

NORGE



**STYRET
FOR DET INDUSTRIELLE
RETTSVERN**

Utlegningskrift nr. 121602

Int. Cl. C 01 f 7/66 Kl. 12m-7/66

Patentsøknad nr. 267/69 Inngitt 23.I 1969

Løpedag -

Søknaden alment tilgjengelig fra 7.VIII 1969

Søknaden utlagt og utlegningsskrift utgitt 22.III 1971

Prioritet begjært fra: 6.II-68 USA,
nr. 703256

ALLIED CHEMICAL CORPORATION,
61, Broadway, New York 6, N.Y., USA.

Oppfinnere: Charles Patrick Bruen, 43, Beachwood Road,
Basking Ridge, N.J. og Walter Gustave Schnoor,
25, Knollwood Road, Morristown, N.J., USA.

Fullmektig: A/S Oslo Patentkontor Dr. ing. K. O. Berg.

Fremgangsmåte for fremstilling av aluminiumnitratopløsninger
med lavt jerninnhold fra jernholdige leirer.

Nærværende oppfinnelse vedrører fremstillingen av aluminium-
nitratopløsninger med lavt jerninnhold fra jernholdige leirer.

For en rekke formål, særlig for fremstilling av såkalt aluminiumoksyd av elektrolysekvalitet, det vil si aluminiumoksyd av tilstrekkelig renhet for reduksjon til metallisk aluminium i en elektrolytisk celle, er det nødvendig å fremstille oppløsninger av aluminiumnitrat med meget lavt jerninnhold, i hvilke forholdet mellom aluminium (uttrykt som Al_2O_3) og jern (uttrykt som Fe_2O_2) er vanligvis minst 2000:1 etter vekt. [I nærværende beskrivelse er deler og prosentandeler etter vekt, bortsett

121602

2

fra hvor annet er angitt, og hvor henvisning gjøres til Al_2O_3 og Fe_2O_3 innholdene, refererer dette seg til innholdene av aluminium og jern uttrykt som Al_2O_3 henholdsvis Fe_2O_3 .]

Aluminiumoksyd av elektrolysekvalitet er tidligere blitt fremstilt etter den velkjente Bayer-prosessen, ved hvilken høyverdige bauxitter som inneholder store mengder aluminium og små mengder silisiumoksyd, oppsluttes med kaustisk alkali. Imidlertid er prosessen ikke tilfredsstillende for produksjonen av aluminiumoksyd fra malmer, slike som leirer, som inneholder store mengder silisiumoksyd, og for behandling av slike malmer har ekstraksjon med forskjellige syrer, inklusive salpetersyre, vært foreslått.

En utmerket prosess for fremstillingen av oppløsninger av aluminiumnitrat, hvor $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ forholdet er minst 2000:1, fra aluminiumholdige malmer med høyt jerninnhold, det vil si som inneholder minst 0,1 del Fe_2O_3 pr. del Al_2O_3 , er beskrevet i britisk patent nr. 1.107.231. Ved denne fremgangsmåte oppsluttes malmen ved 140 - 220°C under autogent trykk med vandig salpetersyre av konsentrasjon 30 - 60 % som anvendes i en mengde mindre enn den teoretisk nødvendige for å omdanne all aluminiumen i malmen til aluminiumnitrat. Denne fremgangsmåte er mer gunstig for ekstraksjon av bauxitter enn for ekstraksjon av leirer, og dette antas å skyldes at i bauxitter er aluminium til stede hovedsakelig i form av aluminiumhydrater, mens i leirer foreligger aluminium hovedsakelig i form av vandige aluminiumsilikater, f.eks. $\text{H}_4\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_9$. Således når denne prosess anvendes på leirer, har den tendens til å gi aluminiumnitratoppløsninger, i hvilke $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ forholdet bare er akkurat høyt nok og gir ikke så stor sikkerhetsmargin som det er ønskelig ved fremstillingen av aluminiumoksyd av elektrolysekvalitet.

