



(12) Wirtschaftspatent

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1 Patentgesetz

PATENTSCHRIFT

(19) **DD** (11) **273 781 A1**

4(51) B 01 J 35/00
 B 01 J 32/00
 B 01 J 21/04
 B 01 J 20/28
 C 01 F 7/02

AMT FÜR ERFINDUNGS- UND PATENTWESEN

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) WP B 01 J / 317 703 2 (22) 08.07.88 (44) 29.11.89

(71) Akademie der Wissenschaften der DDR, Otto-Nuschke-Straße 22/23, Berlin, 1080, DD
 (72) Becker, Karl, Dr. sc. nat.; Berrouschot, Hans-Dieter; Neubauer, Hans-Dieter, Dr. rer. nat.; Birke, Peter, Dr. sc. nat.; Merk, Ralf; Kraft, Manfred; Großmann, Manfred, Dr. rer. nat.; Zubowa, Heide-Lore, Dr. rer. nat.; Steinike, Ursula, Prof. Dr. habil.; Hennig, Hans-Peter, Dr. rer. nat.; Kretschmar, Ulrike, Dr. rer. nat.; Jänchen, Jochen, Dr. rer. nat., DD

(54) Verfahren zur Herstellung hochporöser kugelförmiger Aluminiumoxidkörper

(55) Aluminiumoxidkörper, kugelförmig, hochporös, Pseudoböhmit, Oxalsäure, Monocarbonsäure, Feststoffgehalt, Molverhältnis, Suspension

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochporöser kugelförmiger Aluminiumoxidkörper und findet bei der heterogenen Katalyse Anwendung. Ziel und Aufgabe der Erfindung ist es, ein verbessertes, wirtschaftliches und umweltfreundliches Verfahren zur Herstellung kugelförmiger, hochporöser Al_2O_3 -Formlinge zu entwickeln. Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Behandlung von Pseudoböhmit mit verdünnter Oxalsäure bei einem Molverhältnis OS/Al_2O_3 von 0,005 bis 0,025 oder verdünnte Oxalsäure im Gemisch mit einer Monocarbonsäure mit 1-5 C-Atomen, mit einem Molverhältnis MCS/Al_2O_3 im Bereich von 0,01 bis 0,5 bei einem Feststoffgehalt in der Suspension von 20 bis 60 Masseanteilen in %, einer Temperatur von 20 bis 90 °C und einer Behandlungszeit von 20 bis 80 Minuten erfolgt.

