

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(21) Anmeldenummer: 86106109.1

(22) Anmeldetag: 05.05.86

(51) Int. Cl.⁴: **C 10 M 161/00**
/(C10M161/00, 125:26, 149:02,
145:02), C10N40:14

(30) Priorität: 14.05.85 DE 3517281

(43) Veröffentlichungstag der Anmeldung:
20.11.86 Patentblatt 86/47

(84) Benannte Vertragsstaaten:
DE FR GB IT SE

(71) Anmelder: BAYER AG
Konzernverwaltung RP Patentabteilung
D-5090 Leverkusen 1 Bayerwerk(DE)

(71) Anmelder: METZELER KAUSCHUK GMBH
Gneisenastrasse 15
D-8000 München 50(DE)

(72) Erfinder: Goossens, John
Hebbelstrasse 5
D-5090 Leverkusen 1(DE)

(72) Erfinder: Oppermann, Günter, Dr.
Fichtestrasse 50
D-5090 Leverkusen 1(DE)

(72) Erfinder: Podszun, Wolfgang, Dr.
Wolfskaul 4
D-5000 Köln 80(DE)

(72) Erfinder: Härtel, Volker, Dr.
Fichtenstrasse 50
D-8034 Germering(DE)

(54) **Elektroviskose Flüssigkeiten.**

(57) Die elektroviskose Flüssigkeit (EVF) besteht prinzipiell aus einer Dispersion mit mehr als 25 Gew.-% Silikagel, einem Wassergehalt von 1 bis 15 Gew.-% und einer nichtleitenden öligen Phase als Dispersionsmedium. Die EVF enthält ferner 1 bis 30 Gew.-% von einem oder mehreren in dem Dispersionsmedium löslichen Polymeren, bezogen auf die wasserhaltigen Silikagelteilchen. Diese Polymere haben ein Molekulargewicht im Bereich von $5 \cdot 10^3$ bis 10^6 und enthalten 0,1 bis 10 Gew.-% stickstoffhaltige und/oder alkohol-haltige Verbindungen, sowie 25 bis 83 Gew.-% C₄- bis C₂₄- Alkylgruppen.

86106109.1

5

BAYER AKTIENGESELLSCHAFT 5090 Leverkusen, Bayerwerk
Konzernverwaltung RP
Patentabteilung Ki/by-c

10

Elektroviskose Flüssigkeiten

15

Die Erfindung geht aus von elektroviskosen Suspensionen, welche mehr als 25 Gew.-% Silikagel mit einem Wassergehalt von 1 bis 15 Gew.-% als disperse Phase und flüssige Kohlenwasserstoffe als flüssige Phase sowie ein Disper-
20 gierungsmittel enthalten.

Elektroviskose Flüssigkeiten (EVF) sind Dispersionen feinverteilter hydrophiler Feststoffe in hydrophoben elektrisch nicht leitenden Ölen, deren Viskosität sich unter
25 dem Einfluß eines hinreichend starken elektrischen Feldes sehr schnell und reversibel vom flüssigen bis zum plastischen oder festen Zustand erhöhen läßt. Zur Änderung der Viskosität kann man sowohl elektrische Gleichfelder als auch Wechselfelder benutzen. Die dabei durch die EVF
30 fließenden Ströme sind extrem niedrig. Daher lassen sich EVF überall dort einsetzen, wo die Übertragung großer Kräfte mit Hilfe geringer elektrischer Leistungen gesteuert werden soll, z.B. in Kupplungen, Hydraulikventilen, Stoßdämpfern, Vibratoren oder Vorrichtungen zum
35 Positionieren und Festhalten von Werkstücken.

5 Allgemeine, von der Praxis her gestellte Anforderungen
bestehen darin, daß die EVF in einem Temperaturbereich von
ca. -50°C bis 150°C flüssig und chemisch beständig ist und
zumindest in einem Temperaturbereich von -30°C bis 110°C
einen ausreichenden elektroviskosen Effekt zeigt. Wichtig
10 ist weiter, daß die EVF in einem langen Zeitraum stabil
bleibt, d.h. keine Phasentrennung stattfindet und sich
insbesondere kein schwer redispersierbares Sediment
bildet.

