

(12) **Österreichische Patentanmeldung**

(21)	Anmeldenummer:	A 50786/2023	(51)	Int. Cl.:	C01B 33/32	(2006.01)
(22)	Anmeldetag:	27.09.2023			B01J 13/00	(2006.01)
(43)	Veröffentlicht am:	15.04.2025			C09K 21/02	(2006.01)

(56) Entgegenhaltungen:
WO 2021248173 A2
WO 2009105051 A1
WO 0046277 A2

(71) Patentanmelder:
Döberl Egon
4264 Grünbach (AT)
Döberl Mario
4264 Grünbach (AT)

(72) Erfinder:
Döberl Egon
4264 Grünbach (AT)
Döberl Mario
4264 Grünbach (AT)

(74) Vertreter:
Burgstaller Peter Dr.
4020 Linz (AT)

(54) **Silikatpräkursor für Sol-Gel-Prozesse, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung**

(57) Die vorliegende Erfindung betrifft Alkalimetallhydrosilikate und ein Verfahren zu deren Herstellung durch Mischen von teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohstoffen, die mindestens 70 % amorphes SiO₂ umfassen, und trockenem teilchenförmigem Alkalihydroxid unter weiterer Zugabe von Wasser, sowie deren Verwendung.

Zusammenfassung

Die vorliegende Erfindung betrifft Alkalimetallhydrosilikate und ein Verfahren zu deren Herstellung durch Mischen von teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohstoffen, die mindestens 70 % amorphes SiO_2 umfassen, und trockenem teilchenförmigem Alkalihydroxid unter weiterer Zugabe von Wasser, sowie deren Verwendung.

Beschreibung

Silikatpräkursor für Sol-Gel-Prozesse, Verfahren zu dessen Herstellung und dessen Verwendung

[0001] Die vorliegende Erfindung betrifft Alkalimetallhydrosilikate und ein Verfahren zu deren Herstellung durch Mischen von teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohstoffen, die mindestens 70 % amorphes SiO_2 umfassen, und trockenem teilchenförmigem Alkalihydroxid unter weiterer Zugabe von Wasser.

[0002] Die vorliegenden Alkalimetallhydrosilikate stellen Zwischenprodukte, insbesondere Präkursoren (Vorläufer), für die Herstellung von Hydrosilikatgelen und/oder entsprechenden festen Silikaten über einen Sol-Gel-Prozess dar, wobei die Eigenschaften der genannten Silikatmaterialien von der Zusammensetzung der Vorläufer und den Bedingungen des Sol-Gel-Prozesses abhängen, welche wertvolle Eigenschaften aufweisen, wie z.B. Klebefähigkeit, Fähigkeit zur Wärmeabsorption durch Phasenübergang, Fähigkeit zur Wassereinlagerung und Fähigkeit zur Silifizierung von Zellulose, und somit als Materialien für den Brandschutz, Materialien zur Verhinderung des thermischen Durchgehens (thermal runaway) und Ausgangsmaterialien zur Herstellung von Verbundwerkstoffen auf Zellulosebasis geeignet sind. Der hier verwendete Begriff "Hydrosilikate" schließt auch Hydroaluminiumsilikate ein.

[0003] Wie oben erwähnt, sind die Alkalimetallhydrosilikate Präkursoren für Sol-Gel-Prozesse in dem Sinne, wie sie im Compendium of Polymer Terminology and Nomenclature IUPAC Recommendations 2008, ed. by Richard G. Jones et al., RSC Publishing, 2009, ISBN: 978-0-85404-491-7, Seiten 211 - 236, Chapter 11 - Definitions of terms relating to the structure and processing of sols, gels, networks and inorganic-organic hybrid materials beschrieben sind.

[0004] Die WO 2021/248173 A2 beschreibt ein Verfahren zur Herstellung einer kolloidalen wässrigen Dispersion eines Alkalimetallhydrosilikats in Form eines Brandschutzsystems, umfassend das Zuführen eines zerkleinerten Silikondioxid-Rohmaterials und eines granulierten Alkalimetallhydroxids in einen Reaktor, die Zugabe von Wasser in den Reaktor und das Mischen der Komponenten unter spontaner Erwärmung. Die erhaltene kolloidale wässrige Dispersion eines Alkalimetallhydrosilikats ist unter Umgebungsbedingungen zu einem harten Alkalimetallhydrosilikatgel härtbar

und muss in einer hermetischen Verpackung, vorzugsweise vakuumverpackt, gelagert werden.

[0005] Es besteht nach wie vor die Notwendigkeit, ein Alkalimetallhydrosilikat mit verbesserten Eigenschaften, wie z. B. Brandschutzeigenschaften aufgrund eines hohen Wassergehalts und Handhabungseigenschaften, insbesondere keine Aushärtung oder Härtung nach Lagerung unter Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C, 100000 kPa / 1 bar) für mindestens 28 Tage, bereitzustellen.

[0006] Diese Aufgabe wird durch die Alkalimetallhydrosilikate und das Verfahren zu ihrer Herstellung gemäß der vorliegenden Erfindung gelöst.

[0007] Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung umfasst die Schritte:

a) Bereitstellen eines teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohmaterials, das mindestens 70 % amorphes SiO_2 umfasst, und eines trockenen teilchenförmigen Alkalihydroxids, und gegebenenfalls Einstellen des Feuchtegehalts des Siliziumdioxid-Rohmaterials auf mindestens etwa 70 Gew.-% und nicht mehr als etwa 84,5 Gew.-%;

b) Mischen des teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohmaterials und des trockenen teilchenförmigen Alkalihydroxids in einem Verhältnis von 1 Gewichtsteil Alkalihydroxid und 5,25 bis 10,5 Gewichtsteilen Siliziumdioxid-Rohmaterial unter spezifischem Energieeintrag von etwa 200 kJ/kg bis 750 kJ/kg, vorzugsweise in einem Rührwerk bzw. Mischer, bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 1000 bis etwa 4000 U/min.

c) Zugabe von Wasser, um ein Verhältnis von 1 Gewichtsteil an den trockenen Feststoffen zu 2,5 bis 4,8 Teilen Gesamtgewicht an Wasser zu erreichen, vorzugsweise unter den Mischbedingungen von Schritt b), um ein viskoses Produkt zu erhalten, und gegebenenfalls Anpassung der Wassermenge auf der Grundlage des Feuchtegehaltes des eingesetzten Siliziumdioxid-Rohmaterials.

[0008] Geeignete Siliziumdioxid-Rohmaterialien zum Erhalt der vorliegenden Alkalimetallhydrosilikate sind natürliche oder künstliche Materialien, die mindestens 70 Gew.-% amorphes SiO_2 enthalten (siehe z.B. WO 2009/105051 A1 und WO 00/46277 A2). Natürliche Materialien werden in der Regel aus Sedimentgesteinen wie Diatomiten, Kieselgur, Tripolis, Planer, Spongioliten, Radiolariten, Opalen und dergleichen ausgewählt (z.B. Ivanenko V.N., Building materials and products from siliceous rocks, Kiev, publishing house "BUDIVELNIK, 1978, S.5). Künstliche Materialien sind z. B.

Nebenprodukte von amorphem Siliziumdioxid, einschließlich Quarzglas, Silikastaub (silica fume), Mikrosilica und anderer technogener Arten von amorphem Siliziumdioxid. Es können ein oder mehrere Siliziumdioxid-Rohmaterialien verwendet werden. Aus Gründen der Handhabung werden die Ausgangsmaterialien in zerkleinerter und/oder gemahlener Form, d. h. teilchenförmig, eingesetzt. Vorzugsweise liegt die durchschnittliche Teilchengröße bei 0,5 mm oder darunter, vorzugsweise zwischen 50 µm und 150 µm. Vorzugsweise wird das Siliziumdioxid-Rohmaterial auf eine Teilchengröße zerkleinert, die zu einer spezifischen Oberfläche des Materials im Bereich von 0,05 bis 0,5 m²/g führt. Eine weitere Zerkleinerung ist für das Herstellungsverfahren nicht erforderlich, wird aber von der vorliegenden Erfindung mit umfasst. Im Folgenden werden die teilchenförmigen Siliziumdioxid-Ausgangsmaterialien auch als "kieselsäurehaltiger Sand" bezeichnet.

[0009] Vorzugsweise wird das Siliziumdioxid-Rohmaterial aus Diatomiten und Nebenprodukten von amorphem Siliziumdioxid ausgewählt.

[0010] Besonders bevorzugte Siliziumdioxid-Rohmaterialien sind ein Diatomit (Typ 1) mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	82,62
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	5,9
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	3,04
Kalziumoxid CaO	2,03
Magnesiumoxid MgO	0,65
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,06
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	5,7

[0011] oder ein Diatomit (Typ 2) mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	78,9
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	6,2
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	3,19

Kalziumoxid CaO	2,98
Magnesiumoxid MgO	0,82
Natriumoxid Na ₂ O	4,41
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,08
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	4,24

[0012] oder amorphes Siliziumdioxid-Nebenprodukt (Mikrosilica) der Herstellung von Ferrolegierungen mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	88,19
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	1,23
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	1,71
Kalziumoxid CaO	0,84
Magnesiumoxid MgO	1,18
Natriumoxid, Na ₂ O	0,82
Kaliumoxid, K ₂ O	1,12
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,71
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	3,89

[0013] Der Feuchtegehalt ("Gehalt an Feuchtigkeit") der eingesetzten Siliziumdioxid-Rohmaterialien liegt vorzugsweise bei mindestens ca. 70 Gew.-% und höchstens bei ca. 81,5 Gew.-%, bevorzugter bei ca. 71 Gew.-% bis ca. 80 Gew.-%, noch bevorzugter bei ca. 71,5 Gew.-% bis ca. 79,5 Gew.-%, insbesondere bei ca. 71,9 bis ca. 78,0 Gew.-%. Vorzugsweise wird der Feuchtegehalt der eingesetzten Siliziumdioxid-Rohmaterialien vor der Zuführung bestimmt und durch Trocknung oder Zugabe von Wasser entsprechend eingestellt. Da der Reaktionsmischung Wasser zugesetzt wird, ist der endgültige Wassergehalt der Reaktionsmischung in der Regel anders als der Feuchtegehalt der eingesetzten Siliziumdioxid-Rohmaterialien. Die Wassermenge, die der Reaktionsmischung zugesetzt wird, kann auf der Grundlage des Feuchtegehalts der verwendeten Siliziumdioxid-Rohmaterialien eingestellt werden.

