KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU INDUSTRISKE SVOJINE

Klasa 16 Izdan 1 aprila 1934

PATENTNI SPIS RB. 10784

The Oberphos Company, Baltimore, U. S. A.

Postupak i aparat za spravljanje fosfatnog gnojiva.

Prijava od 8 avgusta 1931. Važi od 1 maja 1933.

Ovaj pronalazak se odnosi na postupak za spravljanje gnojivog materijala a naročito na poboljšanu metodu i aparat za spravljanje fosfatnog gnojiva.

Prema običnoj metodi za spravljanje superfosfata i dvogibih superfosfata, fosfatna ruda zemljišta reaguje s nekom jakom kiselinom kao sumpornom ili fosfornom. Pri spravljanju fosfata, kiselina i ruda mešaju se u sudu snabdevenom udesnim mešalicama kao na pr. rotacionim lopatama. Iz suda za mešanje masa se slaže, naslaga preko naslage u prostranoj komori. Materijal se ostavi da postoji u komori za određeno vreme, obično oko dvadeset četiri časa. Iz komore proizvod se transportuje u slagalište. Blagodareći jakom afinitetu, koji postoji između sumporne kiseline i rude, reakcija je između njih momentalna i burna. Reakcija daje krajnje čvrste proizvode, kao kalcium-fosfat i kalcium-sulfat. Kao rezultat neposredne i ubrzane reakcije obrazuju se kiseli krajnji proizvodi te se masa brzo menja od tečnog u poglavito čvrsto stanje.

Proizvod komore je nepotpuno reagovao i sadrži veliku količinu slobodne vode i nepotrošene kiseline. Da bi se olakšalo rukovanje materijala prilikom njegova transportovanja od komore do slagališta, materijal se obično pretvori u prah pomoću absorbenata, kao što su fosfatna ruda ili kreč. Za vreme dok je u slagalištu materijal se istanjuje i prevrće tako, da se proizvod provetrava te se osigura naknadno sušenje. Takvi postupci, koji zahtevaju veliko rukovanje materijala i upotrebu relativno prostranih površina za komoru i slagalište, neekonomični su i sa gledišta materijala.

Jedan od predmeta ovoga pronalaska je da dâ postupak za proizvodnju fosfatnih gnojiva, koji se može izvršiti za najkraće vreme.

Drugi predmet pronalaska je da se iznađe metoda za proizvodnju gnojiva digestijom sirovog materijala s kiselinom, pri čemu se postiže optimum ekonomije u kiselini.

Treći predmet je dati postupak za proizvodnju gnojiva, koji dopušta lako izvođenje operacije.

Četvrti predmet je dati poboljšan aparat za proizvođenje fosfatnih gnojiva.

Peti predmet je dati postupak za proizvodnju fosfatnih gnojiva, postupak kod koga su uslovi koncentracije, temperature i vremena brižljivo podešeni i regulisani tako da se dobije poboljšan proizvod za minimum vremena.

Šesti predmet je dati postupak za proizvodnju fosfatnih gnojiva, u kome se više stupnjeva postupka, zajedno sa njegovim spravljanjem u obliku podesnom za mlevenje vrši u minimumu aparata.

Dalji predmet pronalaska je dati novo zrnasto fosfatno gnojivo.

U ove i druge važne srodne predmete u obimu pronalaska spada tretiranje nerastvorenog fosfatnog materijala kiselinom, kao sumpornom ili fosfornom ili smešom kiselina u zatvorenom sudu, u kome se održava stvarna kontrola reakcija

tako da se postigne dobro zakiseljenje i da se kao neposredan proizvod dobije zrnast materijal poroznog loptastog oblika i u kome se nalaze grudvice ili sferne čestice različne veličine. Pronalazak dalje obuhvata unapred određene i konstantno održavane razmere praha i kiseline i kontrolu uslova temperature i pritiska kao i mehaničko kretanje mase za vreme celog perioda tretiranja tako, da se osigura ne samo optimum iskorišćenja digestionog agensa već i dobivanje proizvoda visoke vrednosti, dobro zakiseljenje i novog mehaničkog uslova. Šta više, pronalazak obuhvata nacrt o iskorišćenju do maksimalnog stepena osetljive toplote mase, zajedno s kontrolom pritiska, tako da se dobije proizvod poželjne suvoće. Neočekivani rezultati ovog načina tretiranja su takvi, da u glavnom ne postoji prionjavanje ili lepljenje materijala u sudu, te se krajni proizvod dobiva u zrnastom stanju.

Da bi se što jasnije objasnio ovaj pronalazak, pokazane su ilustracije podesnih aparata, koji su upotrebljeni u priloženim crtežima, gde:

sl. 1 pokazuje skup elemenata, koji čine potpunu operativnu jedinicu,

sl. 2 pokazuje modifikovani oblik aparata, u kome se upotrebljava zagrejana tečnost, za vreme periode pretvaranja,

sl 3 detaljno pokazuje napravu za punjenje, pomoću koje se kiselina i fosfatni materijal združuju ili mešaju.

Postupak se izvodi unoseći napred određene i srazmerne količine kiseline, sumporne ili fosforne i sitno samlevene fosfatne rude u rotacioni autoklav. Da se dobiju najbolji rezultati, kao što će se potpunije objasniti, treba koncentraciju kiseline i stepen sitnoće praha relativno pažljivo kontrolisati s obzirom na periodu vremena, za koju je jedna partija materijala unesena u autoklav. Najbolje je da autoklav bude horizontalnog rotatornog tipa i da je snabdeven šupljim stubovima. Kroz jedan od njih ulazi smesa za punjenje, to jest pomešana kiselina i ruda u prahu, u autoklav, a kroz drugi odilaze gasovi ili pare, ili oboje, u svrhu kontrolisanja pritiska u autoklavu i radi smanjivanja pritiska, u napred određenoj periodi tretiranja, u svrhu sušenja proizvoda.

Opisan u opštim crtama, postupak obuhvata punjenje smese rude i kiseline u rotacioni autoklav, zatvaranje autoklava, pošto je materijal unesen u nj, nastavljanje rotacije, pošto je materijal održavan u autoklavu za dovoljnu periodu vremena, udaljavanje proizvedenih pritisaka i smanjivanje pritisaka u autoklavu ispod atmosferskog u cilju sušenja proizvoda. Za vreme cele ove periode punjenja, digestije i sušenja autoklav se okreće. Zahvaljujući ovoj rotaciji, za vreme reakcione periode masa u autoklavu se stalno meša i zgušnjava dovodeći tako neprestano kiselinu u dodir sa svežim površinama nenapadnutog fosfata, i za vreme periode sušenja u vakumu kao rezultat ove rotacije, masa se uvalja i zgrudva povećavajući jako površinu, što olakšava eliminovanje vlage i dobivanje krajnjeg proizvoda u grudvastom i zrnastom obliku.

Dejstvo između trikalcium-fosfata i kiseline je burno i daje kako gasovite tako i čvrste reakcione proizvode. U ovom postupku oslobođena para i gasovi, koji su zadržani u autoklavu, čine super-atmosferski autogeni pritisak. Ovi pritisci mogu se održati ili ne odražati i mogu se kontrolisati u ma kojem stepenu puštajući ih kroz udesno nameštene ispusne naprave. Reakcija između kiseline i rude može se ubrzati zagrevajući masu. U ovom postupku to se može lako postići gradeći autoklav s termičkim omotačem i propuštajući kakvo toplotno sredstvo, kao paru, kroz ovaj omotač pod pritiskom, recimo, od 22.7 kgr ili ovo se zagrevanje može postići upuštajući paru direktno u autoklav na način, koji će se potpunije objasniti. U oba slučaja, upotrebljavajući paru bilo direktno bilo indirektno kao sredstvo za zagrevanje, reakcionoj masi daje se dovoljno toplote da ubrza reakcije do željenog stepena, sem toga toplotne jedinice dodaju se masi, koja ih apsorbuje te se iskorišćavaju pri docnijem sušenju proizvoda primenjujući za to vakuum.

Pri najpovoljnijoj operaciji temperatura mase se održava prvenstveno između 130 i 150° C za vreme digestione periode.