15 EVF auf der Grundlage von Silikagel-Dispersionen in nicht
leitenden Ölen sind ausführlich in dem britischen Patent
No. 1 076 754 beschrieben. Bei diesen Dispersionen sind
wasserhaltige Silikagel-Teilchen in einem nicht leitenden
Öl dispergiert. Der Wassergehalt der Silikagel-Teilchen
20 und die Art, wie dieses Wasser gebunden ist, soll kritisch
sein in bezug auf die Elektroaktivität der EVF. Zur Dis-
pergierung der Teilchen werden nicht ionische Tenside
und/oder Tenside benutzt, welche ein basisches N-Atom ent-
halten. Diese EVF neigen aber zu einem starken Absetzen
25 und zur Bildung eines schwer redispersierbaren Sediments.
Die Beispiele des vorgenannten Patenten beziehen sich
daher auch auf stark thixotrope Flüssigkeiten und Pasten.
Beides beschränkt aber die Anwendungsmöglichkeiten der
EVF. Dies gilt insbesondere für die Verwendung einer
30 thixotropen EVF als Kupplungsflüssigkeit oder die Ver-
wendung einer Paste als Hydraulikflüssigkeit.

Hier setzt die Erfindung an.

35 Aufgabe der vorliegenden Erfindung ist es, EVF bereitzu-
stellen, welche bei Raumtemperatur flüssige, nicht oder
wenig thixotrope Dispersionen sind, möglichst bei längerem
Stehen keine Phasentrennung

5 zeigen oder bei einer Phasentrennung wenigstens leicht
redispersgierbar sind. Weiter sollte sie über einen
größeren Temperaturbereich starke elektroviskose Effekte
aufweisen und schnell und reversibel auf Änderungen des
elektrischen Feldes reagieren.

10

Diese Aufgabe wird, ausgehend von einer elektroviskosen
Suspension auf der Basis von Silikagel und nicht leitender
flüssiger Kohlenwasserstoffe, erfindungsgemäß dadurch ge-
löst, daß Dispersgiermittel zugesetzt werden, welche in der
15 flüssigen Kohlenwasserstoffphase lösliche Polymere sind,
diese Polymere 0,1 bis 10 Gew.-% N und/oder OH sowie 25
bis 83 Gew.-% C₄- bis C₂₄-Alkylgruppen enthalten und ein
Molekulargewicht im Bereich von $5 \cdot 10^3$ bis 10^6 haben. Dabei
sind die polymeren Dispersgiermittel mit einer Konzen-
20 tration von 1 bis 30 Gew.-%, vorzugsweise bis 20 Gew.-%,
bezogen auf die Silikateilchen, zugesetzt. Überraschender-
weise wurde hierbei weiter gefunden, daß mit Hilfe der
vorgenannten polymeren Dispersgiermittel deutlich stärkere
elektroviskose Effekte erzielt werden können als mit den
25 bekannten Dispersgiermitteln.

Als N-haltige Polymere sind in erster Linie Polymere ge-
eignet, die Amin-, Amid-, Imid-, Nitril-Gruppen oder
stickstoffhaltige 5- oder 6-gliedrige heterocyclische
30 Ringe enthalten.

Besonders geeignet sind Polymere, die zumindest anteil-
mäßig aus Monomeren mit folgenden Gruppen aufgebaut sind:

35

5 Amingruppen:

Aminoalkylmethacrylate und Acrylate, wie Dimethylamino-ethylmethacrylat, 3-Dimethylamino-2,2-dimethyl-propyl-methacrylat, NN-Dihydroxyethylaminoethylmethacrylat, Diethylaminoethylacrylat, N-Vinyl- und N-Allylamine, wie
10 beispielsweise N-Vinylanilin.

Amidgruppen:

Acrylamid, Methacrylamid, einschließlich ihrer N-Alkyl-derivate, wie z.B. NN-Dimethylacrylamid und Acrylanilid.
15 Vinylderivate von Carbonsäureamiden, wie N-Vinylacetamid.

