(19) **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

PATENTSCHRIFT

(12) **Ausschließungspatent**

(11) **DD 290 860 A5**

Erteilt gemäß § 17 Absatz 1
Patentgesetz der DDR
vom 27.10.1983
in Übereinstimmung mit den entsprechenden
Festlegungen im Einigungsvertrag

5(51) **C 01 B 31/36**
C 01 B 33/02
C 01 B 21/06
B 03 B 5/00

DEUTSCHES PATENTAMT

In der vom Anmelder eingereichten Fassung veröffentlicht

(21) DD C 01 B / 311 281 2 (22) 24.12.87 (44) 13.06.91

(71) Akademie der Wissenschaften, Otto-Nuschke-Straße 22/23, O - 1080 Berlin, DE
(72) Klinger, Siegfried, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Hoffmann, Brigitte, Dr. rer. nat. Dipl.-Chem.; Wolf, Regine, Dipl.-Ing.; Winkler, Heike, DE
(73) Akademie der Wissenschaften, Forschungsinstitut für Aufbereitung, Straße des Friedens 40, O - 9200 Freiberg, DE
(74) siehe (73)

(54) Verfahren zur Herstellung von feinstkörnigem sinteraktivem Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder reaktivem Silicium

(55) Verfahren; Siliciumcarbid; Borcarbid; Siliciumnitrid; Silicium, feinstkörnig, sinteraktiv; hohe Beanspruchungsintensität; chemische Reinigung; Ionenaustauscher

(57) Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von feinstkörnigem sinteraktivem Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder reaktivem Silicium, die vorwiegend zur pulvermetallurgischen Herstellung von hochwertigen Konstruktionskeramikbauteilen verwendet werden. Das Verfahren ist dadurch gekennzeichnet, daß das Ausgangsmaterial trocken und/oder naß bei hoher Beanspruchungsintensität gemahlen wird, wobei als Mahlflüssigkeit bei der Naßmahlung Wasser ohne Zusatz von Antioxidantien und Tensiden oder organische Flüssigkeiten verwendet werden, und die chemische Reinigung der Feinstmahlprodukte durch Laugung mit wäßrigen Lösungen von Mineralsäuren oder Mineralsäuregemischen und/oder Alkalihydroxiden, Waschen und Zugabe von Ionenaustauschern erfolgt.

ISSN 0433-6461

5 Seiten

Patentansprüche:

1. Verfahren zur Herstellung von feinstkörnigem sinteraktivem Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder reaktivem Silicium mit Fe-, Al- und Ca-Gehalten von jeweils ≤ 0,15 Ma.-%, wobei das grobkörnige Ausgangsmaterial durch an sich bekannte Verfahren der Zerkleinerung und Klassierung aufbereitet wird und danach die Reinigung der Feinstmahlprodukte durch naßchemische Behandlung mit Laugungsmitteln sowie die Abtrennung der gelösten Verunreinigungen durch Waschen des Feststoffes erfolgt, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder Silicium trocken und/oder naß bei hoher Beanspruchungsintensität gemahlen wird, wobei als Mahlflüssigkeit bei der Naßmahlung von Siliciumcarbid, Borcarbid und/oder qualitativ geringwertigerem Siliciumnitrid Wasser ohne Zusatz von Tensiden und Antioxidantien und bei der Naßmahlung von Siliciumnitrid hoher Qualität sowie von Silicium organische Flüssigkeiten verwendet werden, und daß als Laugungsmittel wäßrige Lösungen von Mineralsäuren oder Mineralsäuregemischen und/oder Alkalihydroxiden verwendet werden, die gelösten Verunreinigungen vom Feststoff durch Filtrieren und Waschen mit reinem Laugungsmittel und nachfolgend mit deionisiertem Wasser oder so abgetrennt werden, daß nach Absetzen des Feststoffes die Laugungslösung dekantiert wird und der abgesetzte Feststoff mindestens einmal in reinem Laugungsmittel dispergiert und nach Absetzen des Feststoffes die Waschlösung dekantiert wird, der abgesetzte Feststoff dann mindestens einmal in deionisiertem Wasser und/oder mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln dispergiert und nach Absetzen des Feststoffes die Waschlösung dekantiert wird, der abgesetzte Feststoff dann in deionisiertem Wasser und/oder mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln dispergiert wird und dieser Suspension grobkörnige Ionenaustauscher zugesetzt werden, die nach Austausch der gelösten Verunreinigungen und Fremdionen in der Suspension gegen H^+- und/oder OH^--Ionen von der gereinigten Suspension abgetrennt werden, und der gereinigte Feststoff abschließend entwässert und/oder getrocknet wird.
2. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das als Ausgangsmaterial eingesetzte Siliciumcarbid und Borcarbid einen vergleichsweise hohen Anteil an Fremdphasen im Bereich von 0,1 bis 0,5 Ma.-% Fe, 0,1 bis 5 Ma.-% Al sowie 0,01 bis 1 Ma.-% Ca, das Siliciumnitrid einen vergleichsweise hohen Anteil an Fremdphasen im Bereich von 0,1 bis 2 Ma.-% Fe, 0,1 bis 0,3 Ma.-% Al sowie 0,01 bis 0,3 Ma.-% Ca und das technische Silicium einen Anteil an Fremdphasen bis zu 3 Ma.-% Fe, bis zu 0,3 Ma.-% Al und bis zu 0,3 Ma.-% Ca enthält.
3. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß die bei der Naßmahlung verwendete organische Mahlflüssigkeit nicht oder nur in geringem Maße mit Wasser mischbar ist.
4. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder Silicium in einer Schwingmühle bei hoher Beschleunigung oder in einer Strahlmühle trocken vorgemahlen wird und gegebenenfalls die anschließende Naßfeinstmahlung in einer Rührwerksmühle oder in einer Schwingmühle mit Stahlmahlkörpern erfolgt.
5. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß das Absetzen des Feststoffes aus der Suspension und das Dekantieren der wäßrigen Phase in einer Zentrifuge erfolgen.
6. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß in der Feststoffsuspension durch Zusatz von Kationenaustauschern zunächst die Kationen gegen H^+-Ionen und nachfolgend gegebenenfalls die Anionen durch Zusatz von Kationenaustauschern zunächst die Kationen gegen H^+-Ionen und nachfolgend gegebenenfalls die Anionen durch Zusatz von Anionenaustauschern die Anionen gegen OH^--Ionen ausgetauscht werden.
7. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß in der Feststoffsuspension durch Zusatz von Anionenaustauschern zunächst die Anionen gegen OH^--Ionen und nachfolgend gegebenenfalls durch Zusatz von Kationenaustauschern die Kationen gegen H^+-Ionen ausgetauscht werden.
8. Verfahren nach Anspruch 1, **gekennzeichnet dadurch,** daß der Feststoffsuspension ein Gemisch von Kationen- und Anionenaustauschern zugesetzt wird.
9. Verfahren nach Anspruch 1, 6, 7 und 8, **gekennzeichnet dadurch,** daß die Behandlung der Feststoffsuspension mit Ionenaustauschern nur nach einer Laugungsstufe erfolgt.

Anwendungsgebiet der Erfindung

Die Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von feinstkörnigem sinteraktivem Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder reaktivem Silicium, die vorwiegend zur pulvermetallurgischen Herstellung von hochwertigen Konstruktionskeramikbauteilen verwendet werden.