U ovoj operaciji, upotrebljavajući floridnu rudu približno 72% trikalcijum fosfata i sumporne kiseline u razmeri 82/100 delova, na primer 37 kgr kiseline računate kao 52° Bé na 45 kg fosfatne rude u prahu; jačina upotrebljene kiseline je 54° Bé; masa se održava u autoklavu otprilike za pola časa, za koje vreme se vrši digestija stene. Za vreme cele gigestione periode materijal se stalno mehanički meša obrćući autoklav oko njegovih nosača. Uprkos fakta da reakcioni proizvodi između ostaloga, sadrže mono-kalcium-fosfat i kalcium sulfat, masa se ipak održava u više ili manje tečnom stanju; jer ako se autoklav otvori na kraju digestione periode, nađeno je, da materijal nema sunđerastu, naraslu čvrstu strakturu kao u slučaju gnojiva, dobivenih po metodama pomoću suda, već je on gusta, lepku slična tečna masa. Ovo verovatno potiče od fakta, što je temperatu-

ra suviše visoka da bi kalcium sulfat iskristalisao, a takođe i od fakta što, u koliko se reakcija vrši u zatvorenom sudu, nema znatnog gubitka vode.

Ako se želi, da bi se dobilo gnojivo, koje ima nekoliko različnih gnojivnih vrednosti može se dodati azotni materijal, kao amonium sulfat ili ure, i kaliumov materijal (ili i jedan i drugi) kao kalium-sulfat ili karnalit na primer mešajući ih s fosfatnom rudom ili rastvarajući ih u sumpornoj kiselini.

Pošto su se reakcije u glavnom dovršile, što se postiže posle približno pola časa tretiranja, uslovi u rotacionom autoklavu udese se da suše proizvod. Ovo se može učiniti otpuštajući gasove i pare, koje su se nagomilale za vreme digestione periode (ako je upotrebljen super-atmosferski pritisak). Ovi gasovi i pare mogu se evakuisati stvaranjem ispusne naprave na rotacionom autoklavu, da bi gasovi odilazili na polje za periodu vremena, dovoljnu da se pritisak smanji do atmosferskog. Ako se želi, autoklav se može evakuisati odvodeći gasove i pare pomoću pumpe za vakum. U ma kom slučaju, pošto se pritisak u autoklavu smanji do atmosferskog pritiska, tada se stavi pod sub-atmosferski pritisak. Pri običnoj operaciji pumpa za vakuum radi sa vakuumom približno od 22 do 29", a prvenstveno sa vakuumom od 22", do 29" za vreme od pola časa više ili manje. Za vreme ove periode ispuštanja i vakuuma stalno se održava mehaničko mešanje mase, nastavljajući rotaciju autoklava.

Da se olakša sušenje materijala želeti je u izvesnim slučajevima a naročito kada se upotrebljava za vreme digestione periode indirektno parno zagrevanje, da se upotrebi dopunsko zagrevanje, ma da, razume se, da u izvesnim operacijama, a naročito kada se pregrejana para uvodi u autoklav i tamo održava bilo kod atmosferskog bilo pod super-atmosferskim pritiskom osetljiva toplota mase može biti dovoljno visoka, da dâ termične jedinice, potrebne za sušenje. Kada je ovo dopunsko zagrevanje za vreme sušenja ili potrebno ili poželjno, to se može lako postići provodeći paru kroz termični ogrtač autoklava pod pritiskom od 22.7 kgr. Za vreme prosečnog toka, i kada se upotrebljava autoklav s parnim omotačem, temperatura za vreme periode isparavanja automatski pada, usled isparavanja vode. U tipičnom slučaju na kraju periode vakuuma ona spada poglavito na 54 do 65.5°C. Za vreme periode sušenja najveći deo vode je isteran a jedan deo nje je apsorbovan kao kristalna voda.

Iz ovog opisa vidi se, da je postupak naznačen time, što se masa stalno mehanički meša ili kreće za vreme punjenja digestije i sušenja i što je otprilike za jedan čas gnojivni materijal potpuno gotov. U ovim operacijama autoklav za zagrevanje od jedne tone može se napuniti za vreme manje od jednog i po minuta. Materijal se može digerirati za približno pola časa bilo na super-atmosferskom pritisku od više-manje 22.7 kgr, bilo na atmosferskom bilo na sub-atmosferskom pritisku. Pritisak, dobiven za vreme reakcione periode može se menjati u vrlo širokim granicama i može se održavati na unapred određenoj i željenoj vrednosti, otpuštajući na mahove ili stalno gasove za vreme digestione periode. Pod običnim okolnostima, upotrebivši autoklav s parnim omotačem, za vreme digestije se održava pritisak od približno 22.7 kgr.

Materijal, proizveden po ovom postupku stalnog mešanja za vreme cele digestije i sušenja u vakumu, može se odmah izprazniti iz autoklava. Kao rezultat ovog tipa postupka novi proizvod, potpuno suprotno starim proizvodima, u obliku je poroznih loptica ili sitnih grudvica ili kuglica, čija veličina varira od sitnih kuglica do loptica od 5 do 7.5sm u prečniku. Ovaj karakteristični porozni loptasti oblik dobija se bilo da je materijal fosfatna ruda bilo da je fosfatna ruda pomešana sa azotnim i kaliumovim materijama, kao što je ranije opisano. Šta više, ovaj karakterističan porozni loptasti oblik dobija se bilo da se postupak izvodi upotrebljavajući autoklav s parnim omotačem ili izolovan autoklav, u koji se para upušta za vreme tretiranja.

Da se potpunije objasni pronalazak, na crtežima je pokazana tipična celina aparata pomoću koga se postupak može izvesti. On uopšte obuhvata izvore za snabdevanje kiselinom i prahom, sredstva za merenje unapred određenih količina kiseline i praha, koji obrazuju jedno punjenje, sredstva za istovremeno unošenje smese kiseline i praha u rotacioni autoklav i sredstva da se zagreva masa za vreme digestije i da joj se dadne dovoljno toplotnih jedinica, koje su smanjujući zatim pritisak, podobne da osuše tu masu. Toplota za to može se primeniti na različne načine, od kojih su dva najvažnija pokazana na crtežima. Po jednom, masa u autoklavu se indirektno zagreva parom, koja se upušta kroz spoljašni parni omotač a po drugom, zagrevanje se vrši upuštajući paru direktno u unutrašnjost autoklava. Aparat, koji predstavlja prvi

tip postupka pokazan je na sl. 1.

Ovaj aparat se sastoji od rezervoara za kiselinu 1, u kome je upotrebljena kiselina ma koje unapred određene ili željene jačine. Rezervoar je snabdeven namotom za zagrevanje, koji se može spojiti s ma kojim udesnim izvorom sredine za zagrevanje radi kontrolisanja temperature kiseline, da bi se time ubrzale naredne reakcije, u kojima ovaj reaktiv ima udela. Iznad kraja za pražnjenje rezervoara nameštено je cedilo ili zaklon 3, što dopušta pražnjenje izbistrene kiseline za upotrebu u toj operaciji. Vrućakiselina prazni se iz rezervoara 1, kroz cev 4 i njeno oticanje se kontroliše napravom 5.

Vruća kiselina prazni se iz rezervoara 1 u sud za kiselinu 6 koji je pokazan kao namešten na jednom kraju udesnih terazija 7 za tačno merenje količine kiseline upotrebljene u svakom punjenju. Unapred određena količina kiseline prazni se iz rezervoara za merenje 6 kroz cev 8, njeno oticanje je kontrolisano napravom 9, u rezervoar za kiselinu ili za punjenje 10. Snabdevanje se vrši pomičnom vezom između suda za kiselinu 6 i rezervoara za kiselinu 10. Ovo je diagramatski pokazano na crtežima levkom 11 koji se nalazi ispod cevi za pražnjenje kiseline 8. Između ovog levka i rezervoara za kiselinu nameštena je naprava 12 radi zatvaranja rezervoara, da bi se u njemu održao pritisak. S gornjim delom rezervoara za kiselinu vezana je cev 13 s kontrolnom napravom 14. Ona, kao što će se potpunije opisati služi za upuštanje vazduha ili drugog udesnog fluida pod pritiskom, tako da se dâ velika brzina oticanju kiseline iz rezervoara kad autoklav ima da se puni.

