



(12) **PATENT**

(19) NO

(11) **314896**

(13) B1

(51) Int Cl⁷

C 01 B 25/36, C 04 B 35/00, 12/02,
C 04 B 22/16, 28/34

Patentstyret

(21) Søknadsnr	19940924	(86) Int. inng. dag og	
(22) Inng. dag	1994.03.15	søknadsnummer	
(24) Løpedag	1994.03.15	(85) Videreføringsdag	
(41) Alm. tilgj.	1994.09.19	(30) Prioritet	1993.03.17, FR, 9303063
(45) Meddelt dato	2003.06.10		

(71) Patenthaver	Rhône-Poulenc Chimie SA, 25, quai Paul-Doumer, F-92408 Courbevoie Cédex, FR
(72) Oppfinner	William Fogel, Ales, FR
(74) Fullmektig	Laurent Frouin, L'Hay les Roses, FR J.K. Thorsens Patentbureau AS, 0134 Oslo

(54) Benevnelse **Fremgangsmåte for fremstilling av aluminiumfosfat, aluminiumfosfat slik fremstilt, blanding omfattende dette, og dets anvendelse ved fremstilling av keramiske komponenter og som bindemiddel, herdemiddel eller metallbelegningsmiddel**

(56) Anførte publikasjoner EP A 265667

(57) Sammendrag

Den foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat, som karakteriseres ved at minst en aluminiumforbindelse reageres med fosforsyre eller et aluminiumfosfat, idet reaksjonsmediet ikke omfatter noen uorganisk syreanioner andre enn av fosforsyre, og den oppnådde suspensjonen tørkes ved sprøyting eller frysetørking. oppfinnelsen vedrører også det således oppnådde aluminiumfosfatet, som er karakterisert ved at det er amorft og at det foreligger i tørr form. Fosfatet i samsvar med oppfinnelsen kan anvendes som et bindemiddel, herdemiddel eller i fremstillingen av keramiske komponenter.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører en fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat, aluminiumfosfat slik fremstilt, blanding omfattende dette, og dets anvendelse ved fremstilling av keramiske komponenter og som bindemiddel
5 eller herdemiddel eller metallbelegningsmiddel.

Uorganiske bindemidler basert på aluminiumfosfater har vært kjent i mange år. Deres anvendelse involverer generelt å binde en ildfast forbindelse slik som Al_2O_3 eller SiO_2 med et
10 bindemiddel som hovedsakelig består av et aluminium- eller kromhydrogenfosfat eller fosforsyre.

En annen type bindemiddel fremstilles ved å blande aluminium og fosforsyre i et Al/P-molforhold nær 1, ved omtrent 100°C .
15 Det oppnås således en svært viskøs suspensjon som er vanskelig å tørke og av denne årsak er vanskelig å anvende.

Dessuten har det vært forsøkt å fremstille "kjemisk bundne" keramiske komponenter, det vil si dem som oppnås ved moderate
20 temperaturer, for eksempel under 400°C , fra en blanding av aluminium og fosforsyre. Disse blandinger antar form av en pasta hvis anvendelse, spesielt ved pressingstrinnet, er vanskelig.

Det foreligger derfor et behov for utgangsmaterialer som er lettere å anvende for fremstillingen av bindemidler eller av keramiske komponenter basert på denne typen produkt, idet komponentene naturligvis må utvise tilstrekkelige mekaniske egenskaper.

30 Formålet ved oppfinnelsen er således fremstillingen av et aluminiumfosfat som spesielt kan anvendes for produksjon av keramiske komponenter med god mekanisk styrke, idet denne fremstilling og denne produksjon utføres under enklere gjennomføringsbetingelser.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører således en fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat, som er kjenne- tegnet ved at minst ett aluminiumoksid, oppnådd ved hurtig

dehydratisering av aluminiumhydroksider eller -oksyhydroksider, reageres med fosforsyre eller et aluminiumfosfat, idet reaksjonsmediet ikke omfatter noen salter unntatt aluminiumfosfater, og den oppnådde suspensjonen tørkes ved forstøvning
5 eller frysetørking.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører også et aluminiumfosfat som er kjennetegnet ved at det kan oppnås ved den ovennevnte fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat, idet
10 fosfatet er amorft og har en spesifikk overflate ikke større enn 25 m²/g.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører videre en blanding som er kjennetegnet ved at den omfatter et aluminiumfosfat som
15 kan oppnås ved den ovennevnte fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører videre en fremgangsmåte for fremstilling av keramiske komponenter, som er kjenneteg-
20 net ved at et aluminiumfosfat som kan oppnås ved den ovennevnte fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat eller den ovennevnte blanding varmpresses.

