



(12)发明专利

(10)授权公告号 CN 105452167 B

(45)授权公告日 2017.09.22

(21)申请号 201480045434.1

(22)申请日 2014.08.20

(65)同一申请的已公布的文献号  
申请公布号 CN 105452167 A

(43)申请公布日 2016.03.30

(30)优先权数据  
13181479.0 2013.08.23 EP  
13188730.9 2013.10.15 EP

(85)PCT国际申请进入国家阶段日  
2016.02.16

(86)PCT国际申请的申请数据  
PCT/EP2014/067695 2014.08.20

(87)PCT国际申请的公布数据  
W02015/024951 EN 2015.02.26

(73)专利权人 阿克佐诺贝尔化学国际公司  
地址 荷兰阿纳姆

(72)发明人 E·圣尼 F·汉森

(74)专利代理机构 北京市中咨律师事务所  
11247

代理人 刘娜 刘金辉

(51)Int.Cl.  
C01B 33/141(2006.01)  
C01B 33/145(2006.01)  
D21H 17/37(2006.01)  
D21H 17/68(2006.01)  
D21H 21/10(2006.01)

(56)对比文件  
CN 1349479 A,2002.05.15,全文.  
US 2005/0228057 A1,2005.10.13,全文.  
审查员 袁超

权利要求书2页 说明书12页

(54)发明名称  
二氧化硅溶胶

(57)摘要

本发明涉及pH为约10以上、SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比(其中M为碱金属)为约6:1-约16:1、可溶性二氧化硅的浓度为约3000mg SiO<sub>2</sub>/l以上和S值为约18-约40%的二氧化硅溶胶。本发明还涉及制备二氧化硅溶胶的方法,包括将碱金属硅酸盐水溶液酸化至pH 1-4形成酸溶胶,通过加入碱金属硅酸盐水溶液将酸溶胶碱化获得中间体溶胶,且当中间体溶胶达到pH约5-约8时中止加入碱金属硅酸盐水溶液,在不加入碱金属硅酸盐水溶液的情况下搅拌中间体溶胶约10-约6000秒时间,通过加入碱金属硅酸盐水溶液将中间体溶胶碱化获得pH为约10以上和SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比(其中M为碱金属)为约6:1-约16:1的二氧化硅溶胶,和任选将铝化合物加入酸溶胶、中间体溶胶或二氧化硅溶胶中。本发明还涉及可通过本发明方法获得的二氧化硅溶胶。本发明还涉及二氧化硅溶胶作为絮凝剂,在水净化以及制备纸和板中的用途。本

发明还涉及制备纸和板的方法,包括:(i)提供包含纤维素纤维的含水悬浮液;(ii)向悬浮液加入一种或多种包含二氧化硅溶胶的助滤和助留剂;和(iii)使所得悬浮液脱水以提供纸或板的片或幅。

CN 105452167 B

1. 一种二氧化硅溶胶,其pH为10以上, $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比为6:1-16:1,其中M为碱金属,可溶性二氧化硅的浓度为3000mg  $\text{SiO}_2/\text{L}$ 以上和S值为18-40%,其中S值表示聚集或微凝胶形成的程度。

2. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶包含Al。

3. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶包含利用铝改性的二氧化硅颗粒。

4. 根据权利要求1或2的二氧化硅溶胶,其中溶胶的Si:Al摩尔比为25:1-250:1。

5. 根据权利要求1或2的二氧化硅溶胶,其中溶胶的Si:Al摩尔比为50:1-200:1。

6. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶包含基本不含铝的二氧化硅颗粒。

7. 根据权利要求6的二氧化硅溶胶,其中二氧化硅溶胶的Si:Al摩尔比为至少400:1。

8. 根据权利要求6的二氧化硅溶胶,其中二氧化硅溶胶的Si:Al摩尔比为至少500:1。

9. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶包含比表面积为至少 $500\text{m}^2/\text{g}$ 的二氧化硅颗粒。

10. 根据权利要求9的二氧化硅溶胶,其中溶胶包含比表面积为 $750-1300\text{m}^2/\text{g}$ 的二氧化硅颗粒。

11. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶的二氧化硅含量为3-20重量%。

12. 根据权利要求11的二氧化硅溶胶,其中溶胶的二氧化硅含量为5-15重量%。

13. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶的pH为10.5-11.5。

14. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶的S值为至少20%。

15. 根据权利要求14的二氧化硅溶胶,其中溶胶的S值为26-38%。

16. 根据权利要求14的二氧化硅溶胶,其中溶胶的S值为30-35%。

17. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶的 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比为8:1-15:1,其中M为碱金属。

18. 根据权利要求17的二氧化硅溶胶,其中溶胶的 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比为10:1-14:1,其中M为碱金属。

19. 根据权利要求17的二氧化硅溶胶,其中M为钠。

20. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶的可溶性二氧化硅的浓度为至少3500mg  $\text{SiO}_2/\text{L}$ 。

21. 根据权利要求20的二氧化硅溶胶,其中溶胶的可溶性二氧化硅的浓度为4000-12000mg  $\text{SiO}_2/\text{L}$ 。

22. 根据权利要求20的二氧化硅溶胶,其中溶胶的可溶性二氧化硅的浓度为4500-6000mg  $\text{SiO}_2/\text{L}$ 。

23. 根据权利要求1的二氧化硅溶胶,其中溶胶的电导率为至少4.0mS/cm。

24. 根据权利要求23的二氧化硅溶胶,其中溶胶的电导率为6.0-10.0mS/cm。

25. 一种制备根据权利要求1的二氧化硅溶胶的方法,包括:

(a) 将碱金属硅酸盐水溶液酸化至pH 1-4形成酸溶胶,

(b) 通过加入碱金属硅酸盐水溶液将酸溶胶碱化获得中间体溶胶,且当中间体溶胶达到pH为5-8时中止加入碱金属硅酸盐水溶液,

(c) 在不加入碱金属硅酸盐水溶液的情况下搅拌中间体溶胶10-6000秒,获得颗粒聚集和/或微凝胶形成,和

(d) 通过加入碱金属硅酸盐水溶液将中间体溶胶碱化获得pH为10以上和 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比为6:1-16:1的二氧化硅溶胶,其中M为碱金属,可溶性二氧化硅的浓度为3000mg  $\text{SiO}_2/\text{L}$ 以上和S值为18-40%,其中S值表示聚集或微凝胶形成的程度。