Imidgruppen:

Maleinimid und die N-substituierten Derivate.

20 Nitrilgruppen:

Acrylnitril und Methacrylnitril.

5-gliedrige Ringe:

Vorzugsweise Derivate mit einem Pyrol-, Imidazol-,
25 Pyrazol- oder Oxazolring, wie N-Vinylpyrrolidon, kern-alkylierte N-Vinylpyrrolidone, N-Vinyl-2-methylimidazol, 3,5-Dimethyl-1-vinylpyrazol, 1-(4-Vinylphenyl)-pyrazolidon-3, 4,5-Dimethyl-2-vinyloxazol, 2-Isopropenyl-4,5-dimethyloxazol, 5-Decyl-3-vinyl-oxazolidinon, 4-Ethyl-2-iso-
30 propenyl-4-methyl-oxazolinon-5.

6-gliedrige Ringe:

Vorzugsweise Pyridinverbindungen, wie z.B. 2-Vinylpyridin, 4-Vinylpyridin, 2-Isopropenylpyridin, 5-Ethyl-2-vinyl-
35 pyridin, 2-Dimethylamino-4-vinylpyridin.

- 5 Geeignete OH-haltige Polymere enthalten vorzugsweise aliphatische, primäre, sekundäre oder tertiäre Alkoholgruppen. Beispielsweise können Copolymerisate mit Vinylalkoholeinheiten verwendet werden, die durch Hydrolyse der entsprechenden Vinylacetatcopolymerisate zugänglich sind.
- 10 Weiterhin sind Polymere, die die folgenden Monomerbausteine beinhalten, gut geeignet:

- Hydroxyalkylmethacrylate, Hydroxyalkylacrylate, wie 2-Hydroxyethylmethacrylat, 2-Hydroxypropylmethacrylat und
- 15 3-Hydroxy-2,2-bis(hydroxymethyl)propylacrylat, Acrylamid-derivate, wie N-Hydroxymethylacrylamid, Styrol-derivate, wie α,α -Dimethyl-4-vinylbenzylalkohol.

- Neben den genannten N- und OH-Bausteinen enthält das Polymer
- 20 mere 25 bis 83 Gew.-%, vorzugsweise 45 bis 78 Gew.-%, C_4 -bis C_{24} -Alkylreste. Unter Alkylreste sind sowohl lineare als auch verzweigte Alkylreste zu verstehen. Besonders bevorzugt werden Alkylreste mit 8 bis 18 C-Atomen. Diese Alkylreste können Bestandteil der oben beschriebenen
- 25 funktionellen Monomeren sein, wie z.B. bei Anwendung von 2-Vinyl-5-stearylpyridin. Im allgemeinen werden die Alkylgruppen jedoch durch Copolymerisation in das Polymere eingeführt. Geeignete Comonomere sind beispielsweise Stearyl-methacrylat, Dodecylmethacrylat, Decylmethacrylat,
- 30 2-Ethylhexylmethacrylat sowie die entsprechenden Acrylatverbindungen.

- Die günstigen Eigenschaften des Polymeren bleiben erhalten, wenn in untergeordnetem Maße, beispielsweise bis zu
- 35 maximal 35 Gew.-%, weitere bekannte Vinyl- und Vinylidenverbindungen, wie z.B. C_1 -bis C_3 -Alkylacrylat, C_1 -bis

- 5 C₃-Alkylmethacrylat, Vinylacetat, Vinylpropionat, Styrol, α -Methylstyrol, Butadien, Vinylchlorid oder Vinylidenchlorid mit copolymerisiert werden.

Mit der Erfindung werden folgende Vorteile erzielt:

- 10 Die erfindungsgemäßen EVF zeigen eine hohe Absetzstabilität und geringe Thixotropie und sind in jedem Falle wieder ganz leicht zu verflüssigen. Überraschenderweise zeigen die erfindungsgemäßen EVF auch deutlich stärkere elektroviskose Effekte wie die bekannten EVF. Weiter reagieren
15 sie vollkommen reversibel auf das angelegte elektrische Feld, unabhängig von der Frequenz, und sind über einen großen Temperaturbereich wirksam. Als weiterer Vorteil ist hervorzuheben, daß die Herstellung der EVF relativ einfach und daher preisgünstig ist und handelsübliche Silikagele
20 als Ausgangsstoffe verwendet werden können.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von Beispielen, die in Diagrammen und mittels einer Tabelle verdeutlicht werden, näher erläutert.