Slično tome, vrlo sitni fosfatni materijal, kao fosfatna stena u prahu odmerava se unapred određenim količinama za svako punjenje. Aparat za prah sastoji se od cevi 15, koja ide od udesnog izvora za snabdevanje i kroz koju se sitna fosfatna stena prenosi i naslaže u prijemnom košu 16. Da bi se osiguralo slobodno i brzo odilaženje praha kroz aparat uvodi se vazduh u prah. Kao što se vidi, cev 17, koja je u vezi s udesnim izvorom vazduha pod pritiskom, komunicira sa sporednim cevima 18, 19 i 20, kroz koje je proticanje vazduha kontrolisano napravama 18' 19' i 20'. Vazduh pod pritiskom može se upustiti kroz cev 18 u koš 16 kroz injektore 21. Pri operaciji vazduh se uvodi pod pritiskom manje-više od 2, 3 kgr u materijal u košu s prahom i van u prah prilikom njegova odilaska, da bi se sam prah provetrio. Onaj dodatak vazduha prahu čini da prah lakše protiče i da se lakše transportuje kroz sistem. Koš za prah snabdeven je koničnim dnom, a oticanje praha iz koša kontroliše se napravom 20, koja je nameštena na cevi za pražnjenje koša. Ispod koša za prijem praha nalazi se rezervoar 23 u kome se količina praha stavljena u aparat za mešanje tačno odredi pomoću terazija 24, koje su nameštene na utvrđenom nosaču 25. Koš za merenje snabdeven koničnim dnom, koje je spojeno s cevi za pražnjenje 26 i otisanje praha kroz ovu cev je kontrolisano prolazom za vazduh 27. Da bi se omogućilo pomeranje koša za prah 23 za vreme merenja, postoji pomični spoj 28.

Napred određena količina praha, koji je bio provetren u košu 16 i izmeren u košu 23, unosi se kroz cev 26 odakle je zahvata pneumatička pumpa 29, i prazni se kroz cev 30, koja je kontrolisana napravom 31, u gornji deo koša 32. Pumpa 29 može biti ma kojeg udesnog tipa, koji će brzo transportovati prah. Da bi se osiguralo slobodno proticanje praha kroz bočnu cev 19 uvodi se vazduh pod određenim pritiskom.

Koš za punjenje prahom 32 je prvenstveno koničnog oblika. Na svom donjem kraju vezan je cevčicama 33 sa cevlju za vazduh 20, a priticanje vazduha u koš kontroliše se sa napravom 20'. Koš je snabdeven krilima ili perajima 34 nameštenim na središnom vratilu 35, koje se pruža kroz zgodan nosač 36 namešten na vrhu koša, a njegov kraj je u vezi s udesnim izvorom sile, pomoću spoja pokazanog na 37. Komunicirajući s gornjim krajem koša postoji odvodna cev 38, kontrolisana napravom 39, koja cev komunicira s komorom za prah 40. Mala količina praha, koja se taloži ili skuplja u izlaznoj komori može s vremena na vreme ukloniti kroz napravu 41. Za vreme punjenja koša za prah naprave 31 i 32 su otvorene a naprava 34 drži se zatvorena. Za vreme tog punjenja koša lopate stoje u miru. Kad je unapred određena količina praha upuštena u koš a pre no što je počelo punjenje koša, naprave 31 i 39 su zatvorene i vazduh je upušten u koš kroz cev 20 otvarajući napravu 20' i peraja 34 izazvana su da rotiraju. Upuštanje vazduha pod pritiskom uvećava podobnost oticanja praha a u isto vreme prah se meša pomoću krila, koja se obrću.

Donji kraj koša za punjenje prahom stoji u vezi s naročitim tipom naprave za punjenje, pokazane diagramatski na sl. 1 kod 42, a potpunije na sl. 3. Ova naprava je tako konstruisana da meša i da čini da se uzajamno sudaraju napred određene i stalne razmere kiseline i praha. Kao što je pokazano na crtežima naprava komunicira s rezervoarom za kiselinu 10 preko

cevi 46 koja je kontrolisana napravom 42, koja se brzo otvara. Kiselina se brzo tera kroz cev 46 pomoću pozitivnog pritiska, koji dejstvuje na površinu kiseline a potiče od visokog pritiska gasa, upuštenog kroz cev 13. Oticanje praha iz koša za prah u sud za mešanje kontroliše se brzim otvaranjem naprave 43. Kraj za pražnjenje naprave 42 komunicira sa zavojkom 44 koji je snabdeven delom 45, koji se može skinuti radi čišćenja.

Sud za mešanje označen diagramatski na sl. 1 brojem 42 sastoji se od sredstava, koja proizvode koničnu struju kiseline da bi se zatvorila i obuhvatila struja praha, koja brzo i burno teče. Ovaj elemenat takođe ima relativno pokretne delove tako, da se može podesiti i regulisati količina kiseline, koja tu dolazi s obzirom na količinu praha. Ovaj elemenat je pokazan na sl. 3 i sastoji se iz dela 48 koji obuhvata dva kanala, jedan dovodni kanal za kiselinu i jedan odvodni kanal za smešu kiseline i praha. Dovodni kanal je načinjen proširujući deo cevi 49 tako da se stvarno dobije kružni zid 50 spojen s uzanim izlaznim krajem 49. Strane zida 50 su poglavito polukružne u poprečnom preseku. Donji deo ovog zida produžuje se na dole u 51 pa se zatim širi u stranu u 52 da bi dao okvir dna. Između okvira dna 52 i krivih zidova 50 raspoređene su ivice za pojačanje 53. S dovodnim kanalom naprave udružen je jedan član u obliku ležišta naprave, koja služi za upravljanje toka konične struje kiseline. On se sastoji iz zašiljenog ležišnog člana 54, čija je donja površina izrezana u željeni ugao. Ležište naprave 54 drži se potpuno s oblogom pomoću okvira dna 55. Dno skeleta naprave i ležišta naprave oslanja se na ivicu 56, napravljenu na oluku dela 57.

Skelet naprave je takođe snabdeven sredstvima za umanjivanje struje kiseline i za upuštanje struje praha. On se može sastojati is šuplje cevi 58, koja se pruža od gornje površine skeleta pa dole do tačke bliske ležištu naprave 54. Vidi se da član 58, spojen ili udružen sa zidom naprave 50, gradi kružni kanal za struju kiseline, koja ulazi u cev 49, i da, ako postoji stalan kružni otvor između kanala i ležišta naprave 54, kiselina će teći kroz ovaj poslednji u obliku šupljeg konusa.

Ovaj operativni tip naprave se pripremi, t. j. da se učini da kiselina teče u obliku kupe ili kapljica, koje dolaze u dodir s prahom. On obično uzima oblik vertikalno podešenog člana 59, koji, s vertikalnim pomeranjem, varira otvor između kružnog dovodnog kanala i ležišta naprave, da bi se regulisala debljina sloja kiseline, koja se sudara s prahom i da bi se regulisala brzina kiseline kroz sud za mešanje. Efektivnost ovoga suda se uvečava stavljajući cev 49 u tangencialni položaj prema napred rečenom kanalu, napravljenom zidom 50 i cevlju 58 tako da se kiselini da vihorno kretanje. Kao što je pokazano, unutrašnjost člana 59 ima pomičnu vezu s cevlju 58 i vezana je zavrtanjskim članom 60. Ovi zavrtnji prolaze kroz zapušač 61. Svojim gornjim krajevima ovi zavrtnji su vezani s karikom 62, koja je u vezi s rotacionom karikom 63, koja se obrće pomoću ručica 64. U ma kojem trenutku, indikator 65 je snabdeven kalibrisanom skalom na obližnoj ivici okvira 66, čime se označava stanje regulisanja.

Videće se, da će rotacija ručice 64, čiji se iznos označava skazaljkom 65, rotira rukav 63 i učiniće da se karika 62 kreće vertikalno gore i dole. Ovo vertikalno kretanje se prenosi preko zavrtnja 60 na član naprave 59 i varira rastojanje između njega i ležišta člana 54. Ovo podešavanje člana 59 reguliše ili varira količinu kiseline upuštenu u zonu, spaja je i na sličan način određuje debljinu konusa kiseline. Varirajući hidrostatički pritisak na kiselinu i koničnu debljinu kiseline u napravi može se postići tačna regulacija procesa spajanja.

Na svom donjem kraju sud za mešanje je snabdeven članom za zatvaranje 67, koji se drži na tom mestu ma kojim podesnim sredstvom za zaključavanje 68. Ovaj član može se ukloniti da bi se očistio ovaj deo cevi. Slično tome, susedni deo naprave suda snabdeven je poklopcem 69, koji se može skinuti a koji je poklopac zavrtanjski spojen s cevi. Time se omogućava brza inspekcija i čišćenje unutrašnjosti naprave. Konstrukcija pak, dopušta mešanje u prolazu i pod uslovima velike brzine proticanja, napred određenih i stalno održavanih razmera praha i kiseline.

Između naprave za mešanje i autoklava nameštena je u cevi ulazna ili semaforna naprava 70. Ova naprava je konstruisana tako, da omogući brzo otvaranje i zatvaranje i funkcije da se zatvori autoklav i odvoji od onog kraja sistema, na kome se vrši punjenje, kao i da se ustanovi u njemu vakuum ili da se otvori komunikacija između sistema za punjenje i autoklava, da bi se pobrinulo za brz prolaz udružene smese praha i kiseline.

