



(19)  
Bundesrepublik Deutschland  
Deutsches Patent- und Markenamt

(10) **DE 10 2004 031 785 A1** 2006.01.26

(12)

## Offenlegungsschrift

(21) Aktenzeichen: **10 2004 031 785.2**

(22) Anmeldetag: **01.07.2004**

(43) Offenlegungstag: **26.01.2006**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C01B 33/12** (2006.01)  
**C09K 21/02** (2006.01)

(71) Anmelder:

**Degussa AG, 40474 Düsseldorf, DE**

(72) Erfinder:

**Lortz, Wolfgang, Dr., 63607 Wächtersbach, DE;**  
**Batz-Sohn, Christoph, Dr., 63454 Hanau, DE;**  
**Mangold, Helmut, Dr., 63517 Rodenbach, DE;**  
**Perlet, Gabriele, 63538 Großkrotzenburg, DE; Will,**  
**Werner, 63571 Gelnhausen, DE; Reitz, Sascha,**  
**63486 Bruchköbel, DE**

**Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen**

(54) Bezeichnung: **Polyol enthaltende Siliciumdioxid-Dispersion**

(57) Zusammenfassung: Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion, bei der der mittlere, anzahlbezogene Aggregatdurchmesser der Siliciumdioxidpartikel in Dispersion kleiner als 200 nm ist und die mindestens 35 Gew.-% Siliciumdioxidpulver, 3 bis 35 Gew.-% mindestens eines Polyols, 20 bis 60 Gew.-% Wasser, 0 bis 10 Gew.-% eines Additives und eine alkalisch wirkende Substanz in einer Menge enthält, dass sich ein pH-Wert von  $10 < \text{pH} \leq 12$  einstellt. Sie kann hergestellt werden, indem man in eine Rotor-Statormaschine zu Wasser und einem Polyol Siliciumdioxidpulver einbringt, wobei der pH-Wert kleiner als 5 ist, und das Gemisch dispergiert, bis die Stromaufnahme der Rotor-/Statormaschine weitestgehend konstant ist und anschließend eine solche Menge einer alkalisch wirkenden Substanz hinzugegeben wird, dass sich ein pH-Wert der Dispersion von  $10 < \text{pH} \leq 12$  ergibt, wobei die alkalisch wirkende Substanz so rasch zugegeben wird, dass keine Gelbildung erfolgt.

Sie kann als Komponente einer flammhemmenden Füllung von Hohlräumen zwischen Bauteilen, insbesondere für Isolierglasaneordnungen, verwendet werden.

### Beschreibung

**[0001]** Die Erfindung betrifft eine hochgefüllte, stabile Siliciumdioxid-Dispersion, welche ein Polyol enthält, sowie deren Herstellung und Verwendung.

**[0002]** Es ist bekannt, hochgefüllte Siliciumdioxid-Dispersionen für thermische Isolierungen, insbesondere für Isoliergläser, einzusetzen.

### Stand der Technik

**[0003]** DE-A-19943103 beschreibt eine Dispersion mit einem Anteil an amorphem Siliciumdioxid von mehr als 80 Gew.-%. Unter amorph ist dabei ein sehr niedrigoberflächiges Siliciumdioxid, bevorzugt mit einer BET-Oberfläche von 0,001 bis 0,5 m<sup>2</sup>/g, zu verstehen. Obwohl als sehr gut gießfähig beschrieben, behält die beanspruchte Dispersion diese Eigenschaft doch nur für eine kurze Zeit, maximal 2 Stunden, bei. Dies bedeutet, dass eine solche Dispersion unmittelbar nach ihrer Herstellung verarbeitet werden muss, also weder gelagert noch transportiert werden kann.

**[0004]** DE-A-19720269 beschreibt eine Dispersion mit einem Gehalt an nanoskaligen Teilchen, beispielsweise Siliciumdioxid, von mindestens 35 Gew.-%. Diese Dispersion enthält weiterhin 1 bis 40% Wasser oder ein organisches Lösungsmittel und weiterhin 10 bis 60 Gew.-% einer Verbindung mit mindestens zwei funktionellen Gruppen, bevorzugt ein Polyol. Auch für diese Dispersion gilt, dass sie nur eine sehr geringe Stabilität aufweist und rasch verarbeitet werden muss. Es wurde gefunden, dass auch bei energischeren Dispergierbedingungen sich an diesem Verhalten nichts ändert.

