



K I V O N A T

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

Kisméretű alfa alumínium-oxid részecskék és lemezek
ALUMINUM COMPANY OF AMERICA, PITTSBURGH, Pennsylvania,
AMERIKAI EGYESÜLT ÁLLAMOK

A ~~nemzetközi~~ bejelentés napja: 1989. 06. 19.

57675--

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US89/02659

~~A nemzetközi közzététel száma: WO 90/15777~~

A találmány tárgya gazdaságos eljárás szemcsés
alfa-alumínium-oxid előállítására.

A találmány lényege, hogy

- (a) 50-400 g/l nátrium-hidroxidot és a nátrium-hidroxid
1 grammjára számítva 0,5-0,8 g Al_2O_3 -ot tartalmazó
vizes nátrium-aluminát oldatot állítanak elő,
- (b) a vizes nátrium-aluminát oldathoz alumínium-oxid hidrát
oltóanyagot és alfa-alumínium-oxid promotor szemcséket
adnak, ezáltal a vizes nátrium-aluminát oldatból alfa-
-alumínium-oxid promotor tartalmú alumínium-oxid hidrát
csapódik ki, az alumínium-oxid hidrát szemcsék 1 mikron-
nál nagyobb közepes átmérőjű kristályagglomerátumokból
állnak, majd

- (c) a kicsapott aluminium-oxid hidrát szemcséket a vizes nátrium-aluminát oldattól elválasztják és
- (d) megszárítják, majd
- (e) túlnyomórészt alfa-aluminium-oxid tartalmú szemcsékké kalcinálják.

Láslo Zmura

6253/84

53.797/DE

S.B.G. & K.
BUDAPESTI NEMZETKÖZI ÜGYVÉDI
ÉS SZABADALMI IRODA
1061 BUDAPEST, DALSZÍNHÁZ U. 10.
TELEFON: 153-3733

57675--
KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

" A "

US705

CO1F1/00

CO1F7/00

CO1F7/02

CO4B35/10

BO1720/00

Kisméretű alfa alumínium-oxid részecskék és lemezek

ALUMINUM COMPANY OF AMERICA, PITTSBURGH, Pennsylvania,

AMERIKAI EGYESÜLT ÁLLAMOK

Feltalálók: SUCECH Steven W., VILLA, Illinois,

MARHANKA John E., BENTON, Arkansas,

PEARSON Alan, MURRYSVILLE, Pennsylvania,

AMERIKAI EGYESÜLT ÁLLAMOK

A ~~nemzetközi~~ bejelentés napja: 1989. 06. 19.

A nemzetközi bejelentés száma: PCT/US89/02659

A nemzetközi közzététel száma: WO 90/15777

A találmány tárgya kis szemcseméretű alfa-aluminium-oxid szemcsék és lemezkék, valamint eljárás azok előállítására. A "lemezke" kifejezés olyan részecskék megjelölésére szolgál, amelyek lemezformájúak vagy táblaalakúak. A találmány szerinti alfa-aluminium-oxid szemcséket és lemezkéket kerámiaalapanyagként és csiszolóanyagként használják fel.

Az 1,5 mikronnál kisebb átlagos szemcseméretű alfa-aluminium-oxid a technika állásából ismert. Az szintén ismert, hogy 2 mikronnál nagyobb részecskeméretű alfa-aluminium-oxid szemcsék előállíthatók lemez vagy táblaalakú kristálymódosulatban. Azonban 1,5 mikrométer alatti lemezkeformájú és táblaalakú alfa-aluminium-oxid szemcséket és azok előállítási eljárását nem irták le. A lemezkék méretére vonatkozóan használt átlagos szemcseméret kifejezés nagy számú minta alapján meghatározott mennyiségre vonatkozik.

A találmány legfőbb célkitűzése olyan alfa-aluminium-oxid részecskék előállítási eljárásának a kidolgozása, amelyek lemezalakúak és átlagos szemcseméretük 1,5 mikron alatt van.

Ezzel összefüggő másik célkitűzés, hogy a kívánt fajtájú alfa-aluminium-oxidot olyan gazdaságos eljárással állítsuk elő, amely során a böhmít köztitermék képződése elkerülhető.

A találmány további célkitűzései és előnyei a leírás és az igénypontok alapján szakember számára egyértelműek.

A találmány szerinti eljárás során kiindulási alapanyagként a Bayer eljárással előállított vizes nátrium-aluminát lúgos oldatot használjuk fel. A nátrium-aluminát oldat 50-400 g/l nátrium-hidroxidot és a nátrium-hidroxidra számítva grammonként 0,5-0,8 g Al_2O_3 -ot tartalmaz. A nátrium-aluminát oldat nátrium-hidroxid tartalma előnyösen 140-240 g/l. Az oldatnak a nátrium-hidroxid 1 grammjára számított Al_2O_3 tartalma előnyösen 0,6-0,7 g. Az oldat kiindulási hőmérséklete 20-100°C.

Az eljárás során a nátrium-aluminát oldatot timföld-hidrát oltókristályokkal és alfa-aluminium-oxid promotor szemcsékkel adalékolják és ezáltal promotort tartalmazó timföld-hidrát részecskék csapódnak ki. Előnyösen az oldatot az oltóanyag és a promotor hozzáadásakor le is hűtik. A promotor a csapadék Al_2O_3 tartalmának előnyösen 0,01-10 tömeg %-át, még előnyösebben 0,01-5 tömeg %-át, és legelőnyösebben 0,01-1 tömeg %-át teszi ki. A promotor részecskék átlagos szemcsemérete általában kisebb mint 1 mikron.

Az eljárás során oltóanyagként előnyösen aluminium-oxid trihidrát oltókristályokat alkalmazunk, amely lehet gibbsitből, bayeritből vagy azok keverékéből. Még előnyösebben a kristálygócképző anyag túlnyomórészt gibbsitből /hidrargillit/ áll.

A promotort tartalmazó aluminium-oxid hidrát csapadékot a nátrium-aluminát oldattól elválasztjuk, szárítjuk és magas hőmérsékleten, körülbelül 900-1500 °C-on túlnyomórészt alfa-aluminium-oxid tartalmú szemcsékké kalcináljuk.

Az ily módon előállított alfa-aluminium-oxid átlagos szem-



csemérete előnyösen kisebb, mint 1 mikron. Abban az esetben, ha az alfa-aluminium-oxid részecskék agglomerálódnának, azokat 1 mikronnál kisebb átlagos szemcseméretűre őröljük.

Az aluminium-oxid hidrát elnevezés az $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot X \text{ H}_2\text{O}$ általános képletű vegyületet jelenti, ahol X jelentése 1-től 3-ig változik, más szóval az aluminium-oxid hidrát tömegének 15-34,6 tömeg %-a a hidratált víz mennyisége, amelyet kalcinálással határoztak meg. Az aluminium-oxid trihidrát név alatt az $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ illetve az $\text{Al}/\text{OH}/_3$ képletű vegyületeket értjük, amelyeket aluminium-hidroxidnak is neveznek. A gibbsit és bayerit az aluminium-oxid trihidrát különböző kristálmódosulatai.

A szabadalmaztatni kívánt eljárással előállított alfa-aluminium-oxid szemcséket szinterezett kerámiaformák előállítására használják. Az alfa-aluminium-oxid szemcséket a nyers formába préselik, majd a nyers formát 1250-1500 °C-os hőmérsékleten szinterelik. A hőkezelés hőfoka előnyösen 1400 °C. A szinterelt kerámiaformákat magas tömegsűrűség és viszonylag kis szemcseméret jellemzi.