[0014] Trockene teilchenförmige Alkalihydroxide im Sinne der vorliegenden Erfindung sind Natriumhydroxid (Ätznatron, NaOH) und Kaliumhydroxid (Ätzkali, KOH) oder eine Kombination davon, die kommerziell erhältlich sind, meist in Form von Granulat oder Flocken. Vorzugsweise ist das verwendete teilchenförmige Alkalihydroxid lufttrocken. Eine spezielle Lagerung unter kontrollierter Atmosphäre oder eine Trocknung oder Befeuchtung des Alkalihydroxids vor der Zuführung zum Reaktionsgemisch ist daher nicht erforderlich. Obwohl nicht notwendig, ist eine solche Vorbehandlung des Alkalihydroxids erfindungsgemäß dennoch möglich.

[0015] Gemäß dem vorliegenden Verfahren beträgt das Gewichtsverhältnis von trockenen teilchenförmigen Alkalihydroxiden zu teilchenförmigem trockenem Siliziumdioxid-Rohmaterial 1 Gewichtsteil des Alkalihydroxids zu 5,25 bis 10,5 Gewichtsteilen des Siliziumdioxid-Rohmaterials, vorzugsweise 1 Gewichtsteil des Alkalihydroxids zu 5,5 bis 10,0 Gewichtsteilen des Siliziumdioxid-Rohmaterials, noch bevorzugter 1 Gewichtsteil des Alkalihydroxids zu 5,56 bis 10,0 Gewichtsteilen des Siliziumdioxid-Rohmaterials.

[0016] Gemäß dem vorliegenden Verfahren beträgt das Gewichtsverhältnis der eingesetzten trockenen Feststoffe (trockene teilchenförmige Alkalihydroxide und teilchenförmiges Siliziumdioxid-Rohmaterial, berechnet im trockenen Zustand ohne Feuchtigkeit) zu Wasser 1 Gewichtsteil an Feststoffen zu 2,55 bis 4,3 Gewichtsteilen Wasser, vorzugsweise 1 Gewichtsteil an Feststoffen zu 2,59 bis 4,0 Gewichtsteilen Wasser, noch bevorzugter 1 Gewichtsteil an Feststoffen zu 2,63 bis 3,3 Gewichtsteilen des Siliziumdioxid-Rohmaterials.

[0017] Vorzugsweise wird das Wasser mit einer Temperatur von etwa 75°C bis etwa 95°C, vorzugsweise etwa 75°C bis etwa 85°C, zugegeben.

[0018] Es hat sich überraschenderweise gezeigt, dass im Gegensatz zu dem auf diesem technischen Gebiet üblichen Ansatz des Mischens mit niedriger Geschwindigkeit (Rotationsgeschwindigkeit von ca. 100 - 150 U/min und mit relativ geringem spezifischem Energieeintrag von ca. 10 - 20 kJ/kg) gemäß der vorliegenden Erfindung ein Mischansatz vorteilhaft ist, bei dem der Energieeintrag im Vergleich zum üblichen Ansatz des Mischens mit niedriger Geschwindigkeit um mindestens ca. 1 - 1,5 Größenordnungen höher ist. Es wird davon ausgegangen, dass durch diesen Mischansatz eine mechanische Aktivierung im Reaktionsgemisch erfolgt. So wird gemäß der vorliegenden Erfindung das Mischen mit einem spezifischen Energieeintrag

von etwa 200 kJ/kg bis 750 kJ/kg, vorzugsweise in einem Rührwerk bzw. Mischer, bei einer Drehzahl von 1000 bis 4000 U/min, vorzugsweise 2000 U/min, durchgeführt. Vorzugsweise wird das Mischen in Schritt b) und Schritt c) unter denselben Bedingungen durchgeführt. Das Mischen wird in der Regel über einen Zeitraum von 25 min bis 45 min, vorzugsweise 30 min bis 40 min in Schritt b) und von 35 min bis 75 min, vorzugsweise 40 min bis 60 min in Schritt c) durchgeführt. Der spezifische Energieeintrag während des Mischens wird auf der Grundlage der bekannten Mengen an Rohstoffen für die Herstellung der Alkalimetallhydrosilikat-Proben (Silikatvorläufer) gemäß der vorliegenden Erfindung und der Abhängigkeiten zwischen der an die Mischelemente eines Mixers angelegten Leistung und der Drehgeschwindigkeit der genannten Elemente berechnet, die in den technischen Richtlinien der Mischer, die für die Herstellung der Proben gemäß der vorliegenden Erfindung verwendet wurden, angegeben sind.

[0019] Die Alkalisierung des Siliziumdioxid-Rohmaterials durch das Alkalihydroxid geht mit einer Selbsterhitzung durch exotherme Verdünnung/Reaktion bis zu einer Temperatur von etwa 85-95°C einher. Vorzugsweise wird die Temperatur der Reaktionsmischung durch Erhitzen oder Kühlen zwischen etwa 75°C und etwa 95°C gehalten.

[0020] Gemäß einer bevorzugten Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens wird die Viskosität des in Schritt c) erhaltenen Produkts bestimmt, z. B. durch Probenahme und Messung mit einem Brookfield-Viskosimeter.

[0021] Das erhaltene Produkt kann aus dem Prozess in geeignete Behälter zur Lagerung und weiteren Verwendung entnommen werden. Vorzugsweise wird das Produkt nach einem Abkühlungsschritt entnommen, der vorzugsweise dadurch erfolgt, dass das Produkt ohne äußere Erwärmung gehalten wird.

[0022] Das Verfahren gemäß der vorliegenden Erfindung kann in einem wärmeisolierten Prozessbehälter durchgeführt werden, der mit einem Mischer, Dosierbehältern für teilchenförmiges Siliziumdioxid-Rohmaterial, teilchenförmiges Alkalihydroxid und erhitztes Wasser sowie einem Produktauslass ausgerüstet ist.

[0023] Das Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung härtet nicht aus (behält einen nicht feststoffartigen Zustand bei), bei Lagerung unter Standard-Umgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C, 100000 kPa / 1 bar) für mindestens 28

Tage. Dies wird bestimmt, indem eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt nach EN 12390-1:2000) eingebracht und für 28 Tage unter SATP gelagert wird. Nach der Entnahme aus der Form wird die Probe auf eine ebene Fläche (einen Tisch) platziert. Die Nichtaushärtung des Alkalimetallhydrosilikats wird dadurch nachgewiesen, dass die Probe des erfindungsgemäßen Materials nach dem Öffnen der Form, die wie oben beschrieben unter SATP gelagert wurde, die kubische Form verliert. Nach dem Öffnen der Form hat die Probe in der Regel eine kubische Form, jedoch sollte die Probe die kubische Form innerhalb eines bestimmten Zeitraums verlieren, typischerweise nach etwa 12 bis etwa 24 Stunden Lagerung auf der flachen Oberfläche unter SATP. Eine Probe, die ihre kubische Form über einen Zeitraum von mehr als 24 Stunden unter SATP beibehält, wird als gehärtet definiert.

[0024] Das Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung weist nach thermischer Behandlung (Entwässerung) bei einer Temperatur von $250^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ für 30 min $\pm$ 1 min eine chemische elementare Zusammensetzung auf, in Gew.-% von: Silizium - 27-40; Aluminium - 0,9-3,5; Eisen - 0,2-3,5; Kalzium - 0,2-2,0; Magnesium - 0,05 - 0,5; Alkalimetall (Natrium, Kalium oder eine Kombination davon) - 8,0 - 19,0; Sauerstoff - 43-54; andere Elemente - nicht mehr als 3,0 %, basierend auf XRF- bzw. RFA-Daten. Die thermische Behandlung kann in einem Laborofen, z. B. der Binder GmbH (Deutschland), durchgeführt werden, und die elementare Zusammensetzung kann mit einem XRF- bzw. RFA-Spektrometer, z. B. dem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland), bestimmt werden.

[0025] Es hat sich gezeigt, dass die Eigenschaften des erfindungsgemäßen Materials empfindlich sind in Bezug auf den Gehalt an Al, Ca, Mg und Fe. Ein höherer Gehalt an Al, Ca, Mg und Fe im Vergleich zur obigen chemischen elementaren Zusammensetzung führte insbesondere zu einer signifikanten Abnahme der Hafteigenschaften.

[0026] Das erfindungsgemäße Alkalimetallhydrosilikat weist nach einer thermischen Behandlung (Entwässerung) bei einer Temperatur von $250^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ für 30 min $\pm$ 1 min einen Gewichtsverlust von ca. 45 Gew.-% bis ca. 65 Gew.-% auf (die thermische Behandlung kann in einem Laborofen, z.B. der Firma Binder GmbH (Deutschland), durchgeführt werden, die Bestimmung kann mit einem Feuchtebestimmer, z.B. einem Feuchtebestimmer Sartorius MA 36, durchgeführt werden, der für die Verwendung einer

höheren Betriebstemperatur bei den Messungen modifiziert ist. Der Gewichtsverlust entspricht im Wesentlichen dem Wassergehalt des Materials.

[0027] Das Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung hat eine Viskosität bei einer Temperatur von $25 \pm 0,5^\circ\text{C}$ von etwa 100 - etwa 70000 Pa*s, vorzugsweise etwa 150 - etwa 1600 Pa*s, besonders bevorzugt etwa 200 - etwa 1500 Pa*s (gemessen mit einem Brookfield-Viskosimeter, z.B. IKA ROTAVISC hi-vi II).

[0028] Das Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung hat einen pH-Wert von etwa 10,2 bis etwa 13, vorzugsweise von etwa 10,6 bis etwa 12. Der pH-Wert kann mit einem pH-Meter, z.B. Modell testo 206-ph3, gemessen werden.