### Aufgabenstellung

**[0005]** Aufgabe der Erfindung ist es, eine hochgefüllte, Siliciumdioxid enthaltende Dispersion bereitzustellen, welche über einen längeren Zeitraum stabil ist und eine niedrige Viskosität aufweist. Sie soll insbesondere bei der Herstellung von Isoliergläsern Vorteile gegenüber Dispersionen nach dem Stand der Technik zeigen.

**[0006]** Gegenstand der Erfindung ist eine stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion, bei der

- der mittlere, anzahlbezogene Aggregatdurchmesser der Siliciumdioxidpartikel in Dispersion kleiner als 200 nm ist, und die
- mindestens 35 Gew.-% Siliciumdioxidpulver,
- 3 bis 35 Gew.-% mindestens eines Polyoles,
- 20 bis 60 Gew.-% Wasser,
- 0 bis 10 Gew.-% eines Additives, jeweils bezogen auf die Gesamtmenge der Dispersion, enthält
- und die eine alkalisch wirkende Substanz in einer Menge enthält, dass sich ein pH-Wert von  $10 < \text{pH} \leq 12$  einstellt.

**[0007]** Unter stabil im Sinne der Erfindung ist hierbei zu verstehen, dass die Siliciumdioxid-Dispersion innerhalb eines Zeitraumes von wenigstens einem Monat, in der Regel mindestens 3 Monate, keine nennenswerte Sedimentation zeigt. Das heißt, dass die Dispersion während des Zeitraumes ohne weitere Filtrationsschritte eingesetzt werden kann. Weiterhin ist innerhalb dieses Zeitraumes kein oder nur ein minimaler Anstieg der Viskosität zu beobachten. Dies bedeutet, dass die Siliciumdioxid-Dispersion innerhalb dieses Zeitraumes ihre Eigenschaft, bei Raumtemperatur, gießbar zu sein, beibehält.

**[0008]** Die erfindungsgemäße Siliciumdioxid-Dispersion kann Additive in Form von Bioziden oder Dispergierhilfsmitteln enthalten. Für viele Anwendung können sich diese Additive jedoch als nachteilig erweisen, so dass es vorteilhaft sein kann, wenn die erfindungsgemäße Dispersion keine derartigen Additive enthält.

**[0009]** Die Herkunft des eingesetzten Siliciumdioxidpulvers ist nicht entscheidend. So können beispielsweise durch Fällung oder durch pyrogene Verfahren hergestellte Siliciumdioxidpulver in der Dispersion vorliegen. Es hat sich jedoch gezeigt, dass pyrogen hergestellte Metalloxidpulver vorteilhafterweise eingesetzt werden können.

**[0010]** Allgemein versteht man unter pyrogen hergestellten Metalloxidpulvern solche, die durch eine Flammenhydrolyse oder Flammenoxidation aus einem Metalloxidprecursor in einer Knallgasflamme erhalten werden. Dabei entstehen zunächst annähernd sphärische Primärpartikel, die während der Reaktion zu Aggregaten zusammensintern. Die Aggregate können sich anschließend zu Agglomeraten zusammenballen. Im Ge-

gensatz zu den Agglomeraten, die sich durch Eintrag von Energie in der Regel relativ leicht in die Aggregate trennen lassen, werden die Aggregate, wenn überhaupt, nur durch intensiven Eintrag von Energie weiter zerlegt.

**[0011]** Die Herstellung von Siliciumdioxid erfolgt in der Regel durch Flammenhydrolyse von Siliciumtetrachlorid. Bei pyrogenen Prozessen können auch Silicium-Metall-Mischoxide oder metalloxid-dotierte Siliciumdioxide durch gemeinsame Flammenhydrolyse oder Flammenoxidation erhalten werden. Neben pyrogen hergestelltem Siliciumdioxidpulver kann die erfindungsgemäße Siliciumdioxid-Dispersion vorteilhafterweise auch Kalium-dotiertes Siliciumdioxidpulver, dessen Herstellung beispielsweise in DE-A-10065028 beschrieben ist, enthalten.

