



⑩ A **Terinzagelegging** ⑪ **8303591**

Nederland

⑲ NL

⑤4 **Werkwijze voor de vorming van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot 100 micrometer.**

⑤1 - Int.Cl.³: C01F 7/34.

⑦1 Aanvrager: Aluminium Pechiney te Parijs.

⑦4 Gem.: Ir. J.A. van der Veken c.s.
OCTROOI- EN MERKENBUREAU VAN EXTER
Willem Witsenplein 3-4
2596 BK 's-Gravenhage.

②1 Aanvraag Nr. 8303591.

②2 Ingediend 18 oktober 1983.

③2 Voorrang vanaf 20 oktober 1982.

③3 Land van voorrang: Frankrijk (FR).

③1 Nummer van de voorrangsaanvraag: 8217954 .

⑥2 - -

④3 Ter inzage gelegd 16 mei 1984.

De aan dit blad gehechte stukken zijn een afdruk van de oorspronkelijk ingediende beschrijving met conclusie(s) en eventuele tekening(en).

Korte aanduiding: Werkwijze voor de vorming van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot 100 μm .

Aanvraagster: ALUMINIUM PECHINEY

De uitvinding heeft betrekking op een werkwijze voor de vorming van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot 100 μm , met een éénvormige verdeling met geringe spreiding, door ontleden onder verwarmen van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van een hulp-kiemstof, die zelf verkregen is door ontleden van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van gemalen aluminiumtrihydroxyde met een door het malen ontwikkeld specifiek oppervlak B.E.T. van tenminste 10 l m^2/g .

Sedert lange tijd is het bekend om de precipitatie van aluminiumtrihydroxyde uit een oververzadigde natriumaluminaatoplossing uit te voeren door toevoeging van een entstof bestaande uit eerder gekristalliseerd aluminiumtrihydroxyde, aangezien zonder het op gang brengen van de kristallisatie de spontane vorming van kristallijne kiemen in een dergelijke oplossing bijzonder langzaam en moeilijk uitvoerbaar is gebleken, en zelfs afwezig afhankelijk van de temperatuursomstandigheden en de concentratie van het behandelde milieu.

Dit is de reden, waarom het bij het Bayer-procédé gebruikelijk is om de precipitatie van het aluminiumtrihydroxyde uitgaande van oververzadigde natriumaluminaatoplossingen, die verkregen zijn door basische aantasting van aluminiumhoudende mineralen, te bevorderen door terugvoer van een aanzienlijke fraktie van het in een voorafgaande cyclus verkregen aluminiumtrihydroxyde.

Het is echter gebleken, dat deze entmethode niet alleen leidt tot de terugvoer van een zeer aanzienlijke hoeveelheid eerder geprecipiteerd aluminiumtrihydroxyde, doch vooral tot de vorming van aluminiumtrihydroxydekorrels met een aanzienlijk variabele grootte, waarvan het moeilijk is de gemiddelde afmeting en de spreiding rond deze waarde te regelen, doordat de afmeting van de aluminiumtrihydroxydekorrels tijdens opeen-

volgende cycli toeneemt en de vorming van nieuwe kiemen volgens een periodiek ritme veroorzaakt.

De deskundige wenst echter voor bijzondere toepassingen aluminiumtrihydroxyde te kunnen vormen, waarvan de afmeting
5 van de neergeslagen deeltjes geregeld is, d.w.z. waarvan de korrelgrootte-verdeling een geringe spreiding rond de gemiddelde afmeting vertoont. Bepaalde toepassingen van aluminiumtrihydroxyde vereisen n.l. een korrelgrootte-verdeling, die specifiek is voor deze toepassingen, in het bijzonder voor toe-
10 passingen zoals bijvoorbeeld de ontbrandbaar makende vulstoffen voor synthetische polymeren, de zachte slijpmiddelen voor toepassing in de cosmetica, en katalytische dragers.

Door het aantal op dit gebied uitgekomen publikaties toont de specialistische literatuur het belang en de ingewikkeldheid
15 van de door deskundigen uitgevoerde onderzoeken om industrieel waardevolle oplossingen voor de eerder genoemde bezwaren te leveren en de afmeting van de aluminiumtrihydroxydedeeltjes te kunnen regelen.

Van de talrijke voorgestelde oplossingen maken sommige gebruik van mechanische middelen en andere, in grotere getalen,
20 van methoden onder toepassing van chemische hulpmiddelen.

De eerste groep, die gebruik maakt van mechanische middelen, heeft betrekking op de vorming van aluminiumtrihydroxyde, waarvan de gemiddelde diameter in het algemeen tussen 6 en 30
25 μm bedraagt, door malen van een volgens het Bayer-procédé verkregen grof aluminiumtrihydroxyde. Een dergelijke werkwijze is beschreven in het Franse octrooischrift 2.298.510, dat betrekking heeft op de vorming van een voor toepassing in de cosmetica bestemd aluminiumhydroxyde, waarvan de gemiddelde diameter
30 meter kleiner is dan 25 μm , door malen van een grof hydroxyde in aanwezigheid van een organisch zuur. Hoewel een dergelijke werkwijze toegepast kan worden voor de vorming van een aluminiumhydroxyde met een gemiddelde diameter van meer dan 15 μm ,
aangezien het energieverbruik en de technologische investering
35 redelijk blijven, is de toepassing van een dergelijke methode zodra men een aluminiumhydroxyde met een veel kleinere gemiddelde diameter, zoals tussen 15 en 1 μm wenst te verkrijgen, destemee-
r kostbaar naarmate de gewenste gemiddelde diameter geringer is, aangezien een dergelijke wijze dan leidt tot een
40 zeer snelle vergroting van de maalcapaciteit en het energie-

verbruik.

De tweede groep, die gebruik maakt van chemische hulpmiddelen, omvat werkwijzen met het doel om een aluminiumtrihydroxyde met een geregelde korrelgrootte-verdeling te verkrijgen, waarbij de ontleding van de oververzadigde natriumaluminaatoplossingen uitgevoerd worden in aanwezigheid van zeer fijn aluminiumtrihydroxyde, dat de rol van entstof speelt, waarvan de afmeting van de deeltjes tijdens de verschillende precipitatietrappen zal toenemen.