Iz tako datog opisa vidi se, da opisani aparat vrši odvajanje regulisanih količina kiseline i praha i uvodi novu smešu ovih dveju materijala, pod uslovima brzog kretanja i održavanih razmera.

Kiselina i prah udruženi ili pomešani u napravi za mešanje stavljaju se u autoklav 71. Budući da veličina i konstrukcija tog autoklava mogu varirati, najbolje je upotrebiti rotatorni autoklav, obložen izvesnim materijalom rezistentnim prema kiselini, kao na primer olovom. Autoklav se sastoji od unutrašnje prema kiselini rezistentne obloge 72 i spoljašne obloge 71 snabdevene izolacionim materijalom za toplotu 73, između kojih prostor gradi termični omotač za upuštanje nekog mediuma za zagrevanje. Ovaj omotač je u otvorenoj komunikaciji sa šupljim osovinama 74 i 75 nameštenim na oba kraja autoklava. Šuplja osovina 74 je vezana sa parnom cevi 76 u cilju upuštanja pare u šuplju osovinu pa onda u omotač, da bi se zagrevala masa za vreme reakcije i periode sušenja ili za vreme i jednog i drugog. Autoklav se najradije gradi s kondenzacionom šupljinom 77 s kojom je vezana odvodna cev 78, koja se prazni u šupljoj osovini 75, pa zatim kroz cev za pražnjenje 79. Za vreme operacija ma koje sredstvo za zagrevanje, koje se kondenzuje, skuplja se u šupljini 77 pa se prazni odvođenjem kroz cevi 78 i 79.

Autoklav je montiran za rotaciju na svojoj horizontalnoj osovini, ma na koji zgodan način kao pomoću valjkastih prstenova 80 a na pripomoć valjkastih nosača 81, nameštenih na podesnim delovima autoklava. Autoklav se rotira pomoću nekog podesnog izvora sile, na primer motorom 82, pogonskom napravom 83 i prstenastom napravom 84. Unutrašnjost autoklava je snabdevena regulacionom pločom 85 nameštenom u istoj liniji s cevlju za pražnjenje 86, čiji je cilj da rasturi šaržu i da spreči da se smesa kiseline i stene ne udalji iz autoklava kroz odilaznu cev. Drugi kraj autoklava je snabdeven cevlju 87, koja ima krivinu 88 i koja je montirana u šupljoj osovini autoklava. Svojim spoljašnjim delom ova cev komunicira sa cevlju 89, koja je kontrolisana napravom 90, a isto tako s parnom cevi 91, kontrolisanom pomoću naprave 92. Parna cev 91 komunicira s pumpom za vakum 93 preko apsorbcionog sistema, pokazanog kao vaporizatorski toranj 94. Udesno kondenzaciono sredstvo, kao na pr. voda, upušta se u toranj kroz cev 95. Komunikacija između autoklava i pumpe za vakuum kontrolisana je napravom 96. U cilju pražnjenja sadržaja autoklava ovaj je snabdeven poklopcem 97. Ispod središta autoklava namešten je sanduk 98 u kome se mogu ostavljati sadržaji autoklava. S ovim sandukom je spojen odvodnik 99 pomoću koga se ispražnjeni proizvod iz autoklava može transportovati u mašineriju za mlevenje ili u neki drugi deo uređaja za naredno tretiranje. Da bi se olakšalo pražnjenje, autoklav je najradije konstruisan na dvogubom šiljku, čiji su krajevi relativno malog, a centralni presek velikog prečnika.

Operacija se razume iz prethodnog opisa elemenata aparata i stupnjeva postupka. Ako se želi dobiti masa kiselog fosfata, dvogubog superfosfata, ili ma koje gnojivne smeše, autoklav se prvo zatvori na onom kraju sistema, na kome se puni i to zatvaranjem naprave 43 i 47. Unapred određene količine vruće kiseline i praha odmere se u koševima za merenje kiseline i praha, pa se tada unesu kiselina u rezervoar za kiselinu 10 a prah u prijemni koš 32. U redovnim operacijama, punjenje koša za prah i rezervoara za kiselinu može se izvršiti za vreme dok se prethodno punilo tretira u autoklavu. Pošto se kiselina unese u rezervoar za kiselinu, naprava 12 se zatvori a naprava 14 se otvori da bi se proizveo pozitivan pritisak na kiselinu u rezervoaru za kiselinu. Da bi se to izvršilo upušta se vazduh kroz cev 13 pod pritiskom otprilike od 40.8 kg.

Pri najpogodnijoj metodi operacije održava se parcialni vakuum u autoklavu za vreme periode punjenja. U tu svrhu se, pak, naprave 92 i 93 otvore a naprave 43, 47 i 90 drže zatvorene. Pumpa za vakuum radi tada, da bi stvorila vakuum u autoklavu. Za vreme ove prethodne evakuacije može se upustiti para kroz cev 76 u termični omotač autoklava, da bi se zagrejala unutrašnjost ovoga elementa. Naprava za mešanje 42 može se podesiti, kao što je ranije opisano, da količine kiseline i praha budu razmerne. Ovo podešavanje se najradije vrši tako, da kiselina počinje teći malo pre nego prah i teče za kratko vreme posle proticanja praha, tako, da proticanje tečne kiseline kroz cevi služi za čišćenje cevi za punjenje.

Kad se dobije željeni vakuum u autoklavu, autoklav se stavi u rotaciju puštajući u rad motor 82. Ako se želi, autoklav se pak može pustiti u rad u samom početku operacija. Vakuum u početku punjenja je oko 625 mm. a na kraju oko 250 mm. Napred određena količina praha, koja je odmerena i ostavljena u košu 32 provetrava se upuštanjem vazduha kroz cevčice 33 i meša se perajima 34. U to vreme naprave 31 i 39 su zatvorene. Da se unesu materijali u rotacioni autoklav naprave 43 i 47 otvaraju se širom brzo i u isto vreme. Pod uticajem pritiska na kiselinu i prah i pod uticajem smanjenog pritiska u autoklavu, prah teče iz koša 32 kroz napravu 43 i tu ga obuhvata konična struja

kiseline koja ulazi tangencialno u napravu. Kiselina i prah su združeni ili pomešani u napravi za punjenje, kao što je opisano i prolaze kroz grlić suda za punjenje u kome je pravac proticanja povijen, radi čega se masa brže kreće. Ova smeša prolazi zatim kroz otvorenu napravu 70, kroz cev za punjenje 86 i udara o regulacionu ploču 85. Za vreme punjenja, kao što je navedeno, autoklav se održava u rotacionom stanju i masa se dalje meša udarom o regulacionu ploču i rotacijom autoklava. Regulaciona ploča služi sem toga da spreči svaku smešu za punjenje da ne prođe u krivinu 88 i da ne bude uvučena u cev za vakuum. Pri običnoj operaciji potrebno je od oko 1 do $1^1/_2$ minut da se isprazne sadržaji koša za prah i rezervoara za kiselinu u autoklav.

Dok se veličina i kapacitet elemenata mogu menjati nađeno je, da autoklav od 1.5 m do 2.4 m u prečniku i od 4.5 do 6 m u dužini služi vrlo zgodno. Ako se upotrebi autoklav 11.8 u prečniku i 6 m u dužini, on se može napuniti za navedeno vreme, t. j. za oko 1 do $1^1/_2$ minut sa približno pet tona materijala. Za vreme periode punjenja pumpa za vakuum se održava u radu i autoklav se stalno okreće. Dok se broj rotacija autoklava može povećavati ili smanjivati u prostranim granicama, ipak je najbolje održavati rotaciju od oko 5 do 15 r. p. m. a najbolje sa oko 6 r. p. m.

Pošto je sav materijal jednoga punila unesen u autoklav naprave 70 i 92 se zatvore, pri čemu se zatvori autoklav i pumpa za vakuum se privremeno zaustavi. Proticanje pare kroz cev 76 može se ostaviti da održava relativno visoko temperaturu u rotacionom autoklavu. Pri normalnim operacijama para se održava u termičnom omotaču pod pritiskom od oko 22.7 kgr, a temperatura mase za vreme periode pretvaranja održava se poglavito između 132^0 i 149^0C.

