



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 18 Absatz 2 Patentgesetz

(19) **DD** (11) **258 714 A3**4(51) C 01 F 7/34
C 01 F 7/14
B 01 J 21/04

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

(21)	WP C 01 F / 288 344 2	(22)	26.03.86	(45)	03.08.88
(71)	VEB Leuna-Werke „Walter Ulbricht“, Leuna 3, 4220, DD				
(72)	Neubauer, Hans-Dieter, Dr. Dipl.-Chem.; Becker, Karl, Dr. Dipl.-Chem.; Berrouschot, Hans-Dieter; Prag, Manfred, Dr. Dipl.-Chem.; Birke, Peter, Dr. Dipl.-Chem.; Bergmann, Karl-Heinz, Dipl.-Ing.-Ök.; Merk, Ralf; Weinhhold, Waltraud, Dr. Dipl.-Chem., DD				
(54)	Verfahren zur Herstellung von porösen Aluminiumoxiden				

(57) Ziel ist ein Verfahren zur Aluminiumoxidherstellung in einem technisch beherrschbaren sowie eine gleichbleibend gute und einheitliche Qualität gewährleistendem Prozeß. Die Aufgabe, solche Verfahrensbedingungen zu entwickeln, die eine technische Umsetzung von Aluminatlaugen mit Aluminiumsalzen ermöglichen, wird gelöst, indem erfindungsgemäß die Umsetzung kontinuierlich und zweistufig erfolgt, während der Umsetzung in der 1. Stufe ein spezifischer Belastungsindex zwischen 200 und 600 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde und in der 2. Stufe ein solcher 20 bis 120 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde eingestellt wird, bei einer Gesamtkonzentration der Aluminiumverbindungen im Reaktionsmedium zwischen 30 und 60 g/l, gerechnet als Al₂O₃, gearbeitet wird, das Reaktionsprodukt durch periodische Filtration abgetrennt und anschließend in bekannter Weise verformt und thermisch behandelt wird. Das erfindungsgemäß hergestellte poröse Aluminiumoxid wird zur Herstellung mechanisch stabiler Katalysatorformlinge, insbesondere für Prozesse der Erdölverarbeitung, eingesetzt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von porösen Aluminiumoxiden durch kontinuierliche und zweistufige Umsetzung von Alkalialuminaten mit Aluminiumsalzen bei pH-Werten zwischen 7 und 9 und Temperaturen zwischen 50°C und 90°C und einer Gesamtkonzentration der Aluminiumverbindungen im Reaktionsmedium von 30 bis 60 g/l in beiden Stufen, gerechnet als Aluminiumoxid, zu alkaliarmen Aluminiumoxidvorläufern und anschließende thermische Behandlung bei Temperaturen größer 400°C der vorzugsweise zu Formlingen verarbeiteten Aluminiumoxidvorläufer, **gekennzeichnet dadurch**, daß während der Umsetzung in der 1. Stufe ein mittlerer spezifischer Belastungsindex zwischen 200 und 600 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde und in der 2. Stufe ein solcher von 20 bis 120 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde eingestellt wird und die im Reaktionsmedium gebildeten Aluminiumoxidvorläufer durch periodische Filtrationsperioden abgetrennt werden, wobei während der Dauer der Filtration eine Filtrationsgeschwindigkeit, bezogen auf die abgetrennte Aluminiumoxidmenge je Zeiteinheit, eingestellt wird, die um den Faktor 3 bis 12 höher ist, als die in der Zeiteinheit während der Umsetzung gebildete Aluminiumoxidmenge.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß der mittlere spezifische Belastungsindex der ersten Stufe zwischen 230 und 390 und derjenige der zweiten Stufe zwischen 25 und 60 liegt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von porösen Aluminiumoxiden, die als mechanisch stabile Formlinge für die Herstellung von Katalysatoren, insbesondere für Prozesse der Erdölverarbeitung, Verwendung finden.

Charakteristik der bekannten technischen Lösungen

Die Verwendung von oberflächenreichen und porösen Aluminiumoxiden als wesentlicher Bestandteil für eine ganze Reihe technischer Katalysatoren mit sehr unterschiedlichen Eigenschaften ist allgemein bekannt. Entsprechend der Bedeutung des in einer Vielzahl technischer Katalysatoren enthaltenen Aluminiumoxides sind Verfahren zur Herstellung von Aluminiumoxiden bekannt, die darauf ausgerichtet sind, sowohl technologisch vorteilhafte Lösungsvarianten vorzustellen als auch zu gewährleisten, daß die für einzelne Katalysatoren erforderlichen Eigenschaften des Katalysatorbestandteiles Aluminiumoxid durch spezifische Herstellungsverfahren gewährleistet werden können.