**[0012]** Das pyrogen hergestellte Siliciumdioxidpulver weist eine spezifische Oberfläche von bevorzugt 5 bis 500 m<sup>2</sup>/g und besonders bevorzugt 30 bis 60 m<sup>2</sup>/g auf.

**[0013]** Die Wahl des Polyoles ist nicht beschränkt, solange es mischbar mit Wasser bleibt. Geeignete Polyole können Glycerin, Ethylenglykol, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Sorbit, Polyvinylalkohol, Polyethylenglykol oder eine Mischung hieraus sein. Glycerin ist dabei besonders bevorzugt.

**[0014]** Ebenso ist die Wahl der alkalisch wirkenden Substanz nicht beschränkt, solange sie in der flüssigen Phase aus Wasser und Polyol löslich ist. Es hat sich gezeigt, dass Alkalihydroxide, Amine, (Alkyl)Ammoniumhydroxide und/oder Aminoalkohole bevorzugt sind. Besonders bevorzugt ist Kaliumhydroxid.

**[0015]** Besonders bevorzugt kann eine erfindungsgemäße Siliciumdioxid-Dispersion sein, die aus

- 38 bis 60 Gew.-% an pyrogen hergestelltem Siliciumdioxidpulver mit einer BET-Oberfläche von 30 bis 60 m<sup>2</sup>/g,
- 5 bis 25 Gew.-% Glycerin
- 25 bis 50 Gew.-% Wasser und
- 0,3 bis 0,7 Gew.-% KOH besteht.

**[0016]** Hierbei sind eventuelle Verunreinigungen der Einsatzstoffe und während der Herstellung der Dispersion gebildete Stoffe eingeschlossen. Insbesondere weisen Dispersionen pyrogen hergestellter Siliciumdioxidpulver herstellungsbedingt, durch anhaftende Salzsäurereste einen sauren pH-Wert auf. Diese Salzsäurereste werden durch die in der Dispersion vorliegende KOH zu Kaliumchlorid neutralisiert.

**[0017]** Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung der erfindungsgemäßen Siliciumdioxid-Dispersion, bei dem man

- aus einer Vorlage Wasser, mindestens ein Polyol und gegebenenfalls ein Additiv in einer Menge entsprechend der später gewünschten Zusammensetzung über eine Rotor/Statormaschine im Kreis führt, und
- über eine Einfüllvorrichtung kontinuierlich oder diskontinuierlich und bei laufender Rotor/Statormaschine die für die Dispersion gewünschte Menge an Siliciumdioxidpulver in die Scherzone zwischen den Schlitzen der Rotorzähne und der Statorschlitze einbringt, wobei der pH-Wert kleiner als 5 ist und gegebenenfalls durch Zudosierung einer Säure nachjustiert wird,
- die Einfüllvorrichtung geschlossen und weiter dispergiert wird bis die Stromaufnahme der Rotor/Statormaschine weitestgehend konstant ist
- anschließend eine solche Menge einer alkalisch wirkenden Substanz hinzugegeben wird, dass sich ein pH-Wert der Dispersion von  $10 < \text{pH} \leq 12$  ergibt, wobei die alkalisch wirkende Substanz so rasch zugegeben wird, dass keine Gelbildung erfolgt.

**[0018]** Die erfindungsgemäße Siliciumdioxid-Dispersion kann

- weiterhin durch ein Verfahren erhalten werden, bei dem man
- ein Gemisch aus Wasser, mindestens einem Polyol, gegebenenfalls einem Additiv und Siliciumdioxidpulver in einer Menge entsprechend der später gewünschten Zusammensetzung vorlegt,
- mittels eines Planetenkneters bei einem pH-Wert kleiner als 7 dispergiert und
- anschließend eine solche Menge einer alkalisch wirkenden Substanz hinzugegeben wird, dass sich ein pH-Wert der Dispersion von  $10 < \text{pH} \leq 12$  ergibt.

**[0019]** Bei den beiden Verfahren ist es vorteilhaft, als alkalisch wirkende Substanz, eine wässrige Lösung mit einer möglichst hohen Konzentration einzusetzen, um die Dispersion nicht zu sehr zu verdünnen. Bevorzugt können alkalisch wirkende Substanzen mit einer Konzentration von 20 bis 50 Gew.-% eingesetzt werden, wobei Kalilauge besonders bevorzugt ist.