10 Volgens een eerste werkwijze met verscheidene trappen, die beschreven is in het Franse octrooischrift 1.290.582, bereiden men eerst het entmateriaal bestaande uit aluminiumtrihydroxyde met zeer fijne en regelmatige korrels en gebruikt men vervolgens dit entmateriaal voor de ontleding van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing in opeenvolgende trappen. De bereiding van het entmateriaal wordt uitgevoerd door plotselinge en ruwe verdunning van een sterk geconcentreerde natriumaluminaatoplossing met een molaire verhouding van $\text{Na}_2\text{O}/\text{Al}_2\text{O}_3$ zo dicht mogelijk bij één, waardoor aldus een sterke oververzadiging van het aluminiumtrihydroxyde wordt veroorzaakt, dat zich in de vorm van een gel afscheidt. Dit gel bestaat uit met water gezwollen bolvormige deeltjes, die talrijke microscopische kiemen van aluminiumoxyde met een gemiddelde diameter tussen 0,3 en 0,5 μm bevatten.

25 Zodra het entmateriaal met zeer kleine korrels is bereid, bezit het de vorm van een waterige suspensie in de moederoplossing, waarin trapsgewijze de te ontleden oververzadigde waterige natriumaluminaatoplossing wordt gebracht, waarbij elke toevoeging wordt gevolgd door verscheidene uren roeren. Dit roeren wordt na de laatste toevoeging van de te ontleden oplossing voortgezet tot de ontleding is voltooid.

Volgens een andere, in het Franse octrooischrift 1.525.133 beschreven werkwijze wordt eerst een zeer fijn en zeer actief primair entmateriaal van aluminiumtrihydroxyde bereid door ontleding van een verdunde natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van een geringe hoeveelheid van een aluminiumoxydegel, dat bereid is door neutralisatie van een natriumaluminaatoplossing met behulp van een anorganisch zuur, wordt daarna dit primaire entmateriaal toegepast voor het ontleden van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing, wordt vervolgens het ge-

precipiteerde aluminiumtrihydroxyde gescheiden en toegepast als entmateriaal voor het ontleden van een andere oververzadigde natriumaluminaatoplossing en wordt deze werkwijze ten slotte herhaald totdat de deeltjes van het geprecipiteerde aluminiumtrihydroxyde de gewenste afmeting bereikt hebben.

Laatste, in het Franse octrooischrift 2.041.750 beschreven werkwijze, wordt eerst een zeer fijne entstof bereid door carbonatering van een natriumaluminaatoplossing bij geregelde temperatuur tot volledige neutralisatie, waardoor de vorming van een aluminiumoxydegel wordt veroorzaakt, en wordt de omzetting van het aluminiumoxydegel in een stabiele kristallijne fase tot stand gebracht door dit gel te suspenderen in een oververzadigde natriumaluminaatoplossing, waarbij de suspensie gedurende een voldoende lange tijd geroerd wordt, en wordt de entstof vervolgens toegepast voor de bereiding van een aluminiumtrihydroxyde met een gewenste korrelgrootte door ontleding van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing.

Aldus blijkt uit de verschillende publikaties, waarin gebruik gemaakt wordt van chemische hulpmiddelen, dat de voorgestelde werkwijzen voor de vorming van een aluminiumtrihydroxyde met een geregelde korrelgrootte door precipitatie uitgaande van een warme oververzadigde natriumaluminaatoplossing, gebruik maken van de bereiding van een aluminiumoxydegel en de omzetting daarvan in een stabiele kristallijne fase, waarvan de afmeting van de aluminiumhydroxydedeeltjes tijdens de verschillende precipitatie-trappen zal toenemen. De deskundige moet echter constateren dat de voorgestelde werkwijze onvolledige en weinig bevredigende oplossingen geven, aangezien ze leiden tot de vorming van aluminiumtrihydroxydedeeltjes, waarvan de afmeting onvoldoende geregeld is tengevolge van de slechte reproduceerbaarheid van de eigenschappen van het gel en de geringe stabiliteit van het gel in verloop van de tijd. Gedwongen door de eerder genoemde bezwaren heeft aanvraagster door voortzetting van haar onderzoeken een werkwijze voor de vorming van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot 100 μm door ontleden onder verwarming van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van een entstof zonder de eerder genoemde bezwaren gevonden en uitgewerkt. De werkwijze volgens de uitvinding voor het verkrijgen van aluminiumtrihydroxyde met

8303591

een naar wens geregelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot 100 μm is gekenmerkt, doordat men in een eerste trap aluminiumtrihydroxyde onderwerpt aan een maalbewerking tot een gemalen aluminiumtrihydroxyde met een door het malen ontwikkeld specifiek oppervlak BET van tenminste 1 m^2/g is verkregen, vervolgens het gemalen trihydroxyde in een warme fraktie van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing brengt in een zodanige hoeveelheid, dat het totale oppervlak van het toegevoegde gemalen trihydroxyde tenminste 10 m^2/l van de fraktie bedraagt, en men de aldus gevormde suspensie roert gedurende een tijd, die leidt tot de precipitatie van tenminste 10 gew% van het in de oververzadigde natriumaluminaatoplossing aanwezige aluminiumoxyde in de vorm van deeltjes van aluminiumtrihydroxyde, die een hulp-kiemstof vormen, en men in een tweede trap de ontleding van de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van de hulp-kiemstof uitvoert, welke ontleding leidt tot de precipitatie van het aluminiumtrihydroxyde met de gewenste gemiddelde diameter, door de gevormde suspensie te roeren totdat een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O van ten hoogste 0,8 is verkregen.

Ter vergemakkelijking van de hierna volgende beschrijving van de uitvinding is het noodzakelijk om erop te wijzen, dat de concentratie aan caustisch Na_2O in g/l van de natriumaluminaatoplossing zoals bekend de totale hoeveelheid in de oplossing aanwezig Na_2O in de gebonden vorm van natriumaluminaat en de vrije vorm van natriumhydroxyde uitdrukt.