Den foreliggende oppfinnelse vedrører videre anvendelse som
25 bindemiddel eller som herdemiddel eller som metallbelegningsmiddel av et aluminiumfosfat som kan oppnås ved den ovennevnte fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat eller av den ovennevnte blanding.

30 I oppfinnelsens sammenheng kan det fremstilles et materiale omfattende et bindemiddel idet det som bindemiddel anvendes et aluminiumfosfat av den type som er beskrevet ovenfor eller av den type som oppnås ved den ovenfor nevnte fremgangsmåte.

35 Aluminiumfosfatet kan være amorft og foreligge i tørr form.

Andre egenskaper og detaljer ved oppfinnelsen vil nå bli gitt i beskrivelsen og de etterfølgende eksempler.

Fremgangsmåten for fremstilling av et aluminiumfosfat i samsvar med oppfinnelsen vil først beskrives.

Fremgangsmåten omfatter, i et første trinn, en reaksjon mellom minst en aluminiumoksid og fosforsyre eller et aluminiumfosfat.

Det kan anvendes en hvilken som helst type fosforsyre, og vanligvis benyttes det en syre hvis konsentrasjon varierer mellom 85 % og 75 %. En mer fortynnet syre kan anvendes.

Et aluminiumfosfat kan også anvendes som en annen type reaktant. Dette fosfat vil ha et Al/P-forhold som er lavere enn det for det fosfat som det søkes å fremstille. I tillegg er dette et ortofosfat. Mer spesielt anvendes et syreortofosfat slik som for eksempel monoaluminiumortofosfat, $\text{Al}(\text{H}_2\text{PO}_4)_3$. Aluminiumfosfatet som anvendes som reaktant vil generelt anvendes i form av en oppløsning, for eksempel ved en konsentrasjon på 50 % i tilfellet med monoaluminiumortofosfat.

Det skal bemerkes at, innenfor rammen av den foreliggende oppfinnelse, omfatter reaksjonsmediet ingen uorganisk syreanioner annet enn av fosforsyre. Således anvendes det ingen aluminiumsalter eller, sagt på en annen måte, reaksjonen utføres i et medium hvori det er verken tilførsel eller tilstedeværelse av salter, med unntaket av aluminiumfosfatene.

I samsvar med oppfinnelsen anvendes det minst ett aluminiumoksid oppnådd ved hurtig dehydratisering av aluminiumhydroksider eller -oksyhydroksider.

Disse aluminiumhydroksider kan være bayeritt, hydrargillitt eller gibbsitt og nordstranditt. Oksyhydroksidene kan være bøhmitt eller diaspor. Dehydratiseringen kan utføres i en hvilken som helst type apparatur med hjelp av en strøm av varme gasser. Innløpstemperaturen av gassene i apparaturen varierer generelt omtrent fra 400 til 1200°C og kontakttiden til hydroksidet eller oksyhydroksidet med de varme gassene er

generelt mellom en brøkdel av et sekund og 4 eller 5 sekunder.

Det oppnås således et aktivt aluminiumoksid som har en spesi-
5 fikk overflate, målt ved BET-metoden, mellom 200 og 400 m²/g.
Dets glødetap målt ved kalsinering ved 1000°C varierer generelt mellom 3 og 15 %, hvilket tilsvarer et H₂O/Al₂O₃-molforhold mellom 0,17 og 0,85.