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung hochporöser, kugelförmiger Aluminiumoxidkörper, die für heterogen-katalytische Umsetzungen oder als Komponenten dafür geeignet sind, durch Behandlung von Pseudoböhmit in einer wäßrigen Suspension, Vertropfen in bekannten Vorrichtungen, Verfestigung der Kugeln in Ammoniakwasser und thermische Nachbehandlung derselben, **gekennzeichnet dadurch**, daß die Behandlung des Pseudoböhmits mit verdünnter Oxalsäure (OS) bei einem Molverhältnis (Modul) OS/Al_2O_3 im Bereich von 0,005 bis 0,025 oder verdünnter Oxalsäure dieses Modulbereiches im Gemisch mit einer Monocarbonsäure (MCS) mit 1–5 C-Atomen, mit einem Molverhältnis MCS/Al_2O_3 in den Grenzen von 0,01 bis 0,5, bei einem Feststoffgehalt in der Suspension von 20 bis 60 Masseanteile in %, einer Temperatur von 20 bis 90°C und einer Behandlungszeit von 20 bis 180 Minuten durchgeführt wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Pseudoböhmit ein solcher aus der kontinuierlichen Fällung durch Zusammenführen von Aluminiumnitratlösung und Natriumaluminatlösung, mit einem Restnitratgehalt von 0 bis 8 Masseanteil in % eingesetzt wird.
3. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß zur Herstellung von Kugelformlingen mit einem Anteil an Poren eines Durchmessers oberhalb 10 nm von mehr als 20% des Gesamtporenvolumens, ein Pseudoböhmit mit einem Restnitratgehalt von 0 bis 3 Masseanteile in %, bei einem Modul OS/Al_2O_3 0,01 bis 0,02, einer Temperatur von 30 bis 50°C in einer Zeit von 60 bis 120 Minuten behandelt wird.
4. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß zur Herstellung von Kugelformlingen mit einem Anteil an Poren eines Durchmessers oberhalb 10 nm von weniger als 80% des Gesamtporenvolumens, ein Pseudoböhmit mit einem Restnitratgehalt von 2 bis 6 Masseanteile in %, bei einem Modul OS/Al_2O_3 von 0,01 bis 0,025, einer Temperatur von 50 bis 90°C, in einer Zeit von 60 bis 120 Minuten behandelt wird.
5. Verfahren nach Anspruch 1 und 2, **gekennzeichnet dadurch**, daß zur Herstellung von Kugelformlingen mit einem Anteil an Poren oberhalb 50 nm von weniger als 20% des Gesamtporenvolumens, ein Pseudoböhmit mit einem Restnitratgehalt von 0 bis 3 Masseanteile in %, bei einem Modul OS/Al_2O_3 von 0,005 bis 0,02 und/oder mit einer Monocarbonsäure der C-Zahl 1 bis 5, bei einem Modul MCS/Al_2O_3 0,01 bis 0,1, einer Temperatur von 30 bis 90°C in einer Zeit von 45 bis 120 Minuten behandelt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch**, daß als Monocarbonsäure Ameisensäure, Essigsäure oder Propionsäure verwendet wird.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochporöser kugelförmiger Aluminiumoxidkörper mit variablem Verhältnis zwischen Mikro-, Übergangs- und Makroporen für heterogen-katalytische Umsetzungen bzw. Komponenten dafür.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Poröses Aluminiumoxid ist wesentlicher Bestandteil vieler technischer Katalysatoren. Von den über die Aluminiumoxidaquate Böhmit, Bayerit und Hydrargillit zugänglichen Tieftemperaturphasen γ - Al_2O_3 , η - Al_2O_3 und χ - Al_2O_3 ist aus verschiedenen Gründen ersteres favorisiert. Der Hauptgrund ist, daß Böhmit mit einer Reihe von Säuren (technisch vzw. Salpetersäure) peptisierbar ist, d. h. durch Einwirkung dieser Säuren bilden sich basische Aluminiumsalze aus, wodurch die rheologischen Eigenschaften des feuchten Hydrogels in einer für die Formgebung geeigneten Weise verändert werden. Ferner vermitteln die basischen Salze den Formlingen nach dem Calcinieren die erforderliche mechanische Stabilität. Die Leistungsfähigkeit technischer Katalysatoren auf Basis von porösem Al_2O_3 wird in den meisten Fällen durch deren Porenstruktur mitbestimmt, d. h. dadurch, wie gut diese den reaktions- und/oder transportkinetischen Anforderungen des jeweiligen Prozesses angepaßt sind. Die „Reaktionsporen“, die die Größe der Oberfläche der Al_2O_3 -Formlinge im wesentlichen bestimmen, sind vzw. im Bereich kleiner Porenradien (Mikroporen, $r < 10$ nm) zu finden. Die „Transportporen“, deren Anteil sowohl den Stofftransport im Formling als auch dessen Festigkeit bestimmt, befinden sich im Bereich größerer Porenradien (Übergangsporen, $r = 10$ –50 nm, Makroporen, $r > 50$ nm).

Um die Porenstruktur eines Katalysators den spezifischen Besonderheiten einer Reaktion oder einem Komplex von Reaktionen optimal anzupassen, sind Methoden erforderlich, diese bei der Katalysatorherstellung gezielt zu beeinflussen.

Die Natur und Genese der Poren wird im wesentlichen durch folgende Faktoren beeinflusst:

- durch die Art und Herstellung des verwendeten Böhmits, der z. B. durch Zersetzung aluminiumorganischer Verbindungen, thermische Zersetzung von Aluminiumsalzen oder durch Fällung von Aluminiumsalzen erhalten werden kann,
- durch die Teilchengröße bzw. Teilchengrößenverteilung und die Teilchenform, die z. B. durch Mahlen beeinflussbar ist,
- durch die Art der Peptisation in Vorstufen der Formgebung und die Wahl des Peptisationsmittels, z. B. starke oder schwache Säuren,
- durch Zugabe von Porenbildnern während der Herstellung des Aluminiumoxidhydrogels oder -hydrosols und
- durch die Art und Intensität der thermischen Nachbehandlung.