A találmány szerinti eljárás egy különösen előnyös megvalósítási módja során a szárított, promotort tartalmazó aluminium-oxid hidrát szemcséket különböző mineralizáló szerekkel együtt kalcináljuk, melynek eredményeképpen 1,5 mikronnál - előnyösen 1 mikronnál - kisebb átlagos szemcseméretű lemezalakú terméket nyerünk. Mineralizáló szerként elsősorban klórt, fluoridokat, kloridokat és bizonyos bór

vegyületeket használnak.



vegyületeket használhatunk. A fluoridok közül elsősorban az alumínium-fluorid és az ammónium-fluorid alkalmazása előnyös. A kloridok közül a következő három vegyületet emelhetjük ki: alumínium-klorid, ammónium-klorid és hidroklorosav. A bór-vegyületek közül megfelel a bórsav, a bór-oxid, a nátrium-borát valamint a nátrium-fluoroborát. Mindezek közül az alumínium-fluorid a legalkalmasabb, mert kellő hatást fejt ki és a terméket idegen anyagok bevitelével nem szennyezzük.

A kalcinálást általában 900-1500 °C hőmérsékleten, előnyösen 1200-1400 °C-on végezzük. A legmegfelelőbb terméket 1300 °C-os kalcinálási hőmérsékleten nyertük. A mineralizáló adalékanyagokat 0,15-2 tömeg %, előnyösen 0,15-1 tömeg % mennyiségben adjuk az alumínium-oxid hidráthoz az alumínium-oxid hidrát tömegére vonatkoztatva. A találmány szerinti eljárás különösen előnyös megvalósítási módja esetében adalékként 0,25 tömeg % alumínium-fluorid adalékanyagot használunk fel.

Az 1. és a 3-5. ábrák grafikonjai a technika állásához tartozó, az eddig ismert eljárásokkal előállított alfa-alumínium-oxid részecskék szemcseméret eloszlását mutatják be összevetve a találmány szerinti eljárással előállított termék szemcseméret eloszlásával.

A 2. ábrán szerepő grafikon a találmány szerinti eljárásban felhasznált alfa-alumínium-oxid promotor részecskék szemcseméret eloszlását ábrázolja.

A 6. ábrán látható blokk diagram az eljárás egy különösen előnyös változatát mutatja be.



A 7. ábrán látható elektromikroszkópos felvétel a találmány szerinti eljárással előállított alfa-aluminium-oxid szemcsékről készült.

A 8. ábrán szereplő elektromikroszkópos felvételen azokat az alfa-aluminium-oxid szemcséket mutatjuk be, amelyeket mineralizálószer felhasználása nélküli kalcinálással állítottunk elő.

A találmány szerinti eljárás során alfa-aluminium-oxid promotor részecskéket adunk a Bayer eljárásból származó nátrium-aluminát lúgoldathoz timföld-hidrát kristálygócképző anyaggal együtt, ezáltal promotortartalmú aluminium-oxid-hidrát keletkezik. A teljes technológiai művelet sor blokkdiagramja a 6. ábrán látható.

A találmány szerinti eljárás során az un. ACMA / American Ceramic Manufacturer's Association / standard száraz őrlési eljárást alkalmaztuk. A berendezés 5 L-es kerámia aprítótégelyből áll, amely 62-es percenkénti fordulatszámmal forog, 4 kg 1 inch névleges magasságú aluminium-oxid golyókat és 125 g poralakú szemcséket tartalmaz. Különböző őrlési időket alkalmaztunk, így meghatározható volt a szemcseméret eloszlás őrlési időtől való függése, amely alapján következtetni lehet a megfelelő őrlési időre minden esetben.

KIVITELI PÉLDÁK

1. Összehasonlító példa

Ezzel a példával szemléltetjük az alfa-aluminium-oxid promotor szemcsék hozzáadása nélkül kicsapott aluminium-oxid-hidrát



minta viselkedését kalcinálás és őrlés során. A felhasznált nátrium-aluminát-oldat 95 g/l Al_2O_3 -ot és 150 g/l nátrium-hidroxidot tartalmaz. Az elegyhez 1 mikron átlagos szemcseméretű gibbsit kristálygócképzőt adtunk 2 g/l mennyiségben. A felhasznált gibbsit az Aluminium Company of America cég által HYDRAL 710 márkaneven forgalomba hozott termék.

A szuszpenziót először 85 °C-on 4 órán át, majd 65 °C-on 20 órán keresztül és végül 45 °C-on 24 órán át kevertük. Ezek az alkalmazott idő illetve hőmérséklet paraméterek megfelelnek az alacsony lúgkoncentrációjú kereskedelmi forgalomban kapható, technikai minőségű gibbsit előállítási körülményeinek. A csapadékot leszűrtük, majd mostuk és szaritottuk. Ily módon 100 g/l gibbsitet nyertünk. A termék 1-2 mikronos gibbsit kristályok 4 mikron közepes átmérőjű agglomerátumaiból állt, melynek Na_2O tartalma 0,04 tömeg %.

Ezt követően a gibbsitet 1200 °C-os hőmérsékletű kemencében 2 órán át kalcináltuk majd golyós malomban 16 óráig őrlöttük. A így módon nyert termék szemcseméret eloszlását az 1. ábrán mutatjuk be. A diagramon látható, hogy a közepes szemcseméret 0,6 mikron, és a szemcsék 90 %-a 1 mikron alatti.

2. Példa

Ebben az esetben a finom szemcseméretű alfa-aluminium-oxid promotor hatását mutatjuk be, amelyet a gibbsit kicsapásakor adunk a nátrium-aluminát oldathoz.

A csapadék előállításához 1 g/l 0,25 mikron átlagos szem-



cseméretű gibbsitet használtunk fel oltóanyagként. A nátrium-aluminát lúgoldat összetételét tekintve lényegében megegyezett az 1. példában felhasználttal, azonban a kicsapási reakciót már 90 °C-on megkezdjük és a szuszpenziót hagytuk magától lehűlni. A csapadékképzési lépés idő/hőmérséklet lefutását a következő táblázat szemlélteti:

Az oltóanyag hozzáadását követően eltelt idő /óra/	Hőmérséklet /°C /
0	90
4	85
45	60
125	48
144	41

A csapadékképződési reakció végrehajtásakor 0,6 g/l alfa-aluminium-oxid promotort adagoltunk lépésről lépésre az elegyhez. A promotor szemcsék szemcseméret eloszlása a 2. ábrán látható. A csapadékképzés megindításakor 0,3 g/l, 4 óra elteltével 0,15 g/l, majd 24 óra múlva ismét 0,15 g/l alfa-aluminium-oxidot adtunk az elegyhez. A promotor teljes mennyiségének ilyen sorrendben történő beadagolásával megpróbáltuk a promotor részecskéket egyenletesen eloszlatni az aluminium-oxid csapadékrészecskék között. A gibbsit kitermelés és a Na_2O tartalom hasonló az 1. példa szerinti eljárás eredményéhez. A kapott gibbsit 2-5 mikron méretű kristályok 25 mikron nagyságú agglomerátumaiból állt.

A gibbsitet 2 órán keresztül 1200 °C hőmérsékleten kalci-



náltuk, majd az 1. példa szerinti eljárással megegyező módon őröltük, azonban csak 4 órán keresztül. Az őrölt termék szemcseméret eloszlását az első ábrán mutatjuk be. Látható, hogy a 2. példa szerinti eljárással előállított őrölt termék sokkal finomabb, mint az 1. példa szerinti, annak ellenére, hogy rövidebb ideig őröltük. A 2. példa szerinti eljárással előállított termék szemcsemérete megközelítőleg 95 %-ban 1 mikron alatti.