Nærværende oppfinnelse fremskaffer en fremgangsmåte for fremstilling av aluminiumnitratoppløsninger med redusert jerninnhold fra leirer som inneholder minst 5 % jern, beregnet som Fe_2O_3 , basert på aluminium, beregnet som Al_2O_3 . Uttrykket

"leire" anvendes her for å angi en blanding av vannholdige aluminiumsilikater, enten alene eller blandet med andre bestanddeler, inklusive komplekse vandige silikater av aluminium med andre metaller, inklusive jern, magnesium, kalium og natrium. Eksempler på vanlig leire er kaolinit (hovedsakelig $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot \text{SiO}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) og halloysit (hovedsakelig $\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot 2\text{SiO}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$).

Oppfinnelsen fremskaffer således en fremgangsmåte for fremstilling av aluminiumnitratoppløsning med redusert jerninnhold, fra hvilken oppløsning aluminiumoksyd av elektrolysekvalitet kan fremstilles, hvor

a) det fremstilles en oppløsning av aluminiumnitrat som inneholder 10 - 60 %, fortrinnsvis 35 - 50 vekts-% aluminiumnitrat ved å oppslutte en leire som inneholder minst 5 vekts-% jern, beregnet som Fe_2O_3 , basert på aluminiumet i leiren, beregnet som Al_2O_3 , med vandig salpetersyre, ved en temperatur på 140 - 220°C, fortrinnsvis 160 - 200°C under autogent trykk og hvor salpetersyren har en konsentrasjon på minst 10 %, fortrinnsvis 25 - 60 vekts-% og anvendes i en mengde på høyst 90 %, fortrinnsvis 40 - 90 % av den mengde som er stökiometrisk nödvendig for å omdanne alt aluminiumet i leiren til aluminiumnitrat,

og fremgangsmåten karakteriseres ved at trinn (a) følges av

b) avkjöling av nevnte opplösning med en gjennomsnittlig hastighet ikke större enn 25°C pr. minutt, fortrinnsvis 25 - 0,2°C pr. minutt, mens temperaturen av opplösningen faller fra oppslutningstemperaturen til en temperatur lik kokepunktet for den avkjölte opplösning under atmosfærisk trykk, og hvilken tidsperiode ikke er lengere enn 5 timer, og opplösningen holdes under autogent trykk over denne tidsperiode. Fortrinnsvis er den gjennomsnittlige avkjölingshastighet over enhver del av nevnte periode også innenfor den gjennomsnittlige hastighet for den hele periode, slik som angitt foran og som ytterligere beskrevet senere i denne beskrivelse.

Ved fremgangsmåten etter oppfinnelsen forårsaker den regulerte

avkjøling av aluminiumnitratvæsken mens den fremdeles er under autogent trykk, et ledsagende langsomt trykkfall, og disse 2 faktorer forårsaker utfelling av en stor del av det oppløste jern som Fe_2O_3 som derpå fjernes med de faste stoffer fra oppslutningsoppslemningen, det vil si ved filtrering.

Det er kjent at når en varm jernholdig oppløsning av basisk aluminiumnitrat får henstå eller avkjøles, forårsakes noen reduksjon av jerninnholdet. Imidlertid har anstrengelser som tidligere er gjort for å fjerne jern fra aluminiumnitratoppløsninger ved enkelt å avkjøle oppløsningen eller tillate den å henstå, enten ikke være effektive til å fremskaffe oppløsninger tilstrekkelig fri for jern, for fremstilling av aluminiumoksyd av elektrolysekalitet, eller disse anstrengelser har krevet så lange henstandsperioder, f.eks. 14 eller 24 timer eller mer, at de er kommersielt upraktiske. Ved nærværende oppfinnelse oppnås på den annen side bemerkelsesverdige reduksjoner av jerninnhold i aluminiumnitratvæsker umiddelbart etter at oppslutningsperioden er avsluttet ved ekstremt korte avkjølingstider, noen ganger så korte som 20 eller 30 minutter, og i ethvert tilfelle ikke mer enn 5 timer. Aluminiumnitratvæsker som oppnås fra trykkoppslutningen av jernforurensede leirer som etter avslutning av oppslutningsperioden kan oppvise et forhold mellom Al_2O_3 og Fe_2O_3 så lavt som 500, vanligvis mellom 600 og 1200, påvirkes således gunstig av den kontrollerte avkjølingsprosess og gir væsker, hvis forhold mellom Al_2O_3 og Fe_2O_3 er øket med minst 100 %, vanligvis mellom 300 - 500 % eller mer.

