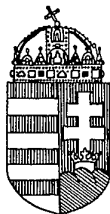


(19) Országkód:

HU



**MAGYAR
KÖZTÁRSASÁG
ORSZÁGOS
TALÁLMÁNYI
HIVATAL**

SZABADALMI LEÍRÁS

(11) Lajstromszám:

209 673 B

(21) A bejelentés száma: 1444/90
(22) A bejelentés napja: 1990. 01. 10.
(30) Elsőbbségi adatok:
MI 19179/89 1989. 01. 25. IT
(86) Nemzetközi bejelentési szám: PCT/EP 90/00050
(87) Nemzetközi közzétételi szám: WO 90/08738

(51) Int. Cl.⁵

C 01 F 7/56

C 01 F 7/00

C 02 F 1/56

D 21 H 21/16

(40) A közzététel napja: 1991. 05. 28.
(45) A megadás meghirdetésének dátuma a Szabadalmi
Közlönyben: 1994. 10. 28. SZKV 94/10

(72) Feltalálók:

Doré, Fausto, Brescia (IT)
Donelli, Giordano, Brescia (IT)

(73) Szabadalmas:

Caffaro S.p.A., Milánó (IT)

(74) Képviselő:

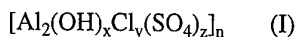
DANUBIA Szabadalmi és Védjegy Iroda Kft.,
Budapest

(54)

Eljárás bázikus alumíniumvegyületek előállítására

(57) KIVONAT

A találmány tárgya eljárás bázikus alumíniumvegyületek előállítására, amelyek az (I) általános képlettel írhatók le,



a képletben

n értéke legalább 1,

x értéke 2–4,0 közötti szám,

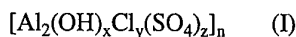
y értéke 2,0–3,40 közötti szám,

z értéke 0–0,30 közötti szám, és

$x+y+z = 6$,

timföldnek adott esetben kénsavval kevert sósavval atmoszferikus nyomáson végzett reakciójával, amelynek során a timföldet sztöchiometriai arányban reagáltatják a savval/savakkal, így (I) általános képletű vegyületet nyernek, a reakció lefolyása közben a timföldet folyadékfázisban intenzíven keverik 50–95 °C hőmérsékleten gyöngymalomban, a töltőgolyók átmérőjét 0,6–2,5 mm-nek, a keverőtárcsák kerületi sebességét 2,5–12 m/s-nek választják, az őrlőkamrát a látszólagos térfogat 70–95%-áig töltik meg töltőgolyókkal.

A találmány tárgya eljárás bázikus alumíniumvegyületek előállítására. Közelebbről a találmány tárgya eljárás (I) általános képletű bázikus alumíniumvegyületek előállítására,



a képletben

n értéke legalább 1,

x értéke 2–4,0 közötti szám,

y értéke 2,0–3,40 közötti szám,

z értéke 0–0,30 közötti szám és

$x+y+z=6$.

Az (I) általános képletű vegyületeket 100 °C-nál alacsonyabb hőmérsékleteken és atmoszferikus nyomáson állíthatjuk elő.

A találmány szerinti eljárással előállított bázikus vegyületeket általában vizes oldatban használják, azonban kristályos szilárd anyag alakjában is előfordulhatnak.

Ezeket a vegyületeket általában a vízkezelési eljárások során pelyhesítőszerként, és a papír-nyvezési eljárásban alkalmazzák. Nyersanyagként bauxit, bayérit, gibbszit, hidrargillit és hasonlókat egyaránt alkalmazhatók, feltéve, hogy hidratált oxidok.

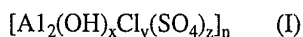
A fenti vegyületeket a következőkben az egyszerűség kedvéért a timföld általános elnevezéssel jelöljük.

Bázikus vegyületek előállítására különböző, a szabadalmi és tudományos irodalomban leírt módszerek ismeretese.

Elektrokémiai eljárásoktól eltekintve az ipari gyakorlatban az az eljárás terjedt el leginkább, amelyben a timföldet a sztöchiometriai arányhoz képest kisebb mennyiségű hidrogén-kloriddal maratják. Ezt a maratást 100 °C körüli hőmérsékleten és nyomás alatt kell végezni. Ez a nyomás alatt, és nagy timföldfelesleggel végzett eljárás; amelyben a timföldet vissza kell forgatni a folyamatba, költséges technológiai rendszert igényel, (2 513 786 számú NSZK-beli nyilvánossághozzatali irat).

Meglepő módon azt állapítottuk meg, és ez képezi a találmányi gondolat egyik nézőpontját, hogy előállíthatunk (I) általános képletű bázikus alumíniumvegyületeket, ha a timföldet adott esetben kénsavval kevert sósavval reagáltatjuk 100 °C alatti hőmérsékleteken, az alábbiakban definiált reakciókörülmények között.

A találmány lényege eljárás bázikus alumíniumvegyületek előállítására, amelyek a (I) általános képlettel írhatók le,



a képletben

n értéke legalább 1,

x értéke 2–4,0 közötti szám,

y értéke 2,0–3,40 közötti szám,

z értéke 0–0,30 közötti szám és

$x+y+z=6$,

timföldnek adott esetben kénsavval kevert sósavval atmoszferikus nyomáson végzett reakciójával, amelynek során a timföldet sztöchiometriai arányban reagáltatjuk a savval/savakkal, így (I) általános képletű vegyületet nyerünk, a reakció lefolyása közben a timföldet folyadékfázisban intenzíven keverjük 50–95 °C hő-

mérsékleten gyöngymalomban, amelyben a töltőgolyók átmérőjét 0,6–2,5 mm-nek, a keverőtárcsák kerületi sebességét 2,5–12 m/s-nek választjuk, az őrlőkamrát a látszólagos térfogat 70–95%-áig töltjük meg töltőgolyókkal.

Töltőgolyóként üvegből, kerámiából, cirkónium-dioxidból vagy hasonló anyagokból készült golyókat alkalmazunk.

A reakció hőmérséklete előnyösen 75–95 °C, még előnyösebben 90–95 °C.

A fenti gyöngymalom előnyös üzemeltetési paraméterei a következők:

- töltőgolyóként 0,8–1,2 mm átmérőjű cirkónium-dioxid-golyókat alkalmazunk,

- a keverőtárcsák kerületi sebessége 10,5 m/s,

- az őrlőkamrát a látszólagos térfogat 75%-áig töltjük meg töltőgolyókkal.

A találmány szerinti eljárásához előnyösen hőmérséklet-szabályozott csőreaktort alkalmazunk, amely nagy nyírófeszültségnek alávetett, kisméretű golyókkal van töltve. A fenti reaktor még előnyösebben üvegből vagy fémből készült hengeres, köpennyel ellátott tartály, a köpenyben a hőmérséklet kívánt értéken való tartása céljából folyadékot cirkuláltatunk. A reaktor tengelyvonalaiban keverőberendezés forog, amely poli(tetrafluor-etilén) (PTFE) vagy poli(vinilidén-fluorid) (PVDF) bevonatú tengelyből, és azon rögzített megfelelő alakú, PTFE vagy PVDF anyagú keverőtárcsákból áll.