[0029] Es hat sich überraschenderweise gezeigt, dass das erfindungsgemäße Alkalimetallhydrosilikat eine sogenannte "saure Komponente" enthält, die aus dem erfindungsgemäßen Präkursormaterial extrahiert werden kann, insbesondere bei erhöhter Temperatur, vorzugsweise unter 90°C , besonders bevorzugt bei etwa 70°C , und reduziertem Druck, vorzugsweise unter 0,5 bar, besonders bevorzugt bei etwa 0,1 bar

[0030] Ohne an eine Theorie gebunden zu sein, wird davon ausgegangen, dass aufgrund der relativ geringen Konzentration an Alkalimetall (insbesondere Natrium) im erfindungsgemäßen Alkalimetallhydrosilikat in Kombination mit einer hohen Wassermenge und hochenergetischer Vermischung (im Vergleich zu herkömmlichen Low-Speed-Mischverfahren) das Auftreten von Hydrolyseprozessen stimuliert wird. So wird in einer ersten Stufe eine Hydrolyse verwirklicht, zum Beispiel über die Reaktion:



[0031] In einer zweiten Hydrolyse-Stufe wird wahrscheinlich:



[0032] Die allgemeinen Eigenschaften der "sauren Komponente" sind den Eigenschaften eines Kieselsäuregemisches recht ähnlich. Unter Berücksichtigung der hydrophoben Eigenschaften der "sauren Komponente" wird diese den Prozess der Härtung des Materials beeinflussen.

[0033] Das Vorhandensein einer großen Menge einer hydrophoben sauren Komponente im Material könnte die Klebefähigkeit beeinträchtigen. Daher ist es wünschenswert, dass die Menge der "sauren Komponente" in dem Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung 10 Gew.-% nicht überschreitet.

[0034] Die vorliegende Erfindung betrifft auch Alkalimetallhydrosilikate, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erhältlich sind oder erhalten werden.

[0035] Die Alkalimetallhydrosilikate gemäß der vorliegenden Erfindung können durch einen Sol-Gel-Prozess in Hydrosilikatgele oder feste Silikate überführt werden, die abhängig von der Zusammensetzung der Alkalimetallhydrosilikate und den Bedingungen des Sol-Gel-Prozesses, wertvolle Eigenschaften besitzen, wie z.B. Klebefähigkeit, Fähigkeit zur Wärmeabsorption durch Phasenübergang, Fähigkeit zur Wassereinlagerung und Fähigkeit zur Silifizierung von Zellulose, und sich somit als Materialien für den Brandschutz, Materialien zur Verhinderung des thermischen Durchgehens (thermal runaway) und Ausgangsmaterialien zur Herstellung von Verbundwerkstoffen auf Zellulosebasis eignen. Die Hydrosilikatgele werden durch thermische Behandlung der Alkalimetallhydrosilikate, vorzugsweise bei einer Temperatur von etwa 60 bis etwa 80 °C während einer Dauer von nicht weniger als 6 Stunden, erhalten. Nach einer solchen Behandlung enthalten die Hydrosilikatgele in der Regel etwa 50 % Wasser (Feuchtigkeit), das bei einer erhöhten Temperatur von etwa 120 °C bis etwa 250 °C evaporiert werden kann, um ein so genanntes "starres (rigid)" Gel zu erhalten. Feste Silikate, bei denen es sich um poröse feste Silikate oder dichte feste Silikate handeln kann, erhält man nach Abschluss des Sol-Gel-Prozesses, der in der Regel unter strengeren Bedingungen mit erhöhter Temperatur, vorzugsweise über etwa 260°C, noch bevorzugter zwischen etwa 260°C und etwa 350°C, noch bevorzugter zwischen etwa 300°C und etwa 350°C, und gegebenenfalls erhöhtem Druck, vorzugsweise über etwa 1,2 bar, noch bevorzugter zwischen etwa 1,2 bar und etwa 12 bar, noch bevorzugter zwischen etwa 1,5 bar und etwa 12 bar, stattfindet. Es gibt auch andere Methoden zur Umwandlung des erfindungsgemäßen Vorläufers in feste Silikate, z.B. Niederdruck, Strahlung usw.).

[0036] Ein weiterer Gegenstand der vorliegenden Erfindung ist daher die Verwendung der erfindungsgemäßen Alkalimetallhydrosilikate zur Herstellung von Materialien für den Brandschutz, zur Verhinderung des thermischen Durchgehens und zur Herstellung von Verbundwerkstoffen auf Zellulosebasis.

[0037] Die Erfindung wird anhand der folgenden Beispiele näher erläutert, ohne den Umfang auf die beschriebenen Ausführungsformen zu beschränken. Die Erfindung schließt alle Kombinationen von beschriebenen und insbesondere von bevorzugten Merkmalen ein, die sich nicht gegenseitig ausschließen.

Beispiel 1

[0038] Ein Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung wurde unter Verwendung von Natriumhydroxid als Alkalimetallhydroxid hergestellt. Als Siliziumdioxid-Rohmaterial, das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO_2 enthält, wurde ein Diatomit (Typ 1) mit der in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung eingesetzt. Das Rohmaterial wurde mit einem Backenbrecher vorzerkleinert und anschließend zu einem "kieselsäurehaltigen Sand" gemahlen. Die durchschnittliche Partikelgröße der "Sandkörner" beträgt nicht mehr als 0,5 mm, gemessen mit einer Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0039] Tabelle 1. Chemische Zusammensetzung von Diatomit Typ 1 (bestimmt mit einem Benchtop XRF- bzw. RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland))

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO_2	82,62
Aluminiumoxid Al_2O_3	5,9
Eisen(III)-oxid Fe_2O_3	3,04
Kalziumoxid CaO	2,03
Magnesiumoxid MgO	0,65
Schwefel (berechnet als SO_3)	0,06
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	5,7

[0040] Das Verfahren wird in einem wärmeisolierten Prozessbehälter durchgeführt, der mit einem Mischer, Dosierern für Siliziumdioxid-Rohstoff, lufttrockenes Natriumhydroxid-Granulat und erhitztes Wasser sowie Dosiervorrichtungen für die Komponenten ausgestattet ist - TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) -, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Homogenisator vom Schaufeltyp ausgestattet ist und eine Gesamtleistung von 34,2 kW an Elektromotoren aufweist.

[0041] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $76 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0042] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 50 ± 1 kg bereitgestellt.

[0043] Lufttrockenes granuliertes Ätzalkali (Natriumhydroxid) wurde in einer Menge von $9 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben unter Mischen der Materialien bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 2000 ± 50 U/min (Mischsystem TRIMIX TXR 250) und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 500 ± 50 kJ/kg für mindestens 35 Minuten. Nach Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $10 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen des Reaktionsgemisches zugegeben und der Mischvorgang mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0044] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wird auf eine Teilchengröße zerkleinert, die Vermischung der Reaktionsmischung wird von Selbsterhitzung aufgrund exothermer Effekte der Alkalisierungreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 begleitet. Die Temperatur des Reaktionsgemisches wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0045] Der Prozess wurde bis zum Erhalt eines homogenen, viskosen Materials durchgeführt. Die mit dem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 100 - 1700 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Prozesses wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne externe Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0046] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0047] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 35,69; Aluminium - 2,88; Eisen - 1,97; Kalzium - 1,34; Magnesium - 0,34; Natrium - 9,5; Sonstige - 0,03; Sauerstoff - 48,25.

[0048] Während der Evaporation von Feuchtigkeit bei einer Temperatur von $250 \pm 1^\circ\text{C}$ aus der Probe des hergestellten Materials wurde die Menge der verdampften Feuchtigkeit mit einem Feuchtigkeitsanalysator Sartorius MA 36 (der modifiziert wurde, um eine höhere Betriebstemperatur während der Messungen zu verwenden) gemessen und in einer Menge von 45,92 Gew.-% bestimmt.

[0049] Der pH-Wert der Probe des hergestellten Materials, gemessen mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3, beträgt 11,2.

[0050] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von $38 \pm 3 \mu\text{m}$ (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01 \text{ mm}$ und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von $70 \pm 5^\circ\text{C}$ mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 4,63 MPa.

[0051] Zum Nachweis, dass das hergestellte Material unter SATP einen nicht feststoffähnlichen Zustand beibehält, wurde eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt gemäß EN 12390-1:2000) eingebracht und 28 Tage lang unter den Bedingungen von Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C , 100000 kPa / 1 bar) gelagert. Nach der Entnahme aus der Form wurde die Probe auf die flache Oberfläche eines Tisches gelegt. Innerhalb der folgenden 12 Stunden verlor die Probe ihre kubische Form.

Beispiel 2

[0052] Zur Herstellung der anderen Probe des Alkalimetallhydrosilikats als Vorläufer für Sol-Gel-Prozesse auf der Basis von Natriumhydroxid gemäß der vorliegenden Erfindung sollte in der ersten Stufe ausgewähltes poröses Siliziumdioxid-Rohmaterial,

das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO₂ enthält - Diatomit Typ 2 -, mit einer in Tabelle 2 angegebenen Zusammensetzung und das genannte Rohmaterial zerkleinert werden unter Verwendung, zum Beispiel eines Backenbrechers, und dann zu einem kieselensäurehaltigen "Sand" gemahlen werden.

[0053] Tabelle 2. Chemische Zusammensetzung von Diatomit Typ 2 als Rohmaterial für die Herstellung eines Materials (Alkalimetallhydrosilikat als Silikatvorläufer) (bestimmt mit einem Benchtop XRF- bzw. RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland))

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	78,9
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	6,2
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	3,19
Kalziumoxid CaO	2,98
Magnesiumoxid MgO	0,82
Natriumoxid Na ₂ O	4,41
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,08
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	4,24

[0054] Es ist zweckmäßig, dass die durchschnittliche Größe der "Sandkörner" nicht mehr als 0,5 mm beträgt, gemessen mit einer Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0055] Kieselensäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselensäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali - Natriumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0056] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $74 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0057] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 100 ± 1 kg bereitgestellt.

[0058] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Natriumhydroxid) in einer Menge von $10 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 300 ± 30 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $25 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0059] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0060] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 500 - 5800 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0061] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0062] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 35,39; Aluminium - 3,14; Eisen - 2,14; Kalzium - 1,98; Magnesium - 0,48; Natrium - 8,65; Sonstige - 0,03; Sauerstoff - 46,62.

[0063] Während der Evaporation von Feuchtigkeit bei einer Temperatur von 250 ± 1 °C aus der Probe des hergestellten Materials wurde die Menge der verdampften Feuchtigkeit mit einem Feuchtigkeitsanalysator Sartorius MA 36 (der modifiziert wurde,

um eine höhere Betriebstemperatur während der Messungen zu verwenden) gemessen und in einer Menge von 46,28 Gew.-% bestimmt.

[0064] Der pH-Wert der Probe des hergestellten Materials, gemessen mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3, beträgt 11.

[0065] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von $38 \pm 3 \mu\text{m}$ (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01 \text{ mm}$ und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von $70 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 4,61 MPa.