26. 根据权利要求25的方法,其中在步骤(a)中将酸性阳离子交换剂用于酸化碱金属硅酸盐水溶液。

27. 根据权利要求25的方法,其中在步骤(b)中中间体溶胶达到pH为6-8。

28. 根据权利要求25的方法,还包括将铝化合物加入酸溶胶、中间体溶胶或二氧化硅溶胶。

29. 根据权利要求25的方法,其中所述方法包括将铝化合物加入酸溶胶、中间体溶胶或二氧化硅溶胶。

30. 根据权利要求29的方法,其中在不加入碱金属硅酸盐水溶液的情况下将铝化合物加入进行搅拌的中间体溶胶中,或在加入碱金属硅酸盐水溶液碱化中间体溶胶的同时将铝化合物加入。

31. 根据权利要求25的方法,其中铝化合物以获得 $\text{Si}:\text{Al}$ 摩尔比为25:1-250:1的二氧化硅溶胶的量加入。

32. 根据权利要求31的方法,其中铝化合物以获得 $\text{Si}:\text{Al}$ 摩尔比为50:1-200:1的二氧化硅溶胶的量加入。

33. 根据权利要求1-24中任一项的二氧化硅溶胶作为絮凝剂的用途。

34. 根据权利要求33的用途,其中絮凝剂用于水净化中。

35. 根据权利要求1-24中任一项的二氧化硅溶胶在制备纸和板中的用途。

36. 根据权利要求1-24中任一项的二氧化硅溶胶在制备纸和板中作为助滤和助留剂的用途。

37. 一种制备纸和板的方法,包括:

(i) 提供包含纤维素纤维的含水悬浮液;

(ii) 向悬浮液加入一种或多种包含根据权利要求1-24中任一项的二氧化硅溶胶的助滤和助留剂;和

(iii) 使所得悬浮液脱水以提供纸或板的片或幅。

38. 根据权利要求37的方法,其中所述一种或多种助滤和助留剂包含阳离子聚合物。

39. 根据权利要求38的方法,其中所述阳离子聚合物为阳离子淀粉和/或阳离子合成聚合物。

40. 根据权利要求38的方法,其中所述阳离子聚合物为阳离子聚丙烯酰胺。

41. 根据权利要求37的方法,其中所述一种或多种助滤和助留剂包含阴离子聚合物。

42. 根据权利要求41的方法,其中所述阴离子聚合物为阴离子聚丙烯酰胺。

43. 根据权利要求37-42中任一项的方法,还包括向悬浮液加入铝化合物。

44. 根据权利要求43的方法,其中所述铝化合物为明矾。

45. 根据权利要求43的方法,其中所述铝化合物为聚氯化铝。

## 二氧化硅溶胶

### 发明领域

[0001] 本发明涉及二氧化硅溶胶及其制备和用途。本发明提供了在造纸中适用作絮凝剂,特别是助滤和助留剂的二氧化硅溶胶。

### [0002] 发明背景

[0003] 在造纸领域中,将包含纤维素纤维以及任选的填料和添加剂的含水悬浮液供入将纤维素悬浮液喷于成形网上的流浆箱中。从纤维素悬浮液中排出水以提供湿纸幅,所述湿纸幅在造纸机的干燥段中进一步脱水并干燥。通常将助滤和助留剂引入纤维素悬浮液中以利于排水并提高细粒在纤维素纤维上的吸附以使其随纤维保留。

[0004] 二氧化硅溶胶广泛用作助滤和助留剂,通常与带电荷的有机聚合物组合使用。此类添加剂体系目前最有效用于造纸工业中。本领域已知的二氧化硅溶胶的实例包括美国专利号4,388,150和6,372,806以及国际专利申请公开号91/07350、91/07351、94/05596、98/30753、98/56715、00/66491、00/66492、2005/097678、2005/100241、2008/150230和2010/006994公开的那些。

[0005] 理想的是提供在纸和板的制备中具有改善的滤水和保留性能的二氧化硅溶胶。还理想的是提供制备该二氧化硅溶胶的方法。还理想的是提供制备具有改善的滤水和保留性能的纸和板的方法。

### [0006] 发明概述

[0007] 本发明总体涉及pH为约10以上、 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比(其中M为碱金属)为约6-约16、可溶性二氧化硅的浓度为约3000mg  $\text{SiO}_2/1$ 以上和S值为约18-约40%的二氧化硅溶胶。

[0008] 本发明还涉及制备二氧化硅溶胶的方法,所述方法包括:

[0009] (a) 将碱金属硅酸盐水溶液酸化至pH 1-4以形成酸溶胶,

[0010] (b) 通过加入碱金属硅酸盐水溶液将酸溶胶碱化获得中间体溶胶,且当中间体溶胶达到pH为约5-约8时中止加入碱金属硅酸盐水溶液,

[0011] (c) 在不加入碱金属硅酸盐水溶液的情况下,搅拌中间体溶胶约10-约6000秒的时间,

[0012] (d) 通过加入碱金属硅酸盐水溶液将中间体溶胶碱化获得pH为约10以上和 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比(其中M为碱金属)为约6:1-约16:1的二氧化硅溶胶,和

[0013] (e) 任选将铝化合物加入酸溶胶、中间体溶胶或二氧化硅溶胶中。

[0014] 本发明还涉及可通过本发明方法获得的二氧化硅溶胶。

[0015] 本发明还涉及本发明二氧化硅溶胶在水净化中作为絮凝剂以及在纸和板制备中作为助滤和助留剂的用途。

[0016] 本发明总体还涉及制备纸和板的方法,所述方法包括:

[0017] (i) 提供包含纤维素纤维的含水悬浮液;

[0018] (ii) 向悬浮液加入一种或多种包含本发明二氧化硅溶胶的助滤和助留剂;和

[0019] (iii) 使所得悬浮液脱水以提供纸或板的片或幅。

### [0020] 发明详述

[0021] 根据本发明,提供了二氧化硅溶胶,本文也称作“溶胶”、“二氧化硅颗粒的溶胶”或“包含二氧化硅颗粒的溶胶”,其适用作絮凝剂,例如在造纸和水净化中,特别是在造纸中作为助滤和助留剂。本文所用的术语“助滤和助留剂”指一种或多种添加剂,当将其加入含水纤维素悬浮液中时,得到比没有加入所述一种或多种添加剂时所得的更好的滤水和/或保留。