Für die Katalysatorherstellung haben die sogenannten Übergangsaluminiumoxide, insbesondere gamma- und eta-Aluminiumoxid bzw. Gemische dieser Typen, die größte Bedeutung erlangt. Diese Produkte werden durch geeignete thermische Behandlung bei Temperaturen zwischen 400°C und 700°C aus Böhmiten, Pseudoböhmiten, Bayeriten oder Nordstranditen gewonnen. Die Aluminiumoxidhydrate bzw. -hydroxide werden durch Umsetzung von Aluminiumsalzen mit alkalischen Reagenzien, von Aluminatlaugen mit Säuren, durch hydrolytische Zersetzung von Aluminiumalkoxylaten oder auch durch Fällung von Alkalialuminatlaugen mit Aluminiumsalzlösung erhalten. Entsprechende technische Lehren sind beispielsweise enthalten in den Schriften DD-PS 215520, DD-PS 205078, DD-PS 160892, DD-PS 135971 und DD-PS 154583.

Die anfallenden Aluminiumoxidhydrate enthalten Verunreinigungen, insbesondere Alkaliverbindungen oder auch Eisenverbindungen, die die Eigenschaften dieser Produkte für die Katalysatorherstellung negativ beeinflussen und deshalb weitgehend im Herstellungsprozeß zu entfernen sind. Gelingt dies im Falle der Umsetzung von Aluminiumsalzen mit beispielsweise Ammoniakwasser relativ problemlos, wie in DD-PS 135971 bzw. DD-PS 205078 dargelegt, so ist speziell die Entfernung der Alkaliverunreinigungen bei der Umsetzung von Alkalialuminatlaugen mit Säuren bzw. mit Aluminiumsalzen weitaus problematischer, wobei insbesondere die letzt genannte Variante ein außerordentlich wirtschaftliches Verfahren unter dem Gesichtspunkt der erreichbaren Raum-Zeit-Ausbeuten darstellen kann. Aus diesem Grunde sind auch für die Umsetzung von Alkalialuminatlaugen mit Aluminiumsalzen Verfahrensvarianten beschrieben worden, mit denen die angestrebten Reinheitsgrade neben der Einhaltung spezifischer Fällparameter (z. B. DD-PS 154583) auch dadurch erreicht werden sollen, daß nach der Filtration durch den Filterkuchen Dampf geleitet wird, um den Waschaufwand zu verringern (DD-PS 215520). Die gemäß DD-PS 154583 angegebenen Maßnahmen haben sich jedoch für eine durchgängige Herstellung von Aluminiumoxidhydraten unter technischen Bedingungen als völlig unzulänglich herausgestellt.

Neben der weitgehenden Beseitigung störend wirkender Verunreinigungen aus den Aluminiumoxidvorläufern besteht als weitere Forderung, daß sich die hergestellten Produkte problemlos zu mechanisch stabilen und hochporösen Formkörpern verarbeiten lassen müssen, um den Anforderungen an technisch einsetzbare Katalysatoren gerecht zu werden. Bekannt ist, daß Aluminiumoxidhydrate günstigere Verformungseigenschaften aufweisen als beispielsweise Hydroxide vom Typ des Bayerits. Letztere Produkte sind oft nur im Gemisch mit Böhmiten oder Pseudoböhmiten verarbeitbar, wobei die Verformungseigenschaften stark von den Herstellungsbedingungen der Trihydroxide beeinflusst werden, wie in DD-PS 135971 und DD-PS 205078 niedergelegt.

