo de retención de cenizas de primer paso se ilustra en la Ecuación 1 a continuación:

*Relación de reemplazo de FPAR*

$$= \frac{\text{Dosis de micropartículas para hojas celulósicas que utilizan AqCSP inventivo para lograr x FPAR}}{\text{Dosis de micropartículas para hojas celulósica que utiliza AqCSP discontinuo para lograr x FPAR}} \quad (1)$$

Como puede deducirse de la Ecuación 1 y como se ilustra en la Figura 1, se muestra una mejora en la retención de cenizas de primer paso cuando la relación de reemplazo de FPAR es menor que uno. Para hojas celulósicas que utilizan un producto de sílice coloidal acuoso "discontinuo" y logran una retención de cenizas de primer paso del 90 %, la dosis de micropartículas requerida para lograr el 90 % de FPAR es de aproximadamente 0,72 kg (1,6 lb) de micropartículas por tonelada de la pasta celulósica, basada en fibras celulósicas secas. En ciertas modalidades, se ha demostrado que las hojas celulósicas que incorporan el producto de sílice coloidal acuoso de la presente descripción, y en la misma cantidad de sólidos de sílice coloidal por peso seco de fibra, son capaces de lograr un FPAR del 90 % de 0,40 a 0,54 kg (0,9 a 1,2 lb) de micropartículas por tonelada de peso seco de fibra en la pasta celulósica. Por tanto, en ciertas modalidades, la relación de sustitución de FPAR para una hoja celulósica que incorpora el producto de sílice coloidal acuoso de la invención está en el intervalo de 0,5 a 0,8.

## Ejemplos

Lo anterior puede entenderse mejor haciendo referencia a los siguientes ejemplos, que se presentan con fines ilustrativos y no pretenden limitar el alcance de la invención. En particular, los ejemplos demuestran ejemplos representativos de principios innatos de la invención y estos principios no se limitan estrictamente a la condición específica mencionada en estos ejemplos.

### Ejemplo 1:

Preparación de un sol de sílice coloidal de la invención. Se prepararon productos de sílice coloidal acuosos de la invención (Muestras 7-15 en la Tabla 1) mediante el uso del procedimiento semidiscontinuo a escala de laboratorio descrito a continuación. Cargue un recipiente de reacción con 600 ml de resina de intercambio iónico Amberlite® IRC84SP (disponible en Dow) en su forma de sodio. Se sigue el procedimiento del fabricante para regenerar la resina a la forma de hidrógeno de manera que la regeneración sea completa al menos en un 40 por ciento. Enjuague la resina limpia con agua y drene el agua. Cargue 190-380 gramos de agua en el recipiente y comience a mezclar el contenido del recipiente para suspender la resina. A continuación, caliente el contenido del reactor a 37,77-71,11 °C (100-160 grados F). Cargue el recipiente de reacción (durante un período de aproximadamente 2-20 minutos) con 186-505 gramos de silicato de sodio (que tiene una relación molar de SiO<sub>2</sub> a Na<sub>2</sub>O de 3,26 y un pH de 11,2). Después de 1-45 min, cargue el recipiente de reacción (durante un período de aproximadamente 5-30 minutos) con 13-160 gramos de silicato de sodio. Revuelva el contenido del recipiente de reacción durante otros 10-180 minutos. Después, retire el contenido del recipiente de reacción y separe el producto de sílice coloidal de la resina de intercambio iónico a través de una bolsa de filtro.

Preparación de un sol de sílice coloidal mediante el uso de un proceso discontinuo convencional. Para muestras comparativas producidas mediante el método discontinuo (Muestra comparativa 1-6). Cargue un recipiente de reacción con 600 ml de resina de intercambio iónico Amberlite® IRC84SP (disponible en Dow) en su forma de sodio. Se sigue el procedimiento del fabricante para regenerar la resina a la forma de hidrógeno de manera que la regeneración sea completa al menos en un 40 por ciento. Enjuague la resina limpia con agua y drene el agua. Cargue 190-380 gramos de agua en el recipiente y comience a mezclar el contenido del recipiente para suspender la resina. A continuación, caliente el contenido del reactor a 37,77-71,11 °C (100-160 °F). Cargue el recipiente de reacción (durante un período de aproximadamente 2-20 minutos) con 266-532 gramos de silicato de sodio (que tiene una relación molar de SiO<sub>2</sub> a Na<sub>2</sub>O de 3,26 y un pH de 11,2). Revuelva el contenido en el recipiente de reacción

durante otros 10-180 minutos. Después, retire el contenido del recipiente de reacción y separe el producto de sílice coloidal de la resina de intercambio iónico a través de una bolsa de filtro.