Tijdens onderzoeken bij een poging om de bekende werkwijze onder toepassing van aluminiumoxydegel te verbeteren heeft Aanvraagster getracht om dit gel te vervangen door vooraf gemalen aluminiumtrihydroxyde. Daarbij werd met grote belangstelling waargenomen, dat de toevoeging van dit gemalen aluminiumtrihydroxyde aan een oververzadigde natriumaluminaatoplossing de precipitatie van een aluminiumtrihydroxyde veroorzaakte, waarvan de gemiddelde diameter aanzienlijk kleiner was dan de gemiddelde diameter van het toegevoegde gemalen aluminiumtrihydroxyde, terwijl met het oog op de stand der techniek een vergroting van de gemiddelde diameter verwacht werd. Vanaf dit tijdstip heeft Aanvraagster door verdere onderzoeken de draagwijdte van deze waarneming willen verifiëren en hiertoe bij nieuwe proeven het gemalen aluminiumtrihydroxyde vervangen door een

8303591

geprecipiteerd aluminiumtrihydroxyde met dezelfde gemiddelde diameter en kwasi identieke verdeling. Daarbij werd waargenomen, dat in het laatste geval evenals bij de bekende werkwijzen een aanzienlijke toename van de gemiddelde diameter van het
5 geprecipiteerde aluminiumtrihydroxyde optrad.

Aldus heeft men kunnen constateren, dat de toepassing van het gemalen aluminiumtrihydroxyde bij de ontleding van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing een zeer verschillend gedrag vertoonde van dat van een niet gemalen aluminiumtrihydroxyde met dezelfde korrelgrootte.
10

Vanaf dat tijdstip heeft aanvraagster bij verdere doorvoering van het onderzoek als hulp-kiemstof gebruik gemaakt van het bij de ontleding van een natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van gemalen aluminiumtrihydroxyde geprecipiteerde
15 produkt en waargenomen, dat een precipitaat van aluminiumtrihydroxyde met een geregelde korrelgrootte verkregen kon worden door de ontleding van een natriumaluminaatoplossing uit te voeren in aanwezigheid van deze hulp-kiemstof.

Tenslotte heeft Aanvraagster voor een betere kennis van de
20 parameters, die zich voordoen bij de werkwijze volgens de uitvinding, de onderzoekingen voltooid om de meest gunstige omstandigheden voor het verkrijgen van een aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde korrelgrootte te vinden.

Het door het malen ontwikkelde specifieke oppervlak BET
25 wordt gegeven door het verschil tussen het specifieke oppervlak van het gemalen aluminiumtrihydroxyde en het specifieke oppervlak van dit aluminiumtrihydroxyde voordat het aan de maalbewerking is onderworpen. Zoals reeds uiteengezet is, moet het tijdens het malen van het aluminiumtrihydroxyde ontwikkelde
30 specifieke oppervlak BET tenminste gelijk zijn aan één m^2/g . Het specifieke oppervlak ligt in het algemeen tussen 2 en 20 m^2/g en bij voorkeur tussen 3 en 8 m^2/g .

Het met behulp van elk bekend apparaat uitgevoerde malen van het aluminiumtrihydroxyde kan droog uitgevoerd worden, doch
35 het kan gewenst blijken om het in vloeibare fase uit te voeren. In het laatste geval is de voor het suspenderen van het trihydroxyde toegepaste vloeibare fase een waterig milieu, dat water kan zijn.

De volgens de werkwijze der uitvinding behandelde oververzadigde natriumaluminaatoplossing is in het algemeen afkomstig
40

8303591

van de basische aantasting onder verwarmen van een aluminiumhoudend materiaal, zoals bauxiet volgens het Bayer-procédé, dat uitgebreid in de specialistische literatuur beschreven en de deskundige wel bekend is. Deze oplossing kan echter tevens
5 van synthetische oorsprong zijn. Ongeacht de oorsprong bezit de oververzadigde natriumaluminaatoplossing in het algemeen een concentratie aan caustisch Na_2O tussen 50 en 200 g en bij voorkeur tussen 90 en 170 g $\text{Na}_2\text{O}/\text{l}$ van de te ontleden natriumaluminaatoplossing.

10 Bovendien is het gewenst dat deze oververzadigde natriumaluminaatoplossing een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O tussen 0,8 en 1,3 en in het bij voorkeur tussen 1,0 en 1,2 bezit.

Volgens de eerste trap van de werkwijze vormt de fraktie
15 van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing, waarin het gemalen aluminiumtrihydroxyde wordt gebracht, ten hoogste 90 vol% en bij voorkeur 5 tot 50 vol% van de totale hoeveelheid van de te ontleden oplossing.

Voorts is de volgens bekende methoden gemalen en tijdens
20 de eerste trap in de fraktie van de te ontleden oververzadigde natriumaluminaatoplossing toegevoegde hoeveelheid aluminiumtrihydroxyde zodanig, dat het totale oppervlak van het gemalen en in de oplossing gebrachte aluminiumtrihydroxyde tussen 20 en 400 m^2/l en bij voorkeur tussen 40 en 150 m^2/l van de over-
25 verzadigde natriumaluminaatoplossing ligt.

Zodra het gemalen aluminiumtrihydroxyde in een geschikte hoeveelheid in de warme fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing is gebracht, wordt de aldus gevormde suspensie geroerd en gedurende een zodanige tijd in deze toestand
30 gehouden, dat in het algemeen 15 tot 75 gew% en bij voorkeur 40 tot 60 gew% van het in de oververzadigde natriumaluminaatoplossing aanwezige aluminiumoxyde neerslaat in de vorm van aluminiumtrioxydedeeltjes, die de hulp-kiemstof vormen.

De waterige suspensie van de hulp-kiemstof kan eventueel
35 onderworpen worden aan een vloeistof-vaste-stof-scheiding, waarbij de vaste fase afgezonderd wordt met het oog op zijn gebruik in de tweede trap van de werkwijze.

Volgens de tweede trap van de werkwijze wordt de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing,
40 die niet aan de eerste trap is onderworpen, ontleed in aanwe-

zigheid van de hulp-kiemstof, die hetzij in vaste vorm, na uitvoering van de vloeistof-vastestof-scheiding aan het einde van de eerste trap, hetzij in de vorm van de gewonnen waterige suspensie van de hulp-kiemstof voordat de scheiding is uitge-
5 voerd, wordt toegevoegd.

Deze ontleding vindt plaats onder roeren van het milieu en wordt voortgezet tot een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O van in het algemeen tussen 0,75 en 0,40 en bij voorkeur tussen 0,70 en 0,45 is verkregen.

10 Bij de tweede trap kan het contact tussen de hulp-kiemstof en de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaat-oplossing voor het tot stand brengen van de suspensie en de uitvoering van de ontleding uitgevoerd worden door ofwel de totale hoeveelheid van de resterende fraktie in één enkele
15 keer ofwel gedeelten van de resterende fraktie in tenminste twee keer toe te voegen.