**[0020]** Die Verfahren können auch so ausgeführt werden, dass die Zugabe des Polyols erst nach der Dispergierung des Siliciumdioxidpulvers und vor der Zugabe der alkalisch wirkenden Substanz erfolgt.

**[0021]** Weiterhin kann die erfindungsgemäße Dispersion erhalten werden, indem man mindestens zwei Teilströme der wie oben beschrieben mit Rotor/Stator oder Planetenknetter hergestellten Dispersion unter einen Druck von bis zu 3500 kg/cm<sup>2</sup> stellt, über eine Düse entspannt und die Teilströme miteinander kollidieren lässt.

**[0022]** Ein weiterer Gegenstand der Erfindung ist die Verwendung der erfindungsgemäßen Siliciumdioxid-Dispersion als Komponente einer flammhemmenden Füllung von Hohlräumen zwischen Bauteilen, insbesondere zwischen Isolierglasaneordnungen.

**[0023]** Daneben kann die erfindungsgemäße Siliciumdioxid-Dispersion auch als Komponente einer Füllung von Hohlräumen zwischen Bauteilen aus Kunststoff, Metall, Holz, Gipskarton, Fermacel, Pressspan, Keramik, Natur- oder Kunststein sowie in Elektrokabeln zu Brandschutzzwecken verwendet werden.

**[0024]** Sie kann auch als Beschichtungsmasse für Bauteile eingesetzt werden und eignet sich zur Herstellung thermisch und mechanisch stabiler Schäume in Form von zum Beispiel Schüttgut oder Formteilen.

**[0025]** Die erfindungsgemäße Dispersion kann auch im Gemisch mit Pigmenten oder (organischen oder anorganischen, zum Beispiel faser-, pulver- oder plättchenförmigen) gröberen, nicht-nanoskaligen Zuschlagstoffen wie beispielsweise Glimmerpigmenten, Eisenoxiden, Holzmehl, Glasfasern, Metallfasern, Kohlefasern, Sanden, Tonen und Bentonit verwendet werden, wenn auf die Transparenz des dadurch herstellbaren Materials kein Wert gelegt wird.

#### Ausführungsbeispiel

##### Beispiel 1:

**[0026]** In einem Edelstahl-Ansatzbehälter werden 42,5 kg VE-Wasser und 2,25 kg Glycerin vorgelegt. Anschließend werden mit Hilfe des Saugrüssels einer Rotor/Statormaschine (Ystral Conti-TDS 3, Statorschlitze: 4 mm Kranz und 1 mm Kranz, Rotor/Stator-Abstand ca. 1 mm, Drehzahl 3000 UpM) unter Scherbedingungen 60 kg AEROSIL® OX50 eingesaugt und 15 Minuten geschert. Der pH-Wert wird dabei auf 3,7 abgesenkt. Danach werden nacheinander 9 kg Wasser, 3,75 kg Glycerin und, unter den gleichen Dispergierbedingungen, zügig 2,02 kg 30 gewichtsprozentiger Kalilauge zugesetzt.

**[0027]** Die Beispiele 2 bis 9 werden analog durchgeführt, in Beispiel 10 wird keine Kalilauge zugegeben. Die Einsatzmengen zur Herstellung der Dispersionen sind Tabelle 1 zu entnehmen.

**[0028]** Die Zusammensetzung der Dispersionen und deren physikalisch-chemische Werte sind in Tabelle 2 wiedergegeben. Beispiel 3a zeigt die Werte einer mit einer Hochenergiemühle bei 2500 bar nachvermahlenden Dispersion aus Beispiel 3.

**[0029]** Die Beispiele 1 bis 8 stellen erfindungsgemäße Dispersionen dar, die Beispiele 9 und 10 sind Vergleichsbeispiele.

**[0030]** In Beispiel 11 wird die Siliciumdioxid-Dispersion zunächst bei einer höheren Siliciumdioxid-Dispersion dispergiert und vor der Zugabe von Kalilauge auf die gewünschte Konzentration verdünnt.

