



(12) **Offenlegungsschrift**

(21) Aktenzeichen: **10 2009 008 144.5**

(22) Anmeldetag: **09.02.2009**

(43) Offenlegungstag: **19.08.2010**

(51) Int Cl.<sup>8</sup>: **C22C 1/00** (2006.01)

(71) Anmelder:

**NANO-X GmbH, 66130 Saarbrücken, DE**

(74) Vertreter:

**Patentanwaltskanzlei Vièl & Wieske, 66119  
Saarbrücken**

(72) Erfinder:

**Sepeur, Stefan, Dr. rer. nat., 66787 Wadgassen,  
DE; Frenzer, Gerald, Dr. rer. nat., 66130  
Saarbrücken, DE; Hüfner, Stefan, Prof. Dr., 66121  
Saarbrücken, DE; Müller, Frank, Dr., 66125  
Saarbrücken, DE**

(56) Für die Beurteilung der Patentfähigkeit in Betracht  
gezogene Druckschriften:

**US 2005/01 51 278 A1**

**WO 2008/1 31 270 A1**

**WO 2008/0 31 101 A2**

**WO 2007/0 95 276 A2**

**WO 2006/0 36 696 A2**

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

Prüfungsantrag gemäß § 44 PatG ist gestellt.

(54) Bezeichnung: **Verfahren zur Herstellung von Alkali- und Erdalkalilegierungen und Verwendung der Alkali- und Erdalkalilegierungen**

(57) Zusammenfassung: Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkali- und Erdalkalilegierungen. Sie betrifft auch die Verwendung der Alkali- und Erdalkaliverbindungen.

Um ein neues Verfahren zur Herstellung von Alkali- und Erdalkalilegierungen zu schaffen, wird im Rahmen der Erfindung vorgeschlagen, dass Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen gemischt und anschließend auf mindestens 100°C erhitzt werden, wobei die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkalimetallen im Molverhältnis 1:1 oder im Überschuss zu den Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden der Halbmetalle, Nichtmetalle oder Metalle vorliegen.

Es hat sich im Rahmen der Erfindung überraschend gezeigt, dass durch Mischen von Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Halbmetallen oder Metallen der 3. oder 4. Hauptgruppe und anschließendes Erhitzen Alkali- bzw. Erdalkalilegierungen hergestellt werden können.

**Beschreibung**

**[0001]** Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Alkali- und Erdalkalilegierungen. Sie betrifft auch die Verwendung der Alkali- und Erdalkaliverbindungen.

**[0002]** Die WO 2007/095276 A1 beschreibt ein Verfahren zur Entfernung von Alkyl- oder Arylsulfonylschutzgruppen von einem primären oder sekundären Amin, wobei ein Alkyl- oder Arylsulfonamid vorzugsweise mit Na,  $K_2Na$  oder  $KNa_2$  in Gegenwart einer Protonenquelle und bei Bedingungen, die für das Bilden des entsprechendenamins ausreichend sind, kontaktiert wird.

**[0003]** Die WO 2008/031101 A2 betrifft Verbindungen aus Lithiummetall und porösen Oxiden (auch als "Group I metal/porous oxide composition" bezeichnet), die durch Mischen von flüssigem Lithiummetall mit einem porösen Metalloxid in inerter Atmosphäre unter ausreichend exothermen Bedingungen hergestellt werden, um das flüssige Lithiummetall in den Poren des porösen Metalloxids zu absorbieren. Angewendet werden diese Verbindungen in organischen Reaktionen, z. B. der Wurtz-Synthese.

**[0004]** Verbindungen aus Alkalimetallen oder Alkalimetalllegierungen und Silikagel werden in der US 2005/0151278 A1 beschrieben. Diese Verbindungen werden zur Geruchseseitigung eingesetzt.

**[0005]** Die WO 2006/036697 A2 beschreibt Verbindungen umfassend poröses Metalloxid in Form von Titanoxid oder Aluminiumoxid und ein Alkalimetall oder eine Alkalimetalllegierung.

**[0006]** Aus der WO 2008/131270 A1 ist ein Verfahren zur Herstellung von Alkalimetallphosphiden durch Reduktion von trisubstituierten Phosphinen mit Verbindungen, bei denen ein Alkalimetall oder eine Alkalimetalllegierung in porösen Oxidverbindungen absorbiert ist.

**[0007]** Aufgabe der Erfindung ist es, ein neues Verfahren zur Herstellung von Alkali- und Erdalkalilegierungen zu schaffen.