25

- Die Figur zeigt die Abhängigkeit der bei der EVF gemessenen Schubspannung als Funktion der elektrischen Feldstärke bei konstanter Schergeschwindigkeit, die Tabellen I und II die charakteristischen Daten der erfindungsgemäßen EVF
30 im Vergleich zum Stand der Technik. Es werden die verfahrenstechnischen Maßnahmen zur Herstellung der EVF, der chemische Herstellungsweg für die Dispergiermittel, die zur Kontrolle der gewünschten physikalischen Eigenschaften erforderliche Meßtechnik sowie typische Ausführungsbeispiele
35 für die erfindungsgemäßen EVF angegeben.

5 Zur Herstellung von EVF können handelsübliche Silikagele
verwendet werden. Bei Bedarf kann der Feuchtegehalt des
Silikagels erhöht oder erniedrigt werden. Bei der Her-
stellung der Dispersionen wird das Dispersionsmedium und
ein Teil oder die gesamte Menge Dispergiermittel vorgelegt
10 und unter ständigem Umrühren das Silikagel in das Disper-
sionsmedium eingerührt. Am Anfang kann das Silikagel
schnell eindosiert werden, während gegen Ende mit zu-
nehmender Viskosität das Silikagel langsam zugegeben wird.
Wird am Anfang nur ein Teil des Dispergiermittels vorge-
15 legt, so wird während der Zugabe des Silikagels die rest-
liche Dispergiermittelmenge gleichzeitig mitzugegeben. Für
die Endeigenschaften der EVF ist die Herstellungsprozedur
aber nicht kritisch. Auch die Art der Vermischung ist
nicht kritisch für die Endeigenschaften der EVF. Es können
20 z.B. einfache Rührvorrichtungen, Kugelmühlen oder Ultra-
schall zur Dispergierung verwendet werden. Bei einer
intensiven Vermischung können die Dispersionen aber im
allgemeinen schneller hergestellt werden und dabei auch
etwas feinteiliger werden.

25

Die Menge des benötigten Dispergiermittels hängt stark von
der spezifischen Oberfläche des verwendeten Silikagels ab.
Als Richtwert werden ca. 1 bis 4 mg/m² benötigt. Die
absolut benötigte Menge hängt aber weiter noch von der Art
30 des verwendeten Silikagels sowie des Dispergiermittels
ab.

Handelsübliche Silikagele sind z.B. Ultrasil, Durosil,
Extrusil der Fa. Degussa oder Vulkasil-, Silikasil- und
35 Baysikal-Typen der Fa. Bayer. Die verwendeten Silikagele

5 brauchen kein reines SiO_2 zu sein und können ohne weiteres
bis zu 20 Gew.-% Al_2O_3 , Na_2O und CaO enthalten. Weiter
können oft noch einige Gewichtsprozent SO_3 , Cl und Fe_2O_3
vorhanden sein. Der Glühverlust, das ist der Gewichts-
verlust bei 1000°C , bewegt sich im allgemeinen zwischen
10 10 und 15 Gew.-%. Hiervon sind im Schnitt ca. 6 Gew.-%
Feuchte, was gleichbedeutend ist mit dem Gewichtsverlust,
der durch Trocknen bei 105°C bestimmt wird. Die spezi-
fische Oberfläche, gemessen nach der BET-Methode, beträgt
im allgemeinen zwischen 20 und $200 \text{ m}^2/\text{g}$. Sie ist jedoch
15 nicht kritisch und kann durchaus etwas kleiner oder größer
sein. Eine zu hohe spezifische Oberfläche kann aber zu
einem zu großen Dispergiermittelbedarf führen, welches
insbesondere bei den Dispergiermitteln mit höheren
Molekulargewichten leicht zu einer unzulässig hohen
20 Grundviskosität der Dispersion führen kann.

Als Dispersionsmedium geeignete flüssige Kohlenwasser-
stoffe können Paraffine, Olefine und aromatische Kohlen-
wasserstoffe verwendet werden. Da die EVF eine möglichst
25 niedrige Grundviskosität aufweisen und außerdem bei
höheren Temperaturen verwendet werden sollen, sind Kohlen-
wasserstoffe mit einem Siedebereich zwischen 150 und 220°C
zu bevorzugen. Besonders zu bevorzugen sind weiterhin
Substanzen, welche außerdem noch einen hohen Flammpunkt
30 besitzen, wie z.B. Isododecan.

Die Herstellung der als Dispergiermittel verwendeten Poly-
mere ist dem Fachmann im Prinzip bekannt.

35

- 5 Zur Herstellung der Polymerisate können bekannte ionische und vorzugsweise radikalische Polymerisationsmethoden angewendet werden, wobei die Reaktion als Masse-, Lösungs-, Fällungs-, Suspensions- oder Emulsionspolymerisation geführt werden kann. Besonders vorteilhaft ist eine radikalische Lösungspolymerisation in unpolaren Lösungsmitteln, 10 beispielsweise in Toluol oder Isododecan. Die Einleitung der Polymerisation erfolgt dabei mit üblichen Radikalbildnern, wie Peroxiden und Azoverbindungen.
- 15 Die so hergestellten EVF wurden in einem modifizierten Rotationsviskosimeter untersucht, wie es bereits von W.M. Winslow in J. Appl. Phys. 20 (1949) Seite 1137 bis 1140, beschrieben wurde.
- 20 Die Elektrodenfläche des inneren rotierenden Zylinders mit einem Durchmesser von 50 mm beträgt ca. 78 cm², die Spaltweite zwischen den Elektroden 0,58 mm. Bei den dynamischen Messungen kann die Scherbelastung bis maximal 2330 s⁻¹ eingestellt werden. Der Meßbereich des Viskosimeters für 25 die Schubspannung beträgt maximal 750 Pa. Es sind statische und dynamische Messungen möglich. Die Anregung der EVF kann sowohl mit Gleichspannung als auch mit Wechselspannung erfolgen.
- 30 Bei Anregung mit Gleichspannung können bei einigen Flüssigkeiten neben der spontanen Erhöhung der Viskosität oder der Fließgrenze beim Einschalten des Feldes auch noch langsame Abscheidungs Vorgänge der festen Teilchen auf den Elektrodenoberflächen stattfinden, die das Meßergebnis 35 verfälschen, insbesondere bei kleinen Schergeschwindigkeiten, bzw. bei statischen Messungen. Daher wird die

5 Prüfung der EVF bevorzugt mit Wechselspannung und bei dynamischer Scherbeanspruchung durchgeführt. Man erhält so gut reproduzierbare Fließkurven.

Zur Bestimmung der Elektroreaktivität stellt man eine
10 konstante Schergeschwindigkeit $0 < D < 2330 \text{ s}^{-1}$ ein und mißt die Abhängigkeit der Schubspannung τ von der elektrischen Feldstärke E . Mit der Prüfapparatur können Wechselfelder bis zu einer maximalen effektiven Feldstärke von 2370 kV/m bei einem maximalen effektiven Strom von
15 4 mA und einer Frequenz zwischen 50 bis 550 Hz erzeugt werden. Vorzugsweise wird aber bei 50 Hz gemessen, weil dann der Gesamtstrom am niedrigsten und dadurch die benötigte elektrische Leistung am geringsten ist. Man erhält dabei Fließkurven entsprechend der Figur. Man
20 erkennt, daß die Schubspannung τ bei kleinen Feldstärken zunächst parabelförmig und bei größeren Feldstärken linear ansteigt. Die Steigung S des linearen Teils der Kurve kann aus der Figur entnommen werden und wird in Pa.m/kV angegeben. Aus dem Schnittpunkt der Geraden S mit der
25 Geraden $\tau = \tau_0$ (Schubspannung ohne elektrisches Feld) wird der Schwellwert E_0 der elektrischen Feldstärke bestimmt und in kV/m angegeben. Für die Erhöhung der Schubspannung $\tau(E) - \tau_0$ im elektrischen Feld $E > E_0$ gilt:

30
$$\tau(E) - \tau_0 = S(E - E_0).$$

Die Messungen kann man mit verschiedenen Schergeschwindigkeiten D wiederholen. Die dabei bestimmten Werte für E_0 und S streuen im allgemeinen in einem Bereich von ca. +5 %
35 bis ± 20 % um den Mittelwert.

5 Die Thixotropie und die Redispergierbarkeit der Proben
wurde nach 2 und nach 6 Wochen geprüft durch Beurteilung
des Fließverhaltens der Proben und der Aufschüttelzeit,
die notwendig ist, um die Proben wieder dünnflüssig werden
zu lassen. Das Aufschütteln geschah entweder von Hand oder
10 bei schwerer Redispergierbarkeit mit einer Schüttel-
maschine.

Bei den nachfolgend beschriebenen Ausführungsbeispielen
entsprechen die Rezepturen Nr. 1 und 2 dem Stand der
15 Technik. Bei den Beispielen Nr. 3 bis 10 handelt es sich
um die erfindungsgemäßen EVF. Bei den Vergleichsbeispielen
wurden Rezepturen nach Beispiel III des britischen
Patentes 1 076 754 zugrundegelegt, welche sowohl im Hin-
blick auf starke elektroviskose Eigenschaften in einem
20 Gleichfeld als auch in einem Wechselfeld die besten Eigen-
schaften zeigen. In der Tabelle I sind die elektroviskosen
Eigenschaften und in der Tabelle II das Stabilitätsver-
halten der Proben aufgeführt.

25

30

35

5 Ausführungsbeispiele

Silikaagel: ca. 80 Gew.-% SiO_2
ca. 6 Gew.-% CaO
ca. 3 Gew.-% Na_2O
10 < 0,4 Gew.-% Al_2O_3
Glühverlust nach DIN 55921/2: ca. 7 Gew.-%
Trocknungsverlust nach DIN 55921/2: ca. 6 Gew.-%
BET-Oberfläche: ca. 35 m^2/g

15 Dispersionsmedium: Isododecan

Viskosität bei 25°C: 1,3 (mPa.s)
Dichte bei 20°C: 0,75 (g/ml)
Dielektrizitätskonstante bei 20°C: 2,1

20

Dispergiermittel

Die nachfolgenden polymeren Dispergiermittel wurden nach der folgenden allgemeinen Arbeitsweise hergestellt:

25

In einem 2 Liter-Planschliffbecher mit Blattrührer, Gaseinlaß- und Gasauslaßrohr werden unter Sauerstoffausschluß Monomere und Starter in Isododecan gelöst. Unter Rühren mit 400 UpM und Stickstoffbegasung wird die Polymerisation bei der angegebenen Temperatur durchgeführt.

30

Die Polymeren können durch Ausfällen mit Methanol isoliert werden. Im allgemeinen werden jedoch die erhaltenen Polymerlösungen direkt zur Herstellung von EV-Flüssigkeiten eingesetzt.

35

5 Dispergiermittel: CNH 1010 und CNH 1020

Decylmethacrylat, NN-Dimethylaminoethylmethacrylat und 1 g Azoisobuttersäuredinitril werden in 500 g Isododecan gelöst und 18 h auf 60°C erhitzt.

10

	<u>CNH 1010</u>	<u>CNH 1020</u>
Decylmethacrylat	450 g	400 g
NN-Dimethylaminoethyl-		
methacrylat	50 g	100 g
15 Feststoffgehalt	45 %	39,5 %
N-Gehalt im Polymer	0,9 %	1,8 %
[η] in CHCl ₃ bei 25°C	0,64 [dl/g]	0,6 [dl/g]

20 Dispergiermittel: CBA 1010

Es werden 90 g Decylmethacrylat, 10 g tert.-Butylacrylamid und 2 g Dibenzoylperoxid in 400 g Isododecan 1 h bei 70°C und anschließend 1 h bei 90°C umgesetzt.