10 Dette aluminiumoksid er også av amorf struktur og/eller dårlig krystallisert. Amorf skal forstås å referere til et produkt for hvilket røntgenanalyse ikke åpenbarer noen karakteristiske linje for noen krystallinsk fase i det hele tatt. Dårlig krystallisert skal forstås å referere til et produkt
15 for hvilket røntgenanalyse gir et diagram som viser kun en eller noen få diffuse linjer som tilsvarer de krystallinske faser av lavtemperatur-overgangsaluminiumsoksider, det vil si å tilsvare hovedsakelig chi-, rho-, eta- og gamma-fasene.

20 Det kan også bemerkes at dette aluminiumoksid generelt antar form av et produkt hvorav partikkeldiameteren er mellom 0,1 og 300 µm.

Til slutt, kan det mer spesielt anvendes det lett kommersielt
25 tilgjengelige aluminiumhydroksid, et aluminiumoksid avledet fra hurtig dehydratisering av hydrargillitt.

Oppfinnelsen anvendes spesielt ved fremstillingen av fosfater
30 der Al/P-molforholdet er i området eller lik 1. Den anvendes også for slike med et forhold minst lik 1, og mer spesielt med et forhold mellom 1 og 4.

For å gjøre dette utføres reaksjonen mellom det minst ene
35 aluminiumoksidet og fosforsyren eller aluminiumfosfatet under betingelser slik at dette forholdet oppnås, det vil si ved anvendelse av de nødvendige mengder av reaktanter.

Så snart reaktantene har blitt brakt sammen oppnås en suspensjon.

Det er også mulig, i samsvar med en spesifikk utførelsesform
5 av oppfinnelsen, å innlemme et fyllstoff i denne suspensjonen.

Dette fyllstoffet består generelt av et ildfast materiale eller av en blanding av slike materialer. Aluminiumoksid kan
10 anvendes som ildfast materiale. Dette aluminiumoksidet vil foretrukket være et aluminiumoksid av lav reaktivitet av alfa-aluminiumoksid-typen. Det kan også være en leire slik som kaolin eller alternativt kvarts, finpulverisert sand eller ikke-reaktivt silisiumoksid. Magnesia, dolomitt,
15 magnesia-dolomitt, magnesia-spinell, forsteritt, kromitt, kalk, magnesia-karbon, dolomitt-karbon, magnesia-dolomitt-karbon og karbider slik som silisium- eller wolframkarbid, nitrider slik som silisium- eller bornitrid, borider, zirkoniumoksid, zirkon, aluminium- eller zirkoniumsilikater,
20 oksider av sink, kalsium, magnesium, titan, tinn, jern eller krom, asbest, glimmer og aluminiumfosfater kan også nevnes som ildfaste materialer. Anvendelsen av et fyllstoff gjør det mulig å forbedre de mekaniske egenskaper til de keramiske komponenter produsert fra aluminiumfosfatet fremstilt ved
25 fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen.

Det bør her påpekes at den ovenfor nevnte beregning av Al/P-forholdet ikke tar hensyn til mengden av aluminium som kan innføres ved et eventuelt fyllstoff.

30

Det skal til slutt påpekes at rekkefølgen av innføring av reaktantene og av fyllstoffet er uviktig. Det er mulig spesielt å innføre minst en del av det minst ene aluminiumoksidet med fyllstoffet eller etter den sistnevnte. Fyllstoffet må ha en egnet partikkelstørrelse for å muliggjøre
35 innlemmelse av dette inn i suspensjonen.

I et andre trinn av fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen tørkes suspensjonen oppnådd ovenfor ved forstøvning.

Et hvilket som helst passende apparat kan anvendes for denne forstøvningen, slik som en atomisør utstyrt med en turbin eller med en dyse, avhengig spesielt av partikkelstørrelsen som er ønskelig å oppnå for det tørre produktet.

5

Gasstemperaturene for tørkingen kan variere innenfor et stort område. Imidlertid må utløpstemperaturen holdes fast for å bevare den amorfe karakter til aluminiumfosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen. Denne temperaturen vil generelt være mellom 60 og 130°C. Innløpstemperaturen kan være mellom 100 og 300°C.

10

Ved avslutning av forstøvningstørkingen oppnås således et pulver hvori partikkelstørrelsen kan variere mellom for eksempel 10 og 300 μm .

15

Det er også mulig, i samsvar med en annen utførelsesform av oppfinnelsen, å utføre tørkingen ved frysetørking. Betingelsene ved frysetørking er velkjent for en fagperson innen området.