Tabla 1. Muestras a escala de laboratorio preparadas mediante el método discontinuo (Muestras comparativas 1-6) o el Método inventivo semidiscontinuo (Muestras 7-8, 1015 y Muestra comparativa 9)

Muestra	Adición de SiO <sub>2</sub> , Discontinuo ("B") o Semidiscontinuo ("S")	Concentración de sólidos de sílice coloidal (% en peso)	pH	Viscosidad (mPas) (cP)	Conductividad, μS/cm	Área superficial específica (m <sup>2</sup> /g)	Valor S (%)
1	B	16,02	10,26	41,2	5560	831	25,8
2	B	16,37	10,46	22,2	6610	850	27,2
3	B	16,05	11,13	50	10.260	870	18,9
4	B	16,49	10,78	25	6870	869	26,5
5	B	16,68	10,14	25	6710	888	27,9
6	B	17,07	n/a	58	n/a	n/a	28,0
7	S	16,80	10,48	5,46	7210	832	33,1
8	S	16,5	10,22	10,3	6400	836	33,1
9	S	16,4	10,11	13,2	5330	719	32,6
10	S	16,4	10,39	9,2	6180	770	30,7
12	S	17,2	10,24	15,6	6700	836	29,6
13	S	16,5	9,9	16,5	5820	777	32,6
14	S	16,7	9,9	13,8	5810	789	34,8
15	S	17,1	10,21	11,4	6500	846	33,0

Como puede observarse en la Tabla 1, todas las muestras preparadas por el método discontinuo convencional que alcanzan al menos un 16 % de sólidos de sílice coloidal (*por ejemplo*, Muestras comparativas 1-6) no cumplen el límite superior reivindicado relacionado con la viscosidad. Sin embargo, las Muestras 7-8, 1015 y la Muestra Comparativa 9, preparadas mediante el uso del método semidiscontinuo descrito en la presente, alcanzaron inesperadamente 16-18 por ciento en peso de sólidos de sílice coloidal mientras cumplían con las limitaciones de la reivindicación indicadas para la viscosidad (4-20 mPas (cP)), Valor S (26-40 %), y área superficial específica de los sólidos de sílice coloidal (750-850 m<sup>2</sup>/g).

#### Ejemplo 2:

Para el Ejemplo 2, se prepararon productos de sílice coloidal acuosa de la invención (Muestras 16-17, 19-29 y Muestra Comparativa 18 en la Tabla 2) mediante el uso del siguiente procedimiento semidiscontinuo a escala piloto. Cargue un recipiente de reacción con 700,3 litros (185 galones) de resina de intercambio iónico Amberlite® IRC84SP (disponible de Dow) en su forma de sodio. Se sigue el procedimiento del fabricante para regenerar la resina a la forma de hidrógeno de manera que la regeneración sea completa al menos en un 40 por ciento. Enjuague la resina limpia con agua y drene el agua. Cargue 309,80-525,25 kg (683-1158 lbs) de agua en el recipiente y comience a mezclar el contenido del recipiente para suspender la resina. A continuación, caliente el contenido del reactor a 37,77-71,11 (100-160 grados F). Cargue el recipiente de reacción (durante un período de aproximadamente 2-20 minutos) con 260,36-598,74 kg (574-1320 libras) de silicato de sodio (que tiene una relación molar de SiO<sub>2</sub> a Na<sub>2</sub>O de 3,26 y un pH de 11,2). Después de 1-45 min, cargue el recipiente de reacción (durante un período de aproximadamente 5-30 minutos) con 18,59-189,14 kg (41-417 lbs) de silicato de sodio. Revuelva el contenido en el recipiente de reacción durante otros 10-180 minutos. Después, retire el contenido del recipiente de reacción desde la parte inferior a través del tamiz.