Eine Übersicht über den gegenwärtigen Wissensstand auf dem Gebiet der Herstellung von Al_2O_3 -Katalysatorträgern mit kontrollierter Porenstruktur geben D. L. Trimm und A. Stanislaus (Appl. Catalysis, 21 [1986] 215-238). Die aufgeführten Arbeiten und Patentschriften befassen sich jedoch nahezu ausschließlich mit der Herstellung strangförmiger Materialien durch Plastifizieren und Extrusion und geben Methoden an, mit denen die Porenverteilung im Bereich kleiner und/oder großer Poren beeinflusst werden kann.

Es ist jedoch allgemein bekannt, daß man bei der Herstellung von Extrudaten gewonnene Erkenntnisse nicht ohne weiteres auf die Herstellung kugelförmiger Teilchen durch Vertropfen von Hydrosolen übertragen kann. Zur Herstellung von kugelförmigen Al_2O_3 -Formlingen durch Vertropfen sind im wesentlichen zwei Verfahrensweisen bekannt:

- die Herstellung von Hydrosolen von Aluminiumsalzen mit Mineralsäuren, z. B. AlCl_3/HCl , unter Zugabe von NH_3 -bildenden Substanzen, z. B. Hexamethylentetramin (etwa 12 Masseanteile in %), Vertropfen des Hydrosols in heißes Öl, wobei durch das freigesetzte NH_3 eine Verfestigung der Kugeln erfolgt und thermische Nachbehandlung derselben (z. B. US-2620314). Sehr mikroporöse Formlinge erhält man durch Waschen der ausgehärteten Kugeln mit wasserlöslichen Alkoholen (z. B. USP-3972990). Dieses Verfahren hat den Nachteil eines hohen Hexamin- und Alkoholverbrauchs, ferner ist der Umgang mit heißem Öl technisch aufwendig, und bei der Calcination entstehen korrosiv wirkende Abgase.
- Herstellung von Hydrosolen durch Peptisation von Böhmit mit starken Mineralsäuren (vzw. HNO_3), Vertropfen des Hydrosols und Aushärten der Kugeln in eine Säule mit NH_3 -Wasser bei Umgebungstemperatur (z. B. DD-PS-150382). Nach diesem Verfahren ist die Porenverteilung durch die Wahl der Peptisationsbedingungen in geringem Umfang beeinflussbar. Allerdings sind diesen Bedingungen dadurch Grenzen gesetzt, daß das Hydrosol bei hohen Säuregehalten instabil ist (starker Viskositätsanstieg), wodurch die technische Verarbeitung erschwert und die Gewährleistung einer gleichmäßigen Qualität nicht gesichert sind. Auch bei diesem Verfahren entstehen in der Calcinationsstufe giftige und korrosive Abgase, die beseitigt werden müssen.

In beiden Verfahren ist es möglich, die Porenverteilung z. B. gemäß USP-3968225 zu steuern, indem das Hydrosol oder Hydrogel vor der Formung mit einem wasserlöslichen, zur Polymerisation befähigten Monomeren, z. B. Acrylsäure, Methacrylsäure, Methacrylamid o. ä. (bis 20 Masseanteile in %) versetzt wird. Bei der thermischen Nachbehandlung der Kugeln wird die Polymerisation ausgelöst, und durch das Ausbrennen der Polymerenmoleküle werden entsprechende Poren gebildet. Dieses Verfahren hat den Nachteil eines hohen Verbrauchs der o. g. Monomeren, ferner entstehen auch hier in der Calcinationsstufe unangenehme Abgase.

Der für die Herstellung von Extrudaten, deren Festigkeit u. a. durch die starke Verdichtung bewirkt wird (z. B. US-4081406), empfohlene Einsatz von Monocarbonsäuren und Polycarbonsäuren (z. B. US-3917808) in der Stufe der Plastifizierung, war für die Vertropfung nicht naheliegend, da die Auffassung besteht, daß zumindest Oxalsäure und Ameisensäure nicht peptisierend wirken (s. M. B. Seliwertowa, E. B. Wlassow, B. J. Derpjaschkina, J. prikl. Chem., 3 [1984] 683). Diese Peptisation ist bei der Kugelherstellung Voraussetzung für eine ausreichende Festigkeit.