20

Det kan også nevnes her at det er mulig, der det måtte passe, å tilsette fyllstoffet etter tørkettrinnet til det oppnådde tørre produktet.

25

Det oppnådde produkt vil nå beskrives mer i detalj. Oppnådd produkt forstås å bety, her og i resten av beskrivelsen, aluminiumfosfatet som resulterer fra reaksjonen mellom det minste aluminiumoksidet og fosforsyren eller aluminiumfosfatet. I noen tilfeller kan fremgangsmåten beskrevet ovenfor gi en blanding som omfatter fosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen og andre restprodukter, som kan være krystallisert eller annet, slik som aluminiumoksider som ikke har reagert med fosforsyren eller aluminiumfosfatet, spesielt når Al/P-forholdet er større enn 1.

30

Dette produktet er et amorft aluminiumfosfat. Amorf skal forstås å referere til et produkt for hvilket røntgenanalyse ikke åpenbarer noen karakteristisk linje av noen krystal-

linsk fase i det hele tatt. Produktet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen er ikke krytallisert, særlig i AlPO_4 -formen. Den amorfe karakter kan også demonstreres ved NMR-analyse.

5

Som angitt ovenfor, er aluminiumsfosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen tilstede i tørr form. Mer presis skal tørr form forstås å referere til det faktum at aluminiumfosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen kun inneholder, som vann, hydratvannet.

10

I følge en annen utførelsesform av oppfinnelsen er fosfatet fremstilt ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen amorft og dets BET spesifikke overflate er ikke større enn $25 \text{ m}^2/\text{g}$.

15

Mer spesielt er overflaten ikke større enn $15 \text{ m}^2/\text{g}$, eller enda mer spesielt ikke større enn $10 \text{ m}^2/\text{g}$. I noen tilfeller er denne overflaten ikke større enn $5 \text{ m}^2/\text{g}$. I samsvar med en fordelaktig variant av denne utførelsesformen er fosfatet også tilstede i tørr form.

20

En annen egenskap av fosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen er dets pH. Denne er mindre enn 5 og foretrukket ikke større enn 4. pH-verdiene som er gitt her oppnås ved måling i suspensjoner av produktet ved en konsentrasjon på 1% i vann.

25

Aluminiumfosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen, når det oppvarmes og begynner å miste sitt hydratvann, krystalliserer i AlPO_4 -formen, som fører til at materialet stivner til et fast stoff.

30

Dette aluminiumfosfat kan anvendes i en hver egnet blanding, slik at oppfinnelsen også dekker de blandinger som omfatter et slikt aluminiumfosfat.

35

I det spesielle tilfellet hvor det er blitt anvendt et fyllstoff i fremstillingsprosessen som beskrevet ovenfor, gjenfinnes dette fyllstoffet i det tørre produktet slik at det oppnås en blanding i form av et pulver omfattende et fyll-

stoff og aluminiumfosfat fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen.

Aluminiumfosfatene fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen eller blandingerne i samsvar med oppfinnelsen kan anvendes ved fremstillingen av materialer som omfatter et bindemiddel. I dette tilfellet anvendes et fosfat fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen som et bindemiddel, eventuelt med et fyllstoff, i et ildfast materiale som kan være av den samme type som det som er beskrevet ovenfor. Ulike fremgangsmåter som er velkjent for en fagperson innen området kan anvendes, hvori generelt fosfater, det ildfaste materialet og vannet blandes og formes. En mørtel basert på det ildfaste materialet, bindemidlet og vannet kan således dannes, og deretter helles oppi en form og oppvarmes. Det er også mulig å tildanne en "velling" som presses kald og den pressede komponenten underkastes deretter oppvarming.

Aluminiumfosfatene fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen eller blandingerne i samsvar med oppfinnelsen kan også anvendes som sådan ved framstilling av ildfaste materialer, spesielt ved blanding med vann og deretter kaldpressing.

Aluminiumfosfatene fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen eller blandingerne i samsvar med oppfinnelsen kan også anvendes for fremstilling av keramiske komponenter, spesielt av den kjemisk bundne type, som har god mekanisk styrke.