[0066] Zum Nachweis, dass das hergestellte Material unter SATP einen nicht feststoffähnlichen Zustand beibehält, wurde eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt gemäß EN 12390-1:2000) eingebracht und 28 Tage lang unter den Bedingungen von Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C , 100000 kPa / 1 bar) gelagert. Nach der Entnahme aus der Form wurde die Probe auf die flache Oberfläche eines Tisches gelegt. Innerhalb der folgenden 18 Stunden verlor die Probe ihre kubische Form.

Beispiel 3 (Vergleich)

[0067] Um eine Probe eines Silikatmaterials mit einem höheren Aluminium (Al)-Gehalt im Vergleich zu einem Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen, wird in einem ersten Schritt ein poröses Siliziumdioxid-Rohmaterial ausgewählt, das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO_2 enthält - metallurgische Schlacke Typ 1 - mit der in Tabelle 3 angegebenen Zusammensetzung, und der

erwähnte Rohstoff wird zum Beispiel mit einem Backenbrecher zerkleinert und dann zu einem kieselensäurehaltigen "Sand" gemahlen.

[0068] Tabelle 3. Chemische Zusammensetzung von metallurgischer Schlacke als Rohmaterial für die Herstellung von Silikatmaterial (bestimmt mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland))

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	70,2
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	20,6
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	2,7
Kalziumoxid CaO	2,8
Magnesiumoxid MgO	1,4
Natriumoxid, Na ₂ O	0,9
Kaliumoxid, K ₂ O	0,8
Schwefel (berechnet als SO ₃)	
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	1,1

[0069] Es ist zweckmäßig, dass die durchschnittliche Größe der "Sandkörner" nicht mehr als 0,5 mm beträgt, gemessen mit einer Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0070] Kieselensäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselensäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali - Natriumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0071] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $75 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0072] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 100 ± 1 kg bereitgestellt.

[0073] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Natriumhydroxid) in einer Menge von $10 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 300 ± 30 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $25 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0074] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungsreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0075] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 1000 – 80000 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0076] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0077] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 30,52; Aluminium - 9,98; Eisen - 1,77; Kalzium - 1,88; Magnesium - 0,79; Natrium - 6,02; Kalium - 0,62; Sauerstoff - 48,42.

[0078] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des

Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von $38 \pm 3 \mu\text{m}$ (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01 \text{ mm}$ und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5 \text{ M}\Omega \cdot \text{m}$ (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von $70 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 0,24 MPa.

[0079] Die Werte der Aluminiumkonzentration gemäß der vorliegenden Erfindung erscheinen somit als optimal.

Beispiel 4 (Vergleich)

[0080] Um eine Probe eines Silikatmaterials mit einem höheren Kalzium (Ca)-Gehalt im Vergleich zu einem Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen, wird in einem ersten Schritt ein poröses Siliziumdioxid-Rohmaterial ausgewählt, das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO_2 enthält - metallurgische Schlacke Typ 2 - mit der in Tabelle 4 angegebenen Zusammensetzung, und der erwähnte Rohstoff wird zum Beispiel mit einem Backenbrecher zerkleinert und dann zu einem kieselsäurehaltigen "Sand" gemahlen.

[0081] Tabelle 4. Chemische Zusammensetzung einer metallurgischen Schlacke als Rohmaterial für die Herstellung von Silikatmaterial (bestimmt mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland)

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO_2	68,2
Aluminiumoxid Al_2O_3	0,8
Eisen(III)-oxid Fe_2O_3	3,1
Kalziumoxid CaO	14,2
Magnesiumoxid MgO	1,5
Natriumoxid, Na_2O	1,2

Kaliumoxid, K ₂ O	1,8
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,6
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	8,6

[0082] Es ist zweckmäßig, dass die durchschnittliche Größe der "Sandkörner" nicht mehr als 0,5 mm beträgt, gemessen mit einer Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0083] Kieselsäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselsäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali - Natriumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0084] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $75 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0085] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 100 ± 1 kg bereitgestellt.

[0086] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Natriumhydroxid) in einer Menge von $10 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 300 ± 30 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $25 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0087] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungsreaktion des Aquats von granuliertem

trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0088] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 700 – 40000 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken

[0089] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0090] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 32,15; Aluminium - 0,43; Eisen - 2,19; Kalzium - 10,23; Magnesium - 0,91; Natrium - 6,7; Kalium - 1,51; Sonstige - 0,27; Sauerstoff - 45,61.

[0091] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von 38 ± 3 µm (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01$ mm und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5$ MΩ*m (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von 70 ± 5 °C mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 0,12 MPa.

[0092] Die Werte der Kalziumkonzentration gemäß der vorliegenden Erfindung erscheinen somit als optimal.

Beispiel 5 (Vergleich)

[0093] Um eine Probe eines Silikatmaterials mit einem höheren Eisen (Fe)-Gehalt im Vergleich zu einem Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen, wird in einem ersten Schritt ein poröses Siliziumdioxid-Rohmaterial ausgewählt, das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO₂ enthält - Diatomit Typ 1 - mit der in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung, und der erwähnte Rohstoff wird zum Beispiel mit einem Backenbrecher zerkleinert und dann zu einem kieselensäurehaltigen "Sand" gemahlen.

[0094] Tabelle 5. Chemische Zusammensetzung einer metallurgischen Kupferschlacke als Rohmaterial für die Herstellung von Silikatmaterial (bestimmt mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland))

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	48,9
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	23,51
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	59,78
Kalziumoxid CaO	3,75
Magnesiumoxid MgO	0,69
Natriumoxid, Na ₂ O	0
Kaliumoxid, K ₂ O	0
Schwefel (berechnet als SO ₃)	1,39
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	5,7

[0095] Es ist zweckmäßig, dass die durchschnittliche Größe der "Sandkörner" nicht mehr als 0,5 mm beträgt, gemessen mit einer Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0096] Kieselensäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselensäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzkalk -

Natriumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0097] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $75 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0098] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 100 ± 1 kg bereitgestellt.

[0099] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Natriumhydroxid) in einer Menge von $10 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 300 ± 30 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $25 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0100] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungsreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0101] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 800 – 52000 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0102] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0103] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 35,23; Aluminium - 2,94; Eisen - 5,9; Kalzium - 1,54; Magnesium - 0,37; Natrium - 5,63; Sonstige - 0,08; Sauerstoff - 48,31.

[0104] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von 38 ± 3 µm (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01$ mm und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5$ MΩ*m (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von 70 ± 5 °C mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 0,1 MPa

Beispiel 6

[0105] Ein Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung wurde unter Verwendung von Kaliumhydroxid als Alkalimetallhydroxid hergestellt. Als Siliziumdioxid-Rohstoff mit einem Anteil von mindestens 70 Gew.-% amorphem SiO₂ wurde ein Diatomit (Typ 1) mit der in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung verwendet. Das Rohmaterial wurde mit einem Backenbrecher vorzerkleinert und anschließend zu einem "kieselsäurehaltigen Sand" gemahlen.

[0106] Die durchschnittliche Partikelgröße der "Sandkörner" beträgt nicht mehr als 0,5 mm, gemessen mit der Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0107] Kieselsäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselsäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali -

Kaliumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0108] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $76 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0109] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 50 ± 1 kg bereitgestellt.

[0110] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Kaliumhydroxid) in einer Menge von $9,4 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 500 ± 50 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $14 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0111] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungsreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0112] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 800 – 52000 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0113] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0114] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 34,93; Aluminium - 2,83; Eisen - 1,92; Kalzium - 1,31; Magnesium - 0,36; Kalium - 12,22; Sonstige - 0,02; Sauerstoff - 46,41.

[0115] Während der Evaporation von Feuchtigkeit bei einer Temperatur von 250 ± 1 °C aus der Probe des hergestellten Materials wurde die Menge der verdampften Feuchtigkeit mit einem Feuchtigkeitsanalysator Sartorius MA 36 (der modifiziert wurde, um eine höhere Betriebstemperatur während der Messungen zu verwenden) gemessen und in einer Menge von 45,82 Gew.-% bestimmt.

[0116] Der pH-Wert der Probe des hergestellten Materials, gemessen mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3, beträgt 11.

[0117] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von 38 ± 3 µm (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01$ mm und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5$ MΩ*m (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von 70 ± 5 °C mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 4,58 MPa.

[0118] Zum Nachweis, dass das hergestellte Material unter SATP einen nicht feststoffähnlichen Zustand beibehält, wurde eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt gemäß EN 12390-1:2000) eingebracht und 28 Tage lang unter den Bedingungen von Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C, 100000 kPa / 1 bar) gelagert. Nach der Entnahme aus der Form wurde die Probe auf

die flache Oberfläche eines Tisches gelegt. Innerhalb der folgenden 15 Stunden verlor die Probe ihre kubische Form.

Beispiel 7

[0119] Ein Alkalimetallhydrosilikat gemäß der vorliegenden Erfindung wurde unter Verwendung von Kaliumhydroxid als Alkalimetallhydroxid hergestellt. Als Siliziumdioxid-Rohstoff mit einem Anteil von mindestens 70 Gew.-% amorphem SiO_2 wurde ein Diatomit (Typ 1) mit der in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung verwendet. Das Rohmaterial wurde mit einem Backenbrecher vorzerkleinert und anschließend zu einem "kieselsäurehaltigen Sand" gemahlen.

[0120] Die durchschnittliche Partikelgröße der "Sandkörner" beträgt nicht mehr als 0,5 mm, gemessen mit der Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0121] Kieselsäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselsäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali - Kaliumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0122] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $75 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0123] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 100 ± 1 kg bereitgestellt.

[0124] In einem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Kaliumhydroxid) in einer Menge von $19 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 300 ± 30 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $25 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer

Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0125] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0126] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 800 – 52000 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0127] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0128] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-% Silizium - 32,78; Aluminium - 2,92; Eisen - 1,08; Kalzium - 1,89; Magnesium - 0,44; Natrium - 2,91; Kalium - 11,76; Sonstige - 0,03; Sauerstoff - 46,19.

[0129] Während der Evaporation von Feuchtigkeit bei einer Temperatur von 250 ± 1 °C aus der Probe des hergestellten Materials wurde die Menge der verdampften Feuchtigkeit mit einem Feuchtigkeitsanalysator Sartorius MA 36 (der modifiziert wurde, um eine höhere Betriebstemperatur während der Messungen zu verwenden) gemessen und in einer Menge von 43,41 Gew.-% bestimmt.