25

Dispergiermittel: CVP 1010

180 g Decylmethacrylat und 20 g Vinylpyrrolidion gelöst in 800 g Isododecan werden mit 2 g Dibenzoylperoxid ver-

30 setzt und 2 h auf 70°C gehalten. Anschließend werden weitere 2 g Dibenzoylperoxid zugesetzt und 2 h auf 90°C erhitzt.

Feststoffgehalt der Lösung 18,9 %

35 N-Gehalt des Feststoffs 1,1 %

5 Dispergiermittel: COH 1002

245 g Dodecylmethacrylat, 2 g β -Hydroxyethylmethacrylat und 0,5 g Azoisobuttersäuredinitril werden in 250 g Isododecan gelöst und 7 h auf 60°C erhitzt.

10

Feststoffgehalt der Lösung 43 %
[η] bei 25°C in Chloroform 1,5 [dl/g]

Dispergiermittel: CCN 1005 und CCN 1010

15

Decylmethacrylat, Acrylnitril und 1 g Azoisobuttersäuredinitril werden in 500 g Isododecan gelöst und 18 h bei 60°C gehalten.

20

	<u>CCN 1005</u>	<u>CCN 1010</u>
Decylmethacrylat	475 g	450 g
Acrylnitril	25 g	50 g
Feststoffgehalt	35 %	37 %
[η] in CHCl ₃ bei 25°C	0,3	0,26

25

Dispergiermittel: CCN 805

Wie CCN 1005, aber statt Decylmethacrylat wurde Ethylhexylmethacrylat verwendet.

30

Dispergiermittel: CPY 1005

35

5 475 g Dodecylmethacrylat und 25 g frisch destilliertes Vinylpyridin werden in 500 g Isododecan gelöst und mit 1 g Azoisobuttersäuredinitril versetzt. Die Lösung wird unter Rühren 18 h bei 60°C gehalten.

10 Feststoffgehalt der Lösung 43 %.

Bei allen Beispielen wurden 50 Gew.-Teile Silikagel und 50 Gew.-Teile Isododecan verwendet. Nachfolgend wird nur noch die Art und die Menge des Dispergiermittels erwähnt.

15 Die Menge bezieht sich dabei auf den Feststoffgehalt der Dispergiermittellösungen.

20

25

30

35

5 Beispiel 1

1,5 Gew.-Teile 2-Heptadecenyl-4-ethyl-2-oxazolin-4-methanol (Alkaterge E)

1,5 Gew.-Teile Glycerolmono- und -dioleat (Atmos 300)

10

Beispiel 2

2,5 Gew.-Teile 2-Heptadecenyl-4-ethyl-2-oxazolin-4-methanol (Alkaterge E)

15 2,5 Gew.-Teile Glycerolmono- und -dioleat (Atmos 300)

Beispiel 3

3,75 Gew.-Teile Dispergiermittel CNH 1010

20

Beispiel 4

5 Gew.-Teile Dispergiermittel CNH 1020

25 Beispiel 5

5 Gew.-Teile Dispergiermittel CBA 1010

Beispiel 6

30

7,5 Gew.-Teile Dispergiermittel COH 1002

Beispiel 7

35 2,5 Gew.-Teile Dispergiermittel CCN 1005

2,5 Gew.-Teile Dispergiermittel CCN 1010

Le A 23 523

5 Beispiel 8

5 Gew.-Teile Dispergiermittel CCN 805

Beispiel 9

10

5 Gew.-Teile Dispergiermittel CPY 1005

Beispiel 10

15 2,5 Gew.-Teile Dispergiermittel CNH 1010

2,5 Gew.-Teile Dispergiermittel CVP 1010

20

25

30

35

Le A 23 523

5 Tabelle I

	Beispiel Nr.	Temp. (°C)	Frequenz (Hz)	E_0 [kV.m ⁻¹]	S [Pa.m.kV ⁻¹].10 ⁻³	
10	1	25-90	50	irreversible Abscheidungen*		
		25	200	730	344	
		60	200	610	236	
		90	200	579	444	
15	2	25	50	irreversible Abscheidungen*		
		25	200	801	322	
		3	25	50	815	427
		4	25	50	1025	578
		60	50	670	860	
20	5	25	50	735	491	
		6	25	50	611	737
		7	25	50	748	721
		8	25	50	710	761
		9	25	50	684	782
25	10	-10	50	1025	676	
		25	50	863	784	
		60	50	582	952	
		90	50	670	820	