A találmány szerinti eljárásához alkalmazott timföld szemcsemérete lehet különböző, a felső határ maximális értéke 1 mm, a szemcseméret optimális értéke 50–150 µm.

A továbbiakban leírt 1–12. példákban alkalmazott timföld tipikus jellemzői a következők:

Tömegveszteség 105 °C hőmérsékleten: 0,1–0,3 tömeg%

Tömegveszteség 1200 °C hőmérsékleten: 35,5 tömeg%

Al_2O_3 -tartalom: mintegy 65 tömeg%

Teljes Na_2O -tartalom: 0,2–0,3 tömeg%

Oldható Na_2O -tartalom: 0,01–0,03 tömeg%

SiO_2 -tartalom: 0,01–0,02 tömeg%

Fe_2O_3 -tartalom: 0,01–0,02 tömeg%

CaO -tartalom: mintegy 0,01 tömeg%

TiO_2 -tartalom: mintegy 0,002 tömeg%

ZnO -tartalom: mintegy 0,01 tömeg%

P_2O_5 -tartalom: mintegy 0,001 tömeg%

Látszólagos sűrűség: 1200 g/dm³

Tényleges sűrűség: 2,4 g/cm³

Szemcseméret-eloszlás:

>106 µm: 5–20%

63–106 µm: 24–45%

45–63 µm: 15–35%

45 µm: 20–45%.

A fenti jellemzők a találmány szerinti eljárás szempontjából nem korlátozó jellegűek.

Az alkalmazott sósav 20–37 tömeg% hidrogén-klorid vizes oldata. Előnyösen 32–37 tömeg% koncentrációjú oldatot alkalmazunk.

A találmány jobb szemléltetése és a találmány sze-

rinti eljárás ismert eljárásokkal szemben mutatott el-
őnyeinek bemutatása céljából a következőkben példá-
kat közlünk; az 1–3., 7–9. példák szemléltetik a talál-
mányt és nem korlátozó jellegűek; a 4., 5., 10. és 11.
példák összehasonlító példák, amelyekben hagyomá-
nyos golyósmalmot alkalmazunk; a 6. és 12. példák
összehasonlító példák, amelyekben ilyen típusú reakci-
ókra hagyományosan használt reaktort alkalmazunk. A
példákat ábrákkal is szemléltetjük, az 1–8. ábrák diag-
ramjain az ordinátán a %-ban kifejezett bázikusságot
és az abszcisszán az órában megadott reakcióidőt tün-
tetjük fel. Közelebbről: az

1. és 2. ábra az $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl}$ reakció kinetikáját is-
merteti gyöngymalomban; az 1. ábrán fel-
tüntetett nyíl a reakció végét jelzi, az ábrán
a ■-tel jelölt adatok az 1. példára, a
+ -tel jelölt adatok a 2. példára, a *-gal jelzett
adatok a 3. példára vonatkoznak; a
3. ábra összehasonlító példában a golyósmalomban
lejátszódó $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl}$ reakció kinetikáját
ismerteti; a ■-tel jelölt adatok a 4., a + -tel
jelölt adatok az 5. példára vonatkoznak; a
4. ábra összehasonlító példában, kevert reaktorban
lejátszódó $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl}$ reakció kinetikáját
ismerteti a 6. példa alapján; az
5. ábra különböző reaktorokban 95 °C hőmérsékle-
ten lejátszódó $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl}$ reakció kineti-
káját ismerteti; a ■-tel jelölt adatok a
gyöngymalmot alkalmazó 1. példára, a + -tel
jelölt adatok golyósmalmot alkalmazó 4.
példára, a *-gal jelölt adatok a kevert reak-
tort alkalmazó 6. példára vonatkoznak; a
6. ábra a gyöngymalomban lejátszódó $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl} +$
 $+\text{H}_2\text{SO}_4$ reakció kinetikáját ismerteti; az ábrán
a ■-tel jelölt adatok a 7. példára, a + -tel jelölt
adatok a 8. példára, a *-gal jelölt adatok a 9.
példára vonatkoznak; a
7. ábra összehasonlító példában, golyósmalomban
lejátszódó $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl} + \text{H}_2\text{SO}_4$ reakció
kinetikáját ismerteti; az ábrán a ■-tel jelölt
adatok a 10. példára, a + -tel jelölt adatok a
11. példára vonatkoznak; a
8. ábra összehasonlító példában, kevert reaktorban
lejátszódó $\text{Al}(\text{OH})_3 + \text{HCl} + \text{H}_2\text{SO}_4$ reakció
kinetikáját ismerteti a 12. példa alapján.

1. példa

1,5 dm³ térfogatot kitevő, 0,8–1,2 mm átmérőjű cir-
kónium-dioxid golyókat töltünk egy 2 dm³ térfogatú,
függőleges reaktorba, amely üvegből készült, kettős
falú, hengeres kamrából, és egy PTFE belső keverőből
áll, amelyre három, 10,5 m/s kerületi sebességgel forgó
tárcsa van szerelve.

A reaktorba 487,6 g 33 tömeg% koncentrációjú só-
savat és keverés közben 270,9 g timföldet adagolunk,
amelynek jellemzőit korábban ismertettük.

A reakcióelegy hőmérsékletét termosztáló folya-
déknak a köpenyben történő cirkuláltatásával 90–95 °C
hőmérsékleten tartjuk.

Rendszeresen mintát veszünk, és azok analízise út-

ján az 1., 2. és 5. ábrán feltüntetett jellegű reakciókine-
tikát állapítjuk meg.

26 óra reakcióidő után a zavaros oldatot 235,4 g
vízzel hígítjuk, és a nem reagált timföld eltávolítására
szűrjük.

A végtermék elemzése 17,7% Al_2O_3 -tartalmat, és
15,6% Cl-tartalmat mutat, ami 57%-os bázikusságnak,
és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{3,5}\text{Cl}_{2,5}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 98,6 %-os.

2. példa

A reakciót az 1. példa szerinti berendezésben, azonos
feltételek között és ugyanolyan mennyiségű és koncent-
rációjú reagensekkel hajtjuk végre, azzal az eltéréssel,
hogy a hőmérsékletet 75–80 °C értéken tartjuk.

A rendszeresen vett minták analízise az 1. és 2.
ábrán látható reakciókinetikát tárja fel.

40 óra reakcióidő után a zavaros folyadékot az 1.
példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék analízise 17,9% Al_2O_3 -tartalmat és
15,8% Cl-tartalmat mutat, ami 57%-os bázikusságnak
és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{3,5}\text{Cl}_{2,5}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 98,5%.

3. példa

A reakciót az 1. példa szerinti berendezésben, azonos
feltételek között, és ugyanolyan mennyiségű és koncent-
rációjú reagensekkel hajtjuk végre, azzal az eltéréssel,
hogy a hőmérsékletet 60–65 °C értéken tartjuk.