[0130] Der pH-Wert der Probe des hergestellten Materials, gemessen mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3, beträgt 10,9.

[0131] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des

Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von $38 \pm 3 \mu\text{m}$ (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01 \text{ mm}$ und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von $70 \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 4,12 MPa.

[0132] Zum Nachweis, dass das hergestellte Material unter SATP einen nicht feststoffähnlichen Zustand beibehält, wurde eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt gemäß EN 12390-1:2000) eingebracht und 28 Tage lang unter den Bedingungen von Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C , 100000 kPa / 1 bar) gelagert. Nach der Entnahme aus der Form wurde die Probe auf die flache Oberfläche eines Tisches gelegt. Innerhalb der folgenden 15 Stunden verlor die Probe ihre kubische Form.

Beispiel 8 (Vergleich)

[0133] Zur Herstellung einer Referenzprobe eines Silikatgelmaterials gemäß dem nächstliegenden Stand der Technik - Patentanmeldung WO2021248173 - auf der Basis von Natriumhydroxid wurde ein Siliziumdioxid-Rohmaterial verwendet, das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO_2 enthält, ein Diatomit (Typ 1) mit der in Tabelle 1 angegebenen Zusammensetzung. Das Rohmaterial wurde mit einem Backenbrecher vorzerkleinert und anschließend zu einem "kieselsäurehaltigen Sand" gemahlen.

[0134] Die durchschnittliche Partikelgröße der "Sandkörner" beträgt nicht mehr als 0,5 mm, gemessen mit der Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0135] Kieselsäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselsäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali - Natriumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren

Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Propeller vom Turbinen-Typ ausgestattet ist und einen unabhängigen Elektromotor mit einer Leistung von 2,0 kW hat.

[0136] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $41 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0137] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 50 ± 1 kg bereitgestellt.

[0138] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Kaliumhydroxid) in einer Menge von $25 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 150 ± 5 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 20 ± 2 kJ/kg für mindestens 25 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $10 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 35 Minuten lang durchgeführt.

[0139] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungsreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0140] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials sollte über 1500 Pa*s liegen und kann einen Wert von über 180000 Pa*s erreichen, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken

[0141] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0142] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert

und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-% Silizium - 27,2; Aluminium - 3,07; Eisen - 1,65; Kalzium - 1,57; Magnesium - 0,37; Natrium - 23,65; Sonstige - 0,02; Sauerstoff - 42,47.

[0143] Während der Evaporation von Feuchtigkeit bei einer Temperatur von $250 \pm 1^\circ\text{C}$ aus der Probe des hergestellten Materials wurde die Menge der verdampften Feuchtigkeit mit einem Feuchtigkeitsanalysator Sartorius MA 36 (der modifiziert wurde, um eine höhere Betriebstemperatur während der Messungen zu verwenden) gemessen und in einer Menge von 30,7 Gew.-% bestimmt.

[0144] Der pH-Wert der Probe des hergestellten Materials, gemessen mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3, beträgt 9,8.

[0145] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von $38 \pm 3 \mu\text{m}$ (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01 \text{ mm}$ und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5 \text{ M}\Omega\cdot\text{m}$ (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von $70 \pm 5^\circ\text{C}$ mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 0,01 MPa.

[0146] Um zu prüfen, ob das hergestellte Material unter SATP einen nicht feststoffähnlichen Zustand beibehält, wurde eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt gemäß EN 12390-1:2000) eingebracht und 28 Tage lang unter den Bedingungen von Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C , 100000 kPa / 1 bar) gelagert. Nach der Entnahme aus der Form wurde die Probe auf die flache Oberfläche eines Tisches gelegt. Innerhalb der folgenden 24 Stunden verlor die Probe nicht ihre kubische Form.

Beispiel 9

[0147] Zur Bestimmung eines optimalen Bereichs der wesentlichen Parameter des erfindungsgemäßen Materials wurden zusätzliche Versuche mit Diatomit-Rohmaterialien durchgeführt. Die Proben des erfindungsgemäßen Alkalimetallhydrosilikats wurden wie oben in Beispiel 1 und Beispiel 2 beschrieben hergestellt. Allerdings wurden in jeder Probe unterschiedliche Feuchtigkeitsgrade des Siliziumdioxid-Rohstoffs (Diatomit) verwendet, wie in Tabelle 9.1 bzw. 9.2 angegeben ist. In den Tabellen 9.1 und 9.2 sind auch die Ergebnisse der verschiedenen Tests der Leistungscharakteristika aufgeführt, die wie oben in Beispiel 1 beschrieben, durchgeführt wurden.

[0148] Tabelle 9.1. Zusammensetzung und Leistungscharakteristika.

Probennummer	9.1.1	9.1.2 (WO2021248173, Vergleich)	9.1.3	9.1.4	9.1.5
Diatomit, kg	50	50	50	50	50
Wasser im Diatomit, kg	160	35	145	175	200
Feuchtegehalt in Diatomit (Feuchtigkeit) in Gew.-%	76,19	41,18	74,36	77,78	80,00
Natriumhydroxid, kg	9	25	9	9	9
Zusätzliches heißes Wasser, kg	10	10	10	10	10
Gewichtsverhältnis Diatomit: Natriumhydroxid	5,56	2	5,56	5,56	5,56
Gewichtsverlust bei 250 °C in Gew.-%	45,92	30,70	44,74	65,18	69,82
Gewichtsverhältnis Wasser : Feststoff 1:X	2,88	0,60	2,63	3,14	3,56
Viskosität bei 25 ± 0.1 °C, Pa*s	1650	"starres Gel"	758	192	75
pH-Wert	11,2	9,8	10,4	12,8	9,2
Oberflächenzugfestigkeit an CDC, MPa	4,63	0	3,56	4,05	0,87

[0149] Tabelle 9.2. Zusammensetzung und Leistungscharakteristika.

Probennummer	9.2.1	9.2.2 (WO2021248173, Vergleich)	9.2.3	9.2.4	9.2.5	9.2.6
Diatomit, kg	100	50	100	100	100	100
Wasser im Diatomit, kg	295	35	260	390	425	500
Feuchtegehalt in Diatomit (Feuchtigkeit) in Gew.-%	74,68	41,18	72,22	79,59	80,95	83,33
Natriumhydroxid, kg	10	25	10	10	10	10
Zusätzliches heißes Wasser, kg	25	10	25	25	25	25
Gewichtsverhältnis Diatomit: Natriumhydroxid	10	2	10	10	10	10
Gesamtwassergehalt der Rohmischung, Gew.-%	74,42	37,50	72,15	79,05	80,36	82,68
Gewichtsverlust bei 250 °C, Gew.-%	46,28	30,70	44,83	49,14	50,03	51,27
Gewichtsverhältnis Wasser: Feststoff 1:X	2,91	0,60	2,59	3,77	4,09	4,77
Viskosität bei 25 ± 0,1 °C, Pa*s	5750	"starres Gel"	68120	796	105	60
pH-Wert	11	9,8	10,6	11,2	12,1	9,2
Oberflächenzugfestigkeit an CDC, MPa	4,61	0	3,48	4,38	4,1	0,48

[0150] Die in Tabelle 9.1 und Tabelle 9.2 angegebenen Daten bestätigen, dass die beanspruchten Bereiche der Parameter der vorliegenden Erfindung optimal sind.

Beispiel 10

[0151] Um die möglichen Verdünnungsbereiche des erfindungsgemäßen Vorläufermaterials zu bestimmen, wurde ein gemäß Beispiel 1 erhaltenes Alkalimetallhydrosilikat verwendet. Das Material wurde mit einer zusätzlichen Menge

Wasser gemischt, wie sie in Tabelle 10 angegeben ist. Das Mischen des Vorläufermaterials mit zusätzlichem Wasser wurde in einem Mischer HOBART N50 durchgeführt. Der pH-Wert des verdünnten Materials wurde wie in Beispiel 1 beschrieben gemessen. Darüber hinaus wurde die Oberflächenzugfestigkeit einer entsprechenden Beschichtung auf einer CDC-Oberfläche, die dadurch erhalten wurde, dass das verdünnte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wobei ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufers (Alkalimetallhydrosilikat) auf die CDC-Oberfläche geklebt und in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von 70 ± 5 °C für nicht weniger als 6 Stunden gelagert wurde, für verschiedene Proben wie in Beispiel 1 beschrieben gemessen. Die Ergebnisse der oben erwähnten Messungen sind in Tabelle 10 aufgeführt.

[0152] Tabelle 10. Zusammensetzung und Leistungscharakteristika verschiedener Proben von verdünntem Vorläufermaterial (Alkalimetallhydrosilikat)

Probennummer	10.1	10.2	10.3	10.4	10.5
Menge an Vorläufermaterial in der Charge, kg	2,0	2,0	2,0	2,0	2,0
Zusätzliche Menge an Wasser, kg	0	0,8	1,6	3,4	4,2
pH-Wert	11,2	11,8	10,5	8,1	7,7
Oberflächenzugfestigkeit an CDC	4,63	4,18	3,47	1,82	0,11

[0153] Die in Tabelle 10 angegebenen Daten zeigen, dass eine geeignete Oberflächenzugfestigkeit bis zu einem pH-Wert von etwa 8 aufrechterhalten wird.

Beispiel 11

[0154] Um den optimalen Bereich der Mischgeschwindigkeit bei der Herstellung des Silikat-Vorläufermaterials (Alkalimetallhydrosilikat) zu bestimmen, wurde das gemäß Beispiel 1 hergestellte Ausgangsmaterial verwendet. Die Proben des genannten Materials wurden mit einem Hochgeschwindigkeits-Laborrührer (Mixer Direct, USA) hergestellt, der eine maximale Leistung von etwa 150 W und eine maximale Drehzahl von 6000 U/min hat. Die Zusammensetzung der Komponenten ist in Tabelle 9.2 angegeben. Die Viskosität und die Oberflächenzugfestigkeit wurden für jede Probe wie in Beispiel 1 beschrieben gemessen. Die Ergebnisse sind in Tabelle 11 angegeben.