I dette tilfellet utføres generelt kaldpressing av et fosfat fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen, eventuelt med et fyllstoff eller, mer generelt, av en blanding omfattende et fosfat fremstilt i samsvar med oppfinnelsen. Pressetemperaturen er vanligvis mellom 80 og 400°C.

Aluminiumfosfatene fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen eller blandingerne i samsvar med oppfinnelsen kan også anvendes som herdemidler for spesielt alkalimetallsili-

kater, med henblikk på anvendelser slik som forsterkningen av grunn eller sement. De kan også anvendes som metallbelegningsmidler for å gi metaller beskyttelse mot korrosjon eller for elektrisk isolering.

5

Det vil nå bli gitt noen eksempler. pH-verdien som er gitt i eksemplene ble målt i suspensjoner ved en konsentrasjon på 1 % i vann.

10 Eksempel 1

I dette eksemplet anvendes det et aluminiumoksid oppnådd ved hurtig dehydratisering av et aluminiumhydroksid, og solgt av firmaet Procatalyse under handelsnavnet Spheralite 509A.

15 Dette aluminiumoksid har de følgende egenskaper:

- Glødetap ved 1000°C: 10 %
- Røtgendiffraksjon: hovedsakelig amorf
- Gjennomsnittlig diameter (målt med et CILAS 850 granulometer): 8 μm
- 20 - BET-overflate: 325 m²/g

Til en reaktor utstyrt med en RAYNERI-rører tilsettes det gradvis 49,1 g av 509A aluminiumoksid i 100 g av 85 % fosforsyre, H₃PO₄. Det oppnås således en suspensjon med et molart
25 forhold Al/P=1, hvori det deretter innlemmes en blanding av 100 g α -aluminiumoksid (gjennomsnittlig diameter lik 5 μm) og 49,1 g 509A aluminiumoksid, etterfulgt av 225,5 g vann. Det endelige forhold Al/P er 2, uten å medregne α -aluminiumoksidet som vurderes som fyllstoff.

30

Suspensjonen forstøves ved hjelp av et BUCHI "190 mini spray dryer" apparat ved anvendelse av de følgende driftsbetingelser:

- masse av oppløsning forstøvet: 476,3 g
- 35 - luftinnløpstemperatur: 200°C
- utgangstemperatur : 120°C
- strømningsrate: 23 ml/min
- masse av produkt utvunnet: 213,3 g

Det oppnådde pulver har et bra utseende og danner ikke klumper. Røntgendiffraksjonsanalyse åpenbarer utgangs- α -aluminiumoksidet (fyllstoffet) som den eneste krystalliserte fase, uten krystallisering av AlPO_4 . BET-overflaten er $4 \text{ m}^2/\text{g}$. pH er 3,0.

Pulveret presses deretter ved 1800 kg/cm^2 og 200°C i 4 timer i en sylindrisk form for å tildanne en skive med diameter på 7 cm og tykkelse på 0,5 cm. Skiven kuttes deretter i små staver med omtrentlig dimensjoner på $5 \times 0,4 \times 0,5 \text{ mm}^3$, som testes i 3-punkts bøyning (interaksial avstand 3 cm).

Bøyefastheten til materialet er 60 MPa, densiteten er $2,5 \text{ g/cm}^3$ og porøsiteten er $0,03 \text{ ml/g}$ (porøsitet til kvikksølv) som er ekvivalent med 7,5 volum%.

Eksempel 2

196,7 g 509A aluminiumoksid tilsettes gradvis til 200 g 85 % H_3PO_4 . Fortynning utføres med 471 g vann. Al/P-forholdet er lik 2.

Forstøvning i et BUCHI-apparat utføres under de samme betingelser som i eksempel 1.

Det oppnås et lett-flytende pulver som er amorf ved røntgenanalyse. Dets BET-overflate er $4,8 \text{ m}^2/\text{g}$ og dets pH er 3,0.

Deretter tildannes små staver som i eksempel 1. De følgende resultater oppnås:

Densitet av materialet: $2,1 \text{ g/cm}^3$
Bøyefasthet (styrke): 43 MPa

Eksempel 3

295 g 509A aluminiumoksid tilsettes gradvis til 200 g 85 % fosforsyre. Blandingen fortynnes med 956,9 g vann. Al/P-forholdet er lik 3.