Auch für die Verarbeitung von Aluminiumoxidhydraten zu strangförmigen oder kugelförmigen Teilchen sind verschiedenartige technische Lehren bekannt. So werden gemäß DD-PS 137800 porige Aluminiumoxide durch Extrusion von Mischungen, bestehend aus Aluminiumoxid-Hydrogel als feuchter Filterkuchen mit unterschiedlichen Anteilen an geglühtem Aluminiumoxid, hergestellt. Kugelförmige Aluminiumoxide sind beispielsweise auch durch eine Sol-Gel-Umwandlung nach einer zweistufigen

Peptisation der Aluminiumoxidhydrogele zugänglich. Mittels einer rotierenden Vertropfungs Vorrichtung gemäß DD-PS 220508 können mechanisch außerordentlich stabile kugelförmige Aluminiumoxide mit einem variierbaren Korngrößenspektrum hergestellt werden. Strangförmige Katalysatorformlinge lassen sich gemäß DD-PS 160892 auch durch eine sogenannte Sol-Gel-Umwandlung von Aluminiumoxidhydrosole enthaltenden Mischungen herstellen, die mit bestimmten linearen Strömungsgeschwindigkeiten unmittelbar in ein Koagulationsmedium eintreten. In nahezu allen bekannt gewordenen technischen Lehren zur Herstellung von Aluminiumoxidformkörpern sind die Verformungseigenschaften von den Herstellungsbedingungen der Ausgangsstoffe abhängig oder es sind teilweise aufwendige Verarbeitungstechnologien erforderlich, z. B. zweistufige Peptisationsverfahren bzw. relativ hohe Moduli während der Peptisation sowie die Verwendung schlecht handhabbarer Aluminiumoxidhydrogele, um die Aluminiumoxidvorläufer unabhängig von ihrer Herkunft zu technisch brauchbaren Formlingen verarbeiten zu können. Die angeführten technischen Lehren zur Umsetzung von Aluminatlaugen mit Aluminiumsalzen zur Herstellung von Aluminiumoxidvorläufern sind jedoch in ihrer Anwendbarkeit für die technische Herstellung von Aluminiumoxidvorläufern für die Katalysatorfertigung völlig unzureichend, da sie die komplexen Eigenschaften dieser Produkte nur unvollständig berücksichtigen und eine Herstellung der Produkte mit den erforderlichen Eigenschaften in guter Reproduzierbarkeit und in technisch brauchbaren Dimensionen nur unbefriedigt ermöglichen.

Ziel der Erfindung

Ziel der Erfindung ist ein Verfahren zur Herstellung poröser Aluminiumoxide mit hoher Raum-Zeit-Ausbeute in einem rationellen technisch beherrschbaren sowie eine gleichbleibend gute und einheitliche Qualität gewährleistendem Prozeß, wobei die Herstellung der Aluminiumoxide reproduzierbar sein soll.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Es besteht die Aufgabe, Bedingungen für die Herstellung von Aluminiumoxidvorläufern durch Umsetzung von Aluminatlaugen mit Aluminiumsalzen zu entwickeln, die es ermöglichen, diese Umsetzung in technisch leicht beherrschbarer Form und mit praktisch unveränderter Qualität der hergestellten Produkte, sowohl hinsichtlich der angestrebten Reinheit, der Verarbeitungsmöglichkeiten unmittelbar nach der Umsetzung als auch sich weiter anschließender technologischer Stufen, insbesondere zur Herstellung mechanisch stabiler und poröser Aluminiumoxidformlinge, durchzuführen.

Diese Aufgabe wird durch ein Verfahren zur Herstellung von porösen Aluminiumoxiden durch kontinuierliche und zweistufige Umsetzung von Alkalialuminaten mit Aluminiumsalzen bei pH-Werten zwischen 7 und 9 und Temperaturen zwischen 50°C und 90°C und einer Gesamtkonzentration der Aluminiumverbindungen im Reaktionsmedium von 30 bis 60 g/l in beiden Stufen, gerechnet als Aluminiumoxid, zu alkaliarmen Aluminiumoxidvorläufern und anschließende thermische Behandlung der vorzugsweise zu Formlingen verarbeiteten Aluminiumoxidvorläufer bei Temperaturen größer 400°C gelöst, indem erfindungsgemäß während der Umsetzung in der 1. Stufe ein mittlerer spezifischer Belastungsindex zwischen 200 und 600 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde und in der 2. Stufe ein solcher von 20 bis 120 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde eingestellt wird und die im Reaktionsmedium gebildeten Aluminiumoxidvorläufer durch periodische Filtrationsperioden abgetrennt werden, wobei während der Dauer der Filtration eine Filtrationsgeschwindigkeit, bezogen auf die je Zeiteinheit abgetrennte Aluminiumoxidmenge, eingestellt wird, die um den Faktor 3 bis 12 höher ist, als die in der Zeiteinheit gebildete Aluminiumoxidmenge.