Avkjøling av aluminiumnitratvæsken for oppheving av trykket er vesentlig da det er funnet at hvis trykket oppheves først, som ved "blåsing" (det vil si ved å redusere trykket i realiteten momentant til atmosfærisk), vil aluminiumnitratoppløsningen som er oppnådd på denne måte ikke bare ha det høye jerninnhold som er karakteristisk for væsken på tidspunktet for blåsing, men dette jerninnhold synes i realiteten å være "innfrosset" eller innlåst, og reduseres ikke i vesentlig grad hverken ved etterfølgende avkjøling eller ved fortynning og

avkjøling eller ved henstand ved omgivelsestemperaturer.

Den gjennomsnittlige hastighet ved hvilken væsken avkjøles og temperaturfallet som holdes, er av avgjørende betydning. Som angitt foran må den gjennomsnittlige avkjølingshastighet over perioden mens væsken kjøles ned til sitt kokepunkt under atmosfærisk trykk, ikke være større enn 25°C pr. minutt. Det er blitt funnet at større avkjølingshastigheter ikke gir avkjølte aluminiumnitratoppløsninger med forhold mellom Al_2O_3 og Fe_2O_3 på 2000:1 eller mer. Fortrinnsvis opprettholdes denne gjennomsnittlige avkjølingshastighet over et temperaturfall på minst 20°C , fortrinnsvis $40 - 100^{\circ}\text{C}$. Fortrinnsvis er den gjennomsnittlige avkjølingshastighet $10 - 0,2^{\circ}\text{C}$, særlig $2 - 0,2^{\circ}\text{C}$ pr. minutt, som vanligvis er effektiv til å kjøle oppløsningen til en temperatur minst så lav som 120°C over en periode på 5 timer, fortrinnsvis ikke over 2 timer.

Kokepunktet for aluminiumnitratvæsken under atmosfærisk trykk er selvfølgelig avhengig av konsentrasjonen av aluminiumnitrat i væsken, som vist i tabell I nedenfor, som også viser salpetersyrekonsentrasjonene som er nødvendig for å gi slike væsker ved trykkoppslutning.

TABELL I

% $\text{Al}(\text{NO}_3)_3$ Virkelig	% Al_2O_3 Ekvivalent	Atmosfærisk kokepunkt $^{\circ}\text{C}$	% HNO_3 Ekvivalent konsentrasjon ved 87 % stökiometrisk
61,5	14,7	d	60
56,7 ($9\text{H}_2\text{O}$)	13,5	150 d*	55
52,1	12,5	132 d	50
50,0	12,0	138	48
45,0	11,7	120	43
37,6	9,0	112,5	35
25,1	6,0	106,5	25
22,2	5,3	105	20
10,0	4,8	102	10

* Verdi for $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ fra Chemical Rubber Co. Handbook,

30. Opplag (1947), side 368.

d = med spaltning.

Den regulerte kjøling kan utføres med ethvert egnet middel, f.eks. ved ytre kjøling av reaksjonskaret (vanligvis en autoklav), f.eks. ved ytre kjølespiraler eller ved pakning med is eller ved bruk av andre varmeoverførende midler; eller ved indre kjøling ved tilsetning av et vandig kjölemiddel; eller ved en kombinasjon av ytre og indre kjøling.

Når indre kjøling utføres, må temperaturen og hastigheten for innføring av den vandige kjölende væsken selvfølgelig være slik at den gir den ønskede avkjölingshastighet og også kan reguleres for å gi en ønsket konsentrasjon av aluminiumnitrat i væsken som utvinnes. Det er å merke seg at tilsetning av et vandig kjölemiddel vil redusere kokepunktet for den avkjölte opplösning, som satt opp i tabell I.

Vann er den foretrukne kjölevæske, men der er også mulig å bruke vandige oppløsninger, slike som f.eks. svake salpetersyreoppløsninger, aluminiumnitratoppløsninger eller andre vandige oppløsninger eller avfallsvæsker, hvis opplöste innhold ikke er skadelig for den endelige aluminiumnitratopplösning eller de eventuelt utvunne aluminiumnitratkrystaller.

Den ønskede aluminiumnitratopplösning kan lett utvinnes fra blandingen av denne med uopplöste faste stoffer i reaksjonskaret, f.eks. ved filtrering eller sentrifugering etter at de faste stoffer har fått satt seg. Vanligvis utføres fraskillelsen av de faste stoffer lettest når konsentrasjonen av aluminiumnitrat i opplösningen er 25 %. Når aluminiumnitrat skal utvinnes som $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ krystaller ved å avkjöle den varme opplösning til romtemperatur, skulle konsentrasjonen av aluminiumnitrat fortrinnsvis være fra 35 % til 50 % (ekvivalent til 9 % til 12 % som Al_2O_3) for å gi et adekvat utbytte (f.eks. 50 %) krystaller. Oppløsninger som har slike konsentrasjoner kan fremstilles ved fordampning av vann fra oppløsningene som inneholder 25 % aluminiumnitrat, fortrinnsvis ut-

vunnet fra separasjonstrinnet.

Med foranstående betraktninger i erindring vil det sees at når indre avkjøling anvendes, skal det vandige kjølemiddel fortrinnsvis ikke tilsettes en overskuddsmengde, fordi bruk av store mengder av det vandige kjølemiddel krever fordampning av for store mengder vann når $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ krystaller deretter skal fremstilles. Vanligvis vil vannmengder som totalt utgjør mellom 200 % og 30 vekts-% av aluminiumnitratvæskene i konsentrasjonsområdene mellom 60 % og 25 % være tilfremmsstillende. Mindre mengder kan brukes, særlig hvis understøttet med ytre kjøling, men vanligvis er det fordelaktig å tilsette større mengder da oppslutningsvæsker vanligvis fortynnes til 25 % aluminiumnitratkonsentrasjon for hensiktsmessig avsetning av uoppløselige faste stoffer og fjerning av dette ved filtrering eller ved sentrifugering. Særlig når indre kjøling anvendes er det foretrukket å behandle væsker av aluminiumnitratkonsentrasjoner mellom 35 og 50 %, som resulterer fra oppslutning av malmer med vandige salpetersyreoppløsninger av disse tilnærmede konsentrasjoner.

Ved fremgangsmåten ifølge oppfinnelsen økes $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Fe}_2\text{O}_3$ forholdet i væsken ved slutten av oppslutningstrinnet ved avslutningen av kjøletrinnet med minst 100 %, vanligvis mellom 200 og 400 % når ytre kjøling anvendes. Når indre kjøling anvendes utgjør økning i $\text{Al}_2\text{O}_3:\text{Fe}_2\text{O}_3$ forholdet ofte minst 300 %, f.eks. 300 - 500 % eller også høyere.

Leirene som anvendes ved fremgangsmåten etter oppfinnelsen blir fortrinnsvis malt og kalsinert. Typisk for egnede leirer er:

Typisk analyse %	Kalsinert Georgia kaolin	Kalsinert Georgia kaolin	Kalsinert Arkansas kaolin
Al_2O_3	41,6	43,5	49,7
SiO_2	47,7	48,0	39,1
Fe_2O_3	8,2	2,2	3,14
Vann og spor-elementer	2,5	6,3	8,06

Oppfinnelsen illustreres av de følgende eksempler, i hvilke deler og prosentandeler er etter vekt når ikke annet er angitt og trykk er målte trykk.

I hvert av eksemplene ble en kaolinleire og en vandig salpetersyreoppløsning anbragt i en autoklav ved omgivelsestemperatur. Arten og mengden av leiren og den prosentuelle konsentrasjon og mengden av vandig salpetersyre er angitt i tabell II, som også angir, i kolonnen som er betegnet S, mengden av salpetersyre som en prosentandel av mengden som teoretisk kreves til å omdanne all aluminiumen i leiren til aluminiumnitrat. I tabell II er arten av leiren som anvendes, identifisert som Al, A 2 eller A 3, hvilke arter er fullstendig beskrevet som følger:

		Analyse (prosentandeler)			
		Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	SiO ₂	Resten
A 1.	Kalsinert Georgia kaolinleire	41,6	8,2	47,7	2,5
A 2.	Kalsinert Georgia kaolinleire	43,5	2,2	51,8	2,5
A 3.	Kalsinert Georgia kaolinleire	41,6	8,15	47,7	2,55

"Resten" angitt i analysen ovenfor er sammensatt av vann og sporelementer.