Tabla 2: Muestras a escala piloto preparadas a través del método inventivo semidiscontinuo

Muestra	Concentración de sólidos de sílice coloidal (% en peso)	pH	Viscosidad (mPas) (cP)	Área superficial específica (m <sup>2</sup> /g)	Valor S (%)
16	17,8	10,7	11	766	34,0
17	17,3	10,6	14	773	30,9
18	17,3	10,6	15	720	33,0
19	16,7	10,7	11	773	29,7
20	17,4	10,7	11	762	35,0
21	17,1	10,6	20	788	30,0
22	17,4	10,7	18	801	27,0
23	17,1	10,7	20	793	29,0
24	17,2	10,8	12	812	32,0
25	17,0	10,6	9	758	34,0
26	17,1	10,7	10	780	33,4
27	17,2	10,7	13	777	31,1
28	16,8	10,7	9	782	33,6
29	16,9	10,6	11	785	33,0

Como puede observarse en la Tabla 2, cada una de las muestras a escala piloto alcanzó los parámetros reivindicados incluso con sólidos de sílice coloidal tan altos como aproximadamente el 18 % (Muestra 16).

Ejemplo 3:

Se utilizaron una muestra control, las Muestras 17 y 19 y la Muestra comparativa 18 del Ejemplo 2 en experimentos de comparación relacionados con la retención de cenizas de primer paso de cada una. Cada una de las muestras se dosificó sobre un material celulósico.

Como puede observarse, puede lograrse una retención de cenizas de primer paso del 90 % mediante el uso de aproximadamente 0,5 a 0,8 de la dosificación de micropartículas (relación de reemplazo de FPAR) para cada una de las Muestras 17 y 19 y la Muestra Comparativa 18, en comparación con la muestra control. Estos resultados se demuestran gráficamente en la Figura 1.

Dosificación de micropartículas, kg de micropartículas por 1000 kg (lb micropartículas/tonelada)	Retención de cenizas de primer paso (%)				
	Control	Muestra 17	Muestra 18	Muestra 19	
0	73,5	73,5	73,5	73,5	
0,11 (0,25)	79,2	76,3	76,7	79,1	
0,22 (0,5)	80,5	82,7	83,0	84,0	
0,45 (1)	85,5	90,4	88,2	90,4	
0,68 (1,5)	89,3	95,1	94,9	94,6	
0,90 (2)	92,2	94,8	94,9	96,9	

Como puede observarse, los productos de sílice coloidal acuosa de la invención preparados mediante el uso del método de producción de la invención proporcionaron resultados superiores en comparación con la muestra control.

En la medida en que los términos "incluir", "incluye" o "incluido" se usan en la descripción o en las reivindicaciones, se pretende que sean inclusivos de una manera similar a la del término "que comprende" tal como se interpreta ese término cuando se emplea como una palabra de transición en una reivindicación. Además, en la medida en que se emplee el término "o" (*por ejemplo*, A o B), se pretende que signifique "A o B o ambos A y B". Cuando los solicitantes pretendan indicar "solo A o B pero no ambos", entonces se empleará el término "solo A o B pero no ambos". Por lo tanto, el uso del término "o" en la presente descripción es el uso inclusivo, y no el uso exclusivo. Además, en la medida en que los términos "en" o "dentro" se usan en la descripción o en las reivindicaciones, se pretende que además signifiquen "en" o "sobre."