**[0008]** Diese Aufgabe wird erfindungsgemäß dadurch gelöst, daß Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen gemischt und anschließend auf mindestens 100°C erhitzt werden, wobei die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkalimetallen im Molverhältnis 1:1 oder im Überschuß zu den Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden der Halbmetalle, Nichtmetalle oder Metalle vorliegen.

**[0009]** Es hat sich im Rahmen der Erfindung überraschend gezeigt, daß durch Mischen von Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen und anschließendes Erhitzen Alkali- bzw. Erdalkalilegierungen hergestellt werden können.

**[0010]** In diesem Zusammenhang ist vorgesehen, daß die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- und Erdalkaliverbindungen ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Alkali- bzw. Erdalkalisulfaten, -chloriden, nitraten, -carbonaten, -formiaten, -oxalaten, -sulfiden, -sulfiten, -bromiden, -iodiden, -fluoriden, -nitriden, -nitriten, -phosphaten, -phosphiden, -phosphiten und -acetaten.

**[0011]** Die Salze, Hydroxide, Alkoxide von Alkali- und Erdalkaliverbindungen werden bevorzugt ausgewählt aus der Gruppe bestehend aus Lithiumnitrat, Lithiumformiat, Lithiumcarbonat, Lithiumoxalat, Lithiumoxid, Lithiumhydroxid, Lithiumalkoxid, Lithiumfluorid, Lithiumchlorid, Lithiumbromid, Lithiumiodid, Lithiumsulfat, Lithiumsulfid, Lithiumsulfonat, Lithiumnitrit, Lithiumphosphid, Lithiumphosphat, Lithiumacetat, Natriumnitrat, Natriumformiat, Natriumcarbonat, Natriumoxalat, Natriumoxid, Natriumhydroxid, Natriumalkoxid, Natriumfluorid, Natriumchlorid, Natriumbromid, Natriumiodid, Natriumsulfat, Natriumsulfid, Natriumsulfonat, Natriumnitrit, Natriumphosphid, Natriumphosphat, Natriumacetat, Kaliumnitrat, Kaliumformiat, Kaliumcarbonat, Kaliumoxalat, Kaliumoxid, Kaliumhydroxid, Kaliumalkoxid, Kaliumfluorid, Kaliumchlorid, Kaliumbromid, Kaliumiodid, Kaliumsulfat, Kaliumsulfid, Kaliumsulfonat, Kaliumnitrit, Kaliumphosphid, Kaliumphosphat, Kaliumacetat, Rubidiumnitrat, Rubidiumformiat, Rubidiumcarbonat, Rubidiumoxalat, Rubidiumoxid, Rubidiumhydroxid, Rubidiumalkoxid, Rubidiumfluorid, Rubidiumchlorid, Rubidiumbromid, Rubidiumiodid, Rubidiumsulfat, Rubidiumsulfid, Rubidiumsulfonat, Rubidiumnitrit, Rubidiumphosphid, Rubidiumphosphat, Rubidiumacetat, Caesiumnitrat, Caesiumformiat, Caesiumcarbonat, Caesiumoxalat, Caesiumoxid, Caesiumhydroxid, Caesiumalkoxid, Caesiumfluorid, Caesiumchlorid, Caesiumbromid, Caesiumiodid, Caesiumsulfat, Caesiumsulfid, Caesiumsulfonat, Caesiumnitrit, Caesiumphosphid, Caesiumphosphat, Caesiumacetat, Magnesiumnitrat, Magnesiumformiat, Magnesiumcarbonat, Magnesiumoxalat, Magnesiumoxid, Magnesiumhydroxid, Magnesiumalkoxid, Magnesiumfluorid, Magnesiumchlorid, Magnesiumbromid, Magnesiumiodid, Magnesiumsulfat, Magnesiumsulfid, Magnesiumsulfonat, Magnesiumnitrit, Magnesiumphosphid, Magnesiumphosphat, Magnesiumacetat, Calciumnitrat, Calciumformiat, Calciumcarbonat, Calciumoxalat, Calciumoxid, Calciumhydroxid, Calciumalkoxid, Calciumfluorid, Calciumchlorid, Calciumbromid, Calciumiodid, Calciumsulfat, Calciumsulfid, Calciumsulfonat, Calciumnitrit,

Calciumphosphit, Calciumphosphat, Calciumacetat, Strontiumnitrat, Strontiumformiat, Strontiumcarbonat, Strontiumoxalat, Strontiumoxid, Strontiumhydroxid, Strontiumalkoxid, Strontiumfluorid, Strontiumchlorid, Strontiumbromid, Strontiumiodid, Strontiumsulfat, Strontiumsulfid, Strontiumsulfonat, Strontiumnitrit, Strontiumphosphit, Strontiumphosphat, Strontiumacetat, Bariumnitrat, Bariumformiat, Bariumcarbonat, Bariumoxalat, Bariumoxid, Bariumhydroxid, Bariumalkoxid, Bariumfluorid, Bariumchlorid, Bariumbromid, Bariumiodid, Bariumsulfat, Bariumsulfid, Bariumsulfonat, Bariumnitrit, Bariumphosphit, Bariumphosphat und Bariumacetat.