A 2. ábrán mutatjuk be a promotor szemcsék és a 2. példa szerinti alfa-aluminium-oxid termék szemcseméret eloszlásának összehasonlítását. Meglepő módon a 2. példa szerinti eljárással kapott termék szemcséinek nagyobb hányada esik a 0,25 mikron alatti mérettartományba, mint a promotor szemcséké.

3. Példa

Ez a példa bemutatja a promotormennyiség változtatásának hatását a lecsapódó gibbsit tulajdonságaira.

Az eljárás során a csapadék előállításakor az 1. példában megadott összetételű nátrium-aluminát lúgoldatot használtuk fel és ugyanazokkal az idő/hőmérséklet intervallumokkal dolgoztunk. A csapadékképzéshez gibbsit és bayerit oltókristályokat használtunk fel. Az oltókristályok közepes szemcsemérete 0,1 mikron és valamennyi vizsgált esetben 1 g/l -t adtunk az oldathoz. A felhasznált alfa-aluminium-oxid promotor mennyisége az egyes vizsált eljárásváltozatokban 0 és 5 tömeg % között került változtatásra a kicsapott termék



Al_2O_3 tartalmának megfelelően. Az alfa-aluminium-oxid promotor szemcseméret eloszlása megfelel a 2. példában felhasznált promotorénak. A promotor beadagolása fokozatosan történt. A kicsapás kezdeti szakaszában az össz mennyiség 40 %-át, 4 óra elteltével ismét 40 %-át, majd 24 óra múlva a maradék 20 %-otadtuk az oldathoz. A csapadékot szűrtük, mostuk és szárítottuk. A vizsgált eljárások esetében a mosást nem végeztük az 1. és 2. példákhoz hasonló alapossággal, így a csapadékok Na_2O tartalma valamivel magasabb, mint az ott kapott termékeké. A termékek 0,5-1,0 mikron méretű gibbsit kristályok agglomerátumaiból állnak.

Valamennyi vizsgált esetben a terméket 1100-1250 °C hőmérsékleten 2 órán át kalcináltuk. Az egyes kalcinálási körülmények között meghatározott fajlagos felület és alfa-aluminium-oxid tartalom értékeket az 1. táblázatban foglaltuk össze.

A mintákban maradt, azaz a mosással el nem távolított Na_2O tartalom miatt a 90 tömeg % feletti alfa-aluminium-oxid tartalom, teljes átalakulásnak tekinthető. A táblázati adatokból látható, hogy a promotor szemcsék hozzáadása nélkül gyártott termék esetében csak 1250 °C-os kalcinálási hőfokon megy végbe az alfa-aluminium-oxid teljes konverziója. Ez a hőmérséklet magasabb, mint az 1. példa esetében szükséges hőfok, valószínűleg ez a magasabb Na_2O tartalomból adódik, amely köz tudottan lassítja az alfa-aluminium-oxid átalakulást.

Már kevés, 0,01 tömeg % mennyiségű promotor jelenlétében lényegesen csökkent az alfa-aluminium-oxid átalakulási hőmér-

1. Táblázat

Gibbsit kalcinálásával kapott alfa-aluminium-oxid termékek

Kalcinált termékek
/Kalcinálási idő 2 óra a megadott hőmérsékleten/

A felhasznált promotor mennyisége /tömeg %/ x	Na ₂ O /tömeg %/	Fajlagos felület /m ² /g/						Alfa-aluminium-oxid tartalom /tömeg %/			
		1100 C	1150 C	1200 C	1250 C	1100 C	1150 C	1200 C	1250 C	1200 C	1250 C
0	0,14	22	20	12	7	5	36	64	91	91	91
0,01	0,13	14	10	8	7	70	90	94	96	94	96
0,05	0,10	12	10	9	7	90	93	94	95	94	95
0,20	0,21	12	11	10	8	88	91	91	94	91	94
1,00	0,21	11	11	6	7	94	95	97	96	97	96
5,00	0,34	14	13	10	7	83	83	88	83	88	83

x A gibbsit csapadék Al₂O₃ tartalmára számítva



séklete. A táblázati adatokból az is kitűnik, hogy alacsonyabb kalcinálási hőfokok esetében nagyobb fajlagos felületű, azaz finomabb kristályméretű termékeket nyertünk. A 3. és 4. ábrákon mutatjuk be ezek közül a minták közül néhány-
nak a szemcseméret eloszlását. Az egyes görbék az 1. példában ismertetett körülmények között végrehajtott 1-4 órás őrlés eredményeként kapott anyagokra vonatkoznak. A 3. ábra azoknak a szemcséknek a méreteloszlását mutatja be, amelyek előállításakor a csapadékképzés során a gibbsit oltóanyaghoz 0,05 tömeg % alfa-aluminium-oxid promotor szemcséket adtunk. A 4. ábra szerinti szemcseméret eloszlású termék előállításakor a gibbsit oltóanyaghoz 1,0 tömeg % alfa-aluminium-oxid promotor szemcséket adtunk. Mindkét esetben a csapadék kalcinálási hőmérséklete 1125 °C volt. A minták a promotor felhasználásával meglepően könnyen őrölhetőkké váltak és a közepes szemcseméretük 0,2 mikron alatti. Ugyanezek a minták nem vagy csak igen kis mennyiségű 1 mikron átlagos szemcseméretű alfa-aluminium-oxidot tartalmaztak.

Az 5. ábra olyan minta adatait szemlélteti, amelyet 1250 °C-on hőkezeltünk, de promotor felhasználása nélkül készült. Ez az anyag szintén könnyen őrlődött összevetve az 1. példa szerinti termékkel, azonban nem éri el a promotor alkalmazásával nyert anyag finomságát.

4. Példa

Ez a példa olyan aluminium-oxid por előállítását mutatja be promotort tartalmazó gibbsit kalcinálásával, amely magas aluminium-oxid tartalmú kerámiák kiváló alapanyaga.

A 3. példa szerinti eljárással előállított gibbsit mintákat, amelyekben a visszamaradt Na_2O tartalom a termék tulajdonságait jelentősen befolyásolja, további kezelésnek vetettük alá a Na_2O hatásának csökkentése céljából. A mintákat 425°C -on termikusan hőkezeltük, majd forró ecetsav oldattal, melynek pH értéke 5-6 körüli volt, mostuk a Na_2O tartalom csökkentése céljából. Az anyagot ezt követően 2 órán át 1125°C -on kalcináltuk és vízzel mostuk. Szárítást követően a minták Na_2O tartalma 0,01 tömeg %-nál kevesebb volt.

A mintákat ezek után 4 órán keresztül őröltük, majd 1 inch átmérőjű és 0,25 inch vastagságú pelletteket préseltünk 5000 psi nyomáson egy két dugattyús présformában és egy órán keresztül 1400°C -on szintereltük azokat. A szinterelt minták tömeg sűrűsége az elméleti $3,99 \text{ g/cm}^3$ sűrűségnek 5,0 tömeg % promotor tartalom esetében 97,5 %-át, 0,2 tömeg % promotor mennyiségnél 96,5 %-át és 0,01 tömeg % esetében 95,2 %-át tette ki.

A promotor adagolása nélkül előállított aluminium-oxid szinterelésénél 100°C -al magasabb hőmérséklet szükséges ahhoz, hogy hasonló sűrűségű terméket kapjunk. Az Aluminium Company of America A-16 SG márkajelű terméke egyike ezeknek a promotor felhasználása nélkül előállított

aluminium-oxidoknak.

Az alacsony szinterelési hőmérséklet következtében az égetett részecskék közepes szemcsemérete mindössze körülbelül 1 mikron. Az aluminium-oxid kerámiák mechanikai ellenálló képességének és felületi tulajdonságainak javítása szempontjából igen lényeges az aluminium-oxid alapanyag nagy sűrűsége és kis szemcsemérete.