[0155] Tabelle 11. Zusammensetzung und Leistungscharakteristika verschiedener Materialproben (Alkalimetallhydrosilikat)

Probennummer	11.1	11.2	11.3	11.4	11.5
Diatomit, kg	0,125	0,5	0,5	0,5	0,5
Wasser im Diatomit, kg	0,37	1,28	1,28	1,28	1,28
Feuchtegehalt im Diatomit (Feuchtigkeit), Gew.-%	71,91%	71,91%	71,91%	71,91%	71,91%
Natriumhydroxid, kg	0,0125	0,05	0,05	0,05	0,05
Zusätzliches heißes Wasser, kg	0,031	0,125	0,125	0,125	0,125
Drehzahl des Mixers, U/min	150	1000	2000	4000	6000
Spezifischer Energieeintrag beim Mischen, kJ/kg	18	200	500	750	950
Zeit für die Herstellung des Vorläufermaterials, min	34	18	15	13	11
Viskosität bei $25 \pm 0,1$ °C, Pa*s	6140	1400	1650	600	5,74
Oberflächenzugfestigkeit an CDC, MPa	1,83	4,38	4,63	3,96	0

[0156] Die in Tabelle 11 angegebenen Daten zeigen, dass die Rotationsgeschwindigkeit beim Mischen die Oberflächenzugfestigkeit einer Beschichtung beeinflusst, die durch einen Sol-Gel-Prozess des Vorläufermaterials erhalten wurde.

Beispiel 12

[0157] Um den optimalen Bereich der sogenannten sauren Komponente zu bestimmen, wurden 10 kg Chargen von jeder Probe des Vorläufermaterials (Alkalimetallhydrosilikat), das wie in Beispiel 9 beschrieben hergestellt wurde, untersucht. Die Anfangseigenschaften dieser Proben sind in Tabelle 9.1 angegeben.

[0158] Jede Probe wurde in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) auf eine Temperatur von 70 ± 5 °C erhitzt und anschließend in einer Vakuumkammer innerhalb von etwa 15 min auf 0,1 bar evakuiert. Danach wurden die Proben für 6-8 Stunden in der Kammer unter Vakuum gehalten, ohne zu pumpen und ohne zusätzliche Heizung.

[0159] Nach dieser Behandlung wurde eine relativ transparente Flüssigkeitsschicht auf der Oberfläche der Proben 12.1, 12.3, 12.4 und 12.5 beobachtet. Es war möglich, die Flüssigkeit für die Proben 12.1, 12.4 und 12.5 in separate Gefäße zu isolieren. Die pH-Werte der Flüssigkeiten wurden mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3 gemessen. Für die Proben 12.2 und 12.3 wurden die pH-Werte an den Oberflächen mit pH-Indikatorpapier gemessen.

[0160] Die Ergebnisse der oben erwähnten Behandlung sind in Tabelle 12 dargestellt.

[0161] Tabelle 12 Zusammensetzung und Leistungscharakteristika verschiedener Materialproben.

Probennummer	12.1	12.2 (WO 2021248173, Vergleich)	12.3	12.4	12.5
Diatomit, kg	50	50	50	50	50
Wasser im Diatomit, kg	160	75	145	175	200
Feuchtegehalt im Diatomit (Feuchtigkeit), Gew.-%	76,19	42,86	74,36	77,78	80,00
Natriumhydroxid, kg	9	25	9	9	9
Zusätzliches heißes Wasser, kg	10	25	10	10	10
Gewichtsverlust bei 250 °C	45,92%	33,70%	44,74%	65,18%	69,82%
Gewichtsverhältnis Feststoff: Wasser	1:2,88	1:0,8	1:2,63	1:3,14	1:3,65
Viskosität bei 25 ± 0.1 °C, Pa*s	1650	"starres Gel"	758	192	75
pH-Wert	11,2	9,8	10,4	12,8	9,2
Oberflächenzugfestigkeit an CDC, MPa	4,63	0	3,56	4,05	0,87
pH-Wert an der Oberfläche oder in der Flüssigkeitsschicht auf der Oberfläche	5	über 8	unter 6	5	5
Menge der "sauren Komponente" in Gew.-%	0,1	-	kleiner 0,1	9,8	12,3

[0162] Die in Tabelle 12 aufgeführten Daten bestätigen, dass eine zu hohe Menge der "sauren Komponente" die Oberflächenzugfestigkeit einer Beschichtung beeinträchtigt, die als Ergebnis eines Sol-Gel-Prozesses des Vorläufermaterials erhalten wurde.

Beispiel 13

[0163] Zur Herstellung einer weiteren Probe eines Alkalimetallhydrosilikats als Silikatvorläufer für Sol-Gel-Prozesse auf der Basis von Natriumhydroxid gemäß der vorliegenden Erfindung wurde im ersten Schritt ein ausgewähltes poröses Siliziumdioxid-Rohmaterial verwendet, das nicht weniger als 70 Gew.-% amorphes SiO_2 enthält, das ein amorphes Siliziumdioxid-Nebenprodukt (Mikrosilica) aus der Herstellung von Ferrolegierungen ist, mit der in Tabelle 13 angegebenen Zusammensetzung, und das genannte Rohmaterial sollte zerkleinert werden, z.B. mit einem Backenbrecher, und dann zu einem kieselensäurehaltigen "Sand" gemahlen werden.

[0164] Tabelle 13. Chemische Zusammensetzung eines amorphen Siliziumdioxid-Nebenprodukts ("Microsilica") aus der Herstellung von Ferrolegierungen als Rohmaterial für die Herstellung eines Materials der vorliegenden Erfindung (Alkalimetallhydrosilikat als Silikatvorläufer) (bestimmt mit dem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland).

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO_2	88,19
Aluminiumoxid Al_2O_3	1,23
Eisen(III)-oxid Fe_2O_3	1,71
Kalziumoxid CaO	0,84
Magnesiumoxid MgO	1,18
Natriumoxid, Na_2O	0,82
Kaliumoxid, K_2O	1,12
Schwefel (berechnet als SO_3)	0,71
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	3,89

[0165] Es ist zweckmäßig, dass die durchschnittliche Größe der "Sandkörner" nicht mehr als 0,5 mm beträgt, gemessen mit einer Vibrations-Siebmaschine AS 300 (Retsch, Deutschland).

[0166] Kieselensäurehaltiger Sand wird in einen wärmeisolierten Prozessbehälter eingebracht, der mit einem Mischer, Dosierern für kieselensäurehaltigen "Sand" und erhitztes Wasser sowie einer Einfüllöffnung für das lufttrockene granuliert Ätzalkali -

Natriumhydroxid - ausgestattet ist, um den Silikatvorläufer gemäß der vorliegenden Erfindung herzustellen. Darüber hinaus kann der Prozessbehälter mit einer regelbaren Heizung (z.B. mit einem Wassermantel) ausgestattet sein, wie es im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 (RAYNERI, Frankreich) der Fall ist, der ein maximales Volumen von 250 Litern hat, mit einem Schaufelhomogenisator ausgestattet ist und eine Gesamtleistung an Elektromotoren von 34,2 kW hat.

[0167] Der Feuchtegehalt des Siliziumdioxid-Rohmaterials, gemessen vor der Zuführung, beträgt $75 \pm 0,5$ Gew.-%.

[0168] Das Siliziumdioxid-Rohmaterial wurde in einer Menge von 100 ± 1 kg bereitgestellt.

[0169] In dem zweiten Schritt wird das lufttrockene granuliert Ätzalkali (Natriumhydroxid) in einer Menge von $19 \pm 0,1$ kg in den Prozessbehälter zugegeben, wobei die Materialien im Reaktor des Mischsystems TRIMIX TXR 250 mit einer Geschwindigkeit von 2000 ± 20 U/min und einem spezifischen Energieeintrag während des Mischens von 300 ± 30 kJ/kg für mindestens 35 Minuten gemischt werden. Nach der Zugabe des granulierten Ätzalkalis wurden $25 \pm 0,5$ kg heißes Wasser mit einer Temperatur von 80 ± 5 °C unter Mischen der Reaktionsmischung zugegeben und der Mischvorgang wurde mindestens 45 Minuten lang durchgeführt.

[0170] Das Mischen der Reaktionsmischung wird von einer Selbsterhitzung begleitet, die auf die exothermen Effekte der Alkalisierungsreaktion des Aquats von granuliertem trockenem Alkali und des amorphen SiO_2 zurückzuführen ist. Die Temperatur der Reaktionsmischung wird im Bereich von 75-95°C gehalten.

[0171] Das Verfahren wurde so lange durchgeführt, bis ein homogenes, viskoses Material erhalten wurde. Die mit einem Brookfield-Viskosimeter IKA ROTAVISC hi-vi II gemessene Viskosität des Materials lag im Bereich von 450 – 4600 Pa*s, abhängig von der Temperatur des Materials, die von etwa 90°C (d.h. Durchschnittstemperatur der Reaktionsmischung) bis 25°C (d.h. SATP-Bedingungen) reicht. Vor Beendigung des Verfahrens wurde das Material mindestens 5 Minuten lang ohne äußere Erwärmung gehalten, um dessen Temperatur zu senken.

[0172] Abschließend wurde das erhaltene Material zur Lagerung und weiteren Verwendung in geeignete Behältnisse abgefüllt.

[0173] Eine Probe des hergestellten Materials wurde durch Trocknen in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei 250 ± 5 °C für 30 ± 1 min entwässert und hat die folgende elementare Zusammensetzung, die mit einem Benchtop-RFA-Spektrometer SPECTROCUBE C (Ametek/SPECTRO, Deutschland) bestimmt wurde, in Gew.-%: Silizium - 37,19; Aluminium - 0,54; Eisen - 1,08; Kalzium - 0,76; Magnesium - 0,47; Natrium - 10,71; Sonstige - 0,28; Sauerstoff - 48,13.

[0174] Während der Evaporation von Feuchtigkeit bei einer Temperatur von 250 ± 1 °C aus der Probe des hergestellten Materials wurde die Menge der verdampften Feuchtigkeit mit einem Feuchtigkeitsanalysator Sartorius MA 36 (der modifiziert wurde, um eine höhere Betriebstemperatur während der Messungen zu verwenden) gemessen und in einer Menge von 45,74 Gew.-% bestimmt.

[0175] Der pH-Wert der Probe des hergestellten Materials, gemessen mit dem pH-Meter Modell testo 206-pH3, beträgt 10,9.