Autoklaven ble deretter lukket og varmet opp for å forårsake reaksjon mellom leiren og salpetersyren. Autoklaven ble underkastet regulert avkjøling uten å frigi autoklavtrykket. Kjølningen ble utført i eksemplene 1 til 5 ved hjelp av ytre kjølespiraler omkring autoklaven, og i eksemplene 6 til 11 ved å innføre vann i autoklaven. Under reaksjonen og avkjølingsperiodene ble prøver av aluminiumnitratvæsken fjernet ved momentan blåsing med visse mellomrom og analysert for å bestemme prosentandelen av aluminium og jern som er til stede i denne. Det skal bemerkes at prosentandelene av jern og aluminium i prøvene ikke er de samme som i selve oppslutningsvæskene fra hvilke prøvene er fjernet; på den annen side er Al₂O₃/Fe₂O₃ forholdene (som selvfølgelig er av primær betydning) de samme

i prøvene som i oppslutningsvæskene.

Temperaturene, trykkene og totalt innført vann (bare eksemplene 6 - 11), aluminiuminnhold (uttrykt som Al_2O_3), jerninnhold (uttrykt som Fe_2O_3) og $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ forholdene, ved forskjellige tidspunkter (fra det tidspunkt da oppslutningstemperaturen var nådd) for eksemplene er angitt i tabell III. Tidspunktet ved hvilket kjølingen ble begynt er angitt ved en stjerne (*).

Tabell III angir også den prosentuelle økning av $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ forholdet fra det tidspunkt da kjølingen ble begynt til slutten av forsøket. Vannet som ble innført i autoklaven i eksemplene 6 - 11 holdt 20°C brotsett fra i eksempel 9 da det holdt 2°C ; vannet ble innført med i det vesentlige jevn hastighet.

Ved sammenligning ga en 300 grams prøve tatt fra autoklaven fra eksempel 7 etter 2 timer (som har et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ forhold på 650), når fortynnet med ca. 100 gram vann av 20°C og etter henstand i 2 timer, en oppløsning som har et $\text{Al}_2\text{O}_3/\text{Fe}_2\text{O}_3$ forhold på bare 1030, i sammenligning med et forhold på 3050 etter den regulerte avkjølingsperioden i eksempel 7.

121602

10

TABELL II

EKS. NR.	LEIRE		HNO ₃		
	ART	DELER	% KONSENTRASJON	DELER	S
1	A 1	700	35	2660	87
2	A 1	700	25	-	87
3	A 1	700	35	2660	87
4	A 1	700	35	2660	87
5	A 2	258	15	2355	85
6	A 3	700	35	2660	87
7	A 1	700	35	2660	87
8	A 1	700	50	2160	87
9	A 1	700	35	2660	87
10	A 2	460	35	1800	85
11	A 2	172	15	1570	85

121602

TABELL III

Eks. nr.	Tid Timer	Temp. °C.	Trykk kg/cm ²	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	% Ökning
1	0	170	5.25	-	-	-	-
	1.0	170	4.90	7.1	0.0135	525	-
	*2.0	172	5.25	6.3	0.0110	573	-
	3.0	145	1.4	6.6	0.0066	1000	-
	4.0	135	0.7	6.7	0.0061	1100	-
	5.0	120	0	6.75	0.0050	1350	-
	6.0	105	0	6.6	0.0040	1645	-
	7.0	85	0	6.1	0.0023	2650	265
2	0	170	6.3	-	-	-	-
	0.5	172	6.3	6.65	0.0097	685	-
	1.0	172	6.65	6.9	0.0074	930	-
	*2.0	172	7.0	6.8	0.0057	1190	-
	3.0	130	2.8	6.2	0.0041	1510	-
	4.0	95	0	5.45	0.0015	3630	300
3	0	200	10.15	-	-	-	-
	0.5	200	10.15	7.15	0.0158	450	-
	1.5	200	10.15	7.40	0.0134	550	-
	*2.0	200	10.15	7.60	0.0122	625	-
	2.5	140	2.45	7.50	0.0056	1340	-
	3.25	120	1.05	6.60	0.0046	1435	-
	4.00	100	0	6.25	0.0029	2160	320

121602

TABELL III (forts.)