A rendszeresen vett minták analízise az 1. és 2.
ábrán látható reakciókinetikát tárja fel.

40 óra reakcióidő után a zavaros folyadékot az 1.
példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék analízise 16,2 % Al_2O_3 -tartalmat és
16,2% Cl-tartalmat mutat, ami 52%-os bázikusságnak
és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{3,1}\text{Cl}_{2,9}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 86,8%.

4. példa

(Összehasonlítás az 1. példával)

A vizsgálatot hagyományos golyósmalomban vé-
gezzük, amely görgőkön forgó kerámia-kamrából áll,
és teljesen termosztáló fürdőbe merül. A kamra térfo-
gata 2 dm³, a kamrát 1 dm³ térfogatot kitevő 20–15–
10–5 mm átmérőjű kerámiagolyókkal töltjük azonos tö-
megarányban, a kamra belső átmérője 150 mm, és a
forgási sebesség 60 fordulat/perc.

A golyósmalom záróelemén keresztül csúszókon-
taktussal ellátott hőelem halad át, és jelzi a belső hő-
mérsékletet.

Az 1. példában alkalmazott mennyiségű és kon-
centrációjú reagenseket töltjük a kamrába, amelyet le-
zárunk, csatlakoztatjuk a hőelemet, és megindítjuk a
forgást, a termosztáló fürdő hőmérsékletét úgy szabá-
lyozzuk, hogy a belső hőmérsékletet az egész kísérlet
időtartama alatt 90–95 °C értéken tartsuk.

Rendszeresen veszünk mintákat a hőelem nyílásán
keresztül, amelyek elemzése a 3. és 5. ábra grafikonja-
in bemutatott reakciókinetikát jelzi. 26 óra reakcióidő
után a bázikusság értéke csak 37%. 40 óra reakcióidő

után a szuszpenziót az 1. példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 14,4% Al_2O_3 -tartalmat és 16,8% Cl-tartalmat mutat, ami 44% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{2,64}\text{Cl}_{3,36}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 74,4%.

5. példa

(Összehasonlítás a 2. példával)

A reakciót a 2. példában leírt mennyiségű és koncentrációjú reagensekkel végezzük, azonban a 4. példában leírt berendezést alkalmazzuk, és a hőmérsékletet 75–80 °C értéken tartjuk.

A 4. példában leírtakhoz hasonlóan rendszeresen mintát veszünk, amelyeknek vizsgálata a 3. ábrán látható diagramon feltüntetett reakciókinetikát mutatja.

40 óra reakcióidő után a szuszpenziót a 4. és 1. példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 13,5% Al_2O_3 -tartalmat és 17,1% Cl-tartalmat mutat, ami 39 % bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{2,34}\text{Cl}_{3,66}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 68,3%.

6. példa

(Összehasonlítás az 1. példával)

A vizsgálatot 1 dm³ térfogatú, hagyományos, keverővel felszerelt köpenyes reaktorban végezzük, amelynek során őrlőhatás nem lép fel. A keverő átmérője 50 mm, ezt 100 fordulat/perc fordulatszámmal forgatjuk, ami 0,27 m/s kerületi sebességnek felel meg.

Az 1. példában alkalmazott mennyiségű és koncentrációjú reagenseket használjuk, a hőmérsékletet termosztáló folyadékknak a köpenyben történő cirkuláltatása útján 90–95 °C értéken tartjuk.

A reakció folyamán vett minták elemzése a 4. és 5. ábra diagramjain bemutatott reakciókinetikát mutatja.

26 óra múlva a bázikusság csak a 21% értéket éri el.

40 óra reakcióidő után a szuszpenziót az 1. példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 11,2 % Al_2O_3 -tartalmat és 17,9% Cl-tartalmat mutat, ami 26% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{1,4}\text{Cl}_{4,6}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 54,3%.

7. példa

35 g vizet, 426,6 g 33%-os sósavat és 27,08 g 96%-os kénsavat töltünk az 1. példában alkalmazott berendezésbe és az ott használt viszonyok között; ezt követően 276,9 g timföldet adagolunk állandó keverés közben. A hőmérsékletet 90–95 °C értéken tartjuk termosztáló folyadékknak a köpenyben történő cirkuláltatása útján.

Rendszeresen mintát veszünk, amelynek vizsgálata a 6. ábra grafikonján látható reakciókinetikát mutatja.

20 óra reakcióidő után a zavaros oldatot 236,4 g vízzel hígítjuk, és az 1. példában leírtak szerint szűrjük.

A végtermék elemzése 17,8% Al_2O_3 -tartalmat és 13,7% Cl-tartalmat és 2,6% SO_4 -tartalmat mutat, ami 58% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{3,5}\text{Cl}_{2,2}(\text{SO}_4)_{0,15}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 98,6%.

8. példa

A reakciót az 1. példában leírt berendezésben és feltételek között, a 7. példában leírt mennyiségű és koncentrációjú reagensekkel végezzük, azonban a hőmérsékletet 75–80 °C értéken tartjuk.

Rendszeresen mintát veszünk, amelynek vizsgálata a 6. ábra grafikonján látható reakciókinetikát mutatja.

32 óra reakcióidő után a zavaros oldatot az 1. és 7. példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 17,3% Al_2O_3 -tartalmat és 13,9% Cl-tartalmat és 2,6% SO_4 -tartalmat mutat, ami 56% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{3,4}\text{Cl}_{2,3}(\text{SO}_4)_{0,15}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 94%.

9. példa

A reakciót az 1. példában alkalmazott berendezésben és körülmények között, a 7. példában leírt mennyiségű és koncentrációjú reagensekkel végezzük, azonban a hőmérsékletet 60–65 °C értéken tartjuk.

Rendszeresen mintát veszünk, amelynek vizsgálata a 6. ábra grafikonján látható reakciókinetikát mutatja.

40 óra reakcióidő után a zavaros oldatot az 1. és 7. példában leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 17,5% Al_2O_3 -tartalmat és 13,6% Cl-tartalmat és 2,6% SO_4 -tartalmat mutat, ami 57% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{3,4}\text{Cl}_{2,3}(\text{SO}_4)_{0,15}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 96,5%.

10. példa

(Összehasonlítás a 7. példával)

A reakciót az 1. példában leírt mennyiségű és koncentrációjú reagensekkel, a 4. példában alkalmazott berendezésben és feltételek között végezzük, és a hőmérsékletet 90–95 °C értéken tartjuk.

Rendszeresen mintát veszünk, amelynek vizsgálata a 7. ábra grafikonján látható reakciókinetikát mutatja.

40 óra reakcióidő után a szuszpenziót az 1. és más példákban leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 15% Al_2O_3 -tartalmat és 14,5% Cl-tartalmat és 2,7% SO_4 -tartalmat mutat, ami 47% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{2,8}\text{Cl}_{2,8}(\text{SO}_4)_{0,2}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 78%.

11. példa

(Összehasonlítás a 8. példával)

A reakciót a 7. példában leírt mennyiségű és koncentrációjú reagensekkel, a 4. példában alkalmazott berendezést és viszonyokat használva végezzük, és a hőmérsékletet 75–80 °C értéken tartjuk (mint a 8. példában).

Rendszeresen mintát veszünk, amelynek vizsgálata a 7. ábra grafikonján látható reakciókinetikát mutatja.

40 óra reakcióidő után a szuszpenziót az 1. és más példákban leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 10,0% Al_2O_3 -tartalmat és 14,9% Cl-tartalmat és 2,75 % SO_4 -tartalmat mutat, ami

41% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{2,8}\text{Cl}_{3,1}(\text{SO}_4)_{0,2}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 70%.

12. példa

(Összehasonlítás a 7. példával)

A reakciót a 7. példában leírt mennyiségű és koncentrációjú reagensekkel, a 6. példában használt berendezést és feltételeket alkalmazva végezzük, a hőmérsékletet 90–95 °C értéken tartjuk.

Rendszeresen mintát veszünk, amelynek vizsgálata a 8. ábra grafikonján látható reakciókinetikát mutatja.

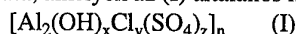
40 óra reakcióidő után a szuszpenziót az 1. és más példákban leírtak szerint hígítjuk és szűrjük.

A végtermék elemzése 12,1% Al_2O_3 -tartalmat és 15,4% Cl-tartalmat és 2,85% SO_4 -tartalmat mutat, ami 31% bázikusságnak és az $[\text{Al}_2(\text{OH})_{1,85}\text{Cl}_{3,65}(\text{SO}_4)_{0,25}]_n$ általános képletnek felel meg.

A timföld hasznosítása 60%.

SZABADALMI IGÉNYPONTOK

1. Eljárás bázikus alumíniumvegyületek előállítására, amelyek az (I) általános képlettel írhatók le,



a képletben

n értéke legalább 1,

x értéke 2–4,0 közötti szám,

y értéke 2,0–3,40 közötti szám,

z értéke 0–0,30 közötti szám, és

$x+y+z=6$,

timföldnek adott esetben kénsavval kevert sósavval atmoszferikus nyomáson végzett reakciójával, az-

zal jellemezve, hogy a timföldet sztöchiometriai arányban reagáltatjuk a savval/savakkal, így (I) általános képletű vegyületet nyerünk, a reakció lefolyása közben a timföldet folyadékfázisban intenzíven keverjük 50–95 °C hőmérsékleten gyöngymalomban, a töltőgolyók átmérőjét 0,6–2,5 mm-nek, a keverőtárcsák kerületi sebességét 2,5–12 m/s-nek választjuk, az őrlőkamrát a látszólagos térfogat 70–95%-áig töltjük meg töltőgolyókkal.

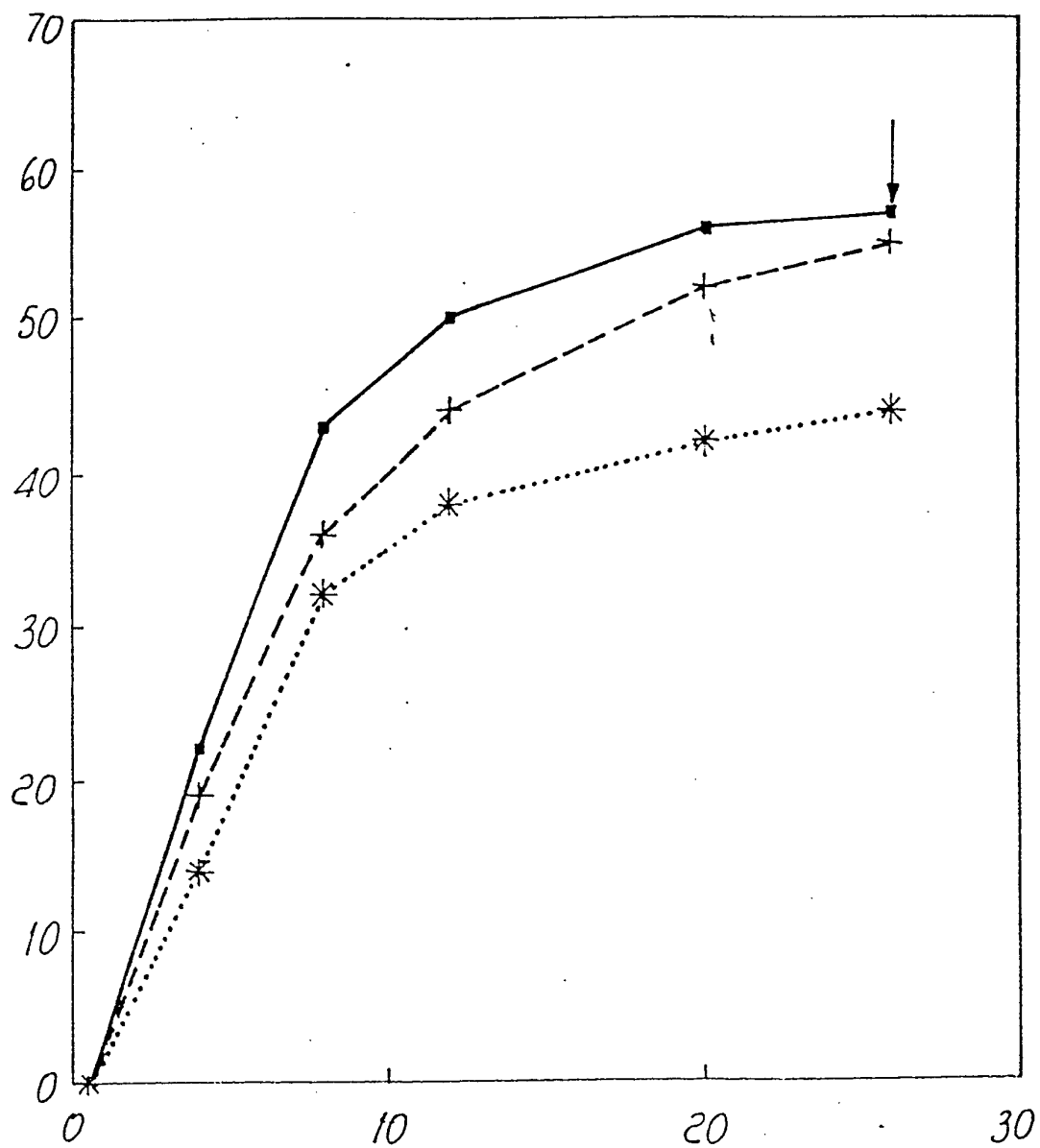
2. Az 1. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a reakciót 75–95 °C hőmérsékleten végezzük el.

3. A 2. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a reakciót 90–95 °C hőmérsékleten végezzük el.

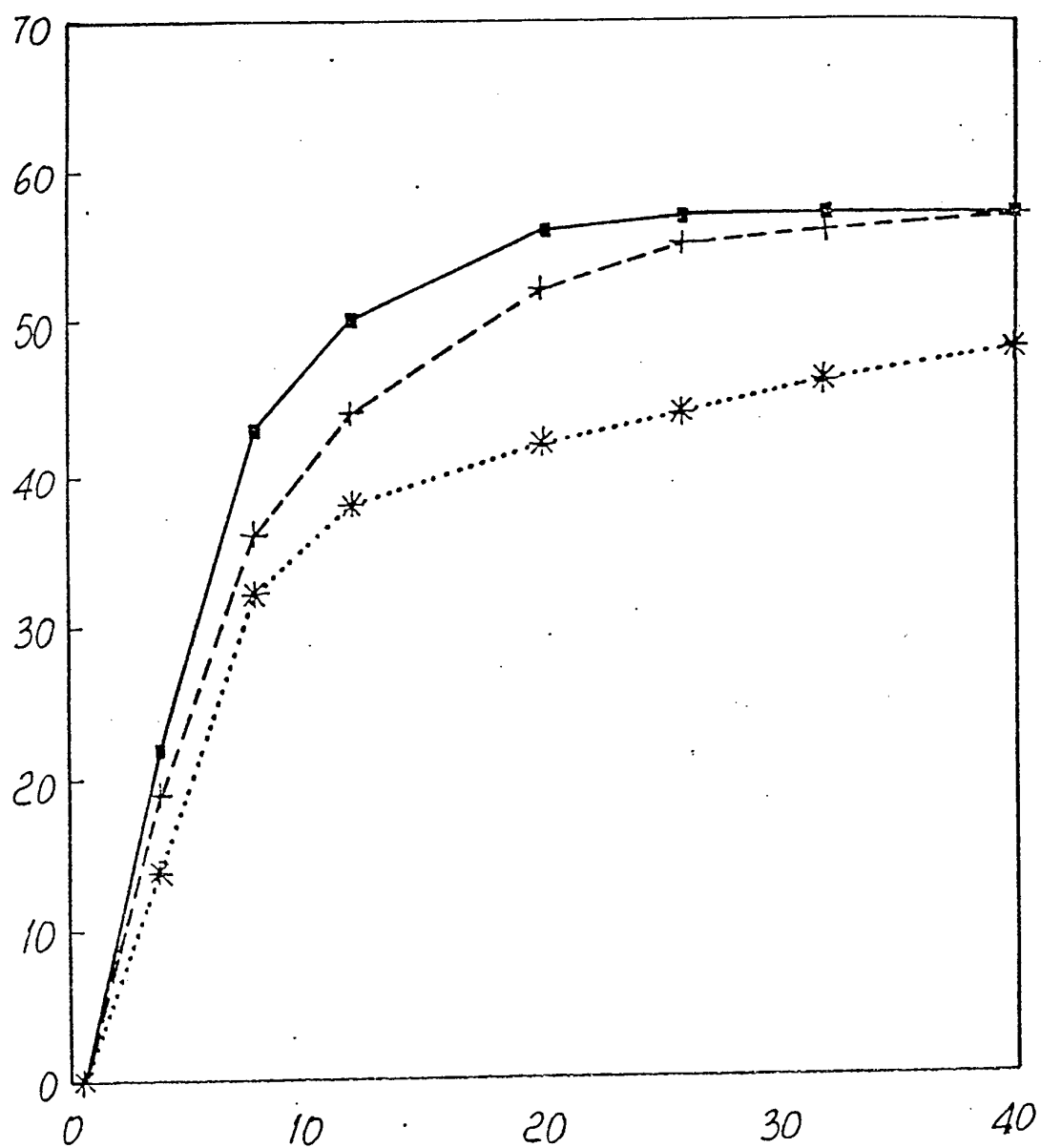
4. Az 1–3. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy a timföld folyadékfázisú őrlését szabályozott hőmérsékletű, golyókkal töltött csőreaktorban a keverőtárcsák 3–12 m/s kerületi sebessége mellett végezzük.

5. Az 1–4. igénypontok bármelyike szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy reaktorként hengeres, üvegből vagy fémből készült, köpennyel ellátott tartályt használunk, a köpenyben folyadékot cirkuláltatunk, és így a hőmérsékletet a kívánt értékek között tartjuk, a keverést poli(tetrafluor-etilén) vagy poli(vinilidén-fluorid) bevonattal ellátott, keverőtárcsás, poli(tetrafluor-etilén) vagy poli(vinilidén-fluorid) bevonattal ellátott forgó típusú keverővel végezzük.

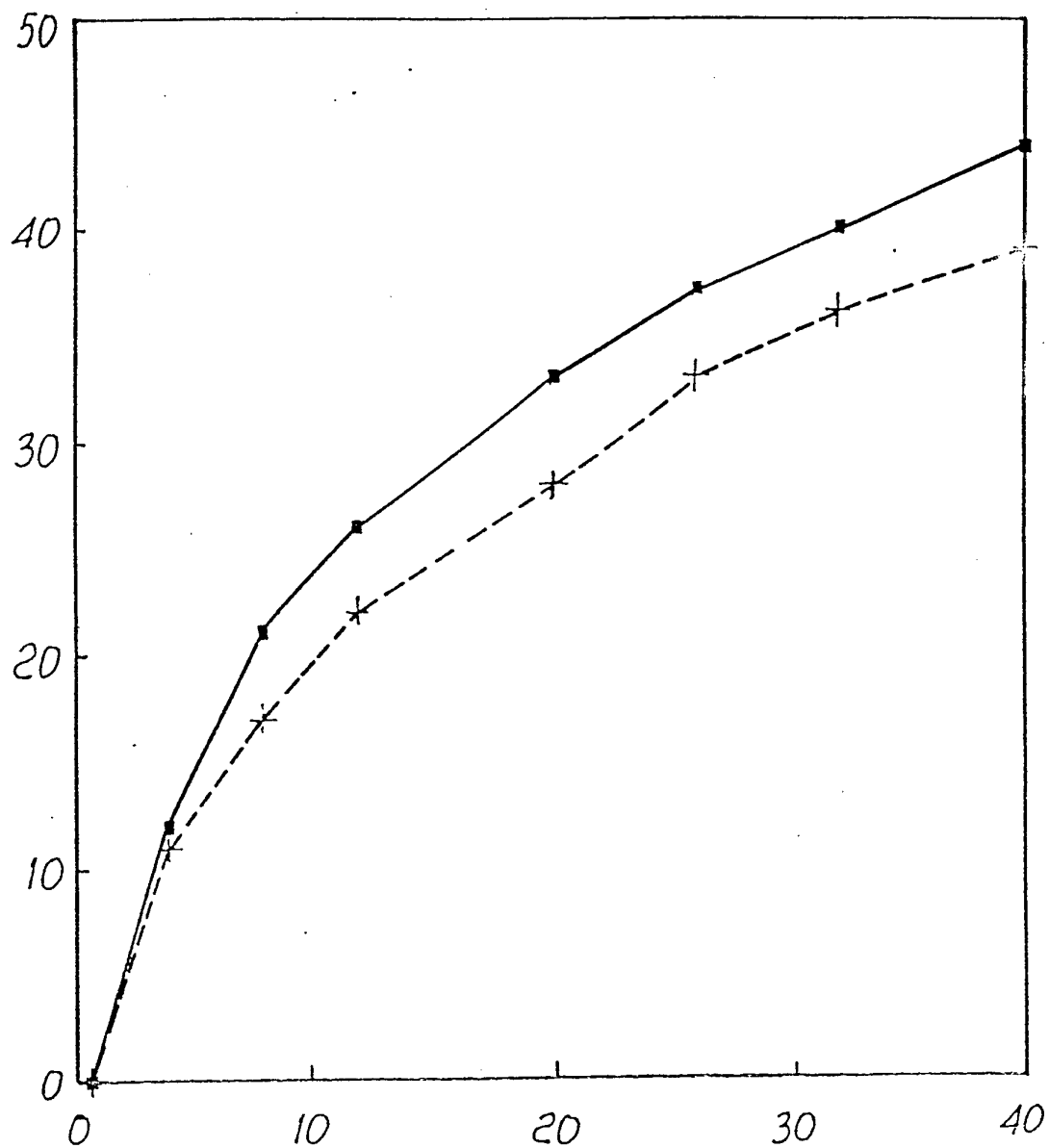
6. A 4. vagy 5. igénypont szerinti eljárás, *azzal jellemezve*, hogy töltőgolyóként 0,8–1,2 mm átmérőjű cirkónium-dioxid golyókat alkalmazunk, a keverőtárcsák kerületi sebességét 10,5 m/s-nek választjuk, az őrlőkamrát a látszólagos térfogat 75–95%-áig töltjük meg töltőgolyókkal.



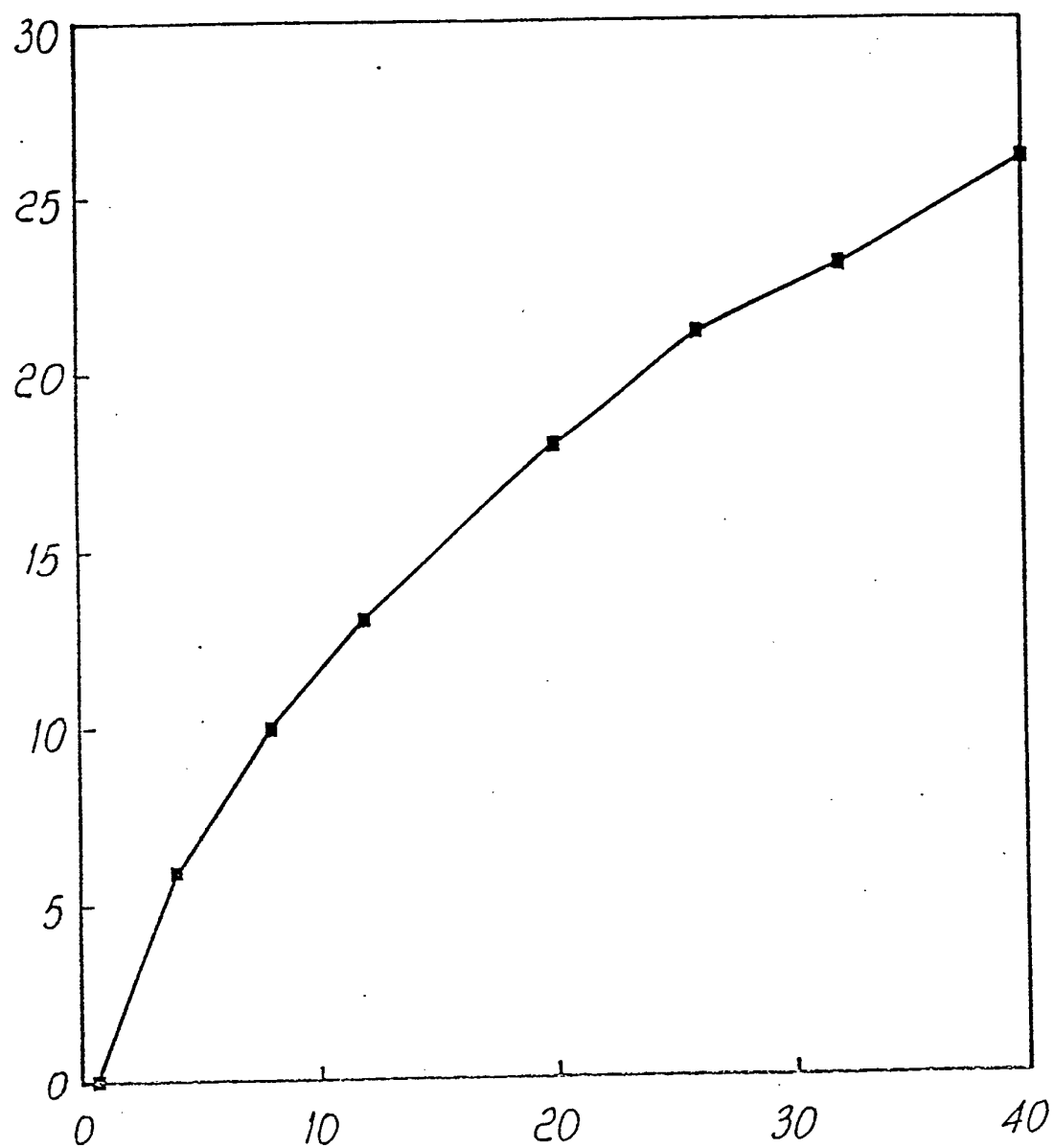
1. ÁBRA



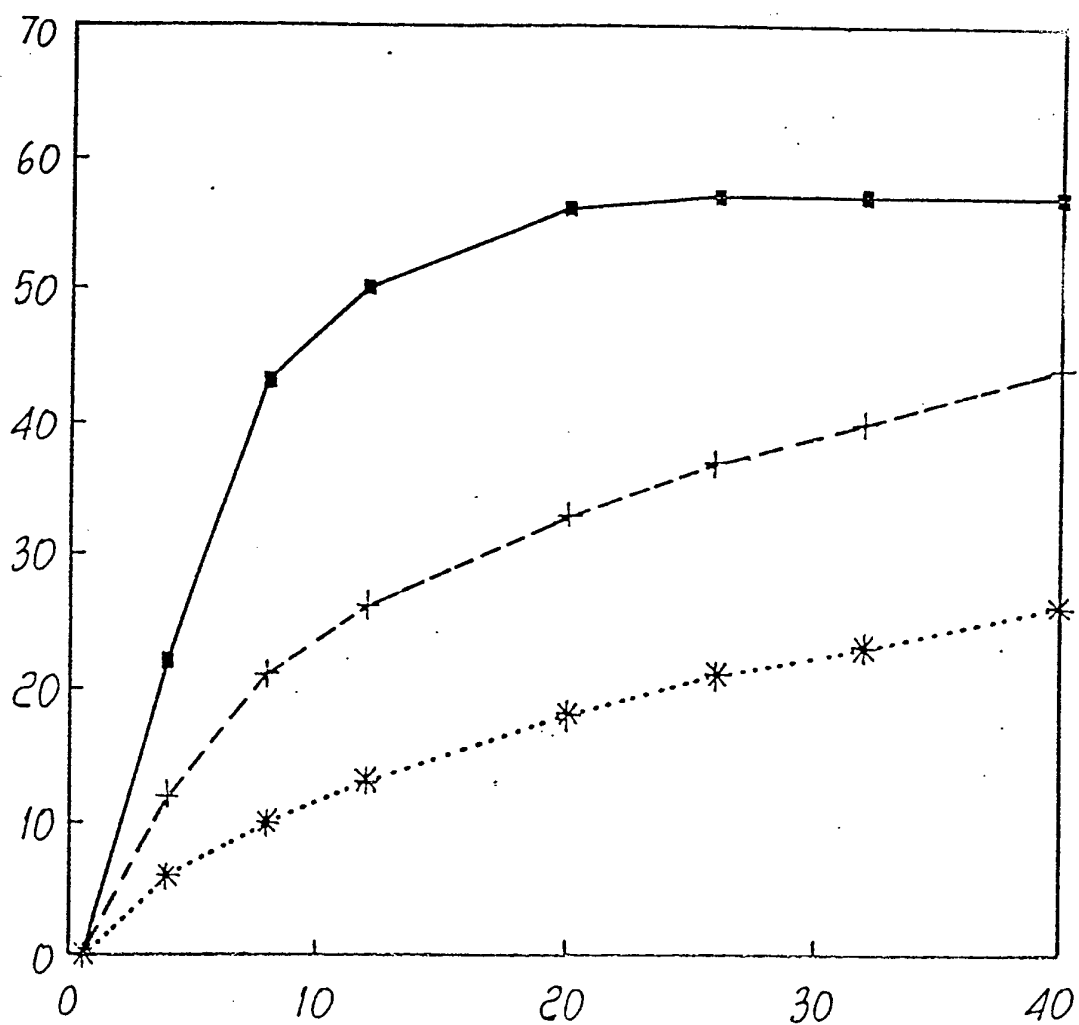
2. ÁBRA



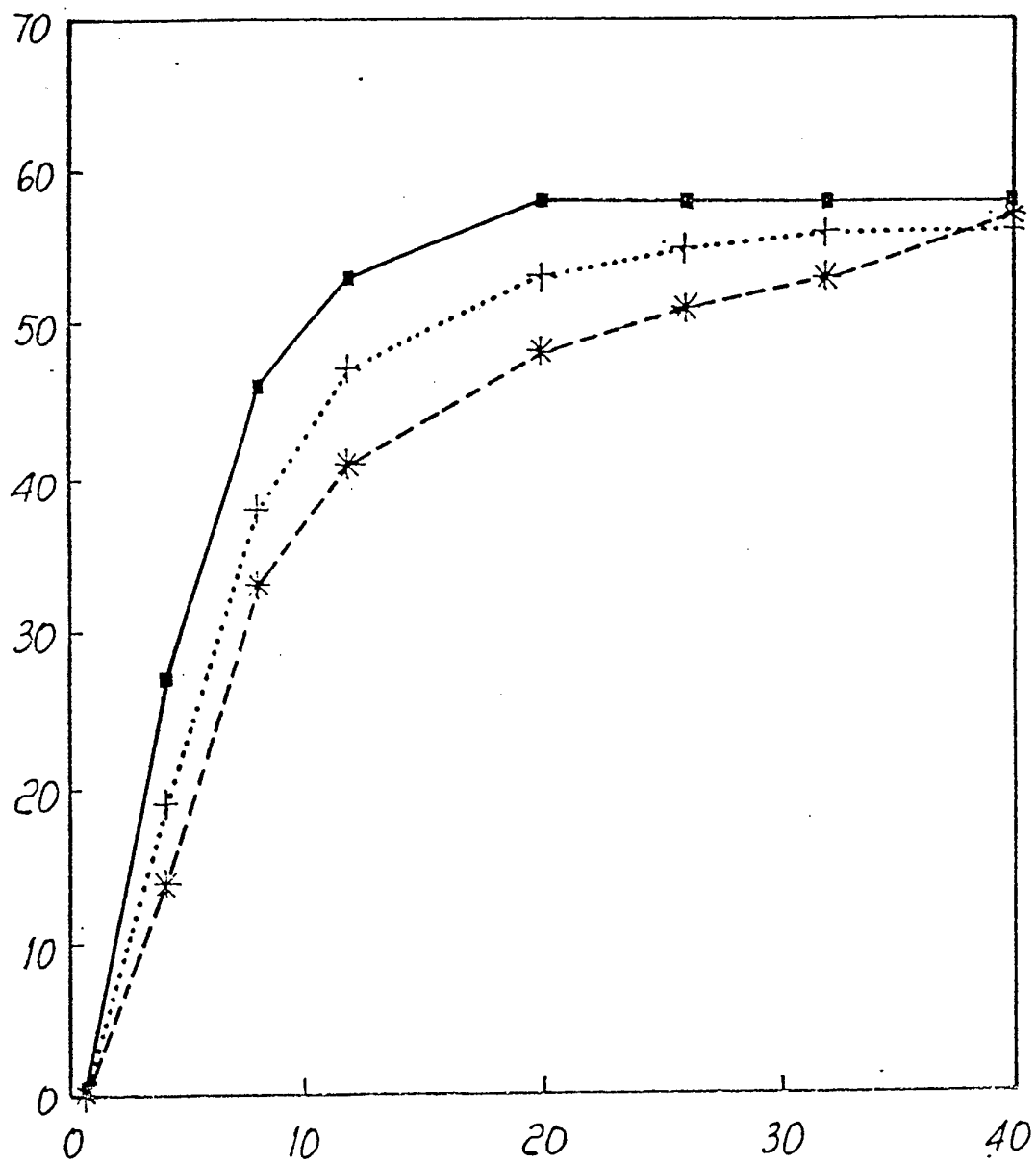
3. ABRA



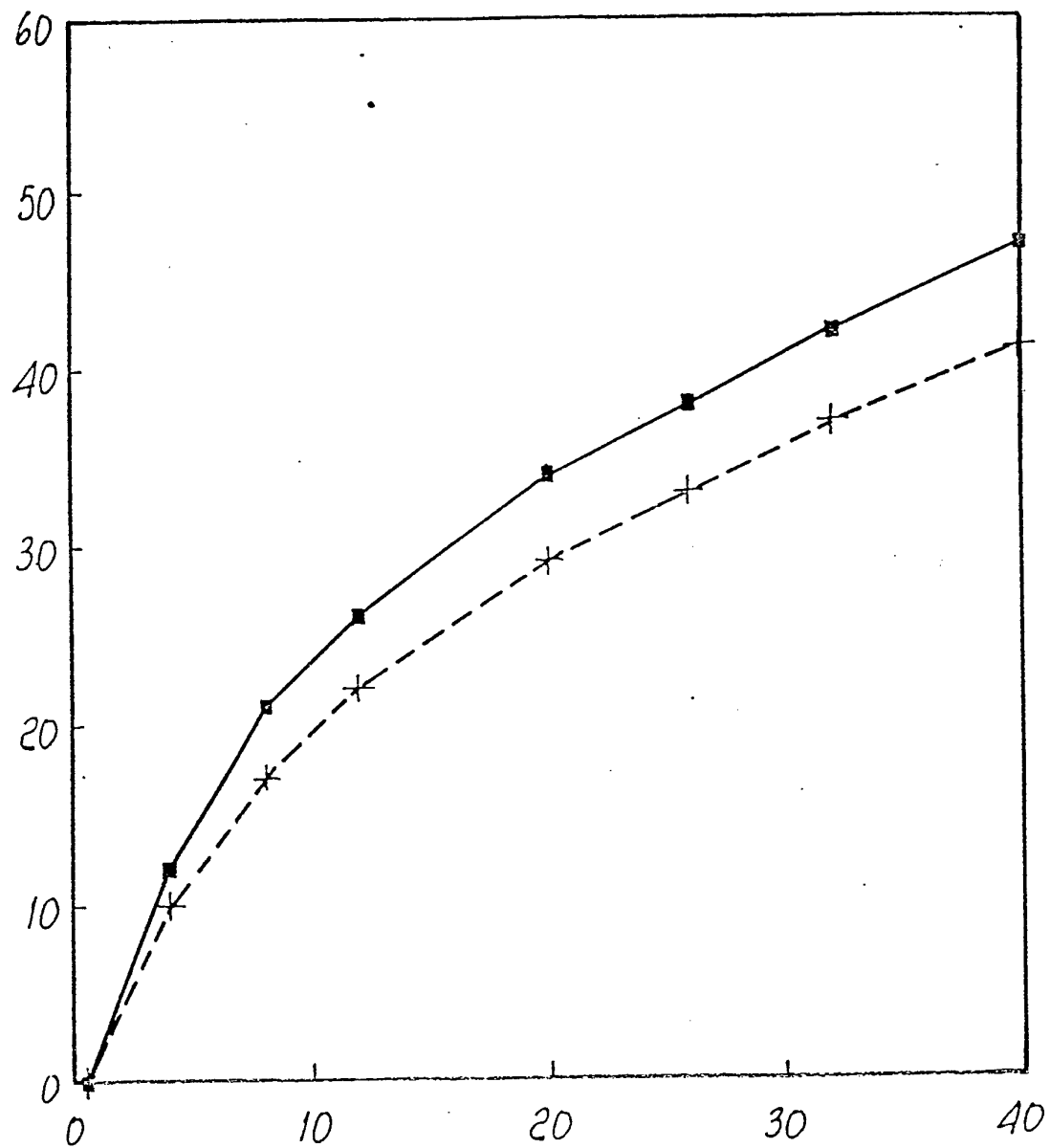