Es ist günstig, wenn Natriumaluminat- mit Aluminiumnitratlösung umgesetzt werden, ein molares Verhältnis zwischen Aluminiumoxid und Natriumnitrat zwischen 0,35 und 0,65 eingehalten und bei einer, bezogen auf Aluminiumoxid, berechneten Konzentration der Aluminiumverbindung von 35 bis 45 g Al₂O₃/l gearbeitet wird. Vorzugsweise weisen die Ausgangskomponenten molare Verhältnisse zwischen Aluminiumoxid und Alkalihydroxid bzw. Säure von 0,30 bis 0,40 bzw. von 0,14 bis 0,16 auf. In einer vorteilhaften Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens liegt die Temperatur in der zweiten Stufe mindestens 10 K und maximal 30 K tiefer, als diejenige in der ersten Stufe. Vorzugsweise liegen die spezifischen Belastungsindices der ersten Stufe zwischen 230 und 390 und diejenige der zweiten Stufe zwischen 25 und 60 kg Aluminiumoxid je m³ Reaktionsvolumen und Stunde. Gemäß der Erfindung können vorteilhaft Aluminiumoxidvorläufer hergestellt werden, die 0,1 bis 5 Ma.-% Siliziumdioxid, bezogen auf Aluminiumoxid, enthalten. Es hat sich überraschend gezeigt, daß die Einhaltung der molaren Verhältnisse zwischen Aluminiumoxid und Natriumnitrat günstig ist für die Ausbildung eines besonderen Teilchenhabitus der Aluminiumoxidvorläufer, die die Weiterverarbeitung in besonders vorteilhafter Weise beeinflussen. Zur Ausbildung dieses besonderen Teilchenhabitus, der sich durch einzelne physikalische bzw. physikalisch-chemische Kenngrößen nur äußerst schwer charakterisieren läßt, ist weiterhin vorteilhaft, daß die Temperatur der zweiten Umsetzungsstufe tiefer liegt.

Die Kennzeichen des erfindungsgemäßen Verfahrens haben sich als entscheidend für die Herstellung qualitativ hochwertiger und qualitätsstabiler poröser Aluminiumoxide erwiesen. Die erfindungsgemäßen Maßnahmen gewährleisten nicht nur die geforderte Alkaliarmut der Aluminiumoxidvorläufer ohne besondere zusätzliche Maßnahmen sondern sind auch wesentlich für solche, die technische Anwendung mitbestimmenden Faktoren, wie Filtrierbarkeit, Auswascheigenschaften, Transport- und Verformungseigenschaften und letztlich die mechanischen und Porositätseigenschaften der gewonnenen Aluminiumoxidformlinge. So hat sich insbesondere die periodische Filtration der gebildeten Aluminiumoxidvorläufer aus dem Reaktionsmedium neben den anderen kennzeichnenden Maßnahmen als ganz wesentlich für die Herausbildung der ausgezeichneten Verformungseigenschaften und die hohe mechanische Stabilität der Al₂O₃-Formlinge erwiesen. Die erfindungsgemäß hergestellten porösen Aluminiumoxide ermöglichen die Herstellung qualitativ verbesserter Katalysatoren, die sich insbesondere auszeichnen durch eine geringe spezifische Masse sowie geringere Gehalte an katalytisch wirksamen Wertkomponenten.

Das erfindungsgemäße Verfahren zeichnet sich durch folgende Vorteile aus:

- qualitativ hochwertige Produkte bei höheren Raum-Zeit-Ausbeuten (30–40% höher als bei DD-PS 154583)
- geringerer Wasserverbrauch, um angestrebte Reinheit der Produkte zu erhalten
- Herstellung von Formlingen mit ausgewogener Porenverteilung ohne spezielle Mahlaggregate. Gemäß DD-PS 154583 ist dies nur über spezielle Mahlbedingungen realisierbar, woraus die Anwendbarkeit eingeschränkt ist.
- Herstellung von mechanisch stabilen Formlingen ohne Zusatz von HNO₃ bzw. geringer Mengen an HNO₃ für die Peptisation
- Herstellung mechanisch stabiler kugelförmiger Teilchen durch Verstopfung mit Ammoniaklösung geringerer Konzentration
- geringere Glühtemperaturen

Ausführungsbeispiele

Beispiel 1 (erfindungsgemäß):