**[0012]** Es liegt im Rahmen der Erfindung, daß die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus  $\text{CO}_2$ ,  $\text{CO}$ ,  $\text{N}_2\text{O}_3$ ,  $\text{N}_2\text{O}_5$ ,  $\text{NO}_2$ ,  $\text{NO}_x$  Siliziumoxid, Aluminiumoxid, Telluroxid, Germaniumoxid, Antimonoxid, Galliumoxid, Vanadiumoxid, Manganoxid, Chromoxid, Titanoxid, Zirkoniumoxid, Ceroxid, Lanthanoxid, Cobaltoxid, Kupferoxid, Eisenoxid, Silberoxid, Wolframoxid und Zinkoxid.

**[0013]** Es ist zur Erfindung gehörig, daß dass die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit den Oxiden von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen in der Schmelze, in der Gasphase unter erhöhtem Druck oder in einem Lösungsmittel, vorzugsweise in Wasser gemischt werden.

**[0014]** Das Beschichtungsmaterial kann mit einem Lösungsmittel, insbesondere mit Wasser, auf einen Feststoffgehalt zwischen 0,05 Gew.-% und 60 Gew.-%, vorzugsweise zwischen 2 und 20 Gew.-% verdünnt sein.

**[0015]** Es kann im verdünnten oder unverdünnten Zustand aufgetragen werden. Ebenso ist es möglich, daß das Beschichtungsmaterial als Additiv in anderen Beschichtungsmaterialien, insbesondere Keramikschlickern, Nanosuspensionen, Glasfritten, Polymeren oder Sol-Gel-Systemen enthalten ist.

**[0016]** Weiterhin ist es erfindungsgemäß, daß mindestens eines der Salze von Alkali- oder Erdalkalimetallen bzw. von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen als Oxid vorliegt, besonders bevorzugt die Halbmetalle, Nichtmetalle oder Metalle als Oxide vorliegen.

**[0017]** Im Rahmen der Erfindung ist auch vorgesehen, daß das Erhitzen bei Temperaturen über  $250^\circ\text{C}$ , bevorzugt bei Temperaturen über  $400^\circ\text{C}$  bis zur Schmelztemperatur des höchstschmelzenden Bestandteiles erfolgt.

**[0018]** In diesem Zusammenhang ist es zweckmäßig, daß das Erhitzen während mindestens 1 Minute,

vorzugsweise während mindestens 1 Stunde und besonders bevorzugt während mindestens 24 Stunden erfolgt.

**[0019]** Es ist auch erfindungsgemäß vorgesehen, daß das Erhitzen in sauerstoffarmer, bevorzugt in sauerstofffreier Atmosphäre erfolgt.

**[0020]** Es ist zur Erfindung gehörig, daß die Herstellung der Alkali- oder Erdalkalilegierungen nach dem Sol-Gel-Verfahren, über Fällungsreaktionen, direkt aus den Elementen durch Schmelzverfahren, insbesondere Festkörperreaktionen, durch Flammenpyrolyse oder Gasphasenseparation, insbesondere CVD oder PVD, durch Sprühtrocknung oder Gefrier Trocknung erfolgt.

**[0021]** Im Rahmen der Erfindung ist vorgesehen, daß das Beschichtungsmaterial auf ein Substrat appliziert und getrocknet wird.

**[0022]** In diesem Zusammenhang ist es vorteilhaft, daß das Beschichtungsmaterial naßchemisch auf das Substrat appliziert wird, insbesondere durch Sprühen, Gießen, Fluten, Tauchen, Aufreiben, Schleudern, Walzen oder Drucken.

**[0023]** Hierbei ist es zweckmäßig, daß das Beschichtungsmaterial mit einer Schichtdicke von 10 nm bis 100  $\mu\text{m}$ , insbesondere von 0,5 bis 20  $\mu\text{m}$ , appliziert wird.

**[0024]** In einer besonderen Ausführungsform werden die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen zur Herstellung einer abriebfesten Beschichtung verwendet, wobei das Beschichtungsmaterial nasschemisch durch Sprühen, Gießen, Fluten, Tauchen, Aufreiben, Schleudern, Walzen oder Drucken abschnittsweise auf ein Substrat oder auf das gesamte Substrat appliziert und getrocknet wird.

**[0025]** Die katalytische Aktivität der Beschichtung wird auch bei sichtbarer Beschädigung durch Abrieb (Kratzer) nicht beeinflusst. Die katalytische Aktivität fördert insbesondere die Verbrennung von organischen Substanzen und Ruß, insbesondere Kerzenruß, Dieseluß, Modellruß und flüchtigen Verbrennungsprodukten von Holz, Erdgas, Erdöl und Benzin.

**[0026]** Eine bevorzugte Ausführungsform der Erfindung besteht darin, daß die Trocknung in einem Temperaturbereich von etwa Raumtemperatur bis  $1.000^\circ\text{C}$ , insbesondere zwischen 100 und  $600^\circ\text{C}$ , während 1 Sekunde bis mehreren Stunden erfolgt.

**[0027]** Hierbei kann vorgesehen sein, daß die Trocknung in einem Umluftofen oder unter IR-Strahlung erfolgt.

**[0028]** Es kann auch zweckmäßig sein, daß die Trocknung in zwei Schritten mit einer Vorhärtung bei niedriger Temperatur (bis 200°C) und einem zweiten Trocknungsschritt bei höherer Temperatur (über 300°C) erfolgt.

**[0029]** Eine weitere Ausführungsvariante der Erfindung besteht darin, daß das Substrat ein keramischer hochporöser Träger ist, auf den eine erste Beschichtung aufgebracht ist, deren thermische Leitfähigkeit größer ist als die des Trägers.

**[0030]** Hierbei ist es sinnvoll, daß der Träger eine thermische Leitfähigkeit von weniger als 10 Wm-1K-1 aufweist.

**[0031]** Bei der weiteren Ausführungsvariante ist es vorteilhaft, daß die erste auf den Träger aufgebrachte Beschichtung eine Wärmeleitfähigkeit von mindestens 10 Wm-1K-1, bevorzugt von mindestens 30 Wm-1K-1 und besonders bevorzugt von mindestens 50 Wm-1K-1 aufweist.

**[0032]** Es kann auch vorgesehen sein, daß auf einem keramischen hochporösen Träger eine katalytisch aktive Beschichtung aufgebracht ist, deren thermische Leitfähigkeit größer ist als die des Trägers.

**[0033]** Weiterhin liegt es im Rahmen der Erfindung, daß die erste auf den Träger aufgebrachte Beschichtung aus metallischen Werkstoffen, insbesondere Silber, Kupfer, Gold, Aluminium, Zink, Wolfram, Nickel, Eisen, Platin, Tantal, Blei oder Titan, aus keramischen Werkstoffen mit hoher thermischer Leitfähigkeit, insbesondere Siliziumcarbid, Kohlenstoffnanoröhrchen, Aluminiumoxid, Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid (ZTA) Siliziumnitrid, Aluminiumnitrid, Sialon, Magnesiumoxid, Berylliumoxid oder Bornitrid, oder glasartigen Werkstoffen, die mit wärmeleitfähigen Partikeln gefüllt sind oder Kombinationen dieser Werkstoffe besteht.

**[0034]** Zur Erfindung gehörig ist, daß das Substrat Glas, Metall, Halbmetall, Metalloxid, Kunststein, Naturstein, Beton, Putz, Keramik, Email, Glaskeramik, Kunststoff oder eine lackierte Oberfläche ist.

**[0035]** Mit keramischem, hochporösem Filtermaterial als Träger ergibt sich die Verwendung als Katalysator in Verbrennungsmotoren und -maschinen, insbesondere von Kraftfahrzeugen, Baumaschinen, Flugzeugen, Lokomotiven und Schiffen.

**[0036]** Mit Glas als Trägermaterial ergibt sich die Verwendung des Gegenstandes der Erfindung als selbstreinigende Beschichtung auf Kaminglasscheiben, Backofensichtscheiben, Industriesichtscheiben für Verbrennungsprozesse in Haushaltsöfen, Kraftwerken, Kokereien, Stahlerzeugung und als Antihafmittel auf Glaskeramik, vorzugsweise Glaskeramik-

kochfelder.

**[0037]** Im Rahmen der Erfindung liegt Verwendung der gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen in Form von Partikeln, insbesondere als Additiv in Flüssigkeiten oder Lösungen, in Kraftstoffen oder in Festkörpern zur Katalyse.

**[0038]** Ebenso liegt die Verwendung der gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen als Bulkmaterial, insbesondere als Leichtmetalllegierungen, im Rahmen der Erfindung. Eine besondere Anwendung dieser Leichtmetalllegierungen ist die Erhöhung der Härte von Werkstoffen.

**[0039]** Die gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen können auch als Beschichtungsmaterial, vorzugsweise als Edelmetall enthaltendes Beschichtungsmaterial, insbesondere als Oxidationskatalysator, Reduktionskatalysator, Reaktionskatalysator oder als Katalysator für chemische Prozesse zum Abbau oder Umwandlung von organischen Substanzen oder Gase verwendet werden.

**[0040]** Die gemäß dem erfindungsgemäßen Verfahren hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungenerstellen können beispielsweise zum Herstellen von Beschichtungen in Verbrennungsmotoren und -maschinen für Motorinnenräume, Kolben, Abgasanlagen und -filter, insbesondere Dieselpartikelfilter, auf Scheiben, Maschinenteilen, Rohren oder Kraftwerksteilen, insbesondere für Glas- und Stahleinsätze sowie Kaminsteine und Filtermatten, als Entschlackungshilfe in Kraftwerken, auf Backofensichtscheiben, Kochplatten, insbesondere Keramikkochfeldern als Antihafmittel, auf einem Träger zur Entfernung flüchtiger organischer Verbindungen aus der Raumluft, insbesondere nach Anreicherung auf der Beschichtung, in Brennstoffzellen zur Entfernung von gasförmigen Verunreinigungen des Wasserstoffes, insbesondere Kohlenmonoxid, als Cokatalysator für die Energiegewinnung durch (photo-)katalytische Spaltung von Wasser in Wasserstoff und Sauerstoff verwendet werden.

**[0041]** Der Gegenstand der Erfindung kann in Kraftwerken oder Rohren auch genutzt werden, um Anbackungen bei erhöhten Temperaturen zu vermeiden. Auf anderen Trägern, wie z. B. Stahl oder Stein, beschichtet oder als Additiv in Beschichtungsmassen ergeben sich Anwendungen in Kraftwerksschloten, Brennkammern, Haushalstkaminrohren, als Grillbeschichtungen und Beschichtungen in Haushaltsgeräten.

**[0042]** Das erfindungsgemäße Material kann auch genutzt werden, um den Zündzeitpunkt von Benzin,

Diesel oder Kerosin in Motorbrennräumen zu beeinflussen.

**[0043]** Das Beschichtungsmaterial kann ebenso für den industriellen Einsatz als Geruchskatalysator verwendet werden.

**[0044]** Die Anbindung an den Träger erfolgt durch anorganische Bindemittel, zusätzlich kann die aktive Komponente als Additiv zu bereits bestehenden Beschichtungsmassen zugefügt werden (z. B. Keramikschlickern, Nanosuspensionen, Glasfritten oder Sol-Gel-Systemen). Das erfindungsgemäße Beschichtungsmaterial kann auch einem Beschichtungssystem, wie es in der DE 10 2005 021 658 A1 beschrieben wird, zugegeben werden.

**[0045]** Den Erfindern ist es durch geeignete Wahl eines Binders gelungen, eine abriebfeste Beschichtung zu entwickeln. Die katalytische Aktivität der Beschichtung wird auch bei sichtbarer Beschädigung durch Abrieb (Kratzer) nicht beeinflusst. Die katalytische Verbrennungsaktivität der Beschichtung liegt im Bereich von 100 bis 550°C, bevorzugt zwischen 250 und 400°C und besonders bevorzugt zwischen 250 und 350°C. Die katalytische Aktivität fördert insbesondere die Verbrennung von organischen Substanzen und Ruß, insbesondere Kerzenruß, Dieselruß, Modellruß und flüchtigen Verbrennungsprodukten von Holz, Erdgas, Erdöl und Benzin.

**[0046]** Die Zündtemperatur für die Verbrennung von Russpartikeln liegt bei 100 bis 450°C, besonders bevorzugt bei 250 bis 350°C. Eine Beaufschlagung von Stickoxiden während der Verbrennung ist nicht notwendig, um diese Zündtemperaturen zu erreichen.

**[0047]** Das Oxidationsvermögen der Beschichtung wird im Gegensatz zu üblichen Methoden (z. B. TGA/DTA) durch visuelle Beurteilung festgestellt. Hierzu wird eine Modellrußdispersion (1–5%ig in Lösemittel) auf eine Weise auf die Beschichtung gebracht, daß eine deckende Rußschicht vorhanden ist. Alternativ kann die Beschichtung auch mit Kerzenruß beaufschlagt werden. Zur Feststellung der Zündtemperatur der Rußverbrennung wird der beschichtete Träger mit der Rußschicht versehen in einem Ofen bei verschiedenen Temperaturen ausgelagert. Bei einer Temperatur von 100 bis 500°C, insbesondere bei 250 bis 350°C, ist die Rußschicht nach einer Stunde entweder nicht mehr vorhanden oder blättert ab, vermutlich aufgrund Enthaltung durch Oxidation der unteren Rußlage. Bei längeren Auslagerungszeiten (2–5 Stunden) reduziert sich diese Verbrennungstemperatur deutlich.

**[0048]** Nachfolgend wird die Erfindung anhand von Ausführungsbeispielen näher erläutert.

Beispiel 1:

**[0049]** 94,85 g (3-Glycidoxypropyl)triethoxysilan (GPTES) und 31,55 g Kieselsäure (Levasil 200 s) werden 1 Stunde lang gerührt. Nach 1 Stunde Rühren wird 240,13 g Natriumnitrat in 741,64 g 5%ige Essigsäure zugegeben, wobei sich ein pH-Wert der Lösung von etwa pH 3 einstellt. Die Lösung wird bei 120°C bis zur Gewichtskonstanz vorgehärtet, zermahlen und anschließend im Hochtemperaturofen auf 850°C unter Schutzgasatmosphäre gehärtet. Man erhält ein grauschwarzes Pulver.

Beispiel 2:

**[0050]** 5,00 g Aluminiumoxid C (mittlere Primärteilchengröße 13 nm) werden in 95,0 g 5%iger Essigsäure mit einem Ultra-Turrax für 10 min bei 15000 U/min dispergiert. Ein TEOS-Hydrolysat (hergestellt durch Rühren von 27,72 g TEOS und 10 g 0,01 M Salzsäure bis zu einer klaren Lösung) wird unter Rühren zugegeben. Nach 1 Stunde Rühren werden 17,9 g Kaliumformiat zugegeben. Der pH-Wert der Lösung wird mit 10%iger Essigsäure auf pH 3 eingestellt. Die Beschichtungslösung wird auf einem metallischen Träger aufgebracht und analog Beispiel 1 durch Temperaturbehandlung unter Schutzgasatmosphäre gehärtet.

Beispiel 3:

**[0051]** Zu 117,4 g (3-Glycidoxypropyl)triethoxysilan (GPTES) und 61,7 g Tetraethoxysilan wird portionsweise 58,75 g Calciumhydroxid zugegeben, so dass die Temperatur 50°C nicht übersteigt. Nach Rühren über Nacht werden 558,7 g Isopropanol zugegeben und 40,24 g Wasser portionsweise zugetropft. Nach Rühren über Nacht ist die Lösung beschichtungsfertig. Die Applikation erfolgt auf Glas oder Stahl durch Auffluten und anschließender thermischer Nachbehandlung für 1 h bei 500°C (2°C/min Aufheizzeit). Man erhält eine transparente, katalytisch aktive Beschichtung, welche Russ bei Temperaturen zwischen 250 und 400°C verbrennt.

**[0052]** Zur Beurteilung des Rußabbaus wird auf die Beschichtung eine Rußdispersion eines Modellrußes durch Fluten aufgetragen. Alternativ kann die Beschichtung auch mit Kerzenruß beaufschlagt werden. Zur Herstellung der Rußdispersion werden 1,8 g Degussa Printex U in 60 g Isopropanol gegeben und mit einem Ultra-Turrax für 1 min bei 15000 U/min dispergiert. Die Substrate werden für ca. 1 h thermisch ausgelagert. Vollständiger Rußabbau erfolgt auf Glas bei Temperaturen von 100 bis 500°C, bevorzugt bei 250 bis 430°C. Auf Stahl erfolgt der Rußabbau bei Temperaturen von 100 bis 450°C, bevorzugt 250 bis 400°C.

Beispiel 4:

**[0053]** Zu 22,4 g (3-Glycidoxypropyl)triethoxysilan (GPTES) und 24,0 g Kieselsol (Levasil 200 s) werden 1028 g Wasser und 133,6 g Strontiumnitrat gegeben. Nach Einrühren des Kaliumsalzes werden 40,0 g TiO<sub>2</sub> (Degussa P25) zugegeben und mit einem Ultraturrax 30 min bei 15.000 U/min dispergiert. Die Dispersion kann direkt appliziert werden.

**[0054]** Die Lösungen aus Beispiel 3 und 4 werden durch Tauchen auf einen Keramik-Wabenstrukturkörper, bestehend aus Siliziumcarbid, Aluminiumtitanat oder Cordierit, aufgebracht und eine Stunde bei 500°C (2°C/min Aufheizrate) im thermisch gehärtet. Eine Vorhärtung kann bei niedrigeren Temperaturen erfolgen.