[0022] 当在纸和板的制备中用作添加剂时,本发明二氧化硅溶胶提供了几个改进,特别是当从具有低电导率和/或阳离子需求量的纤维素悬浮液制备纸和板时。此类纤维素悬浮液常用于从化学纸浆和再循环纤维纸浆制备纸和板,例如在非综合纸和板工厂和使用大量再循环纤维的工厂中。使用根据本发明的二氧化硅溶胶使得可提高滤水(脱水)和保留,降低在干燥工段中的蒸汽消耗和/或提高纸和板制造机的速度,使用更少量添加剂以获得相应滤水和保留效果,和改善纸和板形成,由此导致制备纸和板的改善方法、制备的纸和板的改善品质以及经济效益。本发明二氧化硅溶胶也表现出改善的稳定性,特别是当用水稀释时,以及对沉淀、聚集和胶凝的改善稳定性。本发明在此提供了就二氧化硅溶胶的应用和用途而言的益处。

[0023] 优选根据本发明的溶胶为含水的。溶胶包含二氧化硅颗粒,即二氧化硅或 $\text{SiO}_2$ 的颗粒或基于二氧化硅或 $\text{SiO}_2$ 的颗粒,其优选为阴离子的且优选为胶态的,即在粒度的胶态范围内。这种含水分散体一般称作溶胶。优选二氧化硅颗粒通过含硅化合物如硅酸和硅酸盐的缩聚制备。其它元素或组分也可存在于溶胶的水相和/或二氧化硅颗粒中。这些元素或组分可作为杂质或故意引入或改性的结果存在。

[0024] 本发明二氧化硅溶胶的pH为至少约10.0,或至少约10.2,一般为至少约10.5。一般而言,二氧化硅溶胶的pH为至多约11.5,更通常至多约11.3,通常约11.0。

[0025] 本发明二氧化硅溶胶的 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 摩尔比(其中M为碱金属)为至少约6:1,合适地至少约8:1,优选至少约10:1。 $\text{SiO}_2:\text{M}_2\text{O}$ 的摩尔比一般为至多16:1,合适地至多约15:1或至多约14:1。碱金属M可为锂、钠、钾和其混合,优选钠,且上文所定义的摩尔比优选为 $\text{SiO}_2:\text{Na}_2\text{O}$ 摩尔比。

[0026] 本发明二氧化硅溶胶的可溶性二氧化硅的浓度为至少约3,000mg  $\text{SiO}_2$ /升液体溶胶(mg  $\text{SiO}_2$ /l),一般为至少约3,500mg  $\text{SiO}_2$ /l或至少约4,000mg  $\text{SiO}_2$ /l。可溶性二氧化硅的浓度可为至多约12,000mg  $\text{SiO}_2$ /l,一般至多约10,000mg  $\text{SiO}_2$ /l或至多约8,000mg  $\text{SiO}_2$ /l,合适地是至多约6,000mg  $\text{SiO}_2$ /l。二氧化硅溶胶优选为含水的,且上述值优选为每升含水溶胶(mg  $\text{SiO}_2$ /l)。可溶性二氧化硅的浓度如J.B.Mullin和J.P.Riley在Anal.Chim.Acta,第12卷(1955),第162-176页中所述利用UV-VIS分光光度计Helios Alfa, Unicam测量和计算。

[0027] 本发明二氧化硅溶胶的电导率一般为至少约3.0mS/cm或至少约4.0mS/cm,合适地是至少约5.0或至少约6.0mS/cm,优选至少约7.0mS/cm。一般而言,电导率为至多约12.0mS/cm,合适地是至多约10.0mS/cm。电导率可借助已知技术测量,例如使用电导计CDM92, Radiometer, Copenhagen。

[0028] 本发明二氧化硅溶胶的S值一般为至少约18%或至少约20%,合适地是至少约26%或至少约30%。一般而言,S值为至多约40%或至多约38%,合适地是至多约35%。S值根据R.K.Iler和R.L Dalton在J.Phys.Chem.60(1956),955-957中所述进行测量并计算。二

氧化硅溶胶的S值表示聚集或微凝胶形成的程度,较低的S值表示较高的聚集或微凝胶形成程度。

[0029] 本发明二氧化硅溶胶可包含铝,且二氧化硅溶胶可利用铝改性。铝可存在于溶胶的连续相或水相和/或二氧化硅颗粒中。合适地是,二氧化硅溶胶包含利用铝改性的二氧化硅颗粒,优选二氧化硅颗粒利用铝表面改性。如果二氧化硅溶胶包含铝,和如果如上文所定义溶胶和/或二氧化硅颗粒利用铝改性,二氧化硅溶胶的Si:Al摩尔比一般为至少约4:1或至少约25:1,合适地是至少约50:1,优选至少75:1,且Si:Al摩尔比可为至多约400:1,一般至多约250:1,合适地是至多约200:1,优选至多约150:1。

[0030] 或者,本发明二氧化硅溶胶可不含或基本上不含铝,且二氧化硅溶胶可包含没有利用铝改性的二氧化硅颗粒。这意味着铝可作为杂质存在于溶胶,溶胶的连续相或水相和/或二氧化硅颗粒中,二氧化硅溶胶的Si:Al摩尔比则一般为至少约400:1或至少约500:1,合适地是至少约600:1,取决于用于制备二氧化硅溶胶的原料的性能。

[0031] 溶胶的二氧化硅颗粒的比表面积一般为至少约300m<sup>2</sup>/g或至少约500m<sup>2</sup>/g,合适地是至少约600m<sup>2</sup>/g,优选至少约750m<sup>2</sup>/g。比表面积一般为至多1500m<sup>2</sup>/g或至少约1300m<sup>2</sup>/g,合适地是至多约1100m<sup>2</sup>/g。比表面积如G.W.Sears,Jr.在Analytical Chemistry 28 (1956):12,1981-1983中所述通过用NaOH滴定,在例如如Sears和美国专利号5,176,891所述适当除去或调整可干扰滴定的存在于试样中的任何化合物如铝和硼化合物以后测量。本文中给出的比表面积表示存在于溶胶中的二氧化硅颗粒的平均比表面积。