Aldus leidt de ontleding van de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing tijdens de tweede trap van de werkwijze volgens de uitvinding in aanwezigheid van de
20 hulp-kiemstof afkomstig van de eerste trap na afloop van deze twee trappen tot de precipitatie van aluminiumtrihydroxyde met de gewenste gemiddelde diameter.

De ontleding van de frakties van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing in de ene en de andere trap van de werkwijze
25 wordt uitgevoerd bij een temperatuur van in het algemeen 30 tot 80°C , bij voorkeur 45 tot 65°C .

In de praktijk worden de twee trappen van de werkwijze voor het verkrijgen van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens ge-
regelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot $100\ \mu\text{m}$ op
30 de volgende wijze uitgevoerd:

a) In de eerste trap:

a-1 Men onderwerpt aluminiumtrihydroxyde aan een maalbe-
werking tot een gemalen aluminiumtrihydroxyde met een door het malen ontwikkeld specifiek oppervlak BET van tenminste $1\ \text{m}^2/\text{g}$
35 is verkregen.

a-2 Men brengt het gemalen aluminiumtrihydroxyde in een warme fraktie van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing in een zodanige hoeveelheid, dat het totale oppervlak van het toegevoegde trihydroxyde tenminste $10\ \text{m}^2/\text{l}$ van de te ontleden
40 oververzadigde aluminaatoplossing bedraagt.

8303591

a-3. Men roert de in a-2 gevormde suspensie gedurende een zodanige tijd, dat tenminste 10 gew% van het in de aluminaat-oplossing aanwezige aluminiumoxyde neerslaat in de vorm van aluminiumtrihydroxyde, dat de hulp-kiemstof vormt.

5 b) In de tweede trap:

b-1. Men brengt de bij de behandeling a-3 verkregen hulp-kiemstof in contact met de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing.

b-2. Vervolgens voert men de ontleding onder verwarming
10 van de resulterende oververzadigde natriumaluminaat-fraktie in aanwezigheid van de kiemstof uit door de suspensie van b-1 te roeren tot een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O van ten hoogste 0,8 is verkregen, waarbij de ontleding leidt tot de precipitatie van het aluminiumtrihydroxyde met de gewenste gemiddelde diameter.
15

De werkwijze volgens de uitvinding voor het verkrijgen van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde gemiddelde diameter volgens twee trappen, de ene voor de bereiding van een hulp-kiemstof en de andere voor de ontleding van een
20 oververzadigde natriumaluminaatoplossing in de aanwezigheid van deze kiemstof, kan zowel continu als discontinu uitgevoerd worden. De hoofdkenmerken van de uitvinding zullen duidelijker naar voren gebracht worden door de volgende voorbeelden:

Voorbeeld I.

25 Dit voorbeeld licht de mogelijkheid toe om volgens de uitvinding aluminiumtrihydroxydedeeltjes met een naar wens geregelde gemiddelde diameter te vormen door toepassing van verschillende hoeveelheden hulp-kiemstof bij de ontleding van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing.

30 Hiertoe neemt men in de eerste trap van de werkwijze volgens de uitvinding een monster industrieel aluminiumtrihydroxyde, dat verkregen is door basische aantasting van een bauxiet volgens het Bayer-procédé. Vervolgens bereidt men voor de uitvoering van de nabewerking een waterige oplossing van
35 dit aluminiumtrihydroxyde met 350 g droog materiaal per liter.

Men voert het malen uit met behulp van een apparaat van bekend type bestaande uit een cilinder met een horizontale rotatie-as en een bruikbare diameter van 100 mm, waarvan de maalmiddelen bestaan uit stalen bolletjes. Men maalt derhalve
40 1 liter van de eerder beschreven suspensie met behulp van twee

8303591

kg bolletjes met een diameter van 9 mm en 1 kg bolletjes met een diameter van 6 mm.

Na 10 uur malen verkrijgt men gemalen deeltjes van aluminiumtrihydroxyde met een BET oppervlak van $8,6 \text{ m}^2/\text{g}$ gemeten volgens de in de normen AFNOR NF X 11-621 en X 11-622 beschreven methode, terwijl het aluminiumtrihydroxyde vóór het malen een BET oppervlak van $0,10 \text{ m}^2/\text{g}$ bezat.

Hierna gebruikt men voor de bereiding van de hulp-kiemstof een oververzadigde natriumaluminaatoplossing afkomstig van het Bayer-procédé met de volgende samenstelling:

Al_2O_3	:	176 g/l
caustisch Na_2O	:	160 g/l
Verhouding Al_2O_3 /caustisch Na_2O	:	1,1
Gecarbonateerd	:	14 g/l
15 organische koolstof	:	7 g/l
Cl	:	9 g/l

Men brengt aldus 3 l van deze oplossing in een geschikt reaktievat en voegt 45 g gemalen aluminiumtrihydroxyde (in de vorm van een suspensie in water) toe, zodat men beschikt over 20 15 g gemalen aluminiumtrihydroxyde per liter van de ontleden oververzadigde natriumaluminaatoplossing. Men roert de aldus verkregen suspensie met een roerder met verticale as en brede schoepen met een omwentelingssnelheid van 60 toeren per minuut. Men houdt de temperatuur van de suspensie gedurende de gehele 25 ontledingsbewerking, die 48 uur duurt, op 60°C .

Na afloop van de ontleding bedraagt de gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O 0,6, hetgeen aangeeft, dat 45% van het aluminiumoxyde in oplossing neergeslagen is.

Het na afloop van deze eerste trap gewonnen en vervolgens 30 gewassen en gedroogde aluminiumtrihydroxyde vormt de in de tweede trap van de werkwijze toegepaste hulp-kiemstof en bezit een gemiddelde diameter van $1,8 \mu\text{m}$, die gemeten wordt volgens de "granulometrie met laser" genaamde methode met behulp van een CILAS 715 apparaat.

35 In de tweede trap van de werkwijze volgens de uitvinding voert men in aanwezigheid van de eerder genoemde hulp-kiemstof de ontleding van de eerder genoemde natriumaluminaatoplossing afkomstig van het Bayer-procédé uit onder toepassing van dezelfde apparatuur en dezelfde experimentele omstandigheden met 40 betrekking tot roersnelheid, temperatuur en tijd als in de

8303591

eerste trap van de werkwijze.