## REIVINDICACIONES

1. Un producto de sílice coloidal acuoso que comprende agua y de 16 a 18 por ciento en peso de sólidos de sílice coloidal, en donde el producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad en el intervalo de 4 a 20 mPa·s (cps) y un valor S en el intervalo de 26 a 40 %, en donde los sólidos de sílice coloidal tienen un área superficial específica en el intervalo de 750 a 850 m<sup>2</sup>/g.
2. El producto de sílice coloidal acuoso de la reivindicación 1, que comprende además un metal alcalino, preferentemente en donde el metal alcalino está presente en una cantidad suficiente para proporcionar una relación molar de sílice a metal alcalino en el intervalo de 50:1 a 5:1
3. El producto de sílice coloidal acuoso de la reivindicación 1, en donde el producto de sílice coloidal acuoso tiene una viscosidad en el intervalo de 4 a 18 mPa·s (cps), en donde el producto de sílice coloidal acuoso comprende de 17 a 18 por ciento en peso de sólidos de sílice coloidal, o en donde el producto de sílice coloidal acuoso tiene una relación de por ciento en peso de sólidos de sílice coloidal a viscosidad cps en el intervalo de 1:2 a 4:1.
4. El producto de sílice coloidal acuoso de la reivindicación 1, en donde el producto de sílice coloidal acuoso tiene un pH en el intervalo de 9 a 11, preferentemente en donde el producto de sílice coloidal acuoso tiene un pH en el intervalo de 10 a 11.
5. Un método para producir un producto de sílice coloidal acuoso, el método comprende:
  - primero, añadir una primera cantidad de silicato de metal alcalino al agua y una resina de intercambio iónico catiónico parcialmente regenerada con agitación, lo que forma por consiguiente una primera composición intermedia que comprende una primera parte del producto de sílice coloidal acuoso, en donde la primera composición intermedia tiene una temperatura en el intervalo de 38 a 71 °C (100 a 160 grados Fahrenheit) y un pH en el intervalo de 8 a 14, y la primera cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una primera velocidad suficiente para permitir que la primera adición dure de 1 a 45 minutos;
  - segundo, después de 0 a 90 minutos, añadir una segunda cantidad de silicato de metal alcalino a la primera composición intermedia con agitación, lo que forma por consiguiente una segunda composición intermedia que comprende una segunda parte del producto de sílice coloidal acuoso, en donde la segunda composición intermedia tiene una temperatura en el intervalo de 38 a 71 °C (100 a 160 grados Fahrenheit) y un pH en el intervalo de 9 a 11, y la segunda cantidad de silicato de metal alcalino se añade a una segunda velocidad suficiente para permitir que la segunda adición dure de 5 a 120 minutos;
  - después de 0 minutos a 24 horas, separar la primera parte y la segunda parte de productos de sílice coloidal acuosos de la segunda composición intermedia, lo que produce por consiguiente el producto de sílice coloidal acuoso;
  - en donde la primera cantidad y la segunda cantidad comprenden una cantidad total, la primera cantidad está en el intervalo de 60 a 95 por ciento en peso de la cantidad total.
6. El método de la reivindicación 5, en donde la primera parte y la segunda parte de productos de sílice acuosos se separan de la segunda composición intermedia a través de filtración mediante el uso de un tamiz o tubería ranurada.
7. El método de la reivindicación 5, en donde la segunda composición intermedia se deja agitar durante un tiempo en el intervalo de 0 minutos a 75 minutos.
8. El método de la reivindicación 5, en donde la primera composición intermedia tiene un pH en el intervalo de 9 a 11.
9. El método de la reivindicación 5, en donde la primera velocidad es suficiente para permitir que la adición de la primera cantidad de silicato de metal alcalino dure de 2 a 10 minutos, y/o en donde la segunda velocidad es suficiente para permitir que la adición de la segunda cantidad de silicato de metal alcalino dure de 10 a 40 minutos.
10. Un método para elaborar una hoja celulósica, el método comprende:
  - preparar una pasta celulósica que contiene de 0,01 a 1,5 por ciento en peso de fibra celulósica;
  - añadir a la pasta celulósica una cantidad del producto de sílice coloidal acuoso de la reivindicación 1 suficiente para lograr una concentración de sólidos de sílice coloidal de 0,00005 a 1,5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica, y una cantidad de un floculante polimérico soluble en agua suficiente para lograr una concentración de floculante polimérico soluble en agua de 0,001 a 5 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica, en donde el floculante polimérico soluble en agua tiene un peso molecular en el intervalo de 500 000 a 30 millones de daltons; y

deshidratar la pasta celulósica para obtener una hoja celulósica.

- 5
11. El método de la reivindicación 10, en donde la cantidad de producto de sílice coloidal acuoso añadida a la pasta celulósica es suficiente para lograr una concentración de sólidos de sílice coloidal de 0,005 a 1 por ciento en peso por peso seco de fibra en la pasta celulósica.
- 10
12. El método de la reivindicación 10, en donde el producto de sílice coloidal tiene una relación de reemplazo de retención de cenizas de primer paso en el intervalo de 0,5 a 0,8 con respecto a un producto de sílice coloidal acuoso discontinuo.
- 15
13. El método de la reivindicación 10, en donde el producto de sílice coloidal logra una retención de cenizas de primer paso de al menos el 90 % con respecto a un producto de sílice coloidal acuoso discontinuo cuando se dosifican micropartículas en la pasta celulósica a una concentración de 0,40 a 0,54 kg por 1000 kg (0,9 a 1,2 libras por tonelada) de peso seco de fibra en la pasta celulósica.
14. El método de la reivindicación 10, en donde se añade un almidón catiónico a la pasta celulósica en una cantidad suficiente para lograr una concentración de almidón catiónico de 0,005 a 5 por ciento en peso de almidón catiónico por peso seco de fibra en la pasta celulósica.

**Figura 1**