[0176] Zur Bestimmung der Klebefähigkeit eines Materials, das dadurch erhalten wurde, dass das hergestellte Vorläufermaterial einem Sol-Gel-Prozess unterzogen wurde, wurde ein Messelement des Geräts PROCEQ DYNA Z16 mittels des Vorläufermaterials auf eine glatte Oberfläche einer kathodischen Tauchbeschichtung (CDC) geklebt (elektrophoretische Epoxidfilmschicht mit einer Dicke von 38 ± 3 µm (gemessen mit dem Gerät QNIX 1500 (Automation Dr. NIX, Deutschland) auf einem Blech aus einer 7075 Al-Legierung mit einer Dicke von $1,3 \pm 0,01$ mm und mit einem spezifischen Volumenwiderstand der Epoxidschicht von $15 \pm 0,5$ MΩ*m (gemessen mit dem Ohm- und Strommessgerät Mili-TO3 (H.- P. FISCHER ELEKTRONIK GmbH & Co, Deutschland) und in einem Laborofen der Firma Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von 70 ± 5 °C mindestens 6 Stunden lang gelagert, um das Vorläufermaterial durch den Sol-Gel-Prozess in eine starre Form zu bringen und so ein starres Hydrosilikatgel zu erhalten. Die mit PROCEQ DYNA Z16 gemessene Oberflächenzugfestigkeit (Haftfestigkeit) beträgt 4,06 MPa.

[0177] Zum Nachweis, dass das hergestellte Material unter SATP einen nicht feststoffähnlichen Zustand beibehält, wurde eine Probe des Materials in eine Form (150 mm Würfel, hergestellt gemäß EN 12390-1:2000) eingebracht und 28 Tage lang unter den Bedingungen von Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C, 100000 kPa / 1 bar) gelagert. Nach der Entnahme aus der Form wurde die Probe auf

die flache Oberfläche eines Tisches gelegt. Innerhalb der folgenden 19 Stunden verlor die Probe ihre kubische Form.

Beispiel 14

[0178] Um die Wirksamkeit einer Anwendung des erfindungsgemäßen Alkalimetallhydrosilikats (Silikatvorläufer) für den Brandschutz zu beurteilen, wurden zwei trockene Fichtenzweige mit Nadeln mit einem Gewicht von $10 \pm 0,1$ g ausgewählt. Ein Zweig wurde mit dem gemäß Beispiel 10 hergestellten Material beschichtet - Probe Nummer 10.3 durch Eintauchen und Lagerung in einem Laborofen der Binder GmbH (Deutschland) bei einer Temperatur von 65 ± 5 °C für mindestens 6 Stunden, um das Vorläufermaterial in eine starre Form auf der Grundlage des auftretenden Sol-Gel-Prozesses umzuwandeln, wodurch ein starres Hydrosilikatgel auf der Oberfläche der Probe erhalten wird. Beide Proben wurden mit einem POWER MAPP-Hochleistungslötgerät (Rothenberger Industrial, Deutschland) bei einer Arbeitstemperatur von 1250°C behandelt.

[0179] Die unbehandelte Probe wurde innerhalb von 30 Sekunden mit intensivem Feuer verbrannt. Die behandelte Probe brannte auch nach 60 Sekunden Behandlung mit dem Brenner nicht. Das Feuer breitete sich nicht auf der Oberfläche des behandelten Zweigs aus.

[0180] Damit wird die hohe Wirksamkeit einer Anwendung des erfindungsgemäßen Materials für den Brandschutz bestätigt.

Beispiel 15

[0181] Um die Effizienz einer Anwendung des erfindungsgemäßen Alkalimetallhydrosilikats (Silikatvorläufer) zur Verhinderung des Prozesses des thermischen Durchgehens (thermal runaway) zu bewerten, wurden zwei Module von wiederaufladbaren Batterien hergestellt. Das erste Modul bestand aus drei Reihen von hintereinander angeordneten 18650 Li-Ionen-Akkus (Panasonic). Alle Batterien wurden vollständig geladen und in Reihe geschaltet. Außerdem wurde das Modul fest in einen Kunststoffbehälter aus LDPE mit einer Wandstärke von 2 mm eingesetzt.

[0182] Das zweite Modul wurde auf die gleiche Weise hergestellt, wobei jedoch mehr als 90 % des freien Raums innerhalb des Behälters zwischen den Batterien mit dem gemäß Beispiel 1 erhaltenen Alkalimetallhydrosilikat (Silikatvorläufer) gefüllt wurde. Das

Modul, das mit dem erfindungsgemäßen Material gefüllt war, wurde 10 Tage lang unter SATP gelagert.

[0183] Anschließend wurde mindestens eine Batterie in jedem Modul mit einem scharfen Metallstab seitlich zertrümmert, um den Prozess des thermischen Durchgehens mechanisch auszulösen. Das unbehandelte Modul brannte innerhalb von 5 Minuten aus. Im behandelten Modul wurde während der ersten 5 Sekunden ein Funkenausstoß beobachtet und danach waren alle thermischen Prozesse im Inneren des Moduls, die durch Evaporation von Dampf angezeigt wurden, innerhalb der nächsten 5 Minuten beendet.

[0184] Somit wurde die hohe Wirksamkeit der Anwendung des erfindungsgemäßen Materials zur Verhinderung des thermischen Durchgehens bestätigt.

[0185] Sofern nicht anders angegeben, beziehen sich die Mengenangaben in % oder Teilen auf das Gewicht und im Zweifelsfall auf das Gesamtgewicht der betreffenden Zusammensetzung/Mischung. Eine Charakterisierung als "ungefähr", "etwa" und ähnliche Ausdrücke in Bezug auf einen Zahlenwert bedeutet, dass bis zu 10 % höhere und niedrigere Werte eingeschlossen sind, vorzugsweise bis zu 5 % höhere und niedrigere Werte, und in jedem Fall mindestens bis zu 1 % höhere und niedrigere Werte, wobei der genaue Wert der bevorzugte Wert oder Grenzwert ist.

[0186] Der Begriff "im Wesentlichen frei" bedeutet, dass ein bestimmtes Material nicht gezielt zu einer Zusammensetzung hinzugefügt wird und nur in Spuren oder als Verunreinigung vorhanden ist. Sofern nicht anders angegeben, bedeutet der Begriff "frei von", dass eine Zusammensetzung kein bestimmtes Material enthält, d. h. die Zusammensetzung enthält 0 Gewichtsprozent eines solchen Materials.

Patentansprüche

1. Alkalimetallhydrosilikat, das nach thermischer Behandlung bei einer Temperatur von 250 ± 5 °C für 30 min $\pm$ 1 min die chemische elementare Zusammensetzung in Gew.-% aufweist: Silizium - 27-40; Aluminium -0,9-3,5; Eisen - 0,2-3,5; Kalzium - 0,2-2,0; Magnesium -0,05 - 0,5; Alkalimetall (Natrium, Kalium oder eine Kombination davon) -8,0 - 19,0; Sauerstoff -43-54; andere Elemente - nicht mehr als 3,0 % basierend auf XRF-Daten.
2. Alkalimetallhydrosilikat nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass es nach der thermischen Behandlung bei einer Temperatur von $250^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ für 30 min $\pm$ 1 min einen Gewichtsverlust von etwa 45 Gew.-% bis etwa 65 Gew.-%, bestimmt durch einen Feuchtigkeitsanalysator, aufweist.
3. Alkalimetallhydrosilikat nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, dass es eine Viskosität bei einer Temperatur von $25 \pm 0,5^{\circ}\text{C}$ von etwa 100 - etwa 70000 Pa*s, vorzugsweise von etwa 150 - etwa 1600 Pa*s, besonders bevorzugt von etwa 200 - etwa 1500 Pa*s (gemessen mit einem Brookfield-Viskosimeter) aufweist.
4. Alkalimetallhydrosilikat nach einem der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, dass es einen pH-Wert von etwa 10,2 bis etwa 13, vorzugsweise von etwa 10,6 bis etwa 12, aufweist.
5. Alkalimetallhydrosilikat nach einem der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, dass es nicht mehr als 10 Gew.-% einer flüssigen sauren Komponente enthält, die durch Erhitzen auf eine Temperatur von 70 ± 5 °C, Evakuieren auf 0,1 bar innerhalb von etwa 15 min und Halten unter Vakuum für etwa 6-8 Stunden extrahiert wird.
6. Alkalimetallhydrosilikat nach einem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, dass es nach Lagerung bei Standardumgebungstemperatur und -druck (SATP, 25°C , 100000 kPa / 1 bar) für mindestens 28 Tage nicht erhärtet.
7. Verfahren zur Herstellung eines Alkalimetallhydrosilikats, wie in einem der Ansprüche 1 bis 5 definiert, umfassend die Schritte:
 - a) Bereitstellen eines teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohmaterials, das mindestens 70 % amorphes SiO_2 umfasst, und eines trockenen

- teilchenförmigen Alkalihydroxids, und gegebenenfalls Einstellen des Feuchtegehalts des Siliziumdioxid-Rohmaterials auf mindestens etwa 70 Gew.-% und nicht mehr als etwa 81,5 Gew.-%;
- b) Mischen des teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohmaterials und des trockenen teilchenförmigen Alkalihydroxids in einem Verhältnis von 1 Gewichtsteil trockenem Alkalihydroxid und 5,25 bis 10,5 Gewichtsteilen trockenem Siliziumdioxid-Rohmaterial unter spezifischem Energieeintrag von etwa 200 kJ/kg bis 750 kJ/kg, vorzugsweise in einem Rührwerk bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 1000 bis etwa 4000 U/min;
- c) Zugabe von Wasser in ein einem Verhältnis von 1 Gewichtsteil an trockenen Feststoffen zu 2,55 bis 4,3 Teilen an Wasser, vorzugsweise unter den Mischbedingungen von Schritt b), um ein viskoses Produkt zu erhalten, und gegebenenfalls Einstellung der Wassermenge auf der Grundlage des Feuchtegehaltes des eingesetzten Siliziumdioxid-Rohmaterials.
8. Verfahren nach Anspruch 7, wobei das Siliziumdioxid-Rohmaterial aus Sedimentgestein wie Diatomiten, Kieselgur, Tripolis, Planer, Spongioliten, Radiolariten, Opalen und technogenen Nebenprodukten von amorphem Siliziumdioxid ausgewählt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 7 oder 8, wobei das Siliziumdioxid-Rohmaterial ausgewählt ist aus einem Diatomit (Typ 1) mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	82,62
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	5,9
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	3,04
Kalziumoxid CaO	2,03
Magnesiumoxid MgO	0,65
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,06
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	5,7

einem Diatomit (Typ 2) mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	78,9
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	6,2

Eisen(III)-oxid Fe_2O_3	3,19
Kalziumoxid CaO	2,98
Magnesiumoxid MgO	0,82
Natriumoxid Na_2O	4,41
Schwefel (berechnet als SO_3)	0,08
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	4,24

oder einem amorphen Siliziumdioxid-Nebenprodukt (Mikrosilica) der Herstellung von Ferrolegierungen mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO_2	88,19
Aluminiumoxid Al_2O_3	1,23
Eisen(III)-oxid Fe_2O_3	1,71
Kalziumoxid CaO	0,84
Magnesiumoxid MgO	1,18
Natriumoxid, Na_2O	0,82
Kaliumoxid, K_2O	1,12
Schwefel (berechnet als SO_3)	0,71
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	3,89

10. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 9, wobei das trockene teilchenförmige Alkalihydroxid aus Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid oder einer Kombination davon ausgewählt ist.
11. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 10, wobei in Schritt c) das Wasser mit einer Temperatur von etwa 75°C bis etwa 95°C, vorzugsweise etwa 75°C bis etwa 85°C, zugegeben wird.
12. Verfahren nach einem der Ansprüche 7 bis 11, umfassend ferner den Schritt der Verringerung der Viskosität des erhaltenen Produkts durch Verdünnung mit Wasser, bis ein pH-Wert von mindestens 8 für das verdünnte Material erreicht ist.
13. Alkalimetallhydrosilikat, erhältlich oder erhalten nach dem Verfahren gemäß einem der Ansprüche 7 bis 12.