[0032] 本发明二氧化硅溶胶的二氧化硅(SiO<sub>2</sub>)含量一般为至少约2重量%或至少3重量%,合适地是至少约5重量%或至少约8重量%,优选至少约10重量%。一般而言,二氧化硅含量为至多约30重量%或至多约20重量%,合适地是至多约15重量%。为了简化运送和降低运输成本,一般优选运送本发明高浓度二氧化硅溶胶,但也可在使用前利用水稀释二氧化硅溶胶和与水混合至明显更低的二氧化硅含量,例如约0.05-约2重量%或约0.1-1.5重量%的二氧化硅含量。在制备纸和板的方法中使用前利用水稀释和与水混合可导致与纤维素悬浮液的配料组分的良好混合。与本发明二氧化硅溶胶相关的一个优势在于其对利用水稀释的敏感性更低,特别是常用于造纸工业的包含大量钙的水,且本发明二氧化硅溶胶由此表现出对沉淀的改善稳定性,以及在可导致聚集和胶凝的升高温度下经历长期存储。

[0033] 与本发明二氧化硅溶胶相关的另一优势在于可原样或以高二氧化硅含量加入纤维素悬浮液中,即不利用水稀释和与水混合,且仍导致与纤维素悬浮液的配料组分的良好或改善混合。

[0034] 本发明二氧化硅溶胶的粘度可根据例如溶胶的二氧化硅含量变化。粘度通常为至少约2cP,或至少约3cP,合适地是至少3.5cP。一般而言,粘度为至多约15cP或至多约10cP,合适地是至多约8.0cP。粘度可借助已知技术测量,例如利用布鲁克菲尔德粘度计LVDV-II+Pro,ULA(00)锭子。

[0035] 根据本发明,二氧化硅溶胶可使用碱金属硅酸盐作为原料通过包括酸化,碱化,颗粒形成,颗粒生长,颗粒聚集和微凝胶形成,任选铝改性和任选浓缩的方法制备。优选原料为碱金属硅酸盐的水溶液或水玻璃。合适碱金属硅酸盐的实例包括硅酸锂、硅酸钠、硅酸钾及其混合物,优选硅酸钠。碱金属硅酸盐的SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比(其中M为碱金属)一般为约1:1-约15:1,合适地是约1.5:1-约4.5:1,优选约2.5:1-约4.0:1。所用碱金属硅酸盐水溶液的

SiO<sub>2</sub>含量一般为约1-约35重量%，合适地是约3-约30重量%。碱金属硅酸盐水溶液的pH一般为约12以上，通常为约13以上。

[0036] 在所述方法中，将碱金属硅酸盐水溶液进行酸化。在酸化过程中，优选发生二氧化硅颗粒形成和生长。酸化可通过加入矿物酸进行，例如硫酸、盐酸和磷酸，和/或借助已知用于酸化的其它化学品进行，例如硫酸铵和二氧化碳。优选酸化借助酸性阳离子交换剂进行。酸化优选借助强酸性阳离子交换树脂进行，例如磺酸型阳离子交换树脂。一般进行碱金属硅酸盐水溶液的酸化以提供pH为约1.0-约4.0，合适地是约2.0-约4.0，优选约2.2-约3.0的酸化水溶液或酸溶胶。

[0037] 可将酸溶胶进一步进行颗粒生长和/或颗粒聚集或聚结。这可通过在室温下存储较长一段时间，例如一天或至多约3-约4天，或通过热处理而实现，在所述热处理中可调节时间和温度，从而使得在更高的温度下，使用更短的时间。可在非常短的一段时间内使用非常高的温度，且也可在较长一段时间内使用较低的温度。在热处理中，可在至少约25℃的温度下加热酸化溶胶，合适地是约30℃至约95℃，优选约35℃至约80℃。通常热处理进行至少约10分钟，适当地为约15-约600分钟或约20-约240分钟。

[0038] 将酸溶胶进行碱化，这可利用常规的碱进行，例如氢氧化钠、氢氧化钾和氢氧化铵以及碱金属硅酸盐，优选如上文所定义的原料碱金属硅酸盐水溶液或水玻璃，包括其碱金属、摩尔比、二氧化硅含量和pH值。碱化合适地进行至pH为至少约10，一般至少约10.5，且碱化一般进行至pH为至多约11.5。碱化此外一般进行至SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O最终摩尔比（其中M为碱金属）为至少约6:1，合适地是至少约8:1，优选至少约10:1，且其可为至多16:1，合适地是至多约15:1或至多约14:1。

[0039] 颗粒聚集和微凝胶形成可以几种方式实现。聚集和微凝胶形成程度可受到酸化和碱化步骤过程中的盐和二氧化硅含量以及时间和频率影响，在此过程中碱金属硅酸盐溶液和/或酸溶胶在pH约5-约8下通过最低稳定性。通过在剧烈搅拌下在酸化和碱化步骤过程中将碱金属硅酸盐溶液和酸溶胶分别保持在5-约8pH范围，一般约6-约8，一段延长的时间，一般1-1200秒，或10-600秒，可获得所需聚集和微凝胶形成程度，对应于如上文所定义的最终二氧化硅溶胶的S值。合适地是，在碱化步骤过程中在上文所定义的pH和时间下获得颗粒聚集和微凝胶形成。

[0040] 优选酸溶胶通过加入碱金属硅酸盐水溶液碱化以获得中间体溶胶，且当中间体溶胶达到pH约5-约8，优选pH约6-约8时，然后中止加入碱金属硅酸盐水溶液。接着，在不加入碱金属硅酸盐水溶液的情况下，搅拌中间体溶胶至少约10秒时间，合适地是至少约60秒，优选至少约300秒，且其可搅拌至多约6000秒时间，合适地是至多约5000秒，优选至多约1200秒，优选约300-约1200秒，然后中间体溶胶通过加入碱金属硅酸盐水溶液进一步碱化以获得pH为约10以上和SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比（其中M为碱金属）为约6:1-约16:1的二氧化硅溶胶，优选pH为约10.5-约11.5和SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为约10:1-约14:1，优选M为钠。

[0041] 二氧化硅溶胶可包含铝和其可利用铝改性。铝改性可通过将铝化合物加入酸溶胶、中间体溶胶或碱化的溶胶即二氧化硅溶胶中实现，例如加入正在碱化的溶胶，即在碱化过程中加入，由此铝化合物可与如上文所定义的碱金属硅酸盐水溶液一起加入。合适铝化合物的实例包括碱性铝盐，例如铝酸盐，合适地是含水铝酸盐，例如铝酸钠、铝酸钾及其混合物，优选铝酸钠。当使用铝化合物时，优选以提供如上文所定义的Si:Al摩尔比的量加入。