##### Beispiel 11:

**[0031]** In einem Edelstahl-Ansatzbehälter werden 36,1 kg VE-Wasser und 9,0 kg Glycerin vorgelegt. Anschließend werden mit Hilfe des Saugrüssels einer Rotor/Statormaschine (Ystral Conti-TDS 3, Statorschlitze: 4 mm Kranz und 1 mm Kranz, Rotor/Stator-Abstand ca. 1 mm, Drehzahl 3000 UpM) unter Scherbedingungen 60 kg AEROSIL® OX50 eingesaugt und 15 Minuten geschert. Die SiO<sub>2</sub>-Konzentration ist 57 Gew.-%. Der pH-Wert wird dabei durch das „saure“ AEROSIL® auf 3,5 abgesenkt. Danach werden 15,2 kg Glycerin hinzugegeben und nach einigen Minuten der Homogenisierung unter den gleichen Dispergierbedingungen zügig mit 2,2 kg 30 gewichtsprozentiger Kalilauge ein pH-Wert von 10,9 eingestellt. Abschließend wird noch 1,0 kg Wasser zugegeben um eine SiO<sub>2</sub>-Konzentration von 48,6 und eine Glycerinkonzentration von 19,6 einzustellen. Der pH-Wert wird durch diese geringe Wassermenge nur unwesentlich verändert.

**[0032]** Die erfindungsgemäßen Dispersionen der Beispiele 1 bis 8 und 11 weisen alle eine sehr niedrige Viskosität auf. Der mittlere Aggregatdurchmesser (anzahlbezogen) der Siliciumdioxidpartikel in der Dispersion ist kleiner als 150 nm.

**[0033]** Die Dispersion aus Beispiel 11, die durch Dispergierung bei hohem Siliciumdioxidgehalt und nachträglichem Verdünnen auf die gewünschte Konzentration erhalten wird, zeigt Vorteile gegenüber dem Verfahren, bei der die Dispergierung gleich mit der gewünschten Konzentration durchgeführt wird. Die Vermahlung ist intensiver und die Viskosität der Dispersion niedriger.

**[0034]** Die erfindungsgemäße Dispersion aus Beispiel 3a, hergestellt durch Hochenergievermahlung, weist eine weitere Reduzierung von Viskosität und Partikelgröße auf.

**[0035]** Das Beispiel 7a gibt die Werte der Dispersion 7 nach einer dreimonatigen Lagerung im Klimaschrank dar. Dabei werden die Temperaturen täglich zwischen 10°C und 50°C variiert. Auch nach drei Monaten zeigt die erfindungsgemäße Siliciumdioxid-Dispersion noch exzellente Viskositätswerte.

**[0036]** Eine sehr niedrige Viskosität zeigt die Dispersion 8 mit einem pH-Wert von 11,8. Eine weitere Erhöhung des pH-Wertes senkt die Viskosität zwar weiter, es ist aber bereits ein Anlösen der Siliciumdioxidpartikel zu beobachten. Durch das Anlösen des Siliciumdioxides werden zunehmend, in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit, Kalisilikate gebildet. Aus der verdünnten niedrigviskosen Kalilauge als homogene Phase entsteht bei fortschreitender Reaktion zunehmend ein Kaliwasserglas mit steigendem  $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ -Verhältnis. Da bei dieser Reaktion Kalilauge verbraucht wird, müsste zur Aufrechterhaltung eines hohen pH-Wertes wieder KOH zugegeben werden, wodurch jedoch die Kaliwasserglasreaktion auch wieder beschleunigt wird. Kaliwassergläser zeigen jedoch mit ansteigendem  $\text{SiO}_2/\text{K}_2\text{O}$ -Verhältnis und Konzentration einen starken Anstieg der Viskosität. Um derartige zeit- und temperaturabhängige Reaktionen zu unterdrücken, ist ein pH-Wert unter 12 essentiell.

**[0037]** Bei alkalischen pH-Werten von kleiner als 10 ist ebenfalls eine deutliche Viskositätszunahme zu beobachten (Beispiel 9). Eine Dispersion ohne Zusatz von KOH zeigt eine deutlich höhere Viskosität und geliert innerhalb von Tagen (Beispiel 10).