Charakteristik des bekannten Standes der Technik

Da die Eigenschaften von Sinterkörpern sehr stark von der Beschaffenheit der Ausgangspulver beeinflußt werden, müssen diese bestimmten Anforderungen hinsichtlich der Korngröße und Korngrößenverteilung sowie in bezug auf Verunreinigungsgehalte entsprechen.
Bei den international angewandten Verfahren zur Herstellung sinteraktiver Siliciumcarbid-, Borcarbid-, Siliciumnitrid- und reaktiver Siliciumpulver aus grobkörnigem Material erfolgt die Aufbereitung durch trockene und/oder nasse Zerkleinerung, Klassierung und chemische Reinigung (US-Pat. 4123286; US-Pat. 4525461; EP 0193970; DE 1646666; Herbell, Th.; Glasgow, Th., u.a.: Demonstration of a Silicon Nitride Attrition for Production of Fine Pore Silicon and Silicon Nitride Powders, Am. Ceram. Soc. bull. 63 [1984] 9 S. 1176–1178; Shaffer, P. T. B.: „Fine SiC-Powders for High Performance Ceramics, their Production and Characterization", Proceed, of the 9th ann. Conf. on composites and andvanced ceramic mat. 20.–23. 1. 85 in Columbus, Ohio: The Am. Ceram. Soc. 1985, S. 1135–1145; US-Pat. 2972521).
Die Trockenmahlung des vorzerkleinerten Materials erfolgt nach Angaben in der Literatur in Kugel-, Strahl- oder Schwingmühlen üblicherweise bei vergleichsweise geringer Beanspruchungsintensität. In technischen Schwingmühlen wird z. B. mit Amplituden unter 4 mm bzw. geringen Beschleunigungswerten gearbeitet. Für die Naßmahlung werden vor allem Rührwerkskugelmühlen eingesetzt. Während bei der Mahlung von Siliciumcarbid und Borcarbid außer organischen Flüssigkeiten auch Wasser unter Zusatz von Antioxidantien und Tensiden verwendet werden können (DE 3123924, DE-OS 3543708, EP 0193970), wird hochwertiges Siliciumnitrid wegen seiner leichten Hydrolysierbarkeit ausschließlich durch Mahlung in organischen Flüssigkeiten hergestellt (Freedmann, M. R.; Kiser, J. D., u.a.: Factors influencing the ball milling of Si_3N_4 in water. In: Proceedings of the 9th annual conference on composites and advanced ceramic materials, 20.–23. 1. 85 in Columbus, Ohio: The Americ. Ceram. Soc. [1985] S. 1124–1134).
Die Mahlung mit vergleichsweise geringer Beanspruchungsintensität hat den Nachteil, daß die im Grobkorn eingeschlossenen Verunreinigungen nur ungenügend freigelegt werden und damit nur ein Ausgangsmaterial mit einem hohen Reinheitsgrad eingesetzt werden kann. Außerdem findet durch die bei geringer Beanspruchungsintensität erforderliche längere Mahldauer die Bildung von Oxidationsprodukten der Feinstmahlprodukte im verstärkten Maße statt.
Die Naßmahlung in organischen Flüssigkeiten hat den Nachteil, daß hohe Forderungen des Arbeits- und Gesundheitsschutzes beachtet werden müssen. Da im Feinstmahlprodukt noch in jedem Fall Verunreinigungen, wie z. B. SiO_2, Fe und Mahlabrieb, in unzulässig hohen Gehalten vorhanden sind, ist eine naßchemische Behandlung der Feinstmahlprodukte zur Entfernung der Verunreinigungen notwendig. Während der Mahlabrieb üblicherweise durch eine Salzsäurebehandlung gelöst wird, wird zur Lösung der Verunreinigungen SiO_2 und Si im allgemeinen eine Behandlung mit Flußsäure-Salpetersäure-Gemischen durchgeführt (DE-OS 2452799, US 4123286, DE-AS 2848452, US 4238434, US 4318876, US 4525461). Außerdem wurden Salzsäure-Flußsäure-Gemische zur Lösung der Verunreinigungen von Siliciumcarbid-, Borcarbid- und Siliciumnitrid-Pulvern eingesetzt (G. Schwier: Forschungsbericht T84-211 des Bundesministeriums für Forschung und Entwicklung der BRD, 1984, S. 11; Gläser, W. D.: Zur Herstellung von hochreinem Si_3N_4-Heißpreßpulver und SiC-Sinterpulver in: Bunk, W., Böhme, M.: Keram. Komponenten für Fahrzeug-Gasturbinen, Springer-Verlag Berlin, Heidelberg, New York 1978, Bd. 1, S. 81–86).
Bekannt ist weiterhin die naßchemische Behandlung von grobkörnigen Produkten der SiC-Herstellung für Schleifkorngemische mit Natronlauge (Ullmanns Enzyklopädie der technischen Chemie, Band 15, [1964], S. 695, Winnacker-Küchler: Chemische Technologie, Band 1 [1970], S. 463). Der Einsatz verschiedener Mineralsäuren und Mineralsäuregemische zur Lösung von Verunreinigungen aus technischem Silicium, auch durch Anwendung während eines Mahlvorganges, ist ebenfalls bekannt (US-Pat. 2972521, US-Pat. 4304763, US-Pat. 4379777, DE-OS 2722783, DE-OS 2729464, DD-WP 240728, DD-WP 240729, DD-WP 240730, Juneja, J. M., u.a.: A Study of the Purification of Metallurgical Grade Silicon. Hydrometallurgy 16 [1986], S. 68–75).
Bei der Darstellung der bekannten Verfahren zur naßchemischen Behandlung wurde in der Literatur allgemein für die Beurteilung ihrer technischen Durchführbarkeit und ihrer Wirtschaftlichkeit bisher nur das Laugungsmittelsystem zur Lösung der im Siliciumcarbid-, Borcarbid-, Siliciumnitrid- und Siliciumpulver enthaltenen Verunreinigungen betrachtet. Besonders aufwendig werden jedoch gerade die Prozeßstufen zur Abtrennung der gelösten Verunreinigungen vom Feststoff. Auf diese Waschprozesse wird in der Literatur im Zusammenhang mit Dekantier-, Filtrier- und Zentrifugiervorgängen nur kurz verwiesen. Sie sind aber von außerordentlicher Bedeutung für das Erzielen hoher Reinheiten der Siliciumcarbid-, Borcarbid-, Siliciumnitrid- und Siliciumfeinstpulver. Auf Grund der leichten Adsorbierbarkeit von gelösten Verunreinigungen an der großen Oberfläche der feinstkörnigen, gereinigten Pulver ist mit den üblichen Verfahren eine Reinigung nur mit einem erheblichen Verbrauch an Waschlösung und Waschwasser möglich.