[0042] 如果需要,可将碱化后所得二氧化硅溶胶进行浓缩。这可以已知方式进行,例如渗透法、蒸发和超滤。二氧化硅溶胶的浓缩可在其已部分或完全碱化后进行。

[0043] 所得二氧化硅溶胶可利用水稀释以将二氧化硅含量降低至所需值。利用水稀释一般进行至二氧化硅含量在约0.05-约2重量%或约0.1-1.5重量%范围内。利用净化水稀释通常提高二氧化硅溶胶的稳定性。

[0044] 本发明二氧化硅溶胶适用作絮凝剂,例如在纸浆、纸和板的制备中,优选作为助滤和助留剂,并在水净化领域中用于不同种类废水的净化和用于来自纸浆和造纸工业的白水的净化。二氧化硅溶胶可与一种或多种可选自阴离子、两性、非离子和阳离子聚合物及其混合物的有机聚合物组合用作絮凝剂,优选作为助滤和助留剂。这些聚合物作为絮凝剂以及助滤和助留剂的用途为本领域所熟知。

[0045] 聚合物可从天然或合成来源获得,其可为线性、支化或交联的。通常合适的有机聚合物的实例包括阴离子、两性和阳离子淀粉;基于丙烯酰胺的阴离子、两性和阳离子聚合物,包括基于丙烯酰胺的基本上线性、支化和交联的阴离子和阳离子聚合物;以及阳离子聚(二烯丙基二甲基氯化铵);阳离子聚乙烯亚胺;阳离子聚胺;阳离子聚酰胺胺和基于乙烯基酰胺的聚合物、蜜胺-甲醛树脂和脲醛树脂。合适地是,二氧化硅溶胶与至少一种阳离子或两性聚合物,优选阳离子淀粉和阳离子聚丙烯酰胺组合使用,其可单独、彼此一起或与其它聚合物一起使用,例如其它阳离子和/或阴离子聚合物,合适地是阴离子聚丙烯酰胺。聚合物的重均分子量合适地是约1,000,000以上,优选约2,000,000以上。聚合物的重均分子量的上限不关键;其可为约50,000,000,一般约30,000,000,合适地是约25,000,000。但是,从天然来源获得的聚合物的重均分子量可能更高。

[0046] 本发明二氧化硅溶胶也可与一种或多种凝结剂组合使用,同时使用上述有机聚合物或不同时使用。合适凝结剂的实例包括有机凝结剂,例如水溶性有机聚合物凝结剂,和无机凝结剂。凝结剂可单独使用或一起使用,即聚合物凝结剂可与无机凝结剂组合使用。凝结剂优选为阳离子的。适当的水溶性有机聚合物阳离子凝结剂的实例包括阳离子聚胺、聚酰胺胺、聚乙烯亚胺、双氰胺缩聚物以及水溶性烯属不饱和单体或单体混合物(其由约50-100mol%阳离子单体和0-约50mol%其它单体形成)的聚合物。阳离子单体的量一般为至少约80摩尔%,合适地是100摩尔%。适当的烯属不饱和阳离子单体的实例包括二烷基氨基烷基(甲基)丙烯酸酯和二烷基氨基烷基(甲基)丙烯酰胺(优选为季铵化形式),以及二烯丙基二烷基氯化铵(例如二烯丙基二甲基氯化铵(DADMAC)),优选DADMAC的均聚物和共聚物。有机聚合物阳离子凝结剂通常具有1,000-700,000,合适地为10,000-500,000的重均分子量。适当的无机凝结剂的实例包括铝化合物,例如明矾和聚铝化合物,例如聚氯化铝、聚硫酸铝、聚硅酸硫酸铝及其混合物,优选明矾和聚氯化铝。

[0047] 根据本发明使用的合适助滤和助留剂包括本发明二氧化硅溶胶与一种或多种有机聚合物以及任选铝化合物的各种组合。用于本发明方法的优选助滤和助留剂的实例包括(i)本发明二氧化硅溶胶和阳离子淀粉,(ii)本发明二氧化硅溶胶、阳离子淀粉和铝化合物,优选明矾和聚氯化铝,(iii)本发明二氧化硅溶胶和阳离子聚丙烯酰胺,(iv)本发明二氧化硅溶胶、阳离子聚丙烯酰胺和铝化合物,优选明矾和聚氯化铝,(v)本发明二氧化硅溶胶、阳离子淀粉和阳离子聚丙烯酰胺,(vi)本发明二氧化硅溶胶、阳离子淀粉、阳离子聚丙烯酰胺和铝化合物,优选明矾和聚氯化铝,(vii)本发明二氧化硅溶胶、阳离子聚丙烯酰胺



和阴离子聚丙烯酰胺, (viii) 本发明二氧化硅溶胶、阳离子淀粉和阴离子聚丙烯酰胺, 和 (ix) 本发明二氧化硅溶胶、阳离子淀粉、阴离子聚丙烯酰胺和铝化合物, 优选明矾和聚氯化铝。

[0048] 可以常规方式及任意顺序将一种或多种本发明助滤和助留剂加入含水纤维素悬浮液或纸料中。当使用包含二氧化硅溶胶和有机聚合物的助滤和助留剂时, 优选在加入二氧化硅溶胶之前将有机聚合物加入纸料中, 或同时加入它们, 尽管也可使用相反的加入顺序。在一个实施方案中, 有机聚合物在剪切阶段之前加入, 剪切阶段可选自泵动、混合和清洁阶段, 且二氧化硅溶胶在该剪切阶段之后加入。在另一实施方案中, 二氧化硅溶胶和有机聚合物在所述方法的后期同时加入, 例如在高速剪切的最后阶段之后, 剪切阶段可选自泵动、混合和清洁阶段, 优选在离心筛之后。

[0049] 当使用包含二氧化硅溶胶以及阴离子和阳离子有机聚合物的助滤和助留剂时, 优选在加入二氧化硅溶胶和阴离子有机聚合物之前, 将阳离子有机聚合物加入纤维素悬浮液中。当使用凝结剂时, 优选在加入二氧化硅溶胶之前将其加入纤维素悬浮液中。