**[0038]** Es ist überraschend, dass die polyolhaltigen Siliciumdioxid-Dispersion gemäß der Erfindung erst bei einem pH-Wert von mehr als 10 niedrige Viskositäten aufweisen. Es ist von rein wässrigen Dispersionen, die kein Polyol enthalten, bekannt, dass die Viskositätserniedrigung bereits ab einem pH-Wert von ca. 9 eintritt.

**[0039]** Wesentlich bei der Herstellung der erfindungsgemäßen Siliciumdioxid-Dispersion ist, dass das Siliciumdioxidpulver zunächst im sauren Bereich bei einem pH-Wert von 5 oder kleiner dispergiert wird und die alkalisch wirkende Substanz bei den gleichen Dispergierbedingungen rasch zugegeben wird. Bei einer langsamen Zugabe der alkalisch wirkenden Substanz erfolgt rasche Gelbildung.

**Tabelle 1: Einsatzstoffe und Einsatzstoffmengen (in kg) zur Herstellung der Dispersionen**

Beispiel	1	2	3	4	5	6	7	8	9 <sup>(e)</sup>	10 <sup>(e)</sup>	11
SiO <sub>2</sub> <sup>(a)</sup>	60,00	95,00	57,84	57,84	57,84	45,79	45,79	45,79	45,79	45,79	60,00
Glycerin	6,00	19,00	6,00	12,00	18,00	18,62	18,62	18,62	18,62	18,62	24,20
Wasser	51,50	72,00	54,33	48,34	42,01	29,00	28,46	27,71	29,54	30,59	37,10
KOH <sup>(b)</sup>	2,02	3,70	1,63	1,59	1,54	1,60	2,10	2,90	1,10	0	2,20

(a) Aerosil® OX50; (b) 30 Gew.-% KOH in Wasser; (e): Vergleichsbeispiel;

**Tabelle 2: Zusammensetzung und physikalisch-chemische Werte der Dispersionen**

Beispiel	1	2	3	3a <sup>(c)</sup>	4	5	6	7	7a <sup>(d)</sup>	8	9 <sup>(e)</sup>	10 <sup>(e)</sup>	11
SiO <sub>2</sub>	Gew. %	50,2	50,1	48,3	48,3	48,3	48,4	48,2	48,2	48,2	48,2	48,2	48,6
Glycerin	Gew. %	5,0	10,0	5,0	5,0	10,0	15,1	19,6	19,6	19,6	19,6	19,6	19,6
Wasser	Gew. %	44,3	39,4	46,4	46,4	41,3	36,1	31,7	31,5	31,5	31,3	31,9	30,0
KOH	Gew. %	0,5	0,6	0,4	0,4	0,4	0,4	0,5	0,7	0,7	0,9	0,3	0,5
pH-Wert		10,9	10,9	10,9	10,9	10,9	10,9	10,5	10,9	10,9	11,8	10,0	10,9
Visk. <sup>(f)</sup>													
10 s <sup>-1</sup> (g)	mPas	240	262	119	106	166	236	374	213	320	101	1290	189
1000 s <sup>-1</sup>	mPas	45	58	33	29	37	51	76	64	77	55	115	69
Durchmesser <sup>(h)</sup>	nm	121	121	114	98	113	114	130	132	128	126	133	110

(c): Vermahlen mit Hochenergiemühle; (d): nach dreimonatiger Lagerung (e): Vergleichsbeispiel; (f): Viskosität bei 23°C; (g) Scherrate; (h): Aggregatdurchmesser (Median)

#### Patentansprüche

1. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion, dadurch gekennzeichnet dass,

- der mittlere, anzahlbezogene Aggregatdurchmesser der Siliciumdioxidpartikel in Dispersion kleiner als 200 nm ist,
- die Dispersion
- mindestens 35 Gew.-% Siliciumdioxidpulver,
- 3 bis 35 Gew.-% mindestens eines Polyoles,
- 20 bis 60 Gew.-% Wasser,
- 0 bis 10 Gew.-% eines Additives, jeweils bezogen auf die Gesamtmenge der Dispersion, enthält und
- eine alkalisch wirkende Substanz in einer Menge enthält, dass sich ein pH-Wert von  $10 < \text{pH} \leq 12$  einstellt.

2. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie keine Additive enthält.

3. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion nach den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass das Siliciumdioxidpulver pyrogen hergestellt ist.

4. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion nach Anspruch 3, dadurch gekennzeichnet, dass das pyrogen hergestellte Siliciumdioxidpulver eine spezifische Oberfläche von 5 bis 500 m<sup>2</sup>/g aufweist.

5. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion nach Anspruch 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass das Polyol Glycerin, Ethylenglykol, Trimethylolpropan, Pentaerythrit, Sorbit, Polyvinylalkohol, Polyethylenglykol oder eine Mischung hieraus ist.

6. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion nach den Ansprüchen 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, alkalische wirkenden Substanz ausgewählt wird aus der Gruppe der Alkalihydroxide, der Amine, (Alkyl)Ammoniumhydroxide und/oder Aminoalkohole.

7. Stabile, gießfähige Siliciumdioxid-Dispersion nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass sie aus

- 38 bis 60 Gew.-% an pyrogen hergestelltem Siliciumdioxidpulver mit einer BET-Oberfläche von 30 bis 60 m<sup>2</sup>/g,
- 5 bis 25 Gew.-% Glycerin
- 25 bis 50 Gew.-% Wasser und
- 0,3 bis 0,7 Gew.-% KOH besteht.

8. Verfahren zur Herstellung der Siliciumdioxid-Dispersion gemäß der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man

- aus einer Vorlage Wasser, mindestens ein Polyol und gegebenenfalls ein Additiv in einer Menge entsprechend der später gewünschten Zusammensetzung über eine Rotor-/Statormaschine im Kreis führt, und
- über eine Einfüllvorrichtung kontinuierlich oder diskontinuierlich und bei laufender Rotor/Statormaschine die für die Dispersion gewünschte Menge an Siliciumdioxidpulver in die Scherzone zwischen den Schlitzen der Rotorzähne und der Statorschlitze einbringt, wobei der pH-Wert kleiner als 5 ist und gegebenenfalls durch Zudosierung einer Säure nachjustiert wird,
- die Einfüllvorrichtung geschlossen und weiter dispergiert wird bis die Stromaufnahme der Rotor/Statormaschine weitestgehend konstant ist
- anschließend eine solche Menge einer alkalisch wirkenden Substanz hinzugegeben wird, dass sich ein pH-Wert der Dispersion von  $10 < \text{pH} \leq 12$  ergibt, wobei die alkalisch wirkende Substanz so rasch zugegeben wird, dass keine Gelbildung erfolgt.

9. Verfahren zur Herstellung der Siliciumdioxid-Dispersion gemäß der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man

- ein Gemisch aus Wasser, mindestens einem Polyol, gegebenenfalls einem Additiv und Siliciumdioxidpulver in einer Menge entsprechend der später gewünschten Zusammensetzung vorlegt,
- mittels eines Planetenkneters bei einem pH-Wert kleiner als 7 dispergiert und
- anschließend eine solche Menge einer alkalisch wirkenden Substanz hinzugegeben wird, dass sich ein pH-Wert der Dispersion von 10 bis 12 ergibt.

10. Verfahren nach den Ansprüchen 8 oder 9, dadurch gekennzeichnet, dass die alkalisch wirkende Substanz eine wässrige Lösung mit einer Konzentration von 20 bis 50 Gew.-% ist.

11. Verfahren nach den Ansprüchen 8 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Zugabe des Polyols erst nach der Dispergierung des Siliciumdioxidpulvers und vor der Zugabe der alkalisch wirkenden Substanz er-

folgt.

12. Verfahren zur Herstellung der Siliciumdioxid-Dispersion gemäß der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, dass man mindestens zwei Teilströme einer der gemäß der Ansprüche 8 bis 11 hergestellten Dispersion unter einen Druck von bis zu  $3500 \text{ kg/cm}^2$  stellt, über eine Düse entspannt und die Teilströme miteinander kollidieren lässt.

13. Verwendung der Siliciumdioxid-Dispersion gemäß der Ansprüche 1 bis 7 als Komponente einer flammhemmenden Füllung von Hohlräumen zwischen Bauteilen, insbesondere für transparente Isolierglasaneordnungen.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen