



NUMERO DE PUBLICATION : 1002932A5

NUMERO DE DEPOT : 9000320

MINISTERE DES AFFAIRES ECONOMIQUES

Classif. Internat.: C01B

Date de délivrance : 27 Aout 1991

Le Ministre des Affaires Economiques,

Vu la Convention de Paris du 20 Mars 1883 pour la Protection de la propriété industrielle;

Vu la loi du 28 Mars 1984 sur les brevets d' invention, notamment l' article 22;

Vu l' arrêté royal du 2 Décembre 1986 relatif à la demande, à la délivrance et au maintien en vigueur des brevets d' invention, notamment l' article 28;

Vu le procès verbal dressé le 21 Mars 1990 à 14h10
à l' Office de la Propriété Industrielle

ARRETE:

ARTICLE 1.- Il est délivré à : CABOT CORPORATION
Winter St. 950 P.O. Box 9073, WALTHAM MA 02254-9073(ETATS-UNIS D'AMERIQUE)

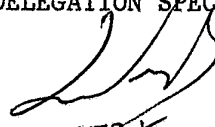
représenté(e)(s) par : PLUCKER Guy, OFFICE KIRKPATRICK, Square de Meeus, 4
- B-1040 BRUXELLES.

un brevet d' invention d' une durée de 20 ans, sous réserve du paiement des taxes annuelles, pour : DISPERSION AQUEUSE COLLOIDALE DE FUMEE DE SILICE SANS STABILISANT.

Priorité(s) 21.03.89 US USA 326891

ARTICLE 2.- Ce brevet est délivré sans examen préalable de la brevetabilité de l' invention, sans garantie du mérite de l' invention ou de l' exactitude de la description de celle-ci et aux risques et périls du(des) demandeur(s).

Bruxelles, le 27 Aout 1991
PAR DELEGATION SPECIALE :


WUYTS L.
Directeur

Dispersion aqueuse colloïdale de fumée
de silice sans stabilisant.

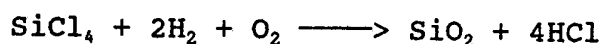
DOMAINE DE L'INVENTION.

La présente invention concerne une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice sans stabilisant, de même qu'un procédé pour produire une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice.

ARRIERE-PLAN DE L'INVENTION.

Il existe de nombreuses applications pour des fumées de silice d'une granulométrie extrêmement fine, dans lesquelles il est opportun d'appliquer la fumée de silice sous la forme d'une dispersion aqueuse colloïdale. De telles applications sont notamment le couchage du papier, le procédé sol-gel pour la fabrication de fibres optiques et de la vaisselle en quartz, outre l'isolation thermique. Les dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice sont utilisées également pour frictionner et polir. Il existe aussi de nombreuses occasions où il est avantageux de densifier la fumée de silice en vue du stockage ou du transport en combinant la fumée de silice avec de l'eau pour en former une dispersion aqueuse colloïdale.

La fumée de silice est en général produite par hydrolyse en phase vapeur d'un chlorosilane tel que le tétrachlorure de silicium, dans une flamme hydrogène-oxygène. La réaction d'ensemble est :



Dans ce procédé, il se forme des sphères fondues submicrométriques de fumée de silice. Ces particules entrent en collision et forment, par coalescence, des agrégats caténaux ramifiés tridimensionnels d'une longueur d'environ 0,1 à 0,5 μm . Le refroidissement a lieu très rapidement, ce qui limite la croissance des particules et assure le caractère amorphe de la fumée de silice. Ces

agréats, à leur tour, forment des agglomérés d'une dimension s'échelonnant de 0,5 à 44 μm (tamis US 325). Les fumées de silice ont généralement une pureté élevée avec une teneur totale en impuretés souvent inférieure à 100 ppm
5 (parties par million). Cette pureté élevée rend les dispersions aqueuses de fumée de silice particulièrement avantageuses pour de nombreuses applications.

Une autre considération pour beaucoup d'applications est l'élimination de la grenaille de la
10 dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice, parce que cette grenaille est une source majeure d'impuretés. La grenaille peut aussi nuire à de nombreuses applications de la dispersion. Par exemple, lors de la coagulation du caoutchouc latex, la grenaille fait apparaître des défauts
15 dans la structure du caoutchouc, et lors du polissage de monocristaux d'un semi-conducteur, la grenaille peut provoquer des rayures. Il est donc en général souhaitable que la dispersion aqueuse soit de haute pureté. Un procédé pour augmenter la pureté est de faire passer la dispersion
20 aqueuse colloïdale de fumée de silice à travers un filtre, opération appelée filtration, pour éliminer la grenaille et les autres impuretés. Pour qu'une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice soit filtrable, la viscosité de cette dispersion colloïdale doit être suffisamment basse
25 et la dispersion colloïdale doit être non dilatante pour qu'elle puisse passer à travers le filtre souhaité. Pour les besoins de la présente invention, une dispersion non dilatante est une dispersion qui traverse un filtre dont la dimension des pores est de 1 000 μm sinon moins.

30 Comme décrit ci-dessus, l'aptitude d'une dispersion à traverser un filtre a aussi une relation avec la viscosité de la dispersion. Plus le filtre est fin, c'est-à-dire plus la dimension des pores du filtre est petite, et plus faible doit être la viscosité de la
35 dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice pour qu'elle traverse le filtre. Comme il est évident pour

l'homme de métier, aux fins d'augmenter la pureté, la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice doit traverser un filtre aussi fin que possible. Il est donc en règle générale avantageux de produire des dispersions
5 aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant de faibles viscosités. Aux fins de la présente invention, de faibles viscosités sont des viscosités inférieures à environ 1 000 centipoises (1 Pa.s).

En outre, afin d'être utile pour les applications
10 énumérées ci-dessus et d'autres applications possibles, la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ne peut se gélifier en un solide. L'aptitude de la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice à résister à la gélification est généralement appelée stabilité de la dispersion aqueuse
15 colloïdale. Les dispersions aqueuses colloïdales plus stables ne se gélifient pas aussi vite sur les dispersions aqueuses colloïdales moins stables.

En règle générale, un stabilisant tel qu'un alcali ou une base est ajouté à la dispersion aqueuse
20 colloïdale de fumée de silice pour augmenter la stabilité de cette dernière. Par conséquent, la plupart des dispersions aqueuses colloïdales stables de fumée de silice généralement connues sont en fait des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice et de stabilisant. Ces
25 dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice contiennent, comme on le sait, des quantités de fumée de silice de 30%, 40% et même jusqu'à 70% en poids. Par exemple, le brevet USA n° 2 984 629 de Loftman et al, ci-après "Loftman", décrit une dispersion aqueuse colloïdale
30 de fumée de silice et d'alcali ayant une concentration en fumée de silice s'élevant jusqu'à environ 40% en poids. Le brevet anglais n° 1 326 574 de Diether, ci-après "Diether", décrit une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice et de stabilisant ayant une concentration en fumée de silice
35 s'élevant jusqu'à environ 70% en poids. Le stabilisant suivant Diether est aussi un alcali.

Toutefois, dans les dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice généralement connues qui ne contiennent pas d'alcali ou de stabilisant, les concentrations en fumée de silice supérieures à environ 30% en poids conduisent à une dispersion colloïdale instable qui se gélifie rapidement. De plus, dans ces dispersions aqueuses colloïdales généralement connues, à mesure que la concentration en fumée de silice de la dispersion aqueuse colloïdale s'approche de 30% en poids, la viscosité et la dilata-
10 dilatance de la dispersion aqueuse colloïdale augmentent au point qu'il devient très difficile de faire passer la dispersion aqueuse colloïdale à travers un filtre pour en séparer les impuretés.

Toutefois, pour certaines applications, il est
15 souhaitable de disposer d'une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice exempte d'alcali et/ou de stabilisant et dont la concentration en fumée de silice est supérieure à environ 35% en poids. Toutefois, dans les procédés généralement connus jusqu'à présent, pour produire des
20 dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice sans stabilisant, qui ont une concentration en fumée de silice supérieure à environ 30% en poids, les dispersions aqueuses colloïdales obtenues sont instables et se gélifient rapidement. Par exemple, le brevet USA n° 4 042 361 de
25 Bihuniak et al, ci-après "Bihuniak", décrit une dispersion aqueuse colloïdale instable de fumée de silice exempte d'alcali qui a une concentration en fumée de silice s'élevant jusqu'à environ 45% en poids. La stabilité de cette dispersion colloïdale telle que décrite dans le
30 document Bihuniak, peut être mesurée en minutes, ce qui rend la dispersion intransportable et impropre à de nombreuses fins. Même le document Bihuniak, pour les besoins de l'invention en question, décrit l'utilisation d'une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice
35 n'atteignant qu'environ 30% en poids.

APERCU DE L'INVENTION.

En procurant une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice stable, non dilatante, peu visqueuse, filtrable et exempte d'alcali ou de stabilisant, ayant une
5 concentration en fumée de silice d'au moins environ 35% en poids, la présente invention apporte une solution à ces difficultés et d'autres.

Un autre aspect de la présente invention est un procédé pour produire une dispersion aqueuse colloïdale de
10 fumée de silice ne contenant pas de stabilisant en mélangeant de la fumée de silice avec de l'eau dans un mélangeur en quantité telle que la concentration pondérale en fumée de silice excède la quantité de silice souhaitée dans la dispersion finale, puis en diluant le mélange avec
15 une quantité supplémentaire d'eau afin que la dispersion aqueuse colloïdale résultante contienne la concentration souhaitée en fumée de silice. Facultativement, le mélange peut être filtré pour en éliminer la grenaille et les agglomérés.

Le procédé de la présente invention peut être appliqué avec une fumée de silice ayant toute surface spécifique pour produire des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice. Afin d'obtenir des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice d'une
25 concentration en fumée de silice d'au moins 35% en poids suivant la présente invention, il est cependant préféré d'utiliser une fumée de silice ayant une surface spécifique inférieure à environ 75 m² par g, avantageusement d'environ 10 à environ 75 m² par g le plus favorablement d'environ 35
30 à environ 60 m² par g.

Un avantage de la présente invention est que les dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice sont stables et non dilatantes et ont une faible viscosité. Aux fins de la présente invention, "stable" signifie que la
35 dispersion ne forme pas de gel pendant une durée d'au moins 2,0 heures. Typiquement, les dispersions aqueuses

colloïdales de fumée de silice produites par le procédé de la présente invention sont stables pendant une durée d'au moins 1 jour et, de préférence quelques jours, mais plus avantageusement quelques semaines à plusieurs mois. Comme
5 expliqué précédemment, aux fins de la présente invention, "non dilatant" désigne l'aptitude d'une dispersion à traverser sans gélification un filtre dont les pores ont une dimension de 1 000 μm sinon moins. Typiquement, les dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice
10 produites par le procédé de la présente invention traversent un filtre dont les pores ont une dimension de 250 μm sinon moins, de préférence un filtre dont les pores ont une dimension de 25 μm sinon moins et plus avantageusement un filtre dont les pores ont une dimension de 10 μm sinon
15 moins. Typiquement, la "faible viscosité" des dispersions aqueuses colloïdales de la fumée de silice produites par le procédé de la présente invention est inférieure à environ 1 000 centipoises (1 Pa.s) et, de préférence, inférieure à environ 250 centipoises (0,25 Pa.s).

20 Sous le rapport particulier des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant des concentrations en fumée de silice d'au moins environ 35% en poids, un autre avantage du procédé de l'invention est que ces dispersions sont stables pendant des durées de quelques
25 jours à plusieurs semaines, non dilatantes et ont de faibles viscosités. La non dilatance et la faible viscosité permettent que les dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant des concentrations en fumée de silice d'au moins environ 35% en poids traversent un filtre.

30 Un autre avantage du procédé de l'invention est que, lorsque la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice s'est gélifiée, typiquement après quelques semaines, elle peut être reliquéfiée par agitation ou mélange.

D'autres avantages de la présente invention
35 ressortiront de sa description plus détaillée ci-après.

DESCRIPTION DETAILLEE DE L'INVENTION.

Conformément à la présente invention, un mélangeur est chargé, jusqu'à environ 50% en volume, d'une certaine quantité d'eau, qui est de préférence de l'eau déminéralisée. De préférence, le mélangeur utilisé est un
5 mélangeur à cisaillement intense capable de former des dispersions, du genre de ceux généralement connus. La quantité d'eau initialement introduite dans le mélangeur peut évidemment varier. Néanmoins, comme il ressortira de la description ci-après, il faut laisser de la place dans
10 le mélangeur pour ajouter de la fumée de silice et un supplément d'eau. La quantité initiale d'eau choisie est habituellement rapportée à la quantité de fumée de silice qu'il faut ajouter et à la concentration finale souhaitée de la fumée de silice dans la dispersion aqueuse colloïdale
15 de fumée de silice. Par exemple, si la concentration finale souhaitée de la fumée de silice dans la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice est d'environ 50% en poids et qu'il faut introduire 100 kg de fumée de silice dans le
20 mélangeur, la quantité initiale d'eau est celle qui conduit à une concentration de plus de 50% en poids de fumée de silice dans le mélangeur. Typiquement, dans le procédé de la présente invention, la dispersion que contient le mélangeur, avant dilution, a une concentration en fumée de
25 silice supérieure d'au moins environ 5% à la concentration finale souhaitée de la fumée de silice dans la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice. Ensuite, la dispersion colloïdale que contient le mélangeur est diluée par addition d'eau pour arriver à la concentration finale
30 en fumée de silice d'environ 50% en poids dans la dispersion aqueuse colloïdale.

Après introduction de la quantité appropriée d'eau dans le mélangeur, de la fumée de silice est ajoutée à l'eau que contient le mélangeur. La fumée de silice peut
35 être ajoutée en mélangeant la fumée de silice à l'eau, tandis que le mélangeur fonctionne, ou en ajoutant la fumée

de silice à l'eau et en faisant ensuite fonctionner le mélangeur. La fumée de silice peut aussi être ajoutée, par incréments en une série de stades, entre chacun desquels le mélangeur fonctionne.

5 Comme indiqué ci-dessus, le procédé de la présente invention peut être appliqué avec des fumées de silice ayant toute surface spécifique. Pour produire des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant des concentrations en fumée de silice d'au moins environ 35%
10 en poids, il est préférable d'utiliser une fumée de silice ayant une surface spécifique inférieure à environ 75 m² par g. Il est plus avantageux d'utiliser une fumée de silice ayant une surface spécifique d'environ 10 à environ 75 m² par g et le plus favorable d'utiliser une fumée de silice
15 ayant une surface spécifique d'environ 35 à environ 60 m² par g pour former des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant des concentrations en fumée de silice d'au moins environ 35% en poids.

 L'effet immédiat de l'addition ou de chaque
20 addition de fumée de silice dans le mélangeur est d'épaissir la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice que contient le mélangeur. Toutefois, du fait que le mélangeur continue de fonctionner, la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice dans le mélangeur reste fluide.

25 Après que la concentration pondérale en fumée de silice dans la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice que contient le mélangeur a été élevée jusqu'à une valeur supérieure à la concentration pondérale finale souhaitée en fumée de silice, le mélangeur est maintenu en
30 fonctionnement jusqu'à ce que la dispersion dans le mélangeur devienne fluide. Comme exposé précédemment, il est typique dans le procédé de la présente invention que la dispersion que contient le mélangeur ait, avant dilution, une concentration en fumée de silice supérieure d'au moins
35 environ 5% à la concentration finale souhaitée en fumée de silice de la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de

silice. Ensuite, un supplément d'eau est introduit dans le mélangeur. De préférence, cette eau supplémentaire est déminéralisée. Le supplément d'eau est ensuite incorporé à la dispersion colloïdale que contient le mélangeur par
5 fonctionnement de celui-ci. La quantité d'eau ajoutée est celle qui abaisse la concentration pondérale en fumée de silice de la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice que contient le mélangeur jusqu'à la concentration finale souhaitée. Après que la concentration pondérale
10 finale souhaitée en fumée de silice a été atteinte, la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice peut être retirée du mélangeur et stockée ou conditionnée en vue du transport de quelque façon généralement connue que ce soit. Si la chose est souhaitée, la dispersion aqueuse colloïdale
15 de fumée de silice peut aussi être passée à travers un filtre pour en séparer la grenaille et les particules agglomérées de fumée de silice éventuelles.

Le procédé de la présente invention se prête bien à la fabrication de dispersions aqueuses colloïdales de
20 fumée de silice sans stabilisant qui ont une concentration pondérale quelconque en fumée de silice. Toutefois, le procédé de la présente invention est particulièrement utile pour produire des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice sans stabilisant contenant au moins environ 35%
25 en poids de fumée de silice, qui n'avaient jusqu'à présent pas été préparées sous une forme stable. Les dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice de la présente invention sont stables pendant au moins quelques jours.

L'efficacité et les avantages de la présente
30 invention sont illustrés plus en détail par les exemples suivants.

Les exemples ci-après illustrent le procédé pour produire des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant des concentrations pondérales en fumée de
35 silice d'environ 40%, 45%, 50% et 65%, respectivement. Il est cependant évident que les quantités de fumée de silice

et d'eau utilisées dans ces exemples peuvent être modifiées pour produire des dispersions aqueuses colloïdales de fumée de silice ayant d'autres concentrations en fumée de silice.

EXEMPLE 1.-

5 Le présent exemple illustre le procédé pour produire une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 40% en poids en utilisant un mélangeur à cisaillement intense d'une capacité de 379,00 litres (100 gallons)
10 capable de former les dispersions.

 On introduit initialement dans le mélangeur à cisaillement intense 151,60 litres (40 gallons) d'eau. On introduit lentement dans le mélangeur environ 227,00 kg (500 livres) de fumée de silice ayant une surface spécifique
15 d'environ 50 m² par g, par incréments de 45,4 kg, tandis que le mélangeur fonctionne, pour former dans le mélangeur une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 60% en poids. A ce moment, on introduit lentement un supplément de
20 189,50 litres (50 gallons) d'eau dans le mélangeur tandis que celui-ci fonctionne pour diluer la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice que contient le mélangeur en une dispersion ayant la concentration souhaitée en fumée de silice d'environ 40% en poids. Cette dispersion aqueuse
25 colloïdale de fumée de silice peut éventuellement être filtrée pour être débarrassée de la grenaille et des particules agglomérées éventuelles. La filtration de la dispersion colloïdale modifie la concentration de la fumée de silice de moins d'environ 0,5% en poids. La dispersion
30 aqueuse colloïdale de fumée de silice filtrée ou non filtrée exempte de stabilisant est stable et non dilatante et peut être stockée et/ou conditionnée en vue du transport de l'une quelconque des façons connues. Cette dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en
35 fumée de silice d'environ 40% en poids est stable pendant quelques jours à plusieurs semaines.

EXEMPLE 2.-

Le présent exemple illustre le procédé pour produire une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 45% en poids en utilisant un mélangeur à cisaillement intense d'une capacité de 379,00 litres (100 gallons) capable de former les dispersions.

On introduit initialement dans le mélangeur à cisaillement intense 151,60 litres (40 gallons) d'eau. On introduit lentement dans le mélangeur environ 227,00 kg (500 livres) de fumée de silice ayant une surface spécifique d'environ 50 m² par g, par incréments de 45,4 kg, tandis que le mélangeur fonctionne, pour former dans celui-ci une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 60% en poids. A ce moment, on introduit lentement un supplément de 125,07 litres (33 gallons) d'eau dans le mélangeur tandis que celui-ci fonctionne pour diluer la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice que contient le mélangeur en une dispersion ayant la concentration souhaitée en fumée de silice d'environ 45% en poids. Cette dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice peut éventuellement être filtrée pour être débarrassée de la grenaille et des particules agglomérées éventuelles. La filtration de la dispersion colloïdale modifie la concentration de la fumée de silice de moins d'environ 0,5% en poids. La dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice filtrée ou non filtrée exempte de stabilisant est stable et non dilatante et peut être stockée et/ou conditionnée en vue du transport de quelque façon connue que ce soit. Cette dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 45% en poids est stable pendant quelques jours à plusieurs semaines.

EXEMPLE 3.-

Le présent exemple illustre le procédé pour produire une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de

silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 50% en poids en utilisant un mélangeur à cisaillement intense d'une capacité de 379,00 litres (100 gallons) capable de former les dispersions.

5 On introduit initialement dans le mélangeur à cisaillement intense 121,28 litres (32 gallons) d'eau. On introduit lentement dans le mélangeur environ 227,00 kg (500 livres) de fumée de silice ayant une surface spécifique d'environ 50 m²/g, par incréments de 45,4 kg, tandis que le
10 mélangeur fonctionne, pour former dans le mélangeur une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 65% en poids. A ce moment, on introduit lentement un supplément de 106,12 litres (28 gallons) d'eau dans le mélangeur tandis
15 que celui-ci fonctionne pour diluer la dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice que contient le mélangeur en une dispersion ayant la concentration souhaitée en fumée de silice d'environ 50% en poids. Cette dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice peut éventuellement être
20 filtrée pour être débarrassée de la grenaille et des particules agglomérées éventuelles. La filtration de la dispersion colloïdale modifie la concentration de la fumée de silice de moins d'environ 0,5% en poids. La dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice filtrée ou non filtrée
25 exempte de stabilisant est stable et non dilatante et peut être stockée et/ou conditionnée en vue du transport de quelque façon connue que ce soit. Cette dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en fumée de silice d'environ 50% en poids est stable pendant
30 au moins un jour.

EXEMPLE 4.-

 Suivant le même mode opératoire que dans les exemples 1, 2 et 3, on peut produire une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ayant une concentration en
35 fumée de silice d'environ 65% en poids en introduisant initialement dans le mélangeur 98,54 litres (26 gallons)

d'eau, en ajoutant environ 227,00 kg (500 livres) de fumée de silice d'une surface spécifique d'environ 50 m² par g dans le mélangeur pour former une dispersion ayant une concentration en fumée de silice d'environ 70% en poids, qu'on dilue ensuite avec un supplément de 22,74 litres (6 gallons) d'eau. La dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice résultante, ayant une concentration en fumée de silice d'environ 65% en poids, serait stable et non dilatante.

Des résultats semblables peuvent être obtenus en modifiant la quantité d'eau initialement introduite dans le mélangeur, la quantité pondérale de fumée de silice introduite dans le mélangeur et la quantité supplémentaire d'eau ajoutée pour diluer la dispersion dans le mélangeur afin d'obtenir une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice stable et non dilatante ayant une concentration en fumée de silice d'environ 35%, 55% ou 60% en poids.

Bien que divers modes et détails de réalisation aient été décrits pour illustrer l'invention, il va de soi que celle-ci est susceptible de nombreuses variantes et modifications sans sortir de son cadre.

R E V E N D I C A T I O N S

1.- Dispersion aqueuse colloïdale caractérisée en ce qu'elle consiste essentiellement en au moins 35% en poids de fumée de silice dispersée dans l'eau, la dispersion étant stable, ayant une viscosité inférieure à environ 1000 centipoises (1 Pa.s) et étant dilatante.

2.- Dispersion aqueuse colloïdale ne contenant pas de stabilisant, caractérisée en ce qu'elle comprend au moins 35% en poids de fumée de silice dispersée dans de l'eau, la dispersion étant stable et non dilatante et ayant une viscosité inférieure à environ 1000 centipoises (1 Pa.s).

3.- Dispersion suivant l'une quelconque des revendications 1 et 2, caractérisée en ce que la fumée de silice est présente en une quantité entre environ 35% et 65% en poids.

4.- Dispersion suivant la revendication 3, caractérisée en ce que la fumée de silice est présente en une quantité d'environ 35% en poids.

5.- Dispersion suivant la revendication 3, caractérisée en ce que la fumée de silice est présente en une quantité d'environ 40% en poids.

6.- Dispersion suivant la revendication 3, caractérisée en ce que la fumée de silice est présente en une quantité d'environ 45% en poids.

7.- Dispersion suivant la revendication 3, caractérisée en ce que la fumée de silice est présente en une quantité d'environ 50% en poids.

8.- Dispersion suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce que la fumée de silice a une surface spécifique inférieure à environ 75 m² par g.

9.- Dispersion suivant la revendication 8, caractérisée en ce que la fumée de silice a une surface spécifique entre environ 10 et environ 75 m² par g.

10.- Dispersion suivant la revendication 9,

caractérisée en ce que la fumée de silice a une surface spécifique entre environ 35 et environ 60 m² par g.

11.- Dispersion suivant la revendication 10, caractérisée en ce que la fumée de silice a une surface
5 spécifique d'environ 50 m² par g.

12.- Dispersion suivant l'une quelconque des revendications précédentes, caractérisée en ce qu'elle a une viscosité inférieure à environ 250 centipoises (0,25 Pa.s).

13.- Procédé pour préparer une dispersion aqueuse
10 colloïdale de fumée de silice, caractérisé en ce qu'il consiste essentiellement en ce qu'on ajoute de la fumée de silice à de l'eau pour former une première dispersion ayant une concentration pondérale en fumée de silice excédant celle qui est souhaitée dans la dispersion finale, puis on
15 dilue la première dispersion avec de l'eau pour former la dispersion finale ayant la concentration pondérale souhaitée en fumée de silice, la dispersion finale étant stable pendant une durée d'au moins deux heures, ayant une viscosité inférieure à environ 1000 centipoises (1 Pa.s) et
20 étant non dilatante.

14.- Procédé pour préparer une dispersion aqueuse colloïdale de fumée de silice ne contenant pas de stabilisant, caractérisé en ce qu'on ajoute de la fumée de silice à de l'eau pour former une première dispersion ayant
25 une concentration pondérale en fumée de silice excédant celle qui est souhaitée dans la dispersion finale, puis on dilue la première dispersion avec de l'eau pour former la dispersion finale ayant la concentration pondérale souhaitée en fumée de silice, la dispersion finale étant stable et non
30 dilatante et ayant une viscosité inférieure à environ 1000 centipoises (1 Pa.s).

15.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 13 et 14, caractérisé en ce que la concentration de la fumée de silice dans la dispersion
35 finale est d'au moins environ 35% en poids.

16.- Procédé suivant la revendication 15, caractérisé en ce que la concentration de la fumée de silice

dans la dispersion finale est d'environ 40% en poids.

17.- Procédé suivant la revendication 15, caractérisé en ce que la concentration de la fumée de silice dans la dispersion finale est d'environ 45% en poids.

5 18.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 13 à 17, caractérisé en ce que la fumée de silice a une surface spécifique entre environ 10 et environ 75 m² par g.

10 19.- Procédé suivant la revendication 18, caractérisé en ce que la fumée de silice a une surface spécifique entre environ 35 et environ 60 m² par g.

20.- Procédé suivant la revendication 19, caractérisé en ce que la fumée de silice a une surface spécifique d'environ 50 m² par g.

15 21.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 13 à 20, caractérisé en ce que la concentration pondérale de la fumée de silice dans la première dispersion excède d'au moins 5% la concentration pondérale de la fumée de silice dans la dispersion finale.

20 22.- Procédé suivant l'une quelconque des revendications 13 à 21, caractérisé en ce que la dispersion finale a une viscosité inférieure à environ 250 centipoises (0,25 Pa.s).



Office européen
des brevets

RAPPORT DE RECHERCHE

établi en vertu de l'article 21 § 1 et 2
de la loi belge sur les brevets d'invention
du 28 mars 1984

Numero de la demande
nationale

BE 9000320
BO 2453

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS			
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes	Revendication concernée	CLASSEMENT DE LA DEMANDE (Int. Cl.5)
D,A	US-A-2 984 629 (K.A. LOFTMAN et al.) ----		C 01 B 33/141
A	FR-A-2 094 790 (DEGUSSA) & GB-A-1 326 574 (Cat. D,A) ----		
D,A	US-A-4 042 361 (P.H. BIHUNIAK et al.) -----		
			DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int. Cl.5)
			C 01 B C 09 D C 09 K
Date d'achèvement de la recherche 11-12-1990		Examineur BREBION J.CH.	
CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES			
X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : arrière-plan technologique O : divulgation non-écrite P : document intercalaire		T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet antérieur, mais publié à la date de dépôt ou après cette date D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant	

**ANNEXE AU RAPPORT DE RECHERCHE
RELATIF A LA DEMANDE DE BREVET BELGE NO.**

BE 9000320
B0 2453

La présente annexe indique les membres de la famille de brevets relatifs aux documents brevets cités dans le rapport de recherche visé ci-dessus.

Lesdits membres sont contenus au fichier informatique de l'Office européen des brevets à la date du 21/12/90

Les renseignements fournis sont donnés à titre indicatif et n'engagent pas la responsabilité de l'Office européen des brevets.

Document brevet cité au rapport de recherche	Date de publication	Membre(s) de la famille de brevet(s)	Date de publication
US-A- 2984629		Aucun	
FR-A- 2094790	04-02-72	Aucun	
US-A- 4042361	16-08-77	Aucun	