Ziel der Erfindung

Das Ziel der Erfindung ist die Entwicklung eines verbesserten, einfachen, wirtschaftlichen und umweltfreundlichen Verfahrens zur Herstellung kugelförmiger und hochporöser Al_2O_3 -Formlinge.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Die Aufgabe der Erfindung besteht darin, ein Verfahren zur Herstellung kugelförmiger und hochporöser Al_2O_3 -Formlinge, mit variablem Anteil von Mikro-, Übergangs- und Makroporen sowie hoher mechanischer Festigkeit, die für heterogen-katalytische Umsetzungen oder Komponenten dafür geeignet sind, durch Behandlung von Pseudoböhmit in einer wäßrigen Suspension, Vertropfen derselben in bekannten stationären oder dynamischen Vorrichtungen, Verfestigung der Kugelformlinge in Ammoniakwasser und thermische Nachbehandlung derselben zu entwickeln.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe dadurch gelöst, daß die Behandlung der Pseudoböhmitsuspension mit verdünnter Oxalsäure (OS) bei einem Molverhältnis $\text{OS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ 0,005 bis 0,025 ggf. im Gemisch mit einer organischen Monocarbonsäure (MCS) der C-Zahl 1 bis 5, bei einem Molverhältnis $\text{MCS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ von 0,01 bis 0,5, bei einem Feststoffgehalt in der Suspension von 20 bis 60 Masseanteile in %, einer Temperatur von 20 bis 90°C in einer Zeit von 20 bis 80 Minuten durchgeführt wird. Überraschenderweise konnte entgegen der bisherigen Auffassung in der Fachwelt die peptisierende Wirkung von Monocarbonsäuren für Pseudoböhmit nachgewiesen werden.

Durch Verwendung der Monocarbonsäuren können kugelförmige Al_2O_3 -Formlinge mit variablem Verhältnis zwischen Mikro-, Übergangs- und Makroporen erhalten werden.

Als weiterer Vorteil erweist sich, daß bei der Calcination keine korrosiven, die Umwelt belastenden Gase entstehen.

Eine vorzugsweise Ausführung des Verfahrens besteht darin, daß als Pseudoböhmit ein solches aus der kontinuierlichen Fällung durch Zusammenführen von Aluminiumnitratlösung und Natriumaluminatlösung, mit einem Restnitratgehalt von 0 bis 8 Masseanteile in % eingesetzt wird.

Eine weitere vorzugsweise Ausführung des Verfahrens zur Herstellung von Kugelformlingen mit einem Anteil an Poren eines Durchmessers oberhalb 10 nm von mehr als 20% des Gesamtporenvolumens besteht darin, daß ein Pseudoböhmit mit einem Restnitratgehalt von 0 bis 3 Masseanteile in %, in wäßriger Suspension bei einem Modul $\text{OS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ von 0,01 bis 0,02, einer Temperatur von 30 bis 50°C in einer Zeit von 60 bis 120 Minuten behandelt wird.

Eine dritte vorzugsweise Ausführung zur Herstellung von Kugelformlingen mit einem Anteil an Poren eines Durchmessers oberhalb 10 nm von weniger als 30 % des Gesamtporenvolumens besteht darin, daß ein Pseudoböhmit mit einem Restnitratgehalt von 2 bis 6 Masseanteile in %, in wäßriger Suspension bei einem Modul OS/Al_2O_3 von 0,015 bis 0,025, einer Temperatur von 50 bis 90°C in einer Zeit von 60 bis 120 Minuten behandelt wird.

Eine vierte vorzugsweise Ausführung zur Herstellung von Kugelformlingen mit einem Anteil an Poren eines Durchmessers oberhalb 50 nm von weniger als 20 % des Gesamtporenvolumens besteht darin, daß ein Pseudoböhmit mit einem Restnitratgehalt von 0 bis 3 Masseanteile in %, in wäßriger Suspension bei einem Modul OS/Al_2O_3 von 0,005 bis 0,02 und/oder mit einer Monocarbonsäure der C-Zahl 1 bis 5, bei einem Modul MCS/Al_2O_3 0,01 bis 0,1, einer Temperatur von 30 bis 90°C in einer Zeit von 45 bis 120 Minuten behandelt wird.

Besonders geeignete Monocarbonsäuren sind Ameisensäure, Essigsäure oder Propionsäure.

Ausführungsbeispiele

Für die Ausführungsbeispiele wurden Böhmite mit folgenden Eigenschaften verwendet (Herstellung durch kontinuierliches Fällern aus Aluminiumnitratlösung und Natriumaluminatlösung).