[0050] 一种或多种本发明助滤和助留剂以可在宽限值内变化的量加入待脱水的纸料中, 该用量尤其取决于助滤和助留剂的种类和数量、配料种类、填料含量、填料种类、加入点等。通常以获得比没有加入所述组分时所得更好的滤水和保留的量加入组分。通常以至少约 0.001 重量%, 经常为至少约 0.005 重量% 的量加入二氧化硅溶胶, 该量以  $\text{SiO}_2$  计算且基于干配料 (即干纤维素纤维和任选的填料), 且上限值通常为约 1.0 重量%, 适当地为约 0.5 重量%。各有机聚合物通常以基于干配料为至少约 0.001 重量%, 经常以至少约 0.005 重量% 的量加入, 且上限值通常为约 3 重量%, 合适地为约 1.5 重量%。当使用阳离子聚合物凝结剂时, 其可以基于干配料为至少约 0.05 重量% 的量加入。该量合适地为约 0.07-约 0.5 重量%, 优选为约 0.1-约 0.35 重量%。当使用铝化合物作为无机凝结剂时, 其可以至少约 0.005 重量% 的量加入, 以  $\text{Al}_2\text{O}_3$  计算且基于干配料。该量合适地为约 0.01-约 3.0 重量%, 优选为约 0.05-约 2.0 重量%。

[0051] 在纸和板的制备中常用的其它添加剂当然可与本发明二氧化硅溶胶组合使用, 例如干强度剂、湿强度剂、荧光增白剂、染料、施胶剂如基于松香的施胶剂和纤维素反应性施胶剂, 例如烷基和链烯基烯酮二聚体以及烯酮多聚体、烷基和链烯基琥珀酸酐等。纤维素悬浮液也可包含矿物填料, 例如高岭土、陶土、二氧化钛、石膏、滑石以及天然和合成碳酸钙, 例如白垩、重质大理石 (ground marble) 和沉淀碳酸钙。

[0052] 本文使用的术语“纸和板”指所有种类的纤维素片状或幅状产品。该方法可用于由不同种类的纤维素或包含纤维素的纤维的悬浮液制备纸和板, 且该悬浮液合适地包含基于干物质为至少约 25 重量%, 优选至少约 50 重量% 这些纤维。所述悬浮液可由来自如下的纤维素纤维制备: 化学纸浆, 例如硫酸盐、亚硫酸盐和有机溶剂纸浆, 机械纸浆, 例如热机械纸浆、化学热机械纸浆、精磨纸浆和磨木纸浆, 来自硬木和软木, 且也可基于再循环纤维, 任选来自脱墨纸浆, 及其混合物, 优选悬浮液由包含化学纸浆、再循环纤维纸浆及其混合物的纸浆制备。通过本发明获得的合适纸和板等级的实例包括细纸、强韧箱纸板、白色外层挂面 (white top liner) 和工艺挂面 (craft liner)。

[0053] 本发明方法特别用于由具有相对低的电导率和/或阳离子需求量的纤维素悬浮液制备纸和板。在这种情况下, 在网上脱水的纤维素悬浮液的电导率一般为至少约 0.5 mS/cm,

合适地是至少0.75mS/cm,且一般为至多约5.0mS/cm,合适地是至多约4.0mS/cm。电导率可通过标准设备测量,例如由Christian Berner供应的WTW LF 539仪器。此外,在这种情况下,向其加入一种或多种包含二氧化硅溶胶的助滤和助留剂的纤维素悬浮液的阳离子需求量一般低于约0.75mEq./l,或低于约0.5mEq./l。阳离子需求量可通过由BTG供应的Mütek Particle Charge Detector测量。

[0054] 纤维素悬浮液的pH可为约3-约10,合适地是至少约3.5,优选约4-约9。

## 实施例

[0055] 在以下实施例中进一步阐述本发明,但其目的不是限制本发明。份和%分别涉及重量份与重量%,且所有悬浮液均是含水的,除非另有说明。

[0056] 实施例1

[0057] 此实施例阐述本发明二氧化硅溶胶的制备:

[0058] 通过将其泵送通过填充有阳离子离子交换树脂Amberlite IR-120(可得自Rohm&Haas)的柱将SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为3.5:1和SiO<sub>2</sub>含量为5.0重量%的硅酸钠水溶液离子交换形成酸二氧化硅溶胶,其中阳离子离子交换树脂已根据制造商的指引利用硫酸再生。

[0059] 在搅拌下向3000g SiO<sub>2</sub>含量为5.0重量%的所得酸溶胶加入SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为约3.4:1和SiO<sub>2</sub>含量为5.0重量%的硅酸钠水溶液直至所得混合物达到pH 7.7,接着暂时中止加入硅酸钠水溶液1974秒时间,然后重新开始加入硅酸钠水溶液直至形成pH为9.8和SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为20:1的碱化的溶胶。

[0060] 通过超滤将碱化的溶胶浓缩至SiO<sub>2</sub>含量为12.2重量%,然后进一步加入SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为3.4:1和SiO<sub>2</sub>含量为24.2重量%的硅酸钠水溶液形成SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为约12的完全碱化的二氧化硅溶胶。然后加入去离子水实现最终SiO<sub>2</sub>含量为约12重量%。

[0061] 指定为实施例1的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为12.1重量%,pH为11.0, SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为12.5,可溶性二氧化硅的浓度为5200mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为35%且包含比表面积为870m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0062] 实施例2

[0063] 此实施例阐述另一种本发明二氧化硅溶胶的制备:

[0064] 重复实施例1的程序,不同之处在于在搅拌下将硅酸钠水溶液加入酸溶胶直至所得混合物达到pH 7.6,接着暂时中止加入硅酸钠水溶液4920秒时间,然后重新开始加入硅酸钠水溶液。

[0065] 指定为实施例2的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为12.1重量%,pH为11.0, SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为12.5,可溶性二氧化硅的浓度为5400mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为33%且包含比表面积为870m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0066] 实施例3

[0067] 此实施例阐述本发明二氧化硅溶胶的制备:

[0068] 通过将其泵送通过填充有强酸性阳离子交换树脂Lewatit MDS1368的柱将SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为3.4:1和SiO<sub>2</sub>含量为5.5%的硅酸钠溶液离子交换形成酸二氧化硅溶胶,其中强酸性阳离子交换树脂已根据制造商的指引利用盐酸再生。

[0069] 在搅拌下向2000g SiO<sub>2</sub>含量为5.0%的所得酸溶胶加入SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为3.4:1和

SiO<sub>2</sub>含量为5.0%的硅酸钠水溶液直至所得混合物达到pH7.5,接着暂时中止加入硅酸钠溶液3290秒时间,然后重新开始加入硅酸钠溶液直至形成pH为9.6的碱化的溶胶。