320 l/h Aluminiumnitratlösung (108,3 g/l Al_2O_3 -Gehalt; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{HNO}_3$ -Modul 0,15) und 279 l/h Natriumaluminatlösung (291,7 g/l Al_2O_3 -Gehalt; $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{NaOH}$ -Modul 0,353) wurden kontinuierlich und zweistufig über einen Zeitraum von 120 Stunden unter folgenden Bedingungen umgesetzt:

1. Stufe	pH-Wert	7,4
	Temperatur	70 °C
	mittlerer spezifischer Belastungsindex	263 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3 \cdot \text{h}$
	Al_2O_3 -Gehalt	40,7 g/l
2. Stufe	pH-Wert	7,4
	Temperatur	55 °C
	mittlerer spezifischer Belastungsindex	33,1 kg $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{m}^3 \cdot \text{h}$
	Al_2O_3 -Gehalt	40,7 g/l

Im Reaktionsmedium wurde ein $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{NaNO}_3$ -Molverhältnis von 0,503 eingehalten. Der Al_2O_3 -Gehalt im Reaktionsmedium wurde durch Wasserzusatz eingestellt.

Das kontinuierlich über jeweils 60 Minuten anfallende Reaktionsprodukt wurde ohne Unterbrechung der Umsetzung innerhalb von 10 Minuten (jeweils zwischen der 55. und 65. Minute) filtriert. Die innerhalb dieser zehnminütigen Filtration pro Zeiteinheit abgetrennte Menge Al_2O_3 war sechsmal größer als die pro Zeiteinheit durch die Umsetzung gebildete Menge an Al_2O_3 . Nach der Filtration wurde mit etwa 35 m³ Kondensat je Tonne Al_2O_3 gewaschen und anschließend bei etwa 120 °C getrocknet. Die so hergestellten Aluminiumoxidvorläufer sind durch folgende Eigenschaften gekennzeichnet:

Glühverlust bei 800 °C	24,7 Ma.-%
Na_2O -Gehalt, bezogen aus Al_2O_3	0,01 Ma.-%
NO_3 -Gehalt, bezogen aus Al_2O_3	3,14 Ma.-%
Oberflächengröße	311 m ² /g
Röntgenstrukturanalyse	Böhmit, Kristallinität 98 %
Teilchengröße (röntgenografisch)	3,3 nm

Die genannte Umsetzung wurde mehrfach über Zeiträume von mindestens 100 Stunden ausgeführt. Die angeführten Kennwerte der in diesen Zeiträumen angefallenen Produkte veränderten sich lediglich um max. 10%. Es ergaben sich keinerlei Schwierigkeiten bei der Filtration des Reaktionsproduktes, beim Waschen des Filterkuchens sowie bei dessen Transport in das Trocknungsaggregat.

Beispiel 2 (erfindungsgemäß):

Die hergestellten Aluminiumoxidvorläufer vom Böhmit-Typ wurden problemlos zu porösen Al_2O_3 -Formlingen unterschiedlicher Geometrie verarbeitet, nachdem die Produkte in an sich bekannter Weise in Rohrschwingmühlen hoher Produktivität (die stündliche Durchsatzmenge entsprach mindestens derjenigen, der gemäß Beispiel 1 anfallenden Aluminiumoxidvorläufer) gemahlen worden. Es wurden die folgenden Al_2O_3 -Formlinge hergestellt:

- 100 kg des hergestellten Böhmits wurden mittels ca. 60 l Kondensatwasser, geringen Mengen Salpetersäure ($\text{HNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ -Modul 0,01) sowie ca. 300 ml Ammoniakwasser plastifiziert und zu 1,3 mm starken Strangformlingen mittels Schneckenstrangprozesse verarbeitet; die Formlinge anschließend bei ca. 120 °C getrocknet und für drei Stunden bei ca. 500 °C gegläht.
- 100 kg des hergestellten Böhmits wurden mittels ca. 60 l Kondensatwasser sowie ca. 200 ml Ammoniakwasser plastifiziert und mittels einer Schneckenstrangpresse zu Strangformlingen mit wirbelförmigen Querschnittsprofil und einem umschreibenden Durchmesser von ca. 1,7 mm verpresst und weiter wie unter a) behandelt.
- 100 kg des Böhmits wurden mit 85 l Kondensatwasser und Salpetersäure ($\text{HNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ -Modul 0,03) zu einer tropfbaren Slurry peptisiert, die anschließend über eine Vertropfungsvorrichtung und durch Koagulation mittels einer 5 bis 6%igen wäßrigen Ammoniaklösung zu Kugeln mit ca. 2 mm Durchmesser verarbeitet wurde. Die abgetrennten kugelförmigen Teilchen wurden weiter wie unter a) behandelt.
- 100 kg des Böhmits wurden wie unter c) zu kugelförmigen Teilchen verarbeitet. Für die Peptisation wurde ein $\text{HNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ -Modul 0,075 eingestellt.