*) Es setzt sich eine Schicht auf den Elektroden ab,
30 welche sich nach Abschaltung des elektrischen Feldes nicht
redispersiert.

35

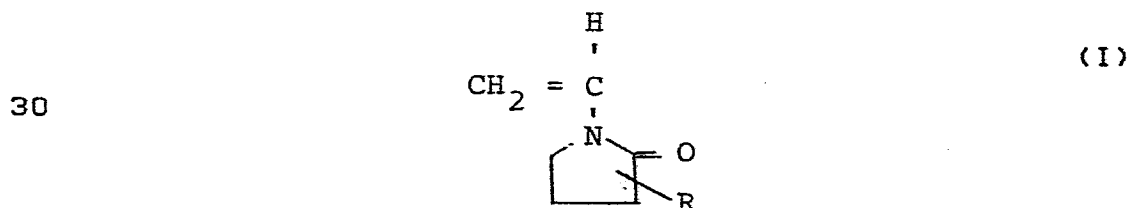
Tabelle II

Nr.	<u>Beurteilung nach 2 Wochen</u>				<u>Beurteilung nach 14 Wochen</u>			
	<u>Redispergierbarkeit</u>		<u>Fließ-</u>		<u>Redispergierbarkeit</u>		<u>Fließ-</u>	
	verhalten	von Hand	Schüttel-	(min)	verhalten	von Hand	Schüttel-	(min)
	der Probe	(sec.)	maschine		der Probe	(sec.)	masch.	
1	fest		30	fest	fest		30	
2	fest		20	fest	fest		>30	
3	fest	<10		fest	fest	<10		
4	fest	<10		fest	fest	<30		
5	dickflüssig	<10		dickflüssig	dickflüssig	<10		
6	fest	<10		fest	fest		<5	
7	dickflüssig	<20		fest	fest	<60		
8	dickflüssig	<15		fest	fest	<60		
9	dickflüssig	<20		fest	fest		<5	
10	dickflüssig	<10		fest	fest	<10		

5

Patentansprüche

1. EVF, welche mehr als 25 Gew.-% Silikagel mit einem Wassergehalt von 1 bis 15 Gew.-% enthalten und das Dispersionsmedium eine nicht leitende ölige Phase ist, dadurch gekennzeichnet, daß sie 1 bis 30 Gew.-% von einem oder mehreren in dem Dispersionsmedium löslichen Polymeren, bezogen auf die wasserhaltigen Silikagelteilchen, enthalten und diese Polymere ein Molekulargewicht im Bereich $5 \cdot 10^3$ bis 10^6 haben und 0,1 bis 10 Gew.-% N und/oder OH sowie 25 bis 83 Gew.-% C_4 - bis C_{24} -Alkylgruppen enthalten.
2. EVF gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die N-haltige Verbindung in den Polymeren Amin-, Amid-, Imid-, Nitril-Gruppen oder 5- bis 6-gliedrige N-haltige heterocyclische Ringe enthalten.
3. EVF gemäß Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die N-haltige Verbindung eine Pyrrolidonverbindung gemäß Formel I ist,



35

worin

R = H oder C_1 - bis C_{24} -Alkyl ist.

5 4. EVF gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die
OH-haltige Verbindung in den Polymeren ein Alkohol
ist.

10 5. EVF gemäß Ansprüchen 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet,
daß die Alkylgruppen in Form von Comonomeren gemäß
Formel (II) eingebaut sind



15
worin

20 $\text{R}_1 = \text{H}$ oder CH_3 und

$\text{R}_2 =$ eine aliphatische Kohlenstoffverbindung mit 4
bis 24 C-Atomen ist.