Eks. nr.	Tid Timer	Temp. °C.	Trykk kg/cm ²	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	% Ökning
4	0	170	4.9	-	-	-	-
	0/16	185	9.1	-	-	-	-
	0/22	200	12.6	-	-	-	-
	0/33	200	14.0	-	-	-	-
	0/42	200	13.3	-	-	-	-
	*0/50	190	9.8	-	-	-	-
	0/58	170	5.25	6.7	0.0120	560	-
	1/58	138	0.7	6.2	0.0064	970	-
	2/58	95	0	6.45	0.0075	860	-
	3/08	90	0	6.3	0.0029	2170	380
5	0	170	7.0	-	-	-	-
	1.5	170	7.0	4.15	0.0059	705	-
	*2.5	170	7.0	4.15	0.0046	900	-
	3.0	140	2.45	3.85	0.0035	1100	-
	3.5	140	2.8	3.75	0.0030	1250	-
	4.25	125	0.35	3.70	0.0027	1370	-
	5.0	105	0	3.70	0.0020	1850	205

121602

TABELL III (forts.)

Eks. nr.	Tid Timer/min.	Temp. °C.	Trykk kg/cm ²	Vann- deler	Al ₂ O ₃ % ²	Fe ₂ O ₃ % ³	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	% Ökning
6	0	170	5.25	-	-	-	-	-
	1	170	5.60	-	6.9	0.0149	463	-
	2	170	5.25	-	7.05	0.0082	872	-
	*2/4	170	5.25	-	-	-	-	-
	2/15	160	4.2	100	5.5	0.0066	833	-
	2/30	150	2.45	300	4.1	0.0028	1460	-
	2/45	140	1.4	600	4.8	0.0021	2280	-
	† 3	130	0.7	850	5.75	0.0018	3190	-
	3/15	120	0	850	5.25	0.0015	3500	-
	3/20	110	0	850	-	-	-	-
	3/45	80	0	850	5.7	0.00148	3850	440
7	0	170	5.25	-	-	-	-	-
	1	175	5.6	-	5.7	0.0118	482	-
	2	170	5.25	-	6.7	0.0103	650	-
	*2/4	170	5.25	-	-	-	-	-
	2/14	150	3.5	100	-	-	-	-
	2/24	148	1.4	150	-	-	-	-
	2/34	140	0.7	225	-	-	-	-
	2/44	130	0.7	300	5.25	0.0039	1350	-
	2/54	120	0.35	410	-	-	-	-
	3/4	110	0	480	-	-	-	-
	3/14	108	0	600	-	-	-	-
	3/28	100	0	850	-	-	-	-
	3/34	98	0	940	5.5	0.0018	3050	470

121602

TABELL 111 (forts.)

Eks. nr.	Tid Timer/min.	Temp. °C.	Trykk kg/cm ²	Vann- deler	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	% Ökning
8	0	170	5.25	-	-	-	-	-
	1	170	4.9	-	-	-	-	-
	2	170	4.2	-	5.05	0.0088	575	-
	*2/2	170	4.2	-	-	-	-	-
	2/12	155	1.75	180	5.30	0.0075	710	-
	2/22	145	1.4	425	5.35	0.0060	890	-
	2/32	140	0.7	650	4.95	0.0039	1270	-
	2/42	125	0.7	800	5.1	0.0033	1540	-
	2/52	115	0.7	1000	5.0	0.0024	2080	-
	3/2	110	0.7	1200	5.9	0.0023	2560	445
9	0	170	5.74	-	-	-	-	-
	1	170	5.39	-	-	-	-	-
	2	170	5.25	-	-	-	675	-
	*2/3	170	4.9	-	-	-	-	-
	2/4	140	1.75	-	-	-	-	-
	2/5	125	0.7	-	-	-	-	-
	†2/6	110	1.4	1250	-	-	-	-
	2/7.5	100	1.75	1250	-	-	-	-
	2/12	80	1.4	1250	5.0	0.0027	1850	275

121602

TABELL III (forts.)