5. Példa

E példán keresztül mutatjuk be a promotor nélküli gibbsit csapadék aluminium-fluorid mineralizálószerrel együtt történő kalcinálásának hatását a termékre.

Az eljárás során az Aluminium Company of America által forgalmazott HYDRAL 710 márkanévű, körülbelül 1 mikron átlagos szemcseméretű gibbsitből indultunk ki. A gibbsitet 1300 °C-on 0,25 tömeg % mennyiségű aluminium-fluoriddal együtt elektromos kemencében kalcináltuk.

Az eljárás eredményeképpen kapott alfa-aluminium-oxid termék átlagos kristálmérete megközelítően 3 mikron.

6. Példa

Mindenben az 5. példában leírtak szerint jártunk el, azonban ebben az esetben a kereskedelmi forgalomban kapható, Aluminium Company of America által gyártott olyan HYDRAL 710 márkanévű gibbsit termékből indultunk ki, amelynek átlagos szemcsemérete körülbelül 0,5 mikron.

Az eljárás eredményeképpen nyert alfa-aluminium-oxid termék átlagos kristálmérete megközelítően 4,5 mikron.

7. Példa

Az eljárás során alfa-aluminium-oxid promotor szemcsék felhasználásával nátrium-aluminát lúgoldatból kicsapással kb. 0,8 mikron részecskeméretű gibbsitet állítottunk elő. A promotor részecskék közepes szemcsemérete 0,3 mikron volt és a csapadék aluminium-oxid tartalmának 1,5 tömeg %-át tette ki.

A promotortartalmú gibbsit csapadékot elektromos kemencében 0,25 tömeg % aluminium-fluorid hozzáadását követően 1300 °C-on kalcináltuk.

Az eljárás eredményeképpen kapott lemezke alakú részecskék átlagos szemcsemérete 1 mikron alatti.

8. Példa

A 7. példa szerinti promotortartalmú gibbsitet megszáritottuk és azt követően 0,25 tömeg % aluminium-fluoridot adva hozzá gázfűtésű rotációs kemencében 1200-1250 °C-on kalcináltuk. Az így nyert lemezkék átlagos szemcsemérete kisebb, mint 1 mikron. Ahogyan azt a 7. ábrán szereplő 10.200-szeres nagyítású elektromikroszkópos felvétel mutatja, az alfa-aluminium-oxid lemezkék, melyek közepes részecske átmérője 1 mikron alatt van, határozottan lemezszerűek alakjukat tekintve. A lemezkék átlagos látszólagos átmérője 4. Az itt használt " látszólagos átmérő " fogalom alatt azt a hányadost értjük, amelyet a részecske legnagyobb méretének /hosszának/ a legkisebb méretével /vastagságával/ történő osztásával kapunk.

A találmány szerinti eljárással előállított alfa-alumínium lemezek látszólagos átmérője általában megközelítően 2-5, előnyösen 3-5.

9. Példa

Mindenben a 8. példa szerint jártunk el, azzal a különbséggel, hogy a kalcinálást mineralizálószer hozzáadás nélkül hajtottuk végre. Az eljárás eredményeként kapott terméket a 8. ábrán szereplő, 15.300-szoros nagyítással készült elektromikroszkópos felvételen mutatjuk be. A nagyon finom kristályszemcsékből álló termék részecskék a 7. ábrán látható terméktől eltérően nem lemez alakúak.

A találmány tárgyát képező eljárás megfogalmazásakor elsősorban az előnyös megvalósítási módokra tértünk ki a megfogalmazásra kerülő igénypontok oltalmi köre korlátozásának szándéka nélkül, amelyek tartalmazzák valamennyi, a találmány tárgyához tartozó megvalósítási módot.

Szabadalmi igénypontok

1. Gazdaságos eljárás szemcsés alfa-aluminium-oxid előállítására a z z a l j e l l e m e z v e, hogy

/a/ 50-400 g/l nátrium-hidroxidot és a nátrium-hidroxid 1 grammjára számítva 0,5-0,8 g Al_2O_3 -ot tartalmazó vizes nátrium-aluminát oldatot állítunk elő,

/b/ a vizes nátrium-aluminát oldathoz aluminium-oxid hidrát oltóanyagot és alfa-aluminium-oxid promotor szemcséket adunk, ezáltal a vizes nátrium-aluminát oldatból alfa-aluminium-oxid promotor tartalmú aluminium-oxid hidrát csapódik ki, az aluminium-oxid hidrát szemcsék 1 mikronnál nagyobb közepes átmérőjű kristályagglomerátumokból állnak, majd

/c/ a kicsapott aluminium-oxid hidrát szemcséket a vizes nátrium-aluminát oldattól elválasztjuk és

/d/ megszárítjuk, majd

/e/ túlnyomórészt alfa-aluminium-oxid tartalmú szemcsékké kalcináljuk.

2. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az aluminium-oxid hidrát kalcinálását klór vagy fluoridok, kloridok vagy bórtartalmú mineralizálószer jelenlétében hajtjuk végre.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy mineralizálószerként aluminium-fluoridot, ammónium-fluoridot, aluminium-kloridot, ammónium-kloridot, klórt

hidroklórsavat, bóroxidot, bórsavat vagy azok keverékét használjuk fel.

4. A 2. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy mineralizálószerként aluminium-fluoridot alkalmazunk.
5. A 2. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a mineralizálószer az aluminium-oxid hidrát mennyiségére vonatkoztatva 0,15-2 tömeg %-ban alkalmazzuk.
6. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a túlnyomórészt alfa-aluminium-oxid szemcséket /f/ eljárási lépésben 1,5 mikronnál kisebb szemcseméretűre őröljük.
7. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az a beadagolt alfa-aluminium-oxid promotor mennyisége az aluminium-oxid hidrát Al_2O_3 tartalmának 0,01-10 tömeg %-át teszi ki.
8. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az aluminium-oxid hidrát oltóanyag aluminium-oxid trihidrát szemcsékből áll.
9. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az /a/ eljárási lépésben előállított vi-
zes nátrium-aluminát oldat hőmérséklete 20-100 °C közötti és a /b/ eljárási lépésben kicsapott timföld-hidrát aluminium-oxid trihidrátból áll.

10. A 9. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a /b/ eljárási lépésben a vizes nátrium-aluminát oldatot lehűtjük.
11. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a felhasznált alfa-aluminium-oxid promotor 1 mikronnál kisebb szemcseméretű.
12. Eljárás lemezalakú szemcsés alfa-aluminium-oxid előállítására a z z a l j e l l e m e z v e, hogy
 - /a/ 50-400 g/l nátrium-hidroxidot és a nátrium-hidroxid 1 grammjára számítva 0,5-0,8 g Al_2O_3 -ot tartalmazó vizes nátrium-aluminát oldatot állítunk elő,
 - /b/ a vizes nátrium-aluminát oldathoz 40-100 °C hőmérsékleten aluminium-oxid hidrát oltóanyagot és 1 mikronnál kisebb átlagos szemcseméretű alfa-aluminium-oxid promotort adunk, ezáltal a vizes nátrium-aluminát oldatból alfa-aluminium-oxidot tartalmazó timföld-hidrát csapódik ki, majd
 - /c/ a kicsapódott timföld-hidrátot elválasztjuk a vizes nátrium-aluminát oldattól és
 - /d/ megszárítjuk, majd
 - /e/ bóroxid, bórsav, aluminium-fluorid, aluminium-klorid, ammónium-fluorid, ammónium-klorid, klór, hidroklórsav mineralizálószernek valamelyikének vagy azok keverékének jelenlétében kalcináljuk és ily módon lemezalakú alfa-aluminium-oxid szemcséket nyerünk.