Za vreme digestione periode rotacija autoklava se produžava i masa se potpuno uvalja ili izgnječi, pri čemu se ne pokazuje nikakva površina praha za reakciju s kiselinom. Za vreme ove digestione periode masa se ne pretvara u čvrst oblik, već se održava kao plastična lepku slična ili glinena masa. Činjenica što se materijal ne stvrdnjava niti kristalizuje potiče verovatno otuda, što se temperatura održava iznad kristalizacione temperature kalcium sulfata a takođe i od zadržavanja vode u zoni reakcije. Za vreme digestione periode masa se održava pod proizvedenim pritiscima. Ako se želi, ipak se pritisak u sudu može kontrolisati otvarajući na mahove napravu 90 ili smanjiti do izvesnog stepena. U izvesnim okolnostima kada tretirana ruda sadrži mnogo karbonata, potrebno je neznatno oslabiti pritisak. Pod običnim okolnostima digestija rude se može izvršiti pod autogenim pritiscima.

Postupak se može izvesti bez pritiska, to jest poglavito na atmosferskom pritisku, kao što će potpunije biti opisano s obzirom na aparat pokazan na sl. 2.

U jednoj tipičnoj operaciji upotrebljavajući autoklav s parnim omotačem, masa se može u autoklavu stalno mešati i za periodu od približno pola časa upotrebiti toplota. Za sve ovo vreme materijal se neprestano mehanički meša rotacijom autoklava, te se masa održava u više-manje tečnom stanju. Kad su sastojci u autoklavu potpuno reagovani, onda se uslovi podese za sušenje proizvoda. Produžavajući rotiranje autoklava, pritisci se smanje otpuštanjem proizvedenih gasova i para, koji su se nagomilali i za vreme digestione periode kroz cev 89. Ovo se postize otvaranjem naprave 90. Ovi gasovi i pare prolaze kroz vodenu ispiralicu, kao što je pokazano. Naprava 90 održava se u otvorenom položaju, dok pritisak u autoklavu ne spadne do atmosferskog. Posle periode otpuštanja gasova naprava 90 se tada zatvori a naprave 92 i 96 otvore. Pumpa za vakuum se stavi u rad i stvara se vakuum na materijalu u rotacionom autoklavu. U jednoj tipičnoj operaciji pumpa za vakuum radi sa vakumom od približno 550 do 725 mm. a najbolje s vakumom od 650 do 725 mm. za periodu od oko pola časa.

U većini slučajeva sušenje se olakšava primenjujući dopunsku toplotu. Količina toplote, koja se upotrebi može varirati zaviseći od izvesnog broja faktora, jer često osetljiva toplota mase može biti dovoljno visoka, da da termične jedinice, potrebne za sušenje, a ovo je naročito tačno, kada su prahu dodani materijali, koji reaguju s kiselinom vrlo egsotermično. Kada se želi primeniti toplota može se upustiti para kroz cev 76 pod pritiskom približno od 22.7 kgr. Temperatura za vreme digestione periode se obično smanji na oko 54 do 66^0C. Za vreme cele ove periode sušenja, održava se rotacija autoklava, a voda se udaljava kao vodena para ili je apsorbovana od strane mase kao kristalna voda.

Pošto se materijal osuši do željenog stepena, pumpa za vakuum se zaustavi i otvori poklopac 97. Autoklav može tada rotirati, da olakša pražnjenje proizvoda, koji se ispražnjuju u sanduk 98. Šiljata konfiguracija autoklava potpomaže stvarno pri pražnjenju proizvoda. Proizvod, nagomilan u sanduku 98 sastoji se od grudvi-

častih, korom obavijenih loptica različne veličine. Ovaj materijal se može transportovati pomoću odvodnika 99 u mašinu za mlevenje ili pre no što pođe u mašinu za mlevenje može se prosejati, jer se obično gradi prilično veliki broj sitnih čestica ili grudvica, koje se posle sejanja mogu direktno upotrebiti za gnojenje zemljišta. Materijal, ispražnjen iz autoklava, u glavnom je potpuno reagovan i sadrži samo vrlo mali procenat slobodne kiseline. Ako se želi, čak posle obrazovanja proizvoda ili za vreme tretiranja, mogu se dodati koje druge gnojivne vrednosti, dodajući rudi korisna gnojivna jedinjenja ili dodajući amonijak ma u kom obliku reaktivnoj masi u autoklavu. Isto tako, proizvod dobiven iz autoklava može se upotrebiti da apsorbuje amonijak, bilo u kontinuarnom, bilo u isprekidanom postupku i u zatvorenom ili otvorenom sistemu.

Nađeno je, kao rezultat opreznog eksperimentisanja, da se vreme, za koje se autoklav ili drugi prijemni sud puni, mora vrlo pažljivo regulisati, da se dobije optimum zakiseljenja i minimum athezije mase za zidove suda. Čini se, da postoji određen odnos između aktivnosti mase i vremena, za koje se mora napuniti. Kao jaka postavka, nađeno je, da u koliko aktivnost reakcione mase raste, vreme, za koje se ona puni mora srazmerno opadati. Ne pokušavajući dati nikakvo teorisko objašnjenje za to, veruje se da ova okolnost može u velikoj meri poticati od činjenice što se, da bi se dobili najbolji rezultati, komponente reaktivne mase moraju zadržati bilo u rastvoru, bilo gotovim za upotrebu do vremena za sušenje. Ovaj uslov verovatno potiče delimično takođe od važnog efekta vode u reakciji. Voda dejstvuje kao sredstvo za razblažavanje a tako isto daje kristalnu vodu za krajnji proizvod. Pored toga, za vreme prvih stupnjeva pretvaranja, zadržana voda teži da održava masu u izmešanom ili plastičnom stanju, da bi se omogućilo lako gnječenje ili obdelavanje.

Uslovi, koji povećavaju aktivnost mase, relativno su mnogobrojni i tesno vezani. Na primer hemiske reakcije mogu se ubrzati zagrevajući sirove materijale, to jest bilo kiselinu, bilo prah ili oboje, zagrevajući reakcione zone, zadržavajući u velikoj meri egzotermne reakcione toplote, povećavajući jačinu kiseline. Budući da su druge stvari jednake, želeti je, naravno, da se reakcije ubrzaju u koliko je to u razmeri s poboljšanim proizvodom.

Nađeno je, na primer, da puneći autoklav prahom fosfatne floridne rude od 72% trikalciumfosfata i takve finoće da 90% prolazi kroz sito od 80 rupica, pa onda kombinujući ga s kiselinom od 50°Bé prethodno zagrejanom na 32°C, masa od 5 tona treba staviti u autoklav za manje od tri minuta. Ako se upotrebi isti tip praha ali kao agens za zakiseljenje kiselina od 54°Bé, zagrejana na 32°C, punjenje treba izvršiti za manje od $1^1/_2$ minuta, da bi se sprečilo nepotrebno prianjanje mase za zidove autoklava i da bi se dobio poboljšan proizvod. Opet, ako se ovaj isti tip praha kombinuje s kiselinom od 56° Bé, zagrejanom na 32°C, masu treba staviti u autoklav za manje od šestdeset sekunda, da bi se dobio poboljšan rezultat.

Takođe je nađeno da ovaj kritični odnos između aktivnosti mase i vremena punjenja nije ograničen na jedan jedini faktor, kao na pr. jačinu kiseline. U napred navedenim primerima, to jest puneći prahom sitnoće tako da 90% prolazi kroz sito od 80 rupica i kiselinom od 52, 54 ili 56°Bé vreme punjenja treba smanjiti u koliko temperatura kiseline raste. Sta više, ako je pod datim uslovima koncentracije i temperature kiseline, sitnoća praha povećana, vreme punjenja treba proporcionalno smanjiti.

Pod ovim okolnostima, ipak, to jest pažljivim regulisanjem vremena punjenja s obzirom na aktivnost mase i stavljanjem pažljivo i tačno udružene mase u rotacioni autoklav, digerirajući materijal u ovom autoklavu pod kontrolisanim uslovima temperature, pritiska i mešanja, pa zatim sušeći u vakuumu proizvod, održavajući pri tom mešanje, poboljšani rezultati su osigurani. Produkt, dobiven ovim postupkom novog karaktera i boljih fizičkih osobina, pa je dalje u takvom stanju, da je gotov za praktičnu neposrednu upotrebu. U opisanoj operaciji, — to jest perioda punjenja od nekoliko minuta a perioda digestije pod uslovima stalne rotacije i zagrevanje za približno pola časa, sušenje pod subatmosferskim pritiskom, i mešanje za približno pola časa, — gnojivni materijal se potpuno spremi.

Materijal, dobiven kao rezultat ovog tretiranja u obliku je poroznih loptica ili finih grudvica ili sferoida zrnaste strukture, čija veličina varira od vrlo malih kuglica do loptica od više santimetara u prečniku.

Karakteristična crta ovog proizvoda je ta, što su grudvice ili loptice sasvim tvrde i imaju veliku mehaničku jačinu. Ova mehanična jačina je toliko velika, da je moguće grubo rukovati materijalom a da se on ne raspadne. Druga upadljiva fizička karakteristika proizvoda neposredno ispražnjenog iz autoklava jeste što je on oba-

vijen korom, to jest spoljašna površina je relativno sitnozrnasta supstanca.