14. Verwendung des Alkalimetallhydrosilikats nach einem der Ansprüche 1 bis 6 und 13 zur Herstellung von Hydrosilikatgelen und Silikatfeststoffen für den Brandschutz, zur Verhinderung des thermischen Durchgehens und zur Herstellung von Verbundwerkstoffen auf Zellulosebasis.

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß IPC:

C01B 33/32 (2006.01); B01J 13/00 (2006.01); C09K 21/02 (2006.01)

Klassifikation des Anmeldungsgegenstands gemäß CPC:

C01B 33/325 (2017.02); B01J 13/0056 (2013.01); C09K 21/02 (2013.01); C08L 2201/02 (2013.01)

Recherchierter Prüfstoff (Klassifikation):

C01B, B01J, C09K, C08L

Konsultierte Online-Datenbank:

EPDOC, WPI, Volltext-Patentdatenbanken EN und DE

Dieser Recherchenbericht wurde zu den am 27.09.2023 eingereichten Ansprüchen 1-14 erstellt.

Kategorie ^{*)}	Bezeichnung der Veröffentlichung: Ländercode, Veröffentlichungsnummer, Dokumentart (Anmelder), Veröffentlichungsdatum, Textstelle oder Figur soweit erforderlich	Betreffend Anspruch
X	WO 2021248173 A2 (EINE ILLARION, DOEBERL EGON) 16. Dezember 2021 (16.12.2021) [in der Anmeldung erwähnt] Beschreibung, Seiten 7-11	1, 2, 13, 14
X	WO 2009105051 A1 (EINE ILLARION) 27. August 2009 (27.08.2009) Beschreibung, Seiten 4-8	1, 2, 13, 14
X	WO 0046277 A2 (SIWOOD INC.) 10. August 2000 (10.08.2000) Ansprüche, Zusammenfassung	13, 14
A	Gesamtes Dokument	1-12

Datum der Beendigung der Recherche:
29.05.2024

Seite 1 von 1

Prüfer(in):

ENGLISCH Julia

^{*)} Kategorien der angeführten Dokumente:

- X** Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: der Anmeldungsgegenstand kann allein aufgrund dieser Druckschrift nicht als neu bzw. auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden.
- Y** Veröffentlichung von Bedeutung: der Anmeldungsgegenstand kann nicht als auf erfinderischer Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren weiteren Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist.

- A** Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert.
- P** Dokument, das von Bedeutung ist (Kategorien X oder Y), jedoch nach dem Prioritätstag der Anmeldung veröffentlicht wurde.
- E** Dokument, das von besonderer Bedeutung ist (Kategorie X), aus dem ein „älteres Recht“ hervorgehen könnte (früheres Anmeldedatum, jedoch nachveröffentlicht, Schutz ist in Österreich möglich, würde Neuheit in Frage stellen).
- &** Veröffentlichung, die Mitglied der selben Patentfamilie ist.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Herstellung eines Alkalimetallhydrosilikats, das nach thermischer Behandlung bei einer Temperatur von 250 ± 5 °C für $30 \text{ min} \pm 1 \text{ min}$ die chemische elementare Zusammensetzung in Gew.-% aufweist:
Silizium: von 27 bis 40;
Aluminium: von 0,9 bis 3,5;
Eisen: von 0,2 bis 3,5;
Kalzium: von 0,2 bis 2,0;
Magnesium: von 0,05 bis 0,5;
Alkalimetall in Form von Natrium, Kalium oder eine Kombination davon: von 8,0 bis 19,0;
Sauerstoff von 43 bis 54;
andere Elemente nicht mehr als 3,0 % basierend auf XRF-Daten, wobei das Verfahren folgende Schritte umfasst:
 - a) Bereitstellen eines teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohmaterials, das mindestens 70 % amorphes SiO_2 umfasst, und eines trockenen teilchenförmigen Alkalihydroxids, und gegebenenfalls Einstellen des Feuchtegehalts des Siliziumdioxid-Rohmaterials auf mindestens etwa 70 Gew.-% und nicht mehr als etwa 81,5 Gew.-%;
 - b) Mischen des teilchenförmigen Siliziumdioxid-Rohmaterials und des trockenen teilchenförmigen Alkalihydroxids in einem Verhältnis von 1 Gewichtsteil trockenem Alkalihydroxid und 5,25 bis 10,5 Gewichtsteilen trockenem Siliziumdioxid-Rohmaterial unter spezifischem Energieeintrag von etwa 200 kJ/kg bis 750 kJ/kg, vorzugsweise in einem Rührwerk bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 1000 bis etwa 4000 U/min;
 - c) Zugabe von Wasser in ein einem Verhältnis von 1 Gewichtsteil an trockenen Feststoffen zu 2,55 bis 4,3 Teilen an Wasser, vorzugsweise unter den Mischbedingungen von Schritt b), um ein viskoses Produkt zu erhalten, und gegebenenfalls Einstellung der Wassermenge auf der Grundlage des Feuchtegehaltes des eingesetzten Siliziumdioxid-Rohmaterials.
2. Verfahren nach Anspruch 1, wobei das Siliziumdioxid-Rohmaterial aus Sedimentgestein wie Diatomiten, Kieselgur, Tripolis, Planer, Spongioliten, Radiolariten, Opalen und technogenen Nebenprodukten von amorphem Siliziumdioxid ausgewählt wird.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, wobei das Siliziumdioxid-Rohmaterial ausgewählt ist aus einem Diatomit des Typs 1 mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	82,62
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	5,9
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	3,04
Kalziumoxid CaO	2,03
Magnesiumoxid MgO	0,65
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,06
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	5,7

einem Diatomit des Typs 2 mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	78,9
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	6,2
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	3,19
Kalziumoxid CaO	2,98
Magnesiumoxid MgO	0,82
Natriumoxid Na ₂ O	4,41
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,08
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	4,24

oder einem amorphen Siliziumdioxid-Nebenprodukt, wie Mikrosilica, der Herstellung von Ferrolegierungen mit der folgenden Zusammensetzung:

Bezeichnung der Komponente	Menge, Gew.-%
Amorphes SiO ₂	88,19
Aluminiumoxid Al ₂ O ₃	1,23
Eisen(III)-oxid Fe ₂ O ₃	1,71
Kalziumoxid CaO	0,84
Magnesiumoxid MgO	1,18
Natriumoxid, Na ₂ O	0,82
Kaliumoxid, K ₂ O	1,12
Schwefel (berechnet als SO ₃)	0,71
Organische Beimengungen (Kalzinationsverlust)	3,89

4. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 3, wobei das trockene teilchenförmige Alkalihydroxid aus Natriumhydroxid, Kaliumhydroxid oder einer Kombination davon ausgewählt ist.
5. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 4, wobei in Schritt c) das Wasser mit einer Temperatur von etwa 75°C bis etwa 95°C, vorzugsweise etwa 75°C bis etwa 85°C, zugegeben wird.
6. Verfahren nach einem der Ansprüche 1 bis 5, umfassend ferner den Schritt der Verringerung der Viskosität des erhaltenen Produkts durch Verdünnung mit Wasser, bis ein pH-Wert von mindestens 8 für das verdünnte Material erreicht ist.
7. Alkalimetallhydrosilikat das nach einem Verfahrenen gemäß der Anspruch 1 bis 6 hergestellt ist, dadurch gekennzeichnet, dass es nach der thermischen Behandlung bei einer Temperatur von 250°C ± 5°C für 30 min ± 1 min einen Gewichtsverlust von etwa 45 Gew.-% bis etwa 65 Gew.-%, bestimmt durch einen Feuchtigkeitsanalysator, aufweist.
8. Alkalimetallhydrosilikat nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, dass es eine Viskosität bei einer Temperatur von 25 ± 0,5°C von etwa 100 bis etwa 70000 Pa*s, vorzugsweise von etwa 150 - etwa 1600 Pa*s, besonders bevorzugt von etwa 200 bis etwa 1500 Pa*s gemessen mit einem Brookfield-Viskosimeter aufweist.
9. Alkalimetallhydrosilikat nach einem der Ansprüche 7 bis 8, dadurch gekennzeichnet, dass es einen pH-Wert von etwa 10,2 bis etwa 13, vorzugsweise von etwa 10,6 bis etwa 12, aufweist.
10. Alkalimetallhydrosilikat nach einem der Ansprüche 7 bis 9, dadurch gekennzeichnet, dass es eine flüssige saure Komponente umfasst, welche mit maximal 10 Gew.-% enthalten ist.
11. Alkalimetallhydrosilikat nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass es bei Lagerung bei Standardumgebungstemperatur und -druck in Form von 25°C und 100000 kPa bzw. 1 bar für mindestens 28 Tage nicht erhärtet.

12. Verwendung des Alkalimetallhydrosilikats das nach einem der Ansprüche 1 bis 6 hergestellt ist oder nach einem der Ansprüche 7 bis 11 vorliegt zur Herstellung von Hydrosilikatgelen oder Silikatfeststoffen für den Brandschutz, zur Verhinderung des thermischen Durchgehens oder zur Herstellung von Verbundwerkstoffen auf Zellulosebasis.