13. A 12. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy mineralizálószerként alumínium-fluoridot alkalmazunk.
14. A 12. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a mineralizálószer az alumínium-oxid hidrát mennyiségére vonatkoztatva 0,15-2 tömeg %-ban használjuk fel.
15. A 12. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az alfa-alumínium-oxid promotor mennyisége az alumínium-oxid hidrát Al_2O_3 tartalmának 0,01-10 tömeg %-át teszi ki.
16. A 12. igénypont szerinti eljárással előállított szemcsés alfa-alumínium-oxid a z z a l j e l l e m e z v e, hogy átlagos szemcsemérete 1,5 mikron alatti.
17. Szemcsés alfa-alumínium-oxid a z z a l j e l l e m e z v e, hogy lemezalakú és átlagos szemcsemérete 1,5 mikron alatti.
18. A 17. igénypont szerinti szemcsés alfa-alumínium-oxid a z z a l j e l l e m e z v e, hogy átlagos szemcsemérete 1 mikronnál kisebb.
19. A 17. igénypont szerinti szemcsés alfa-alumínium-oxid a z z a l j e l l e m e z v e, hogy a 7. ábrán látható szemcsékből áll.
20. A 17. igénypont szerinti szemcsés alfa-alumínium-oxid a z z a l j e l l e m e z v e, hogy látszólagos átmérője 2-5 közötti érték.

21. Az 1.igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az agglomerátumok közepes átmérője 4 mikron vagy annál nagyobb.
22. Az 1. igénypont szerinti eljárás a z z a l j e l l e m e z v e, hogy az agglomerátumok közepes átmérője 25 mikron.
23. Promotort tartalmazó szemcsés timföld-hidrát a z z a l j e l l e m e z v e, hogy kristály agglomerátumokból áll és az agglomerátumok közepes átmérője 1 mikronnál nagyobb.
24. A 23. igénypont szerinti szemcsés timföld-hidrát a z z a l j e l l e m e z v e, hogy agglomerátumainak közepes átmérője 4 mikron vagy annál nagyobb.
25. A 23. igénypont szerinti szemcsés timföld-hidrát a z z a l j e l l e m e z v e, hogy agglomerátumainak közepes átmérője 25 mikron.
26. A 23. igénypont szerinti szemcsés timföld-hidrát a z z a l j e l l e m e z v e, hogy gibbsit kristályokból áll.
27. A 23. igénypont szerinti szemcsés timföld-hidrát a z z a l j e l l e m e z v e, hogy alfa-aluminium-oxid promotor tartalmuknál fogva sokkal könnyebben őrlhetőek kalcinálást követően, mint az egyéb, alfa-aluminium-oxidot nem tartalmazó timföld-hidrátok.
28. A 23. igénypont szerinti szemcsés timföld-hidrát a z z a l j e l l e m e z v e, hogy alfa-aluminium-oxid pro-

motor tartalmuknál fogva kalcinálást követően 16 órás
őrlési időnél lényegesen kevesebb idő alatt 95 %-ban
1 mikron alatti szemcseméretű alfa-aluminium-oxid
előállítására alkalmas.

29. Gazdaságos eljárás szemcsés alfa-aluminium-oxid elő-
állítására az z a l j e l l e m e z v e, hogy

/a/ 50-400 g/l nátrium-hidroxidot és a nátrium-hidroxid
1 grammjára számítva 0,5-0,8 g Al_2O_3 -ot tartalmazó
vizes nátrium-aluminát oldatot állítunk elő,

/b/ a vizes nátrium-aluminát oldathoz aluminium-oxid
hidrát oltóanyagot és alfa-aluminium-oxid promotor
szemcséket adunk, ezáltal a vizes nátrium-aluminát
oldatból alfa- aluminium-oxid promotor tartalmú
aluminium-oxid hidrát csapódik ki,

/c/ a kicsapott aluminium-oxid hidrát szemcséket a vizes
nátrium-aluminát oldattól elválasztjuk és

/d/ megszárítjuk, majd

/e/ az aluminium-oxid hidrát szemcséket klór, fluoridok,
kloridok vagy bórtartalmú mineralizálószerrek jelen-
létében túlnyomórészt alfa-aluminium-oxiddá kalci-
náljuk.

22 oldal
+ 7 oldal rajz

29 oldal

Low Zmora

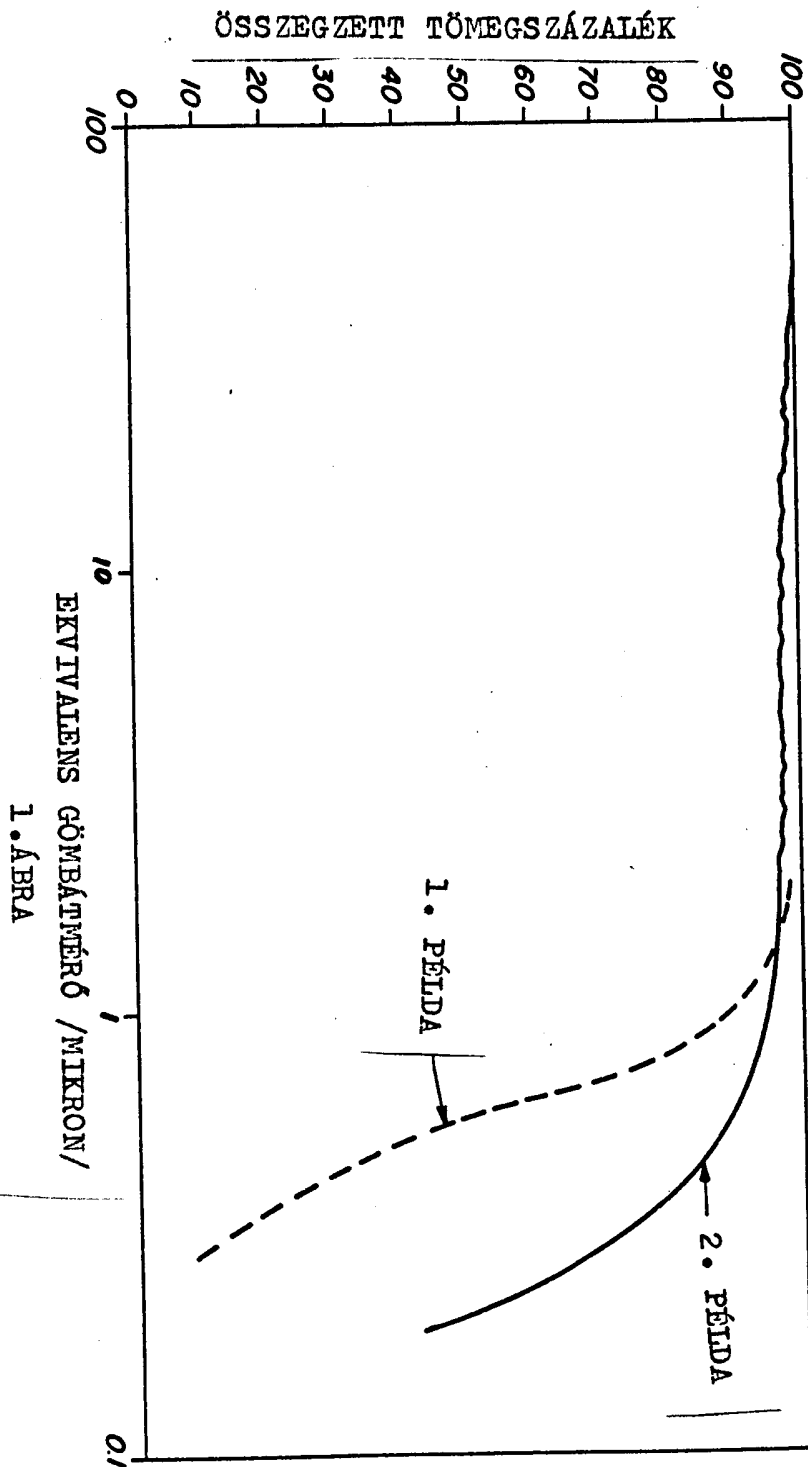
S.B.C. KFT.
BUDAPESTI NEMZETI ÜGYVÉD
ÉS SZABADALMI IRODA
1061 BUDAPEST, DALSZÍNHÁZ U. 10.
TELEFON: 163-3733