	Bö 1	Bö 2	Bö 3
Röntgenstruktur:		Böhmit	
kristalliner Anteil (bezog. auf einen Standardböhmit = 100 %):		79 bis 91 %	
Glührückstand/800°C in Ma.-%:	75,9	75,2	76,4
NO ₃ -Gehalt in Ma.-%:	0,0	2,4	5,7
Primärteilchengröße (röntgenographisch) in nm:		3,1 bis 3,5	
Agglomerate > 63 nm in Ma.-%:		0,5 bis 3	
Porenvolumen in cm ³ /g:		1,1 bis 1,3	
Oberfläche in m ² /g:		250 bis 270 ¹⁾	
(1) Böhmite dieser Oberfläche sind grundsätzlich Pseudoböhmite)			

Beispiel 1:

250 g eines Pseudoböhmits vom Typ Bö 1 wurden erfindungsgemäß in wäßriger Suspension bei einem Feststoffgehalt von 38,8 Masseanteilen in % (Al_2O_3) mit Oxalsäure (OS) bei einem Molverhältnis OS/Al_2O_3 von 0,01 100 Minuten bei einer Temperatur von 40°C behandelt. Das resultierende Gemisch wurde durch eine stationäre Lochplatte gemäß DD-PS-150382 mit Düsen des Durchmessers von 2,5 mm gedrückt und die Formlinge in einer Säule mit 15%igem Ammoniakwasser verfestigt. Die gehärteten Kugeln wurden dann gewaschen, bei 120°C getrocknet und bei 550°C calciniert. Die calcinierten Kugeln hatten einen Durchmesser im Bereich von 2,5 bis 3,2 mm. Die Textur ist in Tafel 1 aufgeführt.

Beispiel 2:

250 g eines Pseudoböhmits vom Typ Bö 3 wurden nach der im Beispiel 1 beschriebenen Methode erfindungsgemäß behandelt, geformt, getrocknet und calciniert. Der Modul OS/Al_2O_3 betrug 0,020, der Feststoffgehalt 38,2 Masseanteile in %, die Temperatur 55°C und die Zeit der Behandlung 110 Minuten. Die Eigenschaften der Formlinge zeigt ebenfalls Tafel 1.

Beispiel 3:

250 g eines Pseudoböhmits vom Typ Bö 2 mit einem Feststoffgehalt im Hydrosol von 39,6 Masseanteile in % wurden nach der im Beispiel 1 beschriebenen Verfahrensweise erfindungsgemäß behandelt, geformt, getrocknet und calciniert. Der Modul OS/Al_2O_3 betrug 0,015, zusätzlich wurde Essigsäure (MCS) entsprechend einem Modul von MCS/Al_2O_3 von 0,03 zugegeben. Die Temperatur betrug 30°C, die Behandlungsdauer 100 Minuten, die Suspension war mehr als 20 Stunden stabil. Die Eigenschaften der Formlinge zeigt Tafel 1.

Beispiel 4:

250 g eines Pseudoböhmits vom Typ Bö 1 wurden nach der im Beispiel 3 beschriebenen Weise erfindungsgemäß behandelt, geformt, getrocknet und calciniert. Anstelle von Essigsäure wurde Ameisensäure mit einem Modul MCS/Al_2O_3 von 0,075 zugegeben. Die Viskosität der Suspension war mehr als 20 Stunden weitgehend stabil. Die Eigenschaften der Formlinge zeigt Tafel 1.

Beispiel 5:

250 g eines Pseudoböhmits vom Typ Bö 2 wurden nach der im Beispiel 1 beschriebenen Verfahrensweise erfindungsgemäß behandelt, geformt, getrocknet und calciniert. Der Feststoffgehalt der Suspension betrug 28,8 Masseanteile in %, der Modul OS/Al_2O_3 0,02, die Temperatur 75°C und die Behandlungszeit 90 Minuten. Die Eigenschaften der Formlinge zeigt Tafel 1.

Beispiel 6:

Herstellung von Kugeln gemäß Beispiel 1. Das Vertropfen wurde in einer rotierenden, kugelförmigen Tropfvorrichtung gemäß DD-220508 durchgeführt. Die calcinierten Formlinge hatten einen Durchmesser im Bereich von 1,5 bis 2,5 mm.