Die folgenden Daten belegen, daß erfindungsgemäß Al_2O_3 -Formlinge mit ausgewogener Porenverteilung, hoher mechanischer Stabilität und niedrigen Schüttdichten ohne weitere besondere Maßnahmen herstellbar sind:

Al_2O_3 -Formlinge		a)	b)	c)	d)
Schüttdichte	kg/l	0,56	0,54	0,58	0,64
Abrieb	Ma.-%	0,34	0,2	4,6	2,3
		(30 min rotierende Trommel)		(30 min Wirbelschicht)	
Porenvolumen	m ³ /g	0,63	0,68	0,70	0,61
Anteil < 10 nm	m ³ /g	0,54	0,51	0,47	0,48
Anteil > 50 nm	m ³ /g	0,03	0,11	0,15	0,05
Oberflächengröße	m ² /g	240	251	249	255

Beispiel 3 (nicht erfindungsgemäß):

Die im Beispiel 1 angeführte Natriumaluminatlösung wurde in einer Menge von 300 l/h entsprechend den Angaben in DD-PS 154583 (Beispiel 2) mit 420 l/h Salpetersäure zu einem Böhmit-Hydrogel ausgefällt. Das Fällprodukt wurde anschließend auf einer Filterpresse von der Mutterlauge getrennt und mit Kondensatwasser in einer Menge entsprechend $100 \text{ m}^3/\text{t Al}_2\text{O}_3$ gewaschen. Infolge der hohen Waschwassermenge sowie ungünstiger Auswascheigenschaften der Fällprodukte mußte der Fällprozess häufig periodisch unterbrochen werden. Wie die folgenden Kenndaten belegen, unterscheiden sich die in einzelnen Fällperioden erhaltenen Produkte teilweise beträchtlich in ihrer Qualität.

Fällperiode		1	2	3
Glühverlust	Ma.-%	25,3	26,5	24,7
Na ₂ -Gehalt	Ma.-%	0,01	0,05	0,03
NO ₃ -Gehalt	Ma.-%	2,5	4,5	1,3
Oberflächengröße	m ² /g	290	310	298
Kristallinität (bez. auf Standardböhmit)	%	95	93	99
Teilchengröße	nm	3,0	2,6	3,1

Der in Fällperiode 2 erhaltene Filterkuchen hatte stark thixotrope Eigenschaften und erschwerte die Weiterverarbeitung beträchtlich. Die Schüttdichten der Produkte schwankten relativ stark und lagen bis zu 20% höher als diejenigen der erfindungsgemäß hergestellten Aluminiumoxidvorläufer.

Beispiel 4 (nicht erfindungsgemäß):

Das gemäß Beispiel 3 Fällperiode 1 hergestellte Produkt wurde unter analogen Bedingungen wie in Beispiel 2 auf einer Rohrschwingmühle gemahlen. Dieses gemahlene Produkt wurde zu einer vertropften Slurry mit HNO₃/Al₂O₃-Moduli von 0,00 und 0,075 peptisiert und anschließend über eine Vertropfungs Vorrichtung sowie 20%ige Ammoniaklösung als Koagulationsmedium zu kugelförmigen Teilchen verarbeitet, die getrocknet und geglüht wurden. Folgende Kenndaten charakterisieren die Eigenschaften der erhaltenen Formlinge:

HNO ₃ /Al ₂ O ₃ -Modul		0,03	0,075
Schüttdichte	kg/l	0,72	0,75
Abrieb	Ma.-%	7,5	8,5
		(30 min Wirbelschicht)	
Porenvolumen	cm ³ /g	0,50	0,47
Anteil < 10 nm	cm ³ /g	0,48	0,47
Anteil > 50 nm	cm ³ /g	0,01	0
Oberflächengröße	m ² /g	250	240

Im Vergleich zu den erfindungsgemäß hergestellten weisen die gemäß Stand der Technik hergestellten Formlinge merklich höhere Schüttdichten, geringer mechanische Stabilität und keine ausgewogene Porenverteilung auf.