6253/89

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

7/1

57675--

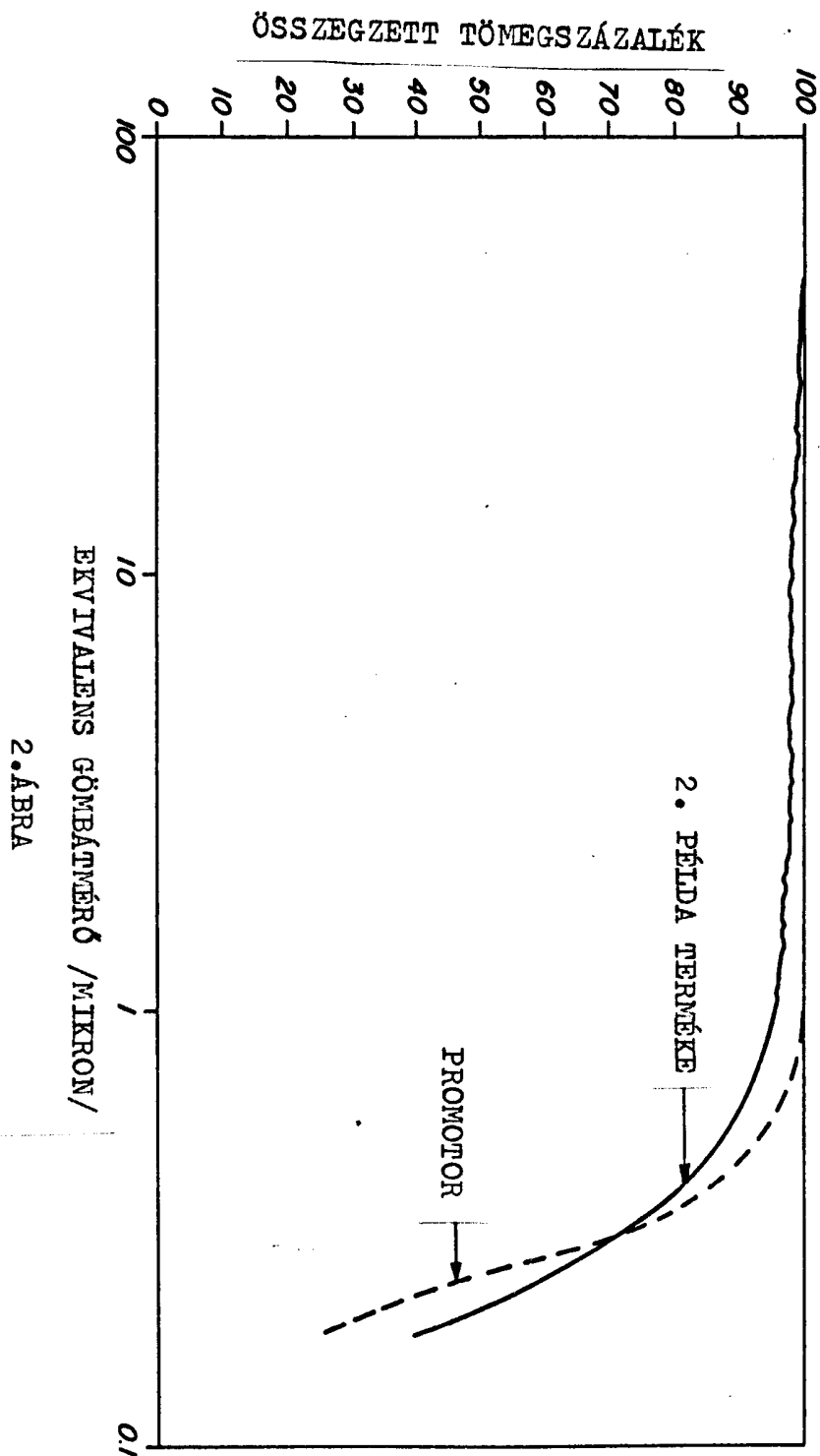


S.B.G. & K.
BUDAPESTI NEMZETKÖZI ÜGYVÉDI
ÉS SZABADALMI IRODA
1061 BUDAPEST, DAKSZOKHÁZ U. 18.
TELEFON: 132-2133

6253 / 87

KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

7/2

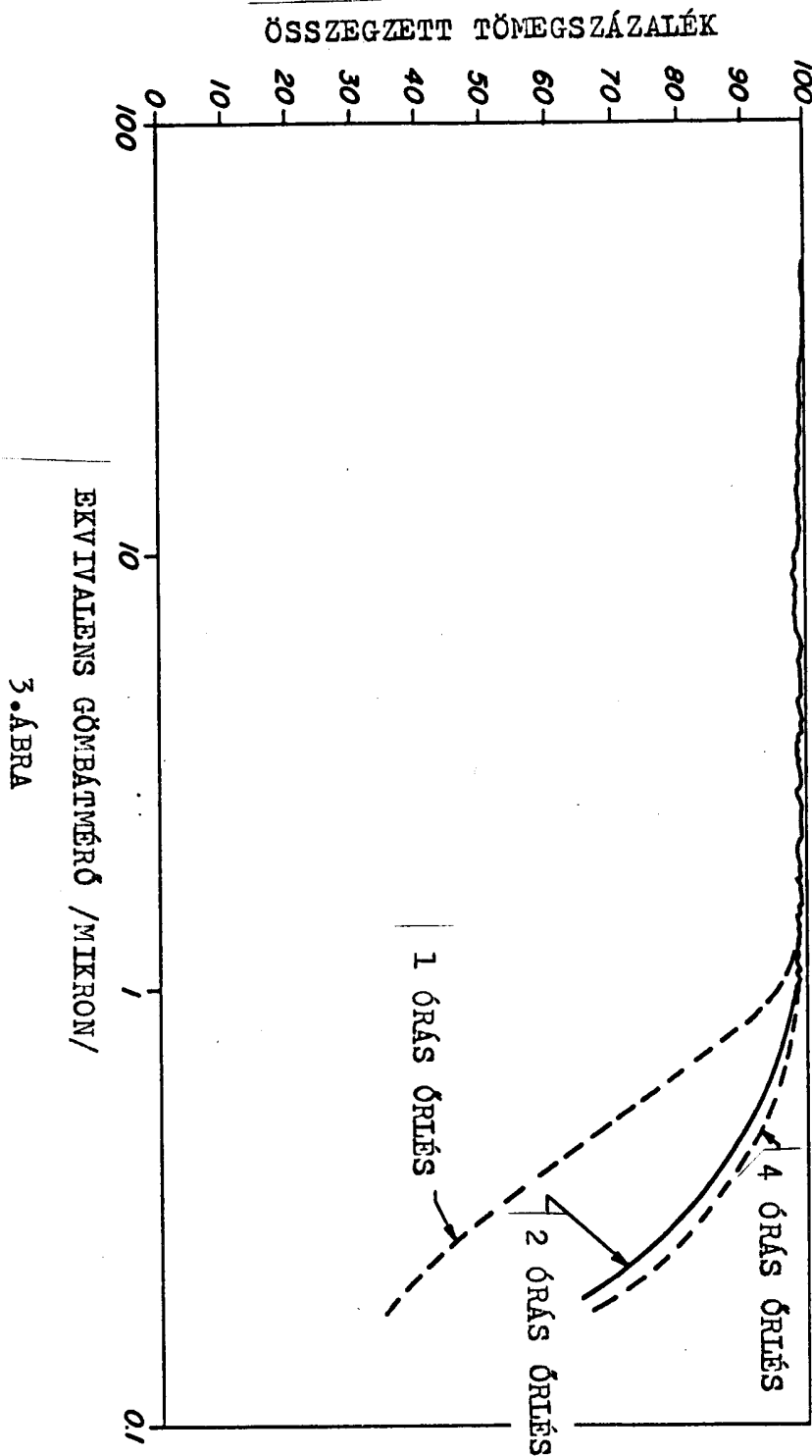


S.B.G. & K.
BUDAPESTI NEMZETKÖZI ÜGYVÉDI
ÉS SZABADALMAI IRODA
1061 BUDAPEST, DALSZÍNHÁZ U. 10.