Vijf elk op twee liter van de oververzadigde natriumaluminatoplossing uitgevoerde ontledingsproeven zijn uitgevoerd in aanwezigheid van de in toenemende hoeveelheid toegevoegde 5 hulp-kiemstof.

Na afloop van de ontleding werd het bij elke proef gewonnen aluminiumtrihydroxyde gewassen, gedroogd en onderworpen aan de bepaling van de gemiddelde diameter met behulp van de "granulometrie met laser" methode.

10 Alle resultaten zijn vermeld in de onderstaande tabel A.

Tabel A.

	Hoeveelheid hulpkiemstof in g/l van de te ontleden oplossing	Gemiddelde diameter van het geproduceerde aluminiumtrihydroxyde
15 Proef 1	5	38,0
" 2	15	12,2
" 3	25	7,5
" 4	35	5,0
" 5	55	4,0

20 Aldus hangt de gemiddelde diameter van het na afloop van de twee trappen van de werkwijze gewonnen aluminiumtrihydroxyde af van de bij de tweede ontledingstrap toegepaste hoeveelheid hulp-kiemstof.

Voorbeeld II.

25 Dit voorbeeld toont de mogelijkheid om naar wens volgens de werkwijze der uitvinding aluminiumtrihydroxyde met een grote gemiddelde diameter (grof produkt) te vormen.

In de eerste trap van de werkwijze volgens de uitvinding neemt men een monster industrieel aluminiumtrihydroxyde afkomstig van de basische aantasting van een bauxiet volgens het Bayer-procédé. Vervolgens bereidt men voor het uitvoeren van de maalbewerking een waterige suspensie van het aluminiumtrihydroxyde met 350 g droog materiaal per liter. Men voert de maalbewerking uit in hetzelfde apparaat en op dezelfde wijze als in 35 voorbeeld I. Men onderwerpt derhalve 1 liter van de eerder beschreven suspensie aan een maalbewerking met behulp van 2 kg bolletjes met een diameter van 9 mm en 1 kg bolletjes met een diameter van 6 mm. Na 1 uur en 30 min. malen verkrijgt men gemalen deeltjes van aluminiumtrihydroxyde met een BET oppervlak 40 van $2,6 \text{ m}^2/\text{g}$, terwijl het aluminiumtrihydroxyde voor het malen

8303591

een BET oppervlak van $0,1 \text{ m}^2/\text{g}$ bezat.

Vervolgens gebruikt men voor de bereiding van de hulp-kiemstof en van het Bayer-procédé afkomstige oververzadigde natriumaluminaatoplossing met dezelfde samenstelling als beschreven in voorbeeld I. Men brengt dan 2 liter van deze oplossing in een geschikt reaktievat en voegt 30 g van het gemalen aluminiumtrihydroxyde (in de vorm van een suspensie in water) toe, zodat men beschikt over 15 g gemalen aluminiumtrihydroxyde per liter van de te ontleden oververzadigde natriumaluminaatoplossing. Men roert de aldus verkregen suspensie met behulp van een roerder met verticale as en brede bladen met een omwentelingssnelheid van 60 toeren/min. Men houdt de temperatuur van de suspensie tijdens de gehele ontledingsbewerking, die 48 uur duurt, op 60°C .

Na afloop van de ontleding bedraagt de gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O 0,65, hetgeen aangeeft, dat 41% van het aluminiumoxyde in oplossing is neergeslagen.

Het gewonnen aluminiumtrihydroxyde, dat de in de tweede trap toegepaste hulp-kiemstof vormt, bezit een gemiddelde diameter van $3,9 \mu\text{m}$.

In de tweede trap van de werkwijze volgens de uitvinding voert men de ontleding van een natriumaluminaatoplossing van dezelfde oorsprong en met dezelfde samenstelling als in voorbeeld I uit in aanwezigheid van de van de eerste trap afkomstige hulp-kiemstof, die toegepast wordt in een hoeveelheid van 5 g/l van de oplossing.

Men voert de ontleding uit op een volume van 2 liter van de oplossing in dezelfde apparatuur en onder dezelfde uitvoeringsomstandigheden met betrekking tot de roersnelheid, temperatuur en tijd als in de eerste trap van de werkwijze. Na afloop van deze tweede trap bedraagt de verhouding tussen de massa van het gewonnen, gewassen en gedroogde aluminiumtrihydroxyde en de massa van het gemalen en in de eerste trap van de werkwijze toegepaste aluminiumtrihydroxyde 170. Daarnaast onderwerpt men het na afloop van de tweede trap gewonnen aluminiumtrihydroxyde aan een bepaling van de gemiddelde diameter volgens de "granulometrie met laser" methode, die eerder toegepast is voor het gemalen aluminiumtrihydroxyde en de na afloop van de eerste trap gewonnen hulp-kiemstof, teneinde een vergelijkende analyse van de resultaten uit te voeren.

8303501

De resultaten van de analyses van de korrelgrootten van het aluminiumtrihydroxyde na malen, na de eerste ontleding (hulp-kiemstof) en na de tweede ontleding zijn verzameld in de hierna volgende tabel B.

5

Tabel B

Diameter(μ m)	Gemalen aluminium-trihydroxyde: % minder dan A	Hulpkiemstof: % minder dan A	Geproduceerd aluminiumtrihydroxyde: % minder dan A	
10	1	4,4	11,5	1,3
	2	10,6	27,6	1,9
	3	16,7	42,3	2,3
	4	22,8	52,2	3,0
	6	33,5	59,9	4,2
	8	43,3	63,5	5,6
15	12	61,0	71,3	7,9
	16	73,0	78,7	8,9
	24	85,0	87,6	9,0
	32	91,0	92,5	14,0
	48	96,0	95,7	38,0
20	64	98,0	98,0	57,0
	96	100,0	100,0	75,0
	128	100,0	100,0	90,0
25	Gemiddelde diameter d_{50} (μ m)			
	10	3,9	58	

Deze tabel toont derhalve, dat de gemiddelde diameter van de in de tweede trap toegepaste hulp-kiemstof kleiner is dan de gemiddelde diameter van het gemalen produkt, dat leidt tot het verkrijgen van de hulp-kiemstof. Bovendien toont deze tabel dat het mogelijk is om naar wens een aluminiumtrihydroxyde met een grote diameter te verkrijgen.

Voorbeeld III.

Dit voorbeeld licht de mogelijkheid toe om naar wens volgens de werkwijze der uitvinding aluminiumtrihydroxyde met een kleine gemiddelde diameter te verkrijgen.

In de eerste trap van de werkwijze volgens de uitvinding gebruikt men een industrieel aluminiumtrihydroxyde afkomstig van het Bayer-procédé. Vervolgens bereidt men voor het uitvoeren van de maalbewerking een waterige suspensie van dit aluminiumtrihydroxyde met 350 g droog materiaal per liter.

8303591

Men voert de maalbewerking uit met behulp van dezelfde
apparatuur en op dezelfde wijze als in voorbeeld I. Na 3 uur
malen verkrijgt men gemalen aluminiumtrihydroxydedeeltjes
met een BET oppervlak van $4 \text{ m}^2/\text{g}$, terwijl het aluminiumtri-
5 hydroxyde voor de maalbewerking een BET oppervlak van $0,1 \text{ m}^2/\text{g}$
bezat. Hierna gebruikt men voor de bereiding van de hulp-kiem-
stof een van het Bayer-procédé afkomstige oververzadigde na-
triumaluminaatoplossing met dezelfde samenstelling als beschre-
ven in voorbeeld I. Men brengt 2 liter van deze oplossing en
10 36 g gemalen aluminiumtrihydroxyde (in de vorm van een suspen-
sie in water) in een reaktievat, zodat men beschikt over 18 g
gemalen aluminiumtrihydroxyde per liter te ontleden overver-
zadigde natriumaluminaatoplossing. Men roert de aldus verkre-
gen suspensie met behulp van een roerder met verticale as en
15 brede schoepen met een omwentelingssnelheid van 60 toeren/min.
Men houdt de temperatuur van de oplossing gedurende de gehele
ontledingsbewerking, die 48 uren duurt, op 60°C .

Na afloop van de ontleding bedraagt de gewichtsverhouding
van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O 0,62, hetgeen derhalve
20 aangeeft dat 43% van het aluminiumoxyde in oplossing is neer-
geslagen. Het gevormde aluminiumtrihydroxyde vormt de in de
tweede trap van de werkwijze toegepaste hulp-kiemstof en be-
zit een gemiddelde diameter van $1,9 \mu\text{m}$.

In de tweede trap van de werkwijze der uitvinding voert
25 men de ontleding van een natriumaluminaatoplossing van dezelf-
de oorsprong en met dezelfde samenstelling als in voorbeeld I
in aanwezigheid van 70 g hulp-kiemstof per liter van de te
ontleden oververzadigde natriumaluminaatoplossing uit.

Hiertoe voegt men 52 vol% van de van de eerste trap af-
30 komstige suspensie van de hulp-kiemstof toe aan 2 liter van
de in voorbeeld I beschreven oververzadigde natriumaluminaat-
oplossing, waarvan de temperatuur 50°C bedraagt. Men voert de
ontleding uit in dezelfde apparatuur en onder dezelfde uitvoe-
ringsomstandigheden met betrekking tot de roersnelheid en de
35 tijd als in de eerste trap van de werkwijze. Na afloop van
deze tweede trap bedraagt de verhouding tussen de massa van het
gewonnen, gewassen en gedroogde aluminiumtrihydroxyde en de
massa van het gemalen en in de eerste trap toegepaste aluminium-
trihydroxyde 25.

40 Daarnaast onderwerpt men het na afloop van de tweede trap
gewonnen aluminiumtrihydroxyde aan een bepaling van de gemid-

8303591

delde diameter door middel van de "granulometrie met laser" methode, die eveneens toegepast is voor het gemalen aluminium-trihydroxyde en de na afloop van de eerste trap gewonnen hulp-kiemstof om een vergelijkende analyse van de resultaten uit te voeren.

De resultaten van de analyses van de korrelgrootten van het aluminiumtrihydroxyde na malen, na de eerste ontleding (hulp-kiemstof) en na de tweede ontleding zijn verzameld in de hierna volgende tabel C.

Tabel C.				
	Diameter(μm)	Gemalen aluminium-trihydroxyde: % minder dan A	Hulpkiemstof: % minder dan A	Geproduceerd aluminiumtrihydroxyde: % minder dan A
10	1	5,9	23,5	10,9
	2	14,8	52,3	20,7
	3	24,5	68,0	33,4
	4	33,7	76,5	49,9
	6	49,3	83,1	76,8
15	8	61,4	86,9	90,0
	12	79,2	92,6	97,9
	16	89,2	95,6	100
	24	95,9	96,8	100
	32	98,3	97,0	100
20	48	99,7	97,6	100
	64	100	98,0	100
	96	100	100	100
	128	100	100	100
	Gemiddelde diameter d_{50}			
30	(μm)	6,1	1,9	4

Aldus toont deze tabel de ontwikkeling van de gemiddelde diameter van het gemalen aluminiumtrihydroxyde, de verkregen hulp-kiemstof en het na afloop van de tweede trap van de werkwijze verkregen aluminiumtrihydroxyde.

35 Bovendien bevestigt deze tabel dat een eindprodukt met een geringe gemiddelde diameter naar wens wordt verkregen door een grote hoeveelheid hulp-kiemstof in de tweede trap van de werkwijze toe te passen.

Voorbeeld IV.

40 Dit voorbeeld licht de mogelijkheid toe om naar wens alu-

miniumtrihydroxyde te vormen, waarvan de deeltjes niet alleen een geregelde gemiddelde diameter bezitten, doch waarvan de diameters van de deeltjes tevens een geringe spreiding vertonen.

5 In de eerste trap van de werkwijze volgens de uitvinding gebruikt men een van het Bayer-procédé afkomstig industrieel aluminiumtrihydroxyde. Vervolgens bereidt men voor het uitvoeren van de maalbewerking een waterige suspensie van het aluminiumtrihydroxyde met 350 g droog materiaal per liter. Men
10 voert de maalbewerking uit met behulp van dezelfde apparatuur en op dezelfde wijze als in de voorafgaande voorbeelden.

Na 3 uur malen verkrijgt men gemalen aluminiumtrihydroxydedeeltjes met een BET oppervlak van $4 \text{ m}^2/\text{g}$, terwijl het aluminiumtrihydroxyde vóór het malen ^{een}BET oppervlak van 0,10
15 m^2/g bezat.

Hierna gebruikt men voor de bereiding van de hulp-kiemstof een van het Bayer-procédé afkomstige oververzadigde natriumaluminaatoplossing met dezelfde samenstelling als in voorbeeld I. De hoeveelheid gemalen aluminiumtrihydroxyde, die
20 in de natriumaluminaatoplossing wordt gebracht, bedraagt 15 g/l, terwijl de temperatuursomstandigheden (60°C) en de tijd (48 uur) hetzelfde zijn als in voorbeeld I.

Na afloop van de ontleding bedraagt de gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O 0,62, hetgeen derhalve
25 betekent, dat 43% van het aluminiumoxyde in oplossing is neergeslagen.

Het gevormde aluminiumtrihydroxyde vormt de in de tweede trap van de werkwijze toegepaste hulp-kiemstof en bezit een gemiddelde diameter van $2 \mu\text{m}$.

30 In de tweede trap van de werkwijze volgens de uitvinding voert men onder roeren de ontleding van een natriumaluminaatoplossing met dezelfde oorsprong en dezelfde samenstelling als in voorbeeld I in aanwezigheid van de hulp-kiemstof uit. Hier-
toe voegt men aan de van de eerste trap afkomstige suspensie
35 van hulp-kiemstof een hoeveelheid van de in voorbeeld I beschreven oververzadigde natriumaluminaatoplossing van 18 maal het volume van de suspensie van de kiemstof toe, waarbij deze toevoeging in drie perioden van elk 24 uur wordt uitgevoerd. De hoeveelheid van de tijdens elke periode toegevoegde oplos-
40 sing bedraagt 15, 30 en 55 vol% van de totale hoeveelheid van

8303591

de toe te voegen oververzadigde aluminaatoplossing.

Men voert de ontleding uit in een overeenkomstig apparaat, dat 15 maal zo groot is als het in de eerste trap toegepaste apparaat en onder toepassing van dezelfde overige uitvoeringsomstandigheden met betrekking tot temperatuur en tijd als in de eerste trap van de werkwijze.

Na afloop van deze tweede trap onderwerpt men het verkregen aluminiumtrihydroxyde aan een bepaling van de gemiddelde diameter door de "granulometrie met laser" methode, waarvan de resultaten vermeld zijn in de hierna volgende tabel D, evenals de resultaten met betrekking tot een produkt met dezelfde gemiddelde diameter, dat tijdens de tweede ontleding verkregen is door de oververzadigde natriumaluminaatoplossing in 1 x toe te voegen aan de suspensie van de hulp-kiemstof.

Tabel D.

		% Minder dan A	
Diameter: (μm)		Gevormd aluminiumtrihydroxyde door toevoeging van de natriumaluminaatoplossing in 3 keer	Gevormd aluminiumtrihydroxyde door toevoeging van de natriumaluminaatoplossing in 1 keer
20	1	3,2	3,2
	2	3,2	4,4
	3	3,2	5,0
	4	3,7	6,1
	6	4,7	7,3
25	8	4,8	8,5
	12	7,1	16,9
	16	18,3	29,6
	24	54,1	57,3
	32	82,9	77,5
30	48	100	90,5
	64	100	93,5
Gemiddelde diameter d_{50} in μm		23	21,6
Spreiding :			
35 $e = \frac{d_{75} - d_{25}}{d_{50}}$		0,5	0,76

Aldus toont deze tabel, dat men een nauwer begrensde korrelgrootte verkrijgt door de toevoeging van de natriumaluminaat-

8303591

oplossing in verscheidene malen uit te voeren, in het bijzonder bij beschouwing van de spreidingsparameter "e", die de verhouding van het verschil van de diameter d_{75} en de diameter d_{25} tot de gemiddelde diameter d_{50} is.

5 Voorbeeld V.

Dit voorbeeld licht de industriële vorming van aluminium-trihydroxyde met een naar wens geregelde deeltjesgrootte door toepassing van de werkwijze in twee trappen volgens de uitvinding toe, d.w.z. door ontleding van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing in aanwezigheid van een hulp-kiemstof.

In de eerste trap van de werkwijze gebruikt men volgens het Bayer-procédé verkregen industrieel aluminiumtrihydroxyde, dat men onderwerpt aan een maalbewerking in een vibrerende maalinrichting van een bekend type (PALLA U 20 van Humbolt), waarbij men een suspensievolume overeenkomende met 20 kilo droog materiaal per uur behandelt. Deze maalbewerking leidt tot de vorming van een gemalen hydraat met een door het malen ontwikkeld BET oppervlak van $4 \text{ m}^2/\text{g}$.

20 Hierna maakt men voor de bereiding van de hulp-kiemstof gebruik van een bak van 160 m^3 voorzien van een roerder met verticale as en een roersnelheid van 7 omw/min., die in staat is om een suspensie, die een gering gedeelte van het totale volume van de bak in beslag neemt, te roeren. Daarnaast ont-
25 trekt men de te ontleden oververzadigde natriumaluminaatoplossing aan de kringloop van een Bayer-fabriek, waarbij de concentratie aan Al_2O_3 165 g/l bedraagt, terwijl de concentratie aan caustisch Na_2O 150 g/l is, waardoor een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O van 1,1 wordt
30 verkregen.

Men brengt dan in de eerder genoemde bak 33 m^3 van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing, terwijl de temperatuur van het milieu op 55°C wordt geregeld. Vervolgens voert men eveneens door middel van een pomp 500 kg gemalen aluminium-trihydroxyde gesuspenderd in 1 m^3 water toe, waardoor de hoeveelheid gemalen aluminiumtrihydroxyde dan 15 g/l bedraagt.
35 Na 40 uur op 55°C bedraagt de gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O 0,57. Het gehalte aan droog materiaal bedraagt 137 g/l geprecipiteerd aluminiumtrihydroxyde en de gemiddelde diameter van deze hulp-kiemstof bedraagt $2,2 \mu\text{m}$.

8303591

In de tweede trap van de werkwijze der uitvinding voegt men aan de in de eerste trap verkregen suspensie 120 m³ van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing met een temperatuur van 60°C toe. Men houdt het aldus verkregen milieu 40 uur bij 5 deze temperatuur en onder roeren. Aan het einde van deze tweede trap bedraagt de gewichtsverhouding van opgelost Al₂O₃ tot caustisch Na₂O 0,635.