[0070] 通过超滤将碱化的溶胶浓缩至SiO<sub>2</sub>含量为12%。利用去离子水稀释SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为3.4:1和SiO<sub>2</sub>含量为25.2%的硅酸钠溶液,并在搅拌下加入以形成SiO<sub>2</sub>:M<sub>2</sub>O摩尔比为约12:1的完全碱化的二氧化硅溶胶。

[0071] 指定为实施例3的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为11.5%,pH为11.0,SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为12:1,可溶性二氧化硅的浓度为3700mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为36%且包含比表面积为910m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0072] 实施例4

[0073] 此实施例阐述本发明二氧化硅溶胶的制备:

[0074] 重复实施例3的程序,不同之处在于在搅拌下将硅酸钠溶液加入酸溶胶直至所得混合物达到pH 6.8,接着暂时中止加入硅酸钠溶液340秒时间,然后重新开始加入硅酸钠溶液。

[0075] 指定为实施例4的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为11.8%,pH为11.0,SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为12:1,可溶性二氧化硅的浓度为3300mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为35%且包含比表面积为910m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0076] 实施例5

[0077] 此实施例阐述本发明二氧化硅溶胶的制备:

[0078] 根据实施例3的程序制备酸二氧化硅溶胶。在搅拌下向2000g SiO<sub>2</sub>含量为5.21%的酸溶胶加入70g SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为3.4:1和SiO<sub>2</sub>含量为5.0%的硅酸钠水溶液,接着暂时中止加入硅酸钠溶液310秒时间,然后重新开始加入另外351g硅酸钠溶液直至形成pH为9.6的碱化的溶胶。在搅拌下向碱化的溶胶加入43.9g Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>含量为2.43%和Na<sub>2</sub>O含量为1.84%的铝酸钠溶液形成铝化的溶胶。

[0079] 通过超滤将铝化的溶胶浓缩至SiO<sub>2</sub>含量为13.1%。向798g所得溶胶加入56.5g SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为3.4和SiO<sub>2</sub>含量为25.2%的硅酸钠溶液,并在搅拌下形成碱化的二氧化硅溶胶。

[0080] 指定为实施例5的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为12.5%,pH为10.9,SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为11.8:1,Si:Al摩尔比为76:1,可溶性二氧化硅的浓度为5900mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为28%且包含比表面积为930m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0081] 实施例6

[0082] 此实施例阐述本发明二氧化硅溶胶的制备:

[0083] 重复实施例1的程序,不同之处在于对碱化步骤中的pH和暂时中止加入硅酸钠水溶液的时间,以及对将硅酸钠水溶液和水进一步加入碱化的二氧化硅溶胶进行小改变。

[0084] 指定为实施例6的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为12.2%,pH为11.0,SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为12.6:1,可溶性二氧化硅的浓度为4900mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为38%且包含比表面积为920m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0085] 实施例7

[0086] 此实施例阐述用于对比的现有技术二氧化硅溶胶的制备:

[0087] 重复实施例1的程序,不同之处在于在搅拌下将硅酸钠水溶液连续加入酸溶胶,即

在pH 5-8范围内不存在任何暂时中止加入,直至形成pH为9.9和SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为20:1的碱化的溶胶。

[0088] 指定为参考1的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为11.0重量%,pH为11.1, SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为11.7,可溶性二氧化硅的浓度为6900mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为47%且包含比表面积为900m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0089] 实施例8

[0090] 二氧化硅溶胶根据美国专利号5,368,833的总体公开内容制备。指定为参考2的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为7.7重量%,pH为9.6, SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为31, Si:Al摩尔比为44,可溶性二氧化硅的浓度为1800mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为29%且包含比表面积为750m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0091] 实施例9

[0092] 二氧化硅溶胶根据W0 00/66491的总体公开内容制备。指定为参考3的所得二氧化硅溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为14.8重量%,pH为10.8, SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为20:1,可溶性二氧化硅的浓度为2100mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为36%,且包含比表面积为740m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0093] 实施例10

[0094] 二氧化硅溶胶根据W0 00/66491实施例4的程序制备。指定为参考4的所得二氧化硅颗粒的溶胶的可溶性二氧化硅的浓度为1700mg mgSiO<sub>2</sub>/l。

[0095] 实施例11

[0096] 二氧化硅溶胶根据US 2005/228057 A1实施例1的程序制备。指定为参考5的所得二氧化硅颗粒的溶胶的Si:Al摩尔比为26.2:1,可溶性二氧化硅的浓度为1700mg SiO<sub>2</sub>/l。

[0097] 实施例12

[0098] 二氧化硅溶胶根据US 2005/228057 A1实施例4的程序制备。指定为参考6的所得二氧化硅颗粒的溶胶的Si:Al摩尔比为30.2:1,可溶性二氧化硅的浓度为2600mg SiO<sub>2</sub>/l。

[0099] 实施例13

[0100] 二氧化硅溶胶根据W0 2008/150230的总体公开内容制备。指定为参考7的所得二氧化硅颗粒的溶胶的SiO<sub>2</sub>含量为6.4%,pH为8.3, SiO<sub>2</sub>:Na<sub>2</sub>O摩尔比为16.9:1, Si:Al摩尔比为8.5:1,可溶性二氧化硅的浓度为2700mg SiO<sub>2</sub>/l,S值为12%且包含比表面积为1060m<sup>2</sup>/g的二氧化硅颗粒。

[0101] 实施例14

[0102] 保留性能借助Britt Dynamic Drainage Jar评价。所用纤维素悬浮液基于30重量%漂白桦木硫酸盐、30重量%漂白松木硫酸盐和40重量%重质碳酸钙的共混物。纸料体积为500ml,稠度为0.45%和pH为约8.4。通过加入0.1g/l氯化钙和1.8g/l硫酸钠将纸料的电导率调节为1.48mS/cm。

[0103] 在测试中,二氧化硅溶胶(SiO<sub>2</sub>)与聚氯化铝(PAC)、阳离子取代度为0.042的阳离子淀粉(CS)、阳离子聚丙烯酰胺(CPAM)(为丙烯酰胺(90摩尔%)和二甲基氨基乙基丙烯酸酯甲基氯季盐(DMAEA-MCQ)(10摩尔%)的共聚物且重均分子量为约1千万道尔顿)结合使用。

[0104] 在整个测试中在带有挡板的罐中以1200rpm的恒定速度搅拌纤维素悬浮液,且按如下进行化学品加入:

- [0105] -在脱水之前40秒将PAC加入纤维素悬浮液，  
 [0106] -在脱水之前35秒将CS加入纤维素悬浮液，  
 [0107] -在脱水之前20秒将CPAM加入纤维素悬浮液，  
 [0108] -在脱水之前10秒将SiO<sub>2</sub>加入纤维素悬浮液，和  
 [0109] -使纤维素悬浮液脱水，然后测量利用去离子水稀释15倍的滤液的混浊度。  
 [0110] 二氧化硅溶胶的保留性能见表1，其中加入水平以干产物基于干配料计算：  
 [0111] 表1  
 [0112]

测试 编号	PAC [kg/t]	CS [kg/t]	CPAM [kg/t]	SiO <sub>2</sub> [种类] [kg/t]		混浊度 [NTU]
<b>1</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>319</b>
<b>2</b>	<b>1</b>	<b>8</b>	<b>0.3</b>	<b>-</b>	<b>-</b>	<b>139</b>
<b>3</b>	<b>1</b>	<b>8</b>	<b>0.3</b>	<b>实施例 1</b>	<b>0.6</b>	<b>90</b>
<b>4</b>	<b>1</b>	<b>8</b>	<b>0.3</b>	<b>参考 1</b>	<b>0.6</b>	<b>105</b>
<b>5</b>	<b>1</b>	<b>8</b>	<b>0.3</b>	<b>参考 2</b>	<b>0.6</b>	<b>113</b>
<b>6</b>	<b>1</b>	<b>8</b>	<b>0.3</b>	<b>参考 3</b>	<b>0.6</b>	<b>101</b>

[0113] 从表1中明显的是，根据本发明的二氧化硅溶胶实施例1比用于对比的二氧化硅溶胶参考1、参考2和参考3表现出显著更好的保留性能。

[0114] 实施例15

[0115] 滤水性能借助来自PulpEye AB,瑞典的动态滤水分析仪(DDA)评价,其测量设定体积纸料的滤水时间。在整个测试中在带有挡板的罐中以1500rpm的速度搅拌纸料,同时进行化学品的加入。当移除塞子并对与纸料存在侧相对的网一侧施加真空时,通过网排出800ml纸料体积。滤水性能以脱水时间(s)报告。

[0116] 用于该实施例中的纸料基于包含60%化学纸浆(由80%硬木和20%软木组成)和40%填料-沉淀碳酸钙(PCC)-的配料。加入盐将电导率提高至约1.5mS/cm,pH为约8.4,纸浆稠度为约5.4g/l。

[0117] 在测试中,使用实施例14的化学添加剂,不同之处在于不使用CPAM。在带有挡板的罐中搅拌纤维素悬浮液,且按如下进行化学品加入:

- [0118] -在脱水之前43秒将PAC加入纤维素悬浮液，  
 [0119] -在脱水之前35秒将CS加入纤维素悬浮液，  
 [0120] -在脱水之前10秒将SiO<sub>2</sub>加入纤维素悬浮液，和  
 [0121] -将纤维素悬浮液脱水，同时自动记录脱水时间。

[0122] 表2示出了二氧化硅溶胶的滤水性能，其中加入水平以干产物基于干配料计算：

[0123] 表2

[0124]

测试 编号	PAC [kg/t]	CS [kg/t]	SiO <sub>2</sub> [种类] [kg/t]		脱水 [秒]
1	0.13	7	-	-	21.8
2	0.13	7	实施例 3	0.15	16.4
3	0.13	7	实施例 3	0.3	12.5
4	0.13	7	实施例 3	0.6	8.7
5	0.13	7	实施例 3	1.0	6.8
6	0.13	7	实施例 4	0.15	16.4
7	0.13	7	实施例 4	0.3	12.4
8	0.13	7	实施例 4	0.6	8.6
9	0.13	7	实施例 4	1.0	6.7
10	0.13	7	参考 4	0.15	18.6
11	0.13	7	参考 4	0.3	15.7
12	0.13	7	参考 4	0.6	11.6
13	0.13	7	参考 4	1.0	8.7
14	0.13	7	参考 5	0.15	17.9
15	0.13	7	参考 5	0.3	13.7
16	0.13	7	参考 5	0.6	9.6
17	0.13	7	参考 5	1.0	7.5
18	0.13	7	参考 6	0.15	17.5
19	0.13	7	参考 6	0.3	13.4
20	0.13	7	参考 6	0.6	9.1
21	0.13	7	参考 6	1.0	7.2

[0125] 从表2中明显的是,根据本发明的二氧化硅溶胶实施例3和实施例4比用于对比的二氧化硅溶胶参考4、参考5和参考6表现出显著更好的滤水性能。

[0126] 实施例16

[0127] 滤水性能根据实施例15的程序使用不同二氧化硅溶胶评价。用于该实施例中的纸料基于包含约60%化学纸浆(由约80%硬木和约20%软木组成)和约40%填料-沉淀碳酸钙(PCC)-的配料。加入盐将电导率提高至约1.5mS/cm,pH为约8.3,纸浆稠度为约5.4g/l。

[0128] 表3示出了二氧化硅溶胶的滤水性能,其中加入水平以干产物基于干配料计算:

[0129] 表3

[0130]

测试 编号	PAC [kg/t]	CS [kg/t]	SiO <sub>2</sub> [种类] [kg/t]		脱水 [秒]
1	0.13	7	-	-	24.3
2	0.13	7	实施例 5	0.3	14.7
3	0.13	7	实施例 5	0.6	10.0
4	0.13	7	实施例 5	0.9	8.0
5	0.13	7	实施例 6	0.3	15.7
6	0.13	7	实施例 6	0.6	10.7
7	0.13	7	实施例 6	0.9	8.6
8	0.13	7	参考 5	0.3	18.4
9	0.13	7	参考 5	0.6	14.1
10	0.13	7	参考 5	0.9	11.1
11	0.13	7	参考 6	0.3	17.2
12	0.13	7	参考 6	0.6	12.0
13	0.13	7	参考 6	0.9	9.5
14	0.13	7	参考 7	0.3	16.6
15	0.13	7	参考 7	0.6	12.0
16	0.13	7	参考 7	0.9	10.0

[0131] 从表3中明显的是,包含根据本发明的铝改性的二氧化硅颗粒的二氧化硅溶胶实施例5比用于对比的包含铝改性的二氧化硅颗粒的二氧化硅溶胶参考5、参考6和参考7表现出更好的滤水性能。根据本发明二氧化硅溶胶实施例6比用于对比的二氧化硅溶胶也表现出更好的滤水性能。