Forstøvning utføres som i eksempel 1.

Det oppnås et pulver som er amorf ved røntgenanalyse.

Dets BET-overflate er $2,9 \text{ m}^2/\text{g}$ og pH er 3,1.

Eksempel 4

98,3 g 509A aluminiumoksid tilsettes til 200 g 85 % fosforsyre, etterfulgt av 100 g alfa-aluminiumoksid av den samme type som i eksempel 1 som fyllstoff og 497,9 g vann (en del
 5 av vannet tilsettes med 509A aluminiumoksidet for å lette blanding).

Forstøvning utføres som i eksempel 1.

Røntgendiffraksjonsanalyse av det oppnådde pulveret viser utelukkende nærværet av α -Al₂O₃. BET-overflaten av pulveret
 10 er 5 m²/g og dets pH er 2,6.

Eksempel 5

134,1 g Al(OH)₃ tilsettes til 100 g 85 % fosforsyre. 100 g α -Al₂O₃ og 225 g vann tilsettes deretter. Egenskapene til
 15 aluminiumhydroksidet som anvendes er som følger:

- PROLABO produktref. 20984298
- glødetap ved 1000°C: 34 %
- partikkelstørrelse: 20 μ m
- BET-overflate: <0,5 m²/g
- 20 - røntgendiffraksjon: krystallisert gibbsitt.

Forstøvning utføres under de samme betingelser som i eksempel 1.

Analyse av det oppnådde pulver:

- Røntgendiffraksjon: α -Al₂O₃ (fyllstoff) og ureagert Al(OH)₃
- 25 - BET-overflate: 0,3 m²/g
- pH: 2,7

Ved termogravimetrisk analyse (karakteristisk vekttap av Al(OH)₃ ved omtrent 350°C), er det mulig å beregne at omtrentlig halvparten av Al(OH)₃ har reagert med H₃PO₄ til å
 30 danne et amorft fosfat i samsvar med oppfinnelsen med et Al/P-forhold lik 1.

Eksempel 6

35 32,4 g av suspensjonen fremstilt i eksempel 1 frysetørkes med hjelp av et ALPHA I-5 CHRISS apparat.

17,8 g av et tørt pulver utvinnes, og dets egenskaper er som følger:

Spesifikk overflate: 0,7 m²/g

pH: 2,7

Ved røntgendiffraksjon identifiseres alfa-aluminiumoksid-fyllstoffet som den eneste krystalliserte fase.

5 Eksempel 7

Dette eksempelet illustrerer anvendelsen av fosfatet fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen som et bindemiddel.

Den følgende blanding fremstilles:

- 10 - pulver fremstilt ved forstøving i eksempel 4 : 5 g
- kvartsosesand med gjennomsnittlig partikkelstørrelse 0,2 mm: 23,8 g
- vann: 4,2 g

Den oppnådde blandingen presses ved romtemperatur (20°C) og
15 ved 1000 kg/cm² i en parallelepiped-form for å tildanne prøver med dimensjoner:

5 cm(lengde) x 0,8 cm(bredde) x 1 cm(høyde).

Prøven tørkes deretter ved 50°C i en ovn i 1 time og plasseres deretter i en ovn ved 200°C i 4 timer.

20 Trykkfastheten til det oppnådde materialet er 25 MPa.

Eksempel 8

Dette eksempelet illustrerer anvendelsen av et fosfat fremstilt ved fremgangsmåten i samsvar med oppfinnelsen ved frem-
25 stilling av et keramisk materiale.

Det fremstilles en "velling" med et vektforhold vann/faststoff lik 0,4 med et pulver fremstilt som i eksempel 1 men inneholdende 50 % α -Al₂O₃-fyllstoff. Denne "vellingen" de-
30 agglomeriseres ved ultralyd i 5 minutter. Den helles deretter i en form av brent gips som gjør det mulig å oppnå små staver med dimensjoner 5 cm x 1 cm x 1 cm. Disse små staverne kalsineres ved 200°C i 4 timer. Deres tre-punkts bøyingsfasthet er 17 MPa i gjennomsnitt.