Beispiel 7:

250g eines Pseudoböhmits vom Typ B6 1 wurden nach der im Beispiel 1 beschriebenen Weise nach herkömmlichen Verfahren mit HNO_3 zu einem Hydrosol peptisiert, geformt, getrocknet und calciniert. Der Modul $\text{HNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ betrug 0,05, der Feststoffgehalt 40 Masseanteile in %, die Peptisationstemperatur 25°C und die Peptisationszeit 100 Minuten. Das Hydrosol war nach 120 Minuten nicht mehr vertropfbar.

Die Eigenschaften der Formlinge zeigt Tafel 1.

Beispiel 8:

250g eines Pseudoböhmits vom Typ B6 3 wurden nach der im Beispiel 1 beschriebenen Weise nach herkömmlichen Verfahren mit HNO_3 zu einem Hydrosol peptisiert, geformt, getrocknet und calciniert. Der Modul $\text{HNO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$ betrug 0,075, der Feststoffgehalt 39,5 Masseanteile in %, die Peptisationstemperatur 45°C und die Peptisationszeit 60 Minuten. Das Hydrosol war nach 100 Minuten nicht mehr vertropfbar.

Die Eigenschaften der Formlinge zeigt Tafel 1.

Für die im Beispiel 8 erhaltenen Formlinge war charakteristisch, daß mehr als 50% bei Berührung mit Wasser (z. B. bei Tränken mit Aktivkomponenten) zu kleinen Stücken und Halbkugeln zerplatzen.

Die aufgeführten Beispiele lassen erkennen, daß mit dem erfindungsgemäßen Verfahren hochporöse Al_2O_3 -Formlinge hergestellt werden können, die sich im Anteil an Mikro-, Übergangs- und Makroporen voneinander unterscheiden.

Entgegen der o. g. Auffassung in der Fachwelt, nach der organische Säuren wie Oxalsäure und Ameisensäure für Pseudoböhmit keine peptisierende Wirkung besitzen sollen, scheint dies doch der Fall zu sein, zumindest sprechen die erhaltenen Ergebnisse dafür. Diese gewünschte Wirkung ist jedoch im Falle der Oxalsäure bei der Herstellung von Kugelformlingen durch Vertropfen überraschenderweise nur in Bereichen geringer Konzentrationen ($\text{OS}/\text{Al}_2\text{O}_3$ max. 0,025) vorhanden. Oberhalb dieser Grenzkonzentrationen ist ein starker Viskositätsanstieg zu beobachten, der eine Verarbeitung unmöglich macht. Überraschend war ferner die Beobachtung, daß auch in nitrathaltigen Pseudoböhmiten eine derartige Wirkung vorhanden ist und die Kombination von Oxalsäure mit Monocarbonsäuren geringer C-Zahl eine über längere Zeit sehr stabile und gut verarbeitbare Suspension erhalten wird.

Tafel 1 Eigenschaften der nach den Beispielen 1–8 hergestellten Formlinge

Beispiel	SG	Vp	Vp (< 10 nm)	Vp (10–50 nm)	Vp (> 50 nm)	O	Festigkeit
1	0,47	0,85	0,43		0,42	236	> 0,9
2	0,45	0,89	0,66		0,23	242	1,0
3	0,56	0,69	0,45	0,14	0,10	204	1,1
4	0,59	0,64	0,48	0,12	0,09	253	> 0,9
5	0,47	0,93	0,53	0,07	0,33	241	> 0,9
6	0,49	0,79	0,41		0,38	228	0,95
7	0,61	0,61	0,49	0,08	0,04	239	1,0
8	0,69	0,46	0,49	0,02	0,01	258	instabil

SG: Schüttgewicht in kg/l^{-1}

Vp: Gesamtporenvolumen in cm^3g^{-1} , ermittelt über die Cyclohexan- u. Quecksilberdichte der Formlinge

Vp (< 10 nm): Porenvolumenanteil, bezogen auf die Poren mit einem Radius < 10 nm (Hg-Porosimeter)

Vp (10–50 nm): Porenvolumenanteil, bezogen auf Poren im Radienbereich 10–50 nm (Hg-Porosimeter)

Vp (> 50 nm): Porenvolumenanteil, bezogen auf Poren mit Radien > 50 nm (Hg-Porosimeter)

O: Oberfläche in m^2g^{-1}

Festigkeit: Bestimmung des Abriebs in einer rotierenden Trommel
Abrieb der Probe 7 als Vergleichswert.