TELEFON: 156-5733

6253/89

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

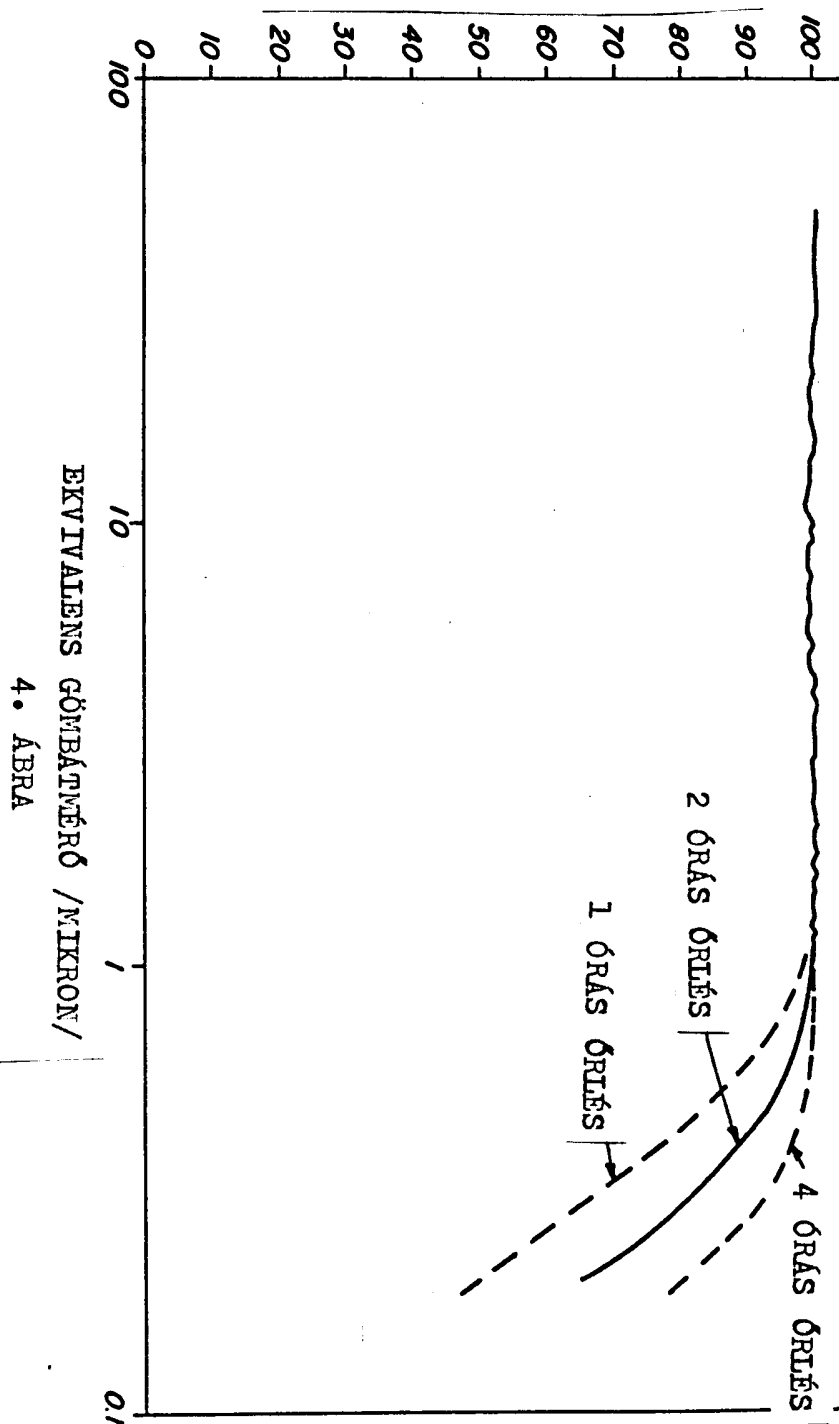
7/3



S.B.G. & K.
BUDAPESTI NEMZETKÖZI ÜGYVÉDI
ÉS SZABADALMI IRODA
1081 BUDAPEST, DALMÁZ U. 10.
TELEFON: 154333

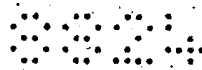
7/4

ÖSSZEGZETT TÖMEGSZÁZALÉK



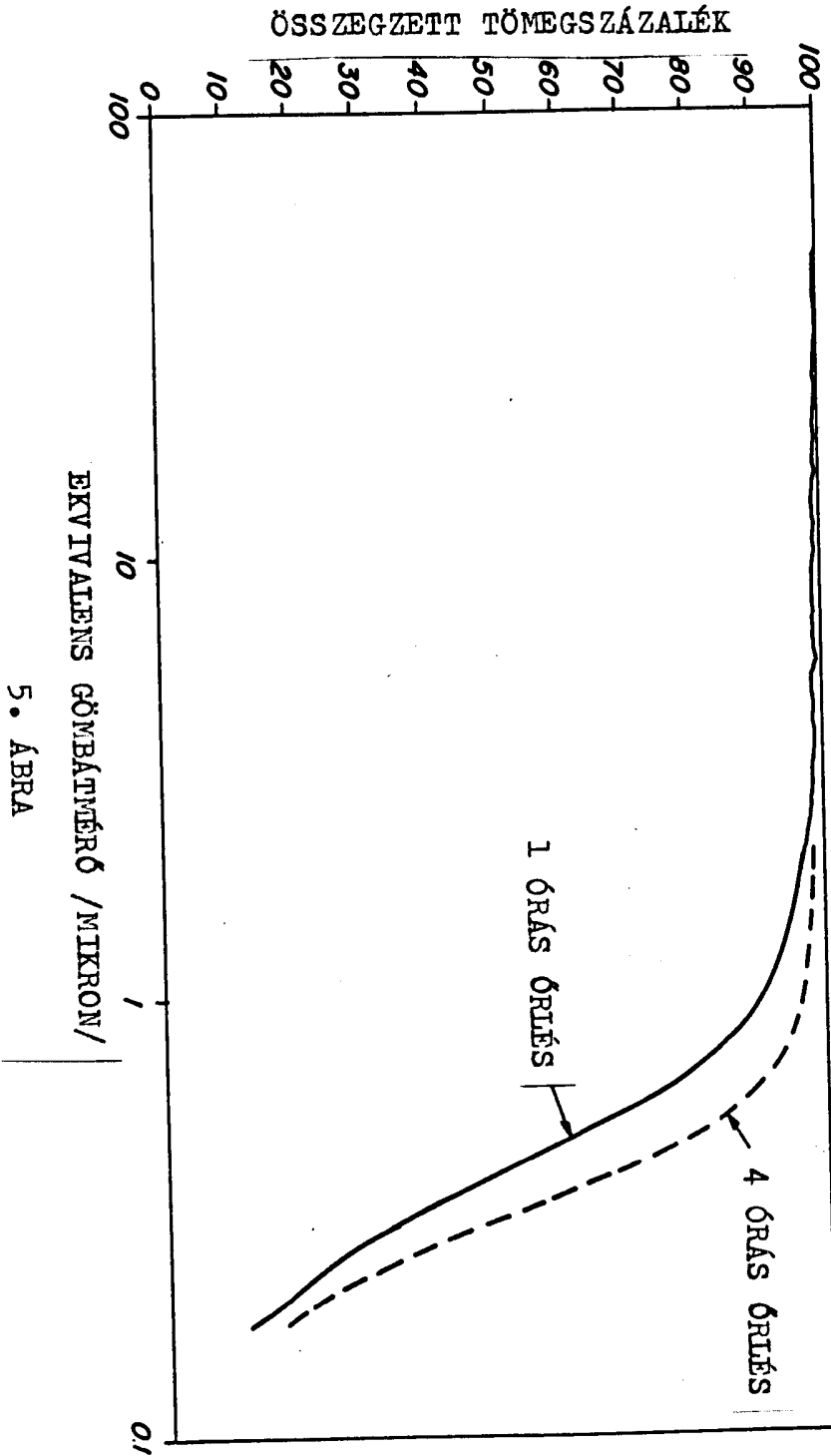
S.B.G. & E
BUDAPESTI NEMZETI ÖGYVÉD
ÉS SZABADALMI IRODA
1061 BUDAPEST, DALSZINVAZAR 10
TELEFON: 152-3153