Zahvaljujući velikoj mehaničkoj jačini proizvoda i variacijama u veličini, proizvod se može odmah prosejati i sitno prosejani materijal direktno primeniti kao gnojivo za zemljište. Ovaj odmah prosejani materijal pretstavlja glavnu količinu totalnog proizvoda, u većini slučajeva on varira od 25 do 50% od tretirane mase.

Proizvod je okarakterisan drugim korisnim odlikama, kao što pokazuje sledeći primer:

1. Upotrebljujući floridnu rudu od 72% trikalcijum fosfata i sumpornu kiselinu, kiselina i prah u razmeri 86 prema 100 po težini (kiselina računata kao 52° Bé ali upotrebljena kao 54° Bé) stave se u autoklav pod navedenim uslovima. Masa se stalno meša i zegreva pod pritiskom pare od približno 22.7 kgr za pola časa a u autoklavu se pritisak održava između 18 i 23 kgr. Na kraju digestione periode autoklav se otvori za tri do pet minuta, pa se zatim sud evakuiše otprilike za tridesetpet minuta, upotrebljujući vakuum od oko 28". Za vreme periode sušenja autoklav se stalno rotira, da bi se održavao materijal u mešanju a za vreme ove periode sušenja zagrevanje se vrši održavajući pritisak od 22.7 kgr pare u termičnom omotaču. Proizvod je bio u izvrsnom stanju s malim sadržajem vlage i sadržavao je udesnu količinu vrlo sitnih čestica pored nekih krupnijih grudvica sasvim uniformne veličine. Athezije materijala za unutrašnje zidove autoklava nije bilo. Ovaj materijal je analisan jedan dan posle vađenja i pokazao je sledeći rezultat:

procenat vlage	5.7
totalnog P_2O_5	20.0
nerastvornog P_2O_5	1.2
u vodi rastvornog P_2O_5	15.3
citratnog P_2O_5	3.5
zakiseljenje	94.0
slobodna H_2SO_4	0 2
slobodna H_3PO_4	4.1

Posle sedam dana ovaj isti materijal je bio analisan i pokazao je sledeći rezultat:

procenat vlage	4.4
totalnog P_2O_5	20.2
nerastvornog P_2O_5	0.8
u vodi rastvornog P_2O_5	14.9
citratnog P_2O_5	4.5
zakiseljenje	96.0
slobodna H_2SO_4	0.0
slobodna H_3PO_4	1.7

Vidi se da proizvod, odmah dobiven u takvom je stanju da se može odmah primeniti kao gnojivo, pa šta više posle vrlo kratkog vremena stajanja, on je poboljšan, ne samo u pogledu smanjenja vlage, već takođe zbog smanjenja totalne i korisne fosforne kiseline. Vrlo kratka perioda stajanja, kao što se razume, poglavito eliminuje slobodnu sumpornu kiselinu i smanjuje fosfornu kiselinu do vrlo neznatnog procenta. Jedna karakteristika postupka i proizvoda, što pada u oči, jeste veliko zakiseljenje s obzirom na upotrebljeni razmer kiselina-prah. Dalja upadljiva karakteristika ovog proizvoda je fakat što se on može upotrebiti kao gnojivo za zemlju odmah — bilo pre, bilo posle mlevenja. Sasvim suprotno pređašnjim tretiranjima proizvoda, dobivenog u otvorenom sudu, istaknuto je, da je mlevenje superfosfata, dobivenog po toj ranijoj metodi fizički nemoguće odmah posle njegova vađenja iz suda. Ovaj proizvod autoklava je što više u takvom fizičkom stanju, da se sasvim lako može mešati sa drugim gnojivnim supstancama.

Proizvod, dobiven poboljšanim postupcima, koji je ovde opisan, ima druge karakteristike, koje ga znatno razlikuju od pređašnjih superfosfatnih proizvoda, dobivenih metodama u komorama. Da bi se jasno iznele ove razlike izvedeno je više tipova dokaza. Od ovih prvi je bio u cilju određivanja mehaničke jačine dvaju proizvoda, to jest gnojiva dobivenog u autoklavu i gnojiva proizvedenog po pređašnjim metodama. Karakteristične analize ovih dvaju materijala su sledeće:

	vlaga	ukupni P_2O_5	nerastvorni P_2O_5
superfosfat stare metode	11.95	17.68	0.78

Upotrebljivi P_2O_5	Slobodna kiselina
16.9	4.5

	vlaga	ukupni P_2O_5	nerastvorni P_2O_5
superfosfat iz autoklava	7.0	20.32	0.88

Upotrebljivi P_2O_5	Slobodna kiselina
19.44	2.8

Ova dva tipa materijala, to jest superfosfat, dobiven po ranijoj metodi i superfosfat, dobiven u autoklavu, podvrgnuti su pre raspadanja kompresiji na dobro poznati način. Rezultate ovih kompresija pokažuju sledeće tablice:

Superfosfat iz autoklava

Proba	Svež	Posle 14 dana
Proba br. 1	12,87kg. na cm²	26,23kg. na cm²
„ „ 2	12,02 „ „ „	20,32 „ „ „
„ „ 3	12,16 „ „ „	29,74 „ „ „
prosečno	12,35 „ „ „	25,43 „ „ „

Superfosfat dobiven po ranijoj metodi:

Proba	Svež	Posle 14 dana
Proba br. 1	0,3585kg. na cm²	1,509kg. na cm²
„ „ 2	1,0968 „ „ „	2,602 „ „ „
„ „ 3	0,7874 „ „ „	1,898 „ „ „
prosečno	0,7476 „ „ „	2,003 „ „ „

Preimućstvo autoklavskog superfosfata nad superfosfatom, dobivenim po ranijoj metodi, a naročito sveže proizvedenog označeno je dalje na upadljiv način u sledećoj tablici. Kao što je dobro poznato, s ranijim superfosfatom, sveže proizvedenim, nije se moglo lako rukovati. Ako se podvrgne ma kakvom obdelavanju ili pritisku, on postaje plastičan ili kao glina. Radi toga u ranijoj proizvodnji fosfata, bilo je potrebno, da se sveže proizvedeni proizvod pretvori u prah pomoću apsorbentnih materijala, kao fosfatnom rudom. U prethodnoj tablici prosečna kompresiona jačina sveže proizvedenog superfosfata u autoklavu je oko 12,35 kg. na cm² prema približno 0,74 kg. na cm² za raniji proizvod. Razlika u tensionoj jačini dvaju sveže proizvedenih proizvoda je tako isto upadljiva, kao što pokazuje sledeća tablica:

Tensiona jačina superfosfata iz autoklava

Proba br 1	3,7 kg na cm²	
„ 2	2,95 „ „ „	

Tensiona jačina ranijeg superfosfata

Proba br 1	0 kg. na cm²	
„ „ 2	0 „ „ „	

Druga upadljiva karakteristika autoklavskog superfosfata je njegova prividna gustina. 28 dm³ autoklavskog superfosfata sadrži od 35 do 36 kg. proizvoda, dok 28 dm³ ranijeg superfosfata sadrži od 25 do 25,5 kg. Upoređujući dva proizvoda s gledišta prividne specifične zapremine, može se konstatovati, da ako je prividna specifična zapremina ranijeg superfosfata uzeta kao 1.00, onda će ta veličina autoklavskog superfosfata biti 0,75. Drugim rečima, razmer specifične zapremine autoklavskog superfosfata prema ranijem superfosfatu je 3 prema 4. Koristi od toga su očigledne. Ekonomije, učinjene pri uštedi prostora srazmerne su prividnoj gustini.

Zahvaljujući kuglastom ili grudvičastom karakteru autoklavskog superfosfata i relativno velikim količinama sitnih grudvica, koje se stvaraju, materijal se, pošto se spravi, može direktno prosejati, da bi se dobila velika količina koja je u potpunom mehaničkom stanju za direktnu primenu kao gnojivo za zemljište. Zahvaljujući svojoj velikoj mehaničkoj jačini i svojoj tvrdini, cela masa je udesna za brzo rukovanje, odmah posle proizvođenja bez ikakvog raspadanja ili pretvaranja u plastično stanje. Ovo, kao što je ranije naglašeno vrlo jasno razlikuje ovaj materijal od ranijeg superfosfata. Kao što je objašnjeno, autoklavski superfosfat se ne lepi, te se u ovom faktoru jasno odlikuje i razlikuje od običnog proizvoda. Osobine nelepljenja autoklavskog superfosfata zadržavaju se u velikoj meri čak i kad su gnojevne smese napravljene od svežih materijala. U onim faktorima, koji su važni u proizvodnji i manipulaciji materijala, autoklavski fosfat očevidno pretstavlja na upadljiv način bolje karakteristike i osobine.