Ziel der Erfindung

Es ist Ziel der Erfindung, ein effektives Verfahren zur Herstellung von feinstkörnigem sinteraktivem Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder reaktivem Silicium zu entwickeln.

Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, ein Verfahren zur Herstellung von feinstkörnigem sinteraktivem Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder reaktivem Silicium zu entwickeln, bei dem auch relativ stark verunreinigtes Ausgangsmaterial eingesetzt werden kann, die Mahldauer verkürzt wird und die anschließenden Wasch- und Trennprozesse so geführt werden, daß bei möglichst geringem Verbrauch an Waschlösungen und Waschwasser, geringen Feststoffverlusten und kurzen Behandlungszeiten ein Endprodukt erhalten wird, das nur die zulässigen Verunreinigungsgehalte für sinteraktive Siliciumcarbid-, Borcarbid-, Siliciumnitrid- und/oder reaktive Siliciumfeinstpulver enthält.
Erfindungsgemäß wird diese Aufgabe dadurch gelöst, daß das Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder Silicium trocken und/oder naß bei hoher Beanspruchungsintensität gemahlen wird, wobei als Mahlflüssigkeit bei der Naßmahlung von Siliciumcarbid, Borcarbid und/oder qualitativ geringwertigem Siliciumnitrid Wasser ohne Zusatz von Tensiden und Antioxidantien und bei der Naßmahlung von Siliciumnitrid hoher Qualität sowie von Silicium organische Flüssigkeiten verwendet werden, und daß als Laugungsmittel wäßrige Lösungen von Mineralsäuren oder Mineralsäuregemischen und/oder Alkalihydroxiden verwendet werden, die gelösten Verunreinigungen vom Feststoff durch Filtrieren und Waschen mit reinem Laugungsmittel und nachfolgend mit deionisiertem Wasser oder so abgetrennt werden, daß nach Absetzen des Feststoffes die Laugungslösung dekantiert wird und der abgesetzte Feststoff mindestens einmal in reinem Laugungsmittel dispergiert und nach Absetzen des Feststoffes die Waschlösung dekantiert wird, der abgesetzte Feststoff dann mindestens einmal in deionisiertem Wasser und/oder mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln dispergiert und nach Absetzen des Feststoffes die Waschlösung dekantiert wird, der abgesetzte Feststoff dann in deionisiertem Wasser und/oder mit Wasser mischbaren organischen Lösungsmitteln dispergiert wird und dieser Suspension grobkörnige Ionenaustauscher zugesetzt werden, die nach Austausch der gelösten Verunreinigungen und Fremdionen in der Suspension gegen H^+- und/oder OH^--Ionen von der gereinigten Suspension abgetrennt werden, und der gereinigte Feststoff abschließend entwässert und/oder getrocknet wird.
Erfindungswesentlich ist, daß das als Ausgangsmaterial eingesetzte Siliciumcarbid und Borcarbid einen vergleichsweise hohen Anteil an Fremdphasen im Bereich von 0,1–0,5 Ma.-% Fe, 0,1–5 Ma.-% Al sowie 0,01–1 Ma.-% Ca, das Siliciumnitrid einen Anteil an Fremdphasen bis zu 2 Ma.-% Fe, 0,3 Ma.-% Al, 0,3 Ma.-% Ca ($Si_3N_4 \geq 96\%$) und technisches Silicium einen Anteil an Fremdphasen bis zu 3 Ma.-% Fe, 0,3 Ma.-% Al, 0,3 Ma.-% Ca aufweisen kann. Weiterhin ist erfindungswesentlich, daß bei der Naßmahlung eine organische Mahlflüssigkeit verwendet wird, die nicht oder nur in geringem Maße mit Wasser mischbar ist.
Außerdem ist kennzeichnend, daß das Siliciumcarbid, Borcarbid, Siliciumnitrid und/oder Silicium in einer Schwingmühle bei hoher Beschleunigung oder in einer Strahlmühle trocken vorgemahlen wird und gegebenenfalls die anschließende Naßfeinstmahlung in einer Rührwerksmühle oder einer Schwingmühle mit Stahlmahlkörpern erfolgt. Durch die intensive Zerkleinerung werden die Fremdphasen freigelegt, so daß dadurch die chemische Reinigung ermöglicht wird.
Erfindungswesentlich ist weiterhin, daß das Absetzen des Feststoffes aus der Suspension und das Dekantieren der wäßrigen Phase in einer Zentrifuge erfolgt.
Erfindungswesentlich ist, daß in der Feststoffsuspension durch Zusatz von Kationenaustauschern die Kationen gegen H^+-Ionen und nachfolgend gegebenenfalls die Anionen gegen OH^--Ionen ausgetauscht werden, wobei die Reihenfolge der Zugabe von Kationen- und Anionenaustauschern frei wählbar ist bzw. auch ein Gemisch von Kationen- und Anionenaustauschern zugesetzt werden kann. Es ist auch möglich, daß die Behandlung der Feststoffsuspension mit Ionenaustauschern nur nach einer Laugungsstufe erfolgt. Durch den Einsatz der Ionenaustauscher wird praktisch eine völlige Entfernung der gelösten Verunreinigungen und der Restionen des Laugungsmittels erreicht.
Nachfolgend wird die Erfindung anhand von 3 Ausführungsbeispielen näher erläutert.

Ausführungsbeispiel 1
Nach dem Acheson-Verfahren hergestelltes α-Siliciumcarbid der Körnung 0 bis 100 µm wurde in einer Topfschwingmühle 1,5 Stunden bei einer Mahlkörperfüllung von 80 Vol.-% Stahlkugeln und einer Schwingungsamplitute von 7,5 mm trocken vorgemahlen, anschließend in einer Rührwerkskugelmühle 40 min bei einem Feststoff:Wasser-Verhältnis von 1:1 und einer Mahlkörperfüllung von 60 Vol.-% Stahlkugeln bei hoher Rührerdrehzahl gemahlen und getrocknet. Die chemische Reinigung des Mahlproduktes erfolgte durch Laugung mit einem Flußsäure-Salpetersäure-Wasser-Gemisch, in das der Feststoff bis zu einem Gehalt von 250 g/l eingetragen und unter Rühren behandelt wurde. Nach Zentrifugieren der Suspension und Dekantieren der Laugungslösung wurde der abgesetzte Feststoff zunächst in verdünnter Flußsäure und dann in deionisiertem Wasser dispergiert. Die Waschlösungen wurden jeweils durch Zentrifugieren abgetrennt. Abschließend wurde der Feststoffsuspension ein mit H^+-Ionen beladenes, grobkörniges Kationenaustauscherharz zugesetzt und gerührt. Nach dem Ionenaustausch wurde das Harz mittels eines Siebes wieder abgetrennt. Anschließend wurde der Ionenaustauschprozeß in der Suspension mit einem mit OH^--Ionen beladenen grobkörnigen Anionenaustauschharz wiederholt. Am Schluß wurde die gereinigte Suspension entwässert und das SiC getrocknet.

Folgende Ergebnisse wurden erzielt:

Kennwert		Ausgangsprodukt	erfindungsgemäß behandeltes SiC
S_{BET}	in m^2/g	0,2	5,3
d_{50}	in µm	63	0,7
Fe	in Ma.-%	0,32	0,02
Ca	in Ma.-%	0,056	0,03
Al	in Ma.-%	0,47	0,02
O_2	in Ma.-%	0,37	0,4

Ausführungsbeispiel 2

Roh-Si_3N_4 wurde in einer Gegenstrahlmühle bei einem Betriebsdruck von 0,4 MPa und einem Durchsatz von 10 kg/h trocken vorgemahlen und anschließend in einer Rührwerkskugelmühle 45 Minuten bei einem Feststoff:Flüssigkeits-Verhältnis von 1:1, einer Mahlkörperfüllung von 50% Stahlkugeln in n-Butanol gemahlen und anschließend getrocknet. Die chemische Reinigung erfolgte durch Laugung mit einem Flußsäure-Salpetersäure-Wasser-Gemisch, in das der Feststoff bis zu einem Gehalt von 250 g/l eingetragen und unter Rühren behandelt wurde. Nach Zentrifugieren der Suspension und Dekantieren der Laugungslösung wurde der abgesetzte Feststoff zunächst in verdünnter Flußsäure und dann in Aceton dispergiert. Die Waschlösungen wurden jeweils durch Zentrifugieren abgetrennt. Abschließend wurde der Feststoffsuspension ein Gemisch von grobkörnigem H^+-beladenem Kationenaustauscherharz und grobkörnigem OH^--beladenem Anionenaustauscherharz zugesetzt und gerührt. Nach dem Ionenaustausch wurde das Austauscherharz mittels eines Siebes abgetrennt. Am Schluß wurde aus der gereinigten Suspension das Dispersionsmittel abgetrennt und das Si_3N_4 getrocknet.

Folgende Ergebnisse wurden erzielt:

Kennwert		Ausgangsprodukt	erfindungsgemäß behandeltes Si_3N_4
S_{BET}	in m^2/g	0,1	12,1
d_{50}	in µm		0,45
Fe	in Ma.-%	0,1	0,03
Ca	in Ma.-%	0,04	0,02
Al	in Ma.-%	0,05	0,02
O_2	in Ma.-%	1,1...1,4	1,5
Si	in Ma.-%	1,0	0,08

Ausführungsbeispiel 3

Roh-Si_3N_4 aus technischem Si (Si-Metall Si-96-0,3) wurde analog Ausführungsbeispiel 2 gemahlen und gereinigt.

Folgende Ergebnisse wurden erreicht:

Kennwert		Ausgangsprodukt	erfindungsgemäß behandeltes Si_3N_4
S_{BET}	in m^2/g	0,1	16,1
d_{50}	in µm	250	0,68
Fe	in Ma.-%	1,85	0,03
Al	in Ma.-%	0,2	0,02
Ca	in Ma.-%	0,2	0,02
O_2	in Ma.-%	n. b.	1,5

Die Erfindung hat gegenüber dem Stand der Technik folgende Vorteile:

- Einsatz von stärker verunreinigtem Ausgangsmaterial möglich
- Verkürzung der Mahldauer
- geringere Forderungen des Arbeits- und Gesundheitsschutzes bei der Mahlung beim Einsatz von Wasser ohne Zusatz von Antioxidantien und Tensiden als Mahlflüssigkeit
- geringerer Verbrauch an Waschlösung und Waschwasser
- geringere Feststoffverluste bei der chemischen Reinigung
- Gewährleistung der praktisch vollständigen Entfernung der Ionen aus der Suspension
- Verkürzung der Behandlungszeit bei der chemischen Reinigung