De korrelgrootte-verdeling van het gerede produkt is als volgt:

10 μ m	1	2	3	4	6	8	12	16
% door- gaand	10	14	15	22	41	64	90	100

Deze korrelgrootte-verdeling levert een gemiddelde diameter van 7,2 μ m en een geringe spreiding van de diameters rond 15 deze waarde.

- C o n c l u s i e s -

C o n c l u s i e s

=====

1. Werkwijze voor de vorming van aluminiumtrihydroxyde met een naar wens geregelde gemiddelde diameter in het gebied van 2 tot 100 μm , met een eenvormige verdeling met geringe spreiding, waarbij men onder verwarmen de ontleding van een oververzadigde natriumaluminaatoplossing uitvoert in aanwezigheid van een uit aluminiumtrihydroxyde bestaande entstof, vervolgens de verkregen vaste en vloeibare fase scheidt en de uit geprecipiteerd aluminiumtrihydroxyde bestaande vaste fase wint, m e t h e t k e n m e r k, dat men in een eerste trap aluminiumtrihydroxyde onderwerpt aan een maalbewerking tot een gemalen aluminiumtrihydroxyde met een door het malen ontwikkeld specifiek oppervlak BET van tenminste $1 \text{ m}^2/\text{g}$ is verkregen, vervolgens het gemalen trihydroxyde in een warme fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing brengt in een zodanige hoeveelheid, dat het totale oppervlak van het toegevoegde gemalen trihydroxyde tenminste $10 \text{ m}^2/\text{l}$ van de fraktie bedraagt, en men de aldus gevormde suspensie roert gedurende een tijd, die leidt tot de precipitatie van tenminste 10 gew% van het in de oververzadigde natriumaluminaatoplossing aanwezige aluminiumoxyde in de vorm van aluminiumtrihydroxydedeeltjes, die een hulp-kiemstof vormen, en men in een tweede trap de ontleding van de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing uitvoert in aanwezigheid van de hulp-kiemstof, waarbij de ontleding leidt tot de precipitatie van aluminiumtrihydroxyde met de gewenste gemiddelde diameter door de gevormde suspensie te roeren tot een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O van ten hoogste 0,8 is verkregen.

2. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t k e n m e r k, dat het door het malen ontwikkelde specifieke oppervlak BET tussen 2 en $20 \text{ m}^2/\text{g}$ en bij voorkeur tussen 3 en $8 \text{ m}^2/\text{g}$ bedraagt.

3. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t k e n m e r k, dat men het malen van het aluminiumtrihydroxyde droog uitvoert.

4. Werkwijze volgens conclusie 1, m e t h e t k e n m e r k, dat men het malen van het aluminiumtrihydroxyde in suspensie

8303591

in een waterig milieu uitvoert.

5. Werkwijze volgens conclusie 1-4, met het kenmerk, dat de warme oververzadigde natriumaluminaatoplossing een concentratie aan caustisch Na_2O tussen 50 en 200 g/l en bij voorkeur tussen 90 en 170 g/l bezit.

6. Werkwijze volgens conclusie 1-5, met het kenmerk, dat de oververzadigde natriumaluminaatoplossing een gewichtsverhouding van opgelost Al_2O_3 tot caustisch Na_2O tussen 0,8 en 1,3 en bij voorkeur tussen 1,0 en 1,2 bezit.

10 7. Werkwijze volgens conclusie 1-6, met het kenmerk, dat de in de eerste trap toegepaste fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing ten hoogste 90 vol% en bij voorkeur 5 tot 50 vol% van de totale hoeveelheid van de te ontleden oplossing bedraagt.

8. Werkwijze volgens conclusie 1-7, met het kenmerk, dat de in de eerste trap voor de ontleding van de fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing toegepaste hoeveelheid gemalen aluminiumtrihydroxyde zodanig is, dat het totale oppervlak van het gemalen en toegevoegde aluminiumtrihydroxyde tussen 20 en 400 m^2/l en bij voorkeur tussen 40 en 150 m^2/l van de fraktie van de te ontleden oververzadigde natriumaluminaatoplossing bedraagt.

9. Werkwijze volgens conclusie 1-8, met het kenmerk, dat men de in de eerste trap gevormde suspensie roert en in deze toestand houdt gedurende een zodanige tijd, dat 15 tot 75 gew% en bij voorkeur 40 tot 60 gew% van het in de oververzadigde natriumaluminaatoplossing aanwezig aluminiumoxyde precipiteert in de vorm van aluminiumtrihydroxydedeeltjes, die de hulp-kiemstof vormen.

10. Werkwijze volgens conclusie 1-9, met het kenmerk, dat men de in de eerste trap verkregen suspensie onderwerpt aan een vloeistof-vaste-stof-scheiding en vervolgens de vaste fase in de tweede trap in contact brengt met de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing.

11. Werkwijze volgens conclusie 1-9, met het kenmerk, dat men de in de eerste trap verkregen suspensie in de tweede trap in contact brengt met de resterende fraktie van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing.

8303591

12. Werkwijze volgens conclusie 1-11, m e t h e t k e n-
m e r k, dat men de ontleding van de resterende fraktie van de
oververzadigde natriumaluminaatoplossing in de tweede trap on-
der roeren voortzet tot een gewichtsverhouding van opgelost
5 Al_2O_3 tot caustisch Na_2O tussen 0,75 en 0,40 en bij voorkeur
tussen 0,70 en 0,45 is verkregen.

13. Werkwijze volgens conclusie 1-12, m e t h e t k e n-
m e r k, dat men de ontleding van de frakties van de overver-
zadigde natriumaluminaatoplossing in de twee trappen uitvoert
10 bij een temperatuur tussen 30 en 80°C en bij voorkeur tussen
45 en 65°C.

14. Werkwijze volgens conclusie 1-13, m e t h e t k e n-
m e r k, dat men de hulp-kiemstof en de resterende fraktie van
de oververzadigde natriumaluminaatoplossing in de tweede trap
15 in contact brengt door de totale hoeveelheid van de resterende
fraktie in één enkele keer toe te voegen.

15. Werkwijze volgens conclusie 1-13, m e t h e t k e n-
m e r k, dat men de hulp-kiemstof en de resterende fraktie
20 van de oververzadigde natriumaluminaatoplossing in de tweede
trap in contact brengt door de resterende fraktie in tenminste
tweemaal toe te voegen.

=====