Poboljšanje u ovom novom proizvodu prema pređašnjim proizvodima, ističe se ako se posmatraju faktori, koji u sebi obuhvataju raspodelu materijala po zemljištu. Autoklavski superfosfat se u stvari lako razdeljuje, a raniji superfosfat ne. Zahvaljujući toj osobini, autoklavski superfosfat se može uniformnije podeliti, te se tako osigurava efikasnije gnojenje.

Ovaj opšti tip postupka može se izvesti u nekom drugom aparatu sem u onom, koji je pretstavljen na sl. 1 kao primer modifikacijom pokazanom na sl. 2. Kraj za punjenje i kraj za vakuum ovog tipa jedinice mogu biti praktično identični s operativnom jedinicom pokazanom na sl. 1. Drugim rečima koševi za prah, sudovi za merenje, specijalne naprave za punjenje 42, kraj sistema za vukuum, koji se sastoji iz pumpe za vakuum i kondenzatora, poglavito su identični. U drugom sistemu može se upotrebiti različan tip autoklava. Kao što pokazuje sl. 2, mesto što se upotrebljava autoklav s parnim omotačem, može se upotrebiti autoklav s jednim zidom 72'. On je obično obložen kakvom oblogom, kao kod 100, da spreči gubitak toplote usled zračenja. Slično autoklavu pokazanom na sl. 1, autoklav na sl. 2 je namešten za rotiranje na podesnom valjkastom nosaču 81 i pokretan je motorom 82 preko transmisionih veza 83 i 84. Kraj za punjenje ovoga sistema komunicira s ovim autoklavom preko cevi 86 koncentričnom s njegovom horizontalnom osovinom, a drugi kraj autoklava komunicira

sa stranom za vakuum preko krive cevi 88, cevi 91 i kondenzatora 94.

U modifikovanom tipu aparata postupak se može izvesti, kada se unapred određene količine kiseline i rude, koje su količine odvojene, stave u autoklav kroz novi ventil za mešanje 42. U mesto što se materijal u autoklavu zagreva indirektno pomoću parnog omotača, zagrevanje se vrši uvodeći paru u unutrašnjost autoklava. S ovim tipom aparata mogu se izvesti nove operacione metode. Para, koja se uvodi u autoklav može se uzeti s izvora 101, koji je vezan s ma kojim podesnim generatorom pare. Para se odvodi iz ove cevi kroz parni regulator 102 i napravu sigurnosti 103 u cev 104. Strane te cevi vezane su s krajem za punjenje, kao što se vidi na grani 105, i s krajem za vakuum, kao što se vidi na grani 106. Proticanje pare kroz bočne cevi 105 i 106 kontrolisano je ventilima 105' i 106'. I ovim tipom aparata, para se može uvoditi bilo u kraj za punjenje, bilo u kraj za vakuum, bilo u oba kraja sistema istovremeno.

S ovom aparatnom celinom mogu se izvesti novi tipovi postupka. Svrha ovog generalnog tipa aparata je da proizvede gnojivo reakcijom fosfatne rude ili kakvog drugog sastojka s podesnom kiselinom pod uslovima, da se stalno meša i da sistem bude zatvoren, masa se zagreva za vreme reakcije pod takvim uslovima da se osigura poboljšan krajnji proizvod i zadržava se dovoljno osetljive toplote, da bi se dovršilo povoljno sušenje proizvoda.

Prema najpovoljnijem postupku, operacija se izvodi u zatvorenom sistemu, poglavito pod atmosferskim pritiskom. Postupak se poglavito sastoji što smeša fosfatne rude i kiseline reaguje u rezervoaru, koja se smeša unosi u rezervoar na način opisan ranije, a za vreme reakcije, ili za vreme jednog dela reakcije, kroz rezervoar neprekidno struji pregrejana para. Ova se može postići u aparatu pokazanom na sl. 2, zatvarajući ventil 106', otvarajući ventile 105', 70 i 90 i provodeći stalno paru kroz sud za sve vreme digestione periode.

Pod ovim okolnostima toplota pare iskorišćuje se u velikoj meri, čim se para direktno uvede u reakcioni sud i dođe u dodir s masom. Ovaj fakat, zajedno sa stalnom rotacijom mase, obrtanjem rezervoara, u kome je zatvorena efektivno daje toplotu materijalu a tim teži da ubrza ili poveća reakciju. Uvođenje pregrejane pare pomaže druge funkcije. Provodeći struju pare kroz reakcionu zonu permanentni gasovi, kao ugljen dioksid i fluorna jedinjenja, stalno su udaljavani. Ovo smanjuje do minimalnog stepena parcialni pritisak vezanih gasova, a obrnuto povećava relativni parcialni pritisak vodene pare. Pod ovim okolnostima, ipak se voda u sudu sastoji u velikoj meri od pare, te se otuda dobija maksimalna temperatura za ma koji dati pritisak. Na ovaj način masa se u autoklavu zagreva stvarno direktnim dodirom s vodenom parom, te materijal sadrži poglavito dovoljno toplote, kao osetljive toplote, da potpuno osuši proizvod na shodno smanjenom pritisku posle toga.

Ma da u najzgodnijoj operacionoj metodi, stalna struja pare prolazi kroz autoklav za sve vreme digestione periode, može se ipak osigurati najveći deo preimućstva ovoga poboljšanja, provodeći paru kroz reakcioni sud samo za jedan deo reakcione periode, ili upuštajući je i prekidajući je na mahove. Temperatura upotrebljene pare može se povisiti na običan način, provodeći je kroz zgodan aparat za pregrevanje.

Pri izvođenju ovog postupka, autoklav se puni smesom kiseline i rude na isti način, kao što je opisano za operaciju autoklava s parnim omotačem. U ovom naročitom slučaju pre punjenja autoklava može se kroza nj propustiti para za kratko vreme, da zagreje unutrašnjost do optimuma temperature.

Pošto se materijal unese u autoklav, ventili 42, 47 i 92 se zatvore a ventili 70 i 90 se otvore. Para tada prolazi kroz autoklav bilo stalno bilo na mahove radom ventila 105'. U ovom tipu operacije ventil 106' održava se zatvorenom. Kao u prvo opisanom postupku autoklav rotira za sve vreme punjeja i digestione periode. Za vreme digestione periode, to se nastavlja za približno pola časa, para se stalno ili na mahove ispušta kroz cev 80. Ako se želi, para se može uvesti upotrebljavajući zasićenu paru na od prilike 45 kgr pritiska i odvodeći je kroz udesnu napravu sa grlićem u rezervoar. Na završetku digestione periode tok pare je diskontinualan i autoklav se tada veže sa pumpom za vakuum. To se čini zatvarajući naprave 105, 70 i 90 i otvarajući naprave 92 i 96. Produžujući rotaciju autoklava, masa se izloži vakuumu od 26 do 29" za vreme od pola časa.

Da bi se osiguralo potpuno sušenje proizvoda, materijal se može zagrevati za vreme periode sušenja, upotrebljavajući na primer termični omotač na autoklavu. Međutim, ako su uslovi bili dobro udešeni, masa sadrži na kraju digestione periode dovoljno osetljive toplote, da osigura sušenje proizvoda bez upotrebe strane toplote.

Kao rezultat ovog tipa tretiranja dobija

se krajnji proizvod, koji je poglavito isti kao proizvod dobiven ranije opisanim postupkom. Proizvod je grudvičast ili sferičnog oblika, spolja je pokriven korom, a unutrašnja struktura mu je čelična ili šupljikava. Sitne čestice i loptice što čine masu, okarakterisane su relativno velikom mehaničkom jačinom i lako se mogu samleti.

Ovo što sleduje su tipični primeri za slučaj, kod koga je ovaj tip postupka upotrebljen:

1) Razmer kiselina-prah 82/100 (54°Bé. H_2SO_4)

Digestiona perioda — 30 minuta.

Atmosferski pritisak je održavan za sve vreme digestione periode stalnim otpuštanjem gasova kroz cev 89. Para je stalno uvođena za vreme digestione periode pomoću upola otvorene naprave 105' koja je 3/4" parne naprave. Pritisak u parnoj cevi je 45 kgr.

Perioda vakuuma

Perioda vakuuma produžena je za 35 minuta s prosečnim vakumom od 27—28". Za vreme periode vakuuma materijal je zagrevan dopunskom toplom.