4. ÁBRA



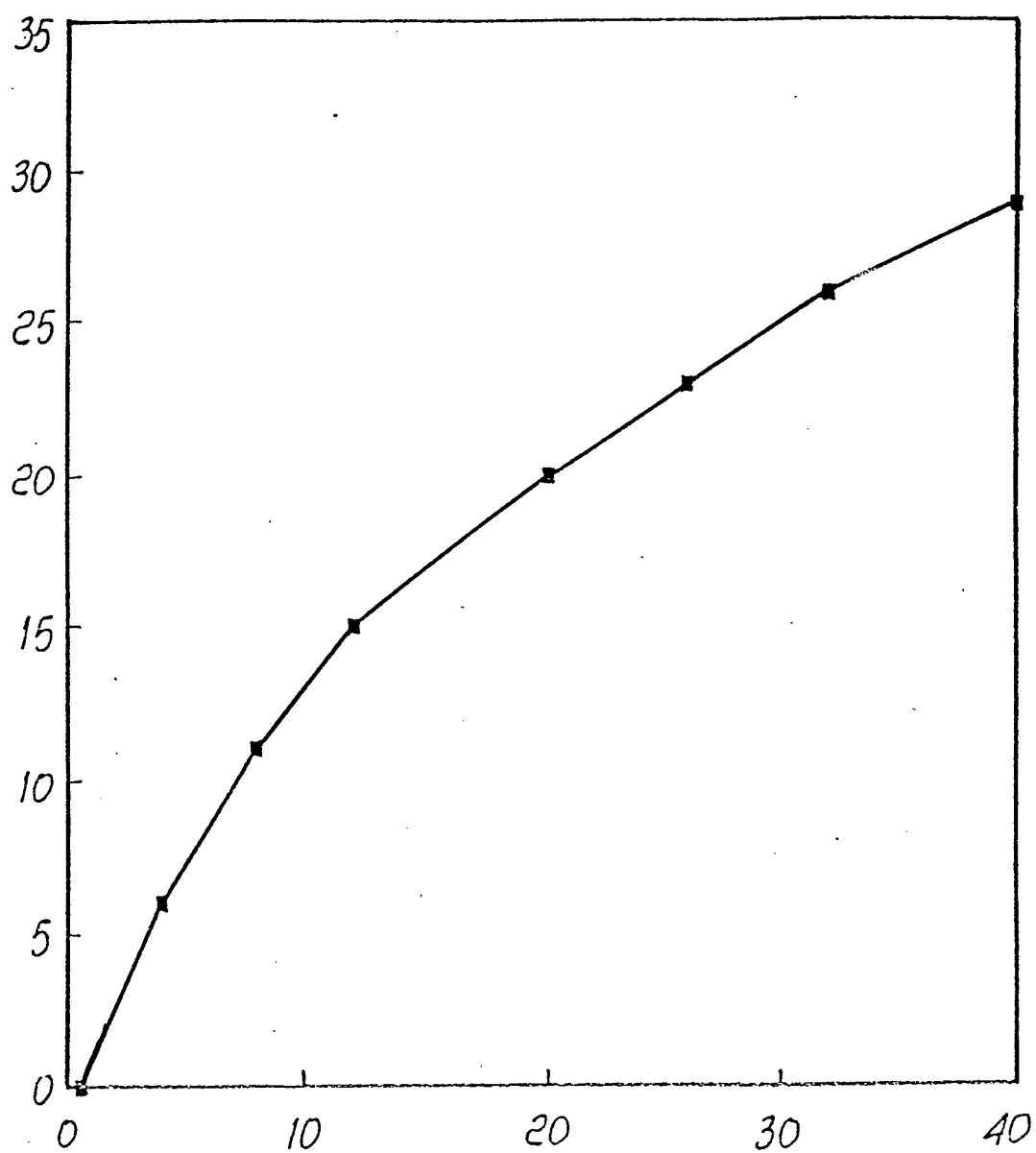
5. ÁBRA



6. ÁBRA



7. ÁBRA



8. ÁBRA