35

PATENTKRAV

1. Fremgangsmåte for fremstilling av et aluminiumfosfat,

k a r a k t e r i s e r t v e d at minst ett aluminium-
oksid, oppnådd ved hurtig dehydratisering av aluminiumhydrok-
sider eller -oksyhydroksider, reageres med fosforsyre eller
et aluminiumfosfat, idet reaksjonsmediet ikke omfatter noen
5 salter unntatt aluminiumfosfater, og den oppnådde suspensjo-
nen tørkes ved forstøvning eller frysetørking.

2. Fremgangsmåte som angitt i krav 1,
k a r a k t e r i s e r t v e d at aluminiumoksidet er
10 oppnådd ved hurtig dehydratisering av hydrargillitt.

3. Fremgangsmåte som angitt i krav 1 eller 2,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den hurtige dehydra-
tiseringen utføres ved å bringe aluminiumhydroksidene eller -
15 oksyhydroksidene i kontakt med en strøm av varme gasser i en
brøkdell av et sekund til 4 eller 5 sekunder, idet innløps-
temperaturen av gassene ligger mellom 400 og 1200 °C.

4. Fremgangsmåte som angitt i ett eller flere av de fore-
20 gående krav,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det ovennevnte alu-
miniumoksid har en spesifikk overflate på mellom 200 og 400
m²/g.

25 5. Fremgangsmåte som angitt i ett eller flere av de fore-
gående krav,
k a r a k t e r i s e r t v e d at det ovennevnte alu-
miniumoksid har et glødetap, målt ved kalsinering ved
1000 °C, på mellom 3 og 15 %.

30

6. Fremgangsmåte som angitt i ett eller flere av de fore-
gående krav,
k a r a k t e r i s e r t v e d at aluminiumoksidet er
amorft og/eller dårlig krystallinsk.

35

7. Fremgangsmåte som angitt i ett eller flere av de fore-
gående krav,

k a r a k t e r i s e r t v e d at aluminiumoksidet er i form av et produkt hvis partikkeldiameter er mellom 0,1 og 300 μm .

- 5 8. Fremgangsmåte som angitt i ett eller flere av de foregående krav,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den ovennevnte reaksjon utføres under betingelser slik at forholdet Al/P er minst 1, mer spesielt mellom 1 og 4.

10

9. Fremgangsmåte som angitt i ett eller flere av de foregående krav,
k a r a k t e r i s e r t v e d at et fyllstoff innlemmes i den ovennevnte suspensjon eller at et fyllstoff blandes inn
15 i produktet oppnådd etter tørking.

20

10. Aluminiumfosfat, karakterisert ved at det kan oppnås ved fremgangsmåten som angitt i ett eller flere av kravene 1 til 9, idet fosfatet er amorft og har en spesifikk overflate ikke større enn 25 m^2/g .

25

11. Blanding,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den omfatter et aluminiumfosfat som kan oppnås ved fremgangsmåten som angitt i
ett eller flere av kravene 1 til 9.

30

12. Blanding som angitt i krav 11,
k a r a k t e r i s e r t v e d at den i tillegg omfatter et fyllstoff.

13. Blanding som angitt i krav 11 eller 12,
k a r a k t e r i s e r t v e d at fyllstoffet er et ildfast materiale.

35

14. Fremgangsmåte for fremstilling av keramiske komponenter,
k a r a k t e r i s e r t v e d at et aluminiumfosfat som kan oppnås ved fremgangsmåten i samsvar med ett eller flere av kravene 1 til 9 eller en blanding som angitt i ett eller flere av kravene 11 til 13 varmpresses.

15. Fremgangsmåte for fremstilling av keramiske komponenter som angitt i det foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at pressingen utføres ved en temperatur på mellom 80 og 400 °C.

5

16. Anvendelse som bindemiddel eller som herdemiddel eller som metallbelegningsmiddel av et aluminiumfosfat som kan oppnås ved fremgangsmåten som angitt i ett eller flere av kravene 1 til 9 eller av en blanding som angitt i ett eller

10 flere av kravene 11 til 13.