**ZITATE ENTHALTEN IN DER BESCHREIBUNG**

*Diese Liste der vom Anmelder aufgeführten Dokumente wurde automatisiert erzeugt und ist ausschließlich zur besseren Information des Lesers aufgenommen. Die Liste ist nicht Bestandteil der deutschen Patent- bzw. Gebrauchsmusteranmeldung. Das DPMA übernimmt keinerlei Haftung für etwaige Fehler oder Auslassungen.*

**Zitierte Patentliteratur**

- WO 2007/095276 A1 [\[0002\]](#)
- WO 2008/031101 A2 [\[0003\]](#)
- US 2005/0151278 A1 [\[0004\]](#)
- WO 2006/036697 A2 [\[0005\]](#)
- WO 2008/131270 A1 [\[0006\]](#)
- DE 102005021658 A1 [\[0044\]](#)

**Patentansprüche**

1. Verfahren zur Herstellung von Alkali- oder Erdalkalilegierungen, **dadurch gekennzeichnet**, daß Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen gemischt und anschließend auf mindestens 100°C erhitzt werden, wobei die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkalimetallen im Molverhältnis 1:1 oder im Überschuß zu den Salzen, Hydroxiden, Alkoxiden oder Oxiden der Halbmetalle, Nichtmetalle oder Metalle vorliegen.

2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- und Erdalkaliverbindungen ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus Alkali- bzw. Erdalkalisulfaten, -chloriden, nitraten, -carbonaten, -formiaten, -oxalaten, -sulfiden, -sulfiten, -bromiden, -iodiden, -fluoriden, -nitriden, -nitriten, -phosphaten, -phosphiden, -phosphiten und -acetaten.

3. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen ausgewählt sind aus der Gruppe bestehend aus CO<sub>2</sub>, CO, N<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, N<sub>2</sub>O<sub>5</sub>, NO<sub>2</sub>, NO<sub>x</sub> Siliziumoxid, Aluminiumoxid, Telluroxid, Germaniumoxid, Antimonoxid, Galliumoxid, Vanadiumoxid, Manganoxid, Chromoxid, Titanoxid, Zirkoniumoxid, Ceroxid, Lanthanoxid, Cobaltoxid, Kupferoxid, Eisenoxid, Silberoxid, Wolframoxid und Zinkoxid.

4. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Salze, Hydroxide, Alkoxide oder Oxide von Alkali- oder Erdalkaliverbindungen mit den Oxiden von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen in der Schmelze, in der Gasphase unter erhöhtem Druck oder in einem Lösungsmittel, vorzugsweise in Wasser gemischt werden.

5. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß mindestens eines der Salze von Alkali- oder Erdalkalimetallen bzw. von Halbmetallen, Nichtmetallen oder Metallen als Oxid vorliegt, besonders bevorzugt die Halbmetalle, Nichtmetalle oder Metalle als Oxide vorliegen.

6. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Erhitzen bei Temperaturen über 250°C, bevorzugt bei Temperaturen über 400°C bis zur Schmelztemperatur des höchstschmelzenden Bestandteiles erfolgt.

7. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Erhitzen während mindestens 1 Minute, vorzugsweise während mindestens 1 Stun-

de und besonders bevorzugt während mindestens 24 Stunden erfolgt.

8. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das Erhitzen in sauerstoffarmer, bevorzugt in sauerstofffreier Atmosphäre erfolgt.

9. Verfahren gemäß einem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß die Herstellung der Alkali- oder Erdalkalilegierungen nach dem Sol-Gel-Verfahren, über Fällungsreaktionen, direkt aus den Elementen durch Schmelzverfahren, insbesondere Festkörperreaktionen, durch Flammenpyrolyse oder Gasphasenseparation, insbesondere CVD oder PVD, durch Sprühtrocknung oder Gefrier Trocknung erfolgt.

10. Verwendung des Beschichtungsmaterials gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Beschichtungsmaterial auf ein Substrat appliziert und getrocknet wird.

11. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Beschichtungsmaterial naßchemisch auf das Substrat appliziert wird, insbesondere durch Sprühen, Gießen, Fluten, Tauchen, Aufreiben, Schleudern, Walzen oder Drucken.

12. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Beschichtungsmaterial mit einer Schichtdicke von 10 nm bis 100 µm, insbesondere von 0,5 bis 20 µm, appliziert wird.

13. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung in einem Temperaturbereich von etwa Raumtemperatur bis 1.000°C, insbesondere zwischen 100 und 600°C, während 1 Sekunde bis mehreren Stunden erfolgt.

14. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung in einem Umluftofen oder unter IR-Strahlung erfolgt.

15. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Trocknung in zwei Schritten mit einer Vorhärtung bei niedriger Temperatur (bis 200°C) und einem zweiten Trocknungsschritt bei höherer Temperatur (über 300°C) erfolgt.

16. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat ein keramischer hochporöser Träger ist, auf den eine erste Beschichtung aufgebracht ist, deren thermische Leitfähigkeit größer ist als die des Trägers.

17. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß der Träger eine thermische Leitfähigkeit von weniger als 10 Wm-1K-1 aufweist.

18. Verwendung gemäß Anspruch 16, dadurch



gekennzeichnet, daß die erste auf den Träger aufgebrachte Beschichtung eine Wärmeleitfähigkeit von mindestens 10 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup>, bevorzugt von mindestens 30 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> und besonders bevorzugt von mindestens 50 Wm<sup>-1</sup>K<sup>-1</sup> aufweist.

19. Verwendung gemäß Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß auf einem keramischen hochporösen Träger eine katalytisch aktive Beschichtung aufgebracht ist, deren thermische Leitfähigkeit größer ist als die des Trägers.

20. Verwendung gemäß Anspruch 16, dadurch gekennzeichnet, daß die erste auf den Träger aufgebrachte Beschichtung aus metallischen Werkstoffen, insbesondere Silber, Kupfer, Gold, Aluminium, Zink, Wolfram, Nickel, Eisen, Platin, Tantal, Blei oder Titan, aus keramischen Werkstoffen mit hoher thermischer Leitfähigkeit, insbesondere Siliziumcarbid, Kohlenstoffnanoröhrchen, Aluminiumoxid, Aluminiumoxid/Zirkoniumoxid (ZTA) Siliziumnitrid, Aluminiumnitrid, Sialon, Magnesiumoxid, Berylliumoxid oder Bornitrid, oder glasartigen Werkstoffen, die mit wärmeleitfähigen Partikeln gefüllt sind oder Kombinationen dieser Werkstoffe besteht.

21. Verwendung gemäß Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Substrat Glas, Metall, Halbmetall, Metalloxid, Kunststein, Naturstein, Beton, Putz, Keramik, Email, Glaskeramik, Kunststoff oder eine lackierte Oberfläche ist.

22. Verwendung der gemäß den Ansprüchen 1 bis 8 hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen in Form von Partikeln, insbesondere als Additiv in Flüssigkeiten oder Lösungen, in Kraftstoffen oder in Festkörpern zur Katalyse.

23. Verwendung der gemäß den Ansprüchen 1 bis 8 hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen als Bulkmaterial, insbesondere als Leichtmetalllegierungen

24. Verwendung der gemäß den Ansprüchen 1 bis 8 hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen als Beschichtungsmaterial, vorzugsweise als Edelmetall enthaltendes Beschichtungsmaterial, insbesondere als Oxidationskatalysator, Reduktionskatalysator, Reaktionskatalysator oder als Katalysator für chemische Prozesse zum Abbau oder Umwandlung von organischen Substanzen oder Gase.

25. Verwendung der gemäß den Ansprüchen 1 bis 8 hergestellten Alkali- oder Erdalkalilegierungen zum Herstellen von Beschichtungen in Verbrennungsmotoren und -maschinen für Motorinnenräume, Kolben, Abgasanlagen und -filter, insbesondere Dieselpartikelfilter, auf Scheiben, Maschinenteilen, Rohren oder Kraftwerksteilen, in Kamininnenräumen und Brennkammern, insbesondere für Glas- und

Stahleinsätze sowie Kaminsteine und Filtermatten, als Entschlackungshilfe in Kraftwerken, auf Backofensichtscheiben, Grillgeräten, Haushaltsgeräten, Kochplatten, insbesondere Keramikfeldern als Antihafmittel, auf einem Träger zur Entfernung flüchtiger organischer Verbindungen aus der Raumluft, insbesondere nach Anreicherung auf der Beschichtung, oder zur Katalyse von chemischen Oxidationsprozessen für industrielle Anwendungen, in Brennstoffzellen zur Entfernung von gasförmigen Verunreinigungen des Wasserstoffes, insbesondere Kohlenmonoxid, als Cokatalysator für die Energiegewinnung durch (photo-)katalytische Spaltung von Wasser in Wasserstoff und Sauerstoff.

Es folgt kein Blatt Zeichnungen