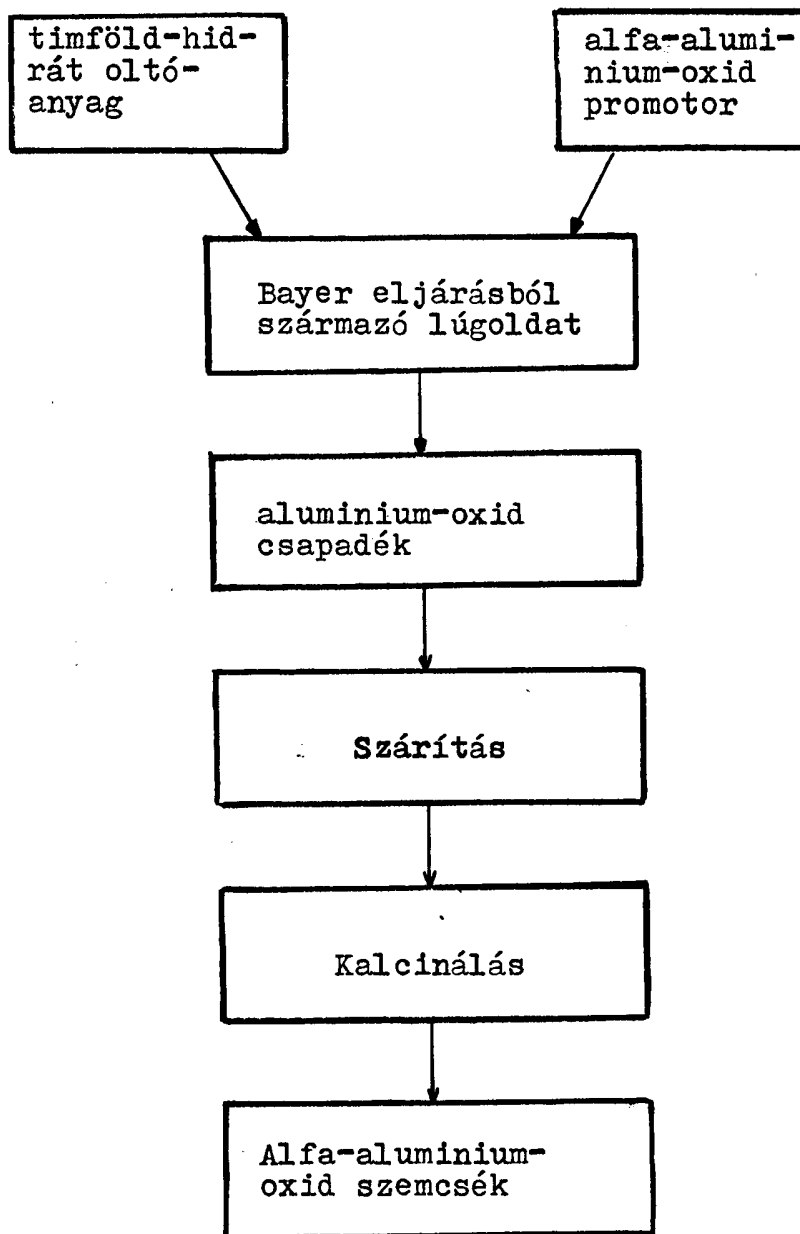
6253/89



7/5

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY



KÖZZÉTÉTELI
PÉLDÁNY

6. ÁBRA

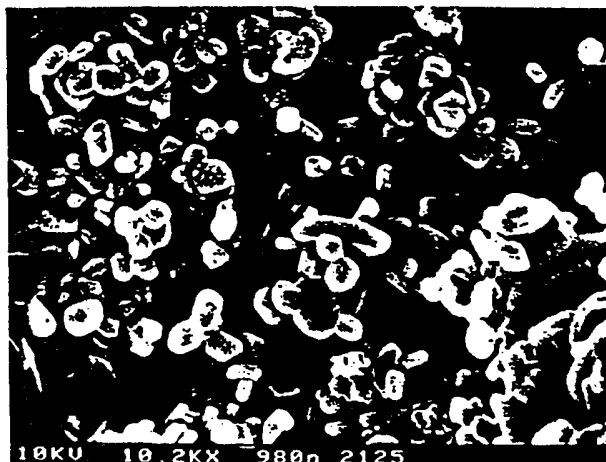
6253/89



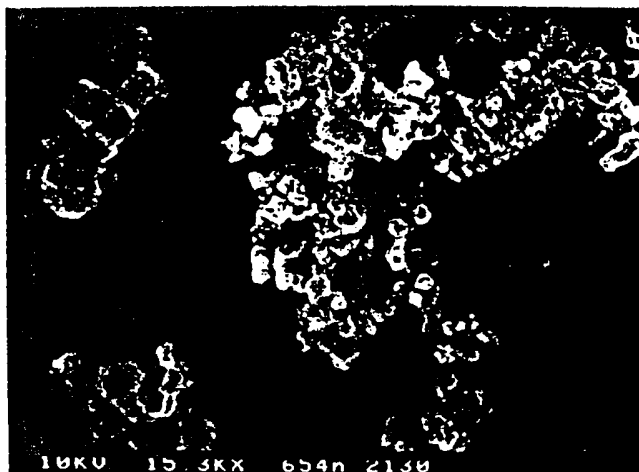
7/7

KÖZZÉTÉTELI PÉLDÁNY

7. ÁBRA



8. ÁBRA



S.B.G. & K.
BUDAPESTI NEMZETKÖZI ÜGYVÉDI
SZABADALMI IRODA
1061 BUDAPEST, DABASINHAZ U. 10.
TELEFON: 137 4736