Eks. Nr.	Tid Timer	Temp. °C.	Trykk kg/cm ²	Vann- deler	Al ₂ O ₃ %	Fe ₂ O ₃ %	$\frac{Al_2O_3}{Fe_2O_3}$	% Ökning
10	0	170	5.95	-	-	-	20	-
	1	170	5.6	-	-	-	-	-
	*2	172	5.95	1500	4.15	0.0100	415	-
	2.5	140	2.45	1500	4.55	0.0040	1135	-
	3.0	140	3.15	1500	5.15	0.0019	2715	-
	3.25	130	1.4	2500	2.80	0.0009	3120	-
	3.75	130	2.1	2500	2.85	0.0008	3560	-
	4.0	110	0	3500	1.85	0.0005	3700	-
	4.15	100	0	-	1.65	0.0005	4120	992
11	0	170	8.4	-	-	-	-	-
	1	170	8.4	-	3.9	0.0088	443	-
	*2	170	8.4	-	2.1	0.0022	955	-
	2.5	130	1.4	1600	-	-	-	-
	3.0	100	0	2800	1.3	0.0007	1860	-
	3.25	100	0	-	1.3	0.0005	2600	272

P a t e n t k r a v

1. Fremgangsmåte for fremstilling av aluminiumnitrat-oppløsning med redusert jerninnhold, fra hvilken oppløsning aluminiumoksyd av elektrolysekvalitet kan fremstilles, hvor

a) det fremstilles en oppløsning av aluminiumnitrat som inneholder 10 - 60 %, fortrinnsvis 35 - 50 vekts-% aluminiumnitrat ved å oppslutte en leire som inneholder minst 5 vekts-% jern, beregnet som Fe_2O_3 , basert på aluminiumet i leiren, beregnet som Al_2O_3 , med vandig salpetersyre, ved en temperatur på 140 - 220°C, fortrinnsvis 160 - 200°C under autogent trykk og hvor salpetersyren har en konsentrasjon på minst 10 %, fortrinnsvis 25 - 60 vekts-% og anvendes i en mengde på høyst 90 %, fortrinnsvis 40 - 90 % av den mengde som er stökiometrisk nödvendig for å omdanne alt aluminiumet i leiren til aluminiumnitrat, k a r a k t e r i s e r t v e d at trinn (a) fölges av

b) avkjöling av nevnte opplösning med en gjennomsnittlig hastighet ikke större enn 25°C pr. minutt, fortrinnsvis 25 - 0,2°C pr. minutt, mens temperaturen av opplösningen faller fra oppslutningstemperaturen til en temperatur lik kokepunktet for den avkjölte opplösning under atmosfærisk trykk, og hvilken tidsperiode ikke er lengere enn 5 timer, og opplösningen holdes under autogent trykk over denne tidsperiode.

2. Fremgangsmåte etter krav 1, k a r a k t e r i s e r t v e d at avkjölingshastigheten over enhver del av tidsperioden heller ikke er större enn 25°C pr. minutt, fortrinnsvis 25 - 0,2°C pr. minutt.

3. Fremgangsmåte etter krav 1 eller 2, k a r a k t e r i s e r t v e d at den gjennomsnittlige avkjölingshastighet opprettholdes under et temperaturfall på minst 20°C, fortrinnsvis 40 - 60°C.

4. Fremgangsmåte etter noen av foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at aluminiumnitratopplös-

ningen avkjøles med en gjennomsnittshastighet på $10 - 0,2^{\circ}\text{C}$ pr. minutt, fortrinnsvis $2 - 0,5^{\circ}\text{C}$ pr. minutt over en tidsperiode som ikke overstiger 5 timer.

5. Fremgangsmåte etter krav 4, k a r a k t e r i s e r t v e d at oppløsningen avkjøles til en temperatur minst så lav som 120°C over en tidsperiode som ikke overstiger 2 timer.

6. Fremgangsmåte etter noen av foregående krav, k a r a k t e r i s e r t v e d at aluminiumnitratoopløsningen avkjøles ved tilsetning av et vandig kjølemiddel, fortrinnsvis vann, til denne.

7. Fremgangsmåte etter krav 6, k a r a k t e r i s e r t v e d at mengden tilsatt vann er 200 - 30 veks-% av aluminiumnitratoopløsningen på slutten av trinn (a).

Anførte publikasjoner:

Tysk patent nr.607.742, 616.173 begge 12m-7/24