Proizvod je bio masa, korom pokrivenih kuglica ili grudvica sasvim jednake veličine, velike mehaničke jačine i neznatnog sadržaja vlage.

Analiza proizvoda je sledeća:

	Jedan dan posle spravljanja	Sedam dana posle spravljanja
Vlaga	6.70	5.05
Ukupni P_2O_5	20.44	20.31
Nerastvorni P_2O_5	2.92	2.34
U vodi rastvorni P_2O_5	16.40	16.00
Citratnog P_2O_5	1.20	1.99
Zakiseljenje	85.71	88.58
Slobodna H_2SO_4	0.13	0.0
„ H_3PO_4	4.45	2.50
Fluor	1.77	1.69

2) Razmer kiselina-prah-88/100 (54° Bé. Kiselina).

Digestiona perioda — 30 minuta

Isti uslovi kao pod 1.)

Perioda vakuuma — 45 minuta s prosečnim vakuumom od 27". Materijal je u autoklavu zagrevan dopunskom toplotom.

Proizvod je bio sličnog spoljašnjeg sastava kao proizvod dobiven prethodno i analisan dao je sledeći rezultat:

	Jedan dan posle spravljanja	Sedam dana posle spravljanja
Vlaga	6.37	5.54
Ukupni P_2O_5	20.50	20.63
Nerastvorni P_2O_5	2.44	1.96
Korisni P_2O_5	18.06	18.67
Zakiseljenje	88.09	90.50
Slobodna H_2SO_4	0	0.1
„ H_3PO_4	4.30	3.00

3) Uslovi slučaja 3) bili su isti kao slučaja 2) upotrebljujući razmer kiseline prema prahu 88/100 i isto vreme za digestiju i periodu vakuuma. Ovaj proizvod pokazao je sledeći rezultat analize:

	Jedan dan posle spravljanja	Sedam dana posle spravljanja
Vlaga	6,55	5,95
Ukupni P_2O_5	19,94	20,00
Nerastvorni P_2O_5	1,69	1,16

	Jedan dan posle spravljanja	Sedam dana posle spravljanja
Korisni P_2O_5	18,06	18,67
Zakišeljenje	91,52	94,20
Slobodna H_2SO_4	0,05	0
„ H_3PO_4	5,67	3,40

Ova tri primera jasno pokazuju da se može dobiti vrlo poželjan proizvod, izvodeći postupak na opisan način. Oni takođe pokazuju da se uslovi postupka mogu menjati u prilično širokim granicama na primer, kao što je pokazano gore, srazmer kiseline prema prahu može se varirati u prilično velikim fabričnim granicama.

Svi prethodni slučajevi izvršeni su s vremenom punjenja od približno jednog minuta i trideset sekundi ili drugim rečima, u prethodnim slučajevima cela masa tretiranog materijala, bila je stavljena u autoklav za jedan i po minut. Sledeći primer ilustruje efekat, koji vrši na proizvodu variacija u vremenu punjenja.

4) Razmer kiselina-prah — (54°Bé H_2SO_4)

Vreme punjenja — 6 minuta

za vreme periode punjenja upuštana je para kroz cev 105

Digestiona perioda — 30 minuta

Perioda za uvođenje pare u autoklav bila je 35 minuta, računajući tu i vreme punjenja.

Perioda vakuuma — 36 minuta

sa prosečnim vakuumom od 28"

Svi materijali, dobiveni u ovom slučaju bili su suvi i izvrsnog mehaničkog stanja.

Analiza proizvoda pokazala je sledeći rezultat:

	Jedan dan posle spravljanja	Sedam dana posle spravljanja
Vlaga	6.60	6.77
Ukupni P_2O_5	20.50	20 25
Nerastvorni P_2O_5	2.68	2.32
Korisni P_2O_5	17.82	17.93
Zakišeljenje	86.93	88.53
Slobodna H_2SO_4	0.15	0,75
„ H_3PO_4	3.30	1.60

U ovim ogledima bila je upotrebljena floridna ruda od 70% trikalcijum fosfata.

S ovim tipom postupka dobiveni su izvrsni rezultati, to jest degerirajući rudu i kiselinu u rotacionom autoklavu na atmosferskom pritisku i pod uslovima relativno visokog parcialnog pritiska pare, tako, da se osigura optimum temperature za digestiju i dovoljno osetljive toplote za naredno sušenje. Ipak, dopuštene su i druge modifikacije postupka. Tako, u mesto digestije u atmosferi pare i mesto održavanja pritiska, jednakog u glavnom atmosferskom, može se raditi u atmosferi pare na višem pritisku nego što je atmosferski. Pod ovim okolnostima para se može upuštati u autoklav bilo kroz cevi 105 ili 106 otvarajući ventile 105' i 106' dok se ne dobije u autoklavu unapred određeni super-atmosferski pritisak. Da bi se potpuno iskoristile toplotne jedinice pare, para se može upuštati i udaljavati na mahove tako, da se u velikoj meri oteraju permanentni gasovi i da se poveća parcialni pritisak pare kroz ma koji dati apsolutni pritisak.

U ovom tipu operacije nađeno je da se postižu najbolji rezultati uvodeći paru za vreme digestione periode kroz kraj za vakuum t. j. kroz cev 106. Ova metoda uvođenja pare, pored toga što dalje željeni pritisak i što osigurava potrebnu temperaturu, vrši još funkciju da održava cevi za vakuum u čistom stanju.

Ovaj tip operacije ima i druga preimućstva. Znatna količina pare, koja se uvodi za vreme operacija, kondenzuje se u autoklavu i daje vodu, koja se može upotrebiti kao voda za razblaživanje kiseline, te otuda, kad se radi po ovom postupku, može se upotrebiti pri punjenju jača kiselina. Kao rezultat ove upotrebe jače kiseline, pa zatim njena razblaženja u autoklavu, oslobađa se dopunska toplota, koja potiče od latentne toplote pare i toplote razblaženja kiseline, koji se proizvode na samom mestu i upotrebljuju se do maksimalnog stepena, za ubrzavanje reakcija pretvaranja, a takođe i za stvaranje osetljive toplote mase.

Pri izvođenju ovog modifikovanog oblika postupaka, napred određene količine kiseline i pare unesu se u autoklav kroz cev 86. Korisno je za vreme prvog spravljanja uvoditi za kratko vreme paru u autoklav bilo kroz cev 105 ili 106 da bi se povisila temperatura ovog elementa.

Pošto je materijal unesen u rotacioni autoklav, autoklav se zatvori zatvaranjem naprave 43, 47, 90 i 92, pa se zatim uvodi u rezervoar zasićena para pod pritiskom od 45 do 136 kgr. kroz krivu cev 88, pomoću cevi 106. Za vreme ovog uvođenja pare, ventil 105' se zatvori, a naprava 106' otvori. Pri povoljnoj operaciji para se prvenstveno uvodi za vreme dovoljno da se stvori unutrašnji pritisak u autoklavu od oko 22.7 do 27 kgr. Para se tada zaustavi i pritisak snizi do oko 13.5 kgr. Ovo se može postići zatvarajući napravu 106' i otvarajući napravu 90 i otpuštajući višak pritiska kroz cev 89. Posle smanjenja priska na želeni niži stepen, naprava 90 se tada zatvori, a naprava 106' opet otvori da se upuste dalje količine pare. Naprava 106' može se zadržati otvorenom, dok unutrašnji pritisak u autoklavu ne bude oko 47 kgr. Dokazano je, da je ovaj tip operacije vrlo zadovoljavajući. Upuštajući paru u početku u autoklav za vreme ranijih stepena digestije, unosi se velika količina toplotnih jedinica, a jaka kiselina, upotrebljena pri punjenju razblažuje se vodom, koja se kondenzuje od pare. Kondenzaciona toplota i toplota razblaženja proizvode se pak na mestu u masi. Ovaj postupak, koji obuhvata prvo stvaranje pritiska u autoklavu pomoću pare, pa zatim udaljavanje tog pritiska i najzad dodavanjem jož više pare, ima preimućstvo, s obzirom na operaciju, kod koje se digestija vrši na atmosferskom pritisku, što povećava parcialni pritisak pare za vreme većeg dela digestione periode i unose znatno veću količinu toplotnih jedinica, za dati apsolutni pritisak.

Dok se u najzgodnijoj operaciji prvo stvori pritisak, uvodeći paru, pa zatim opuštajući pritisak, da se smanji količina permanentnih gasova a onda opet stvarajući ovaj pritisak pomoću pare, ova operacija, koja se tako prekida, nije potrebna. Nađeno da je da se postupak može izvršiti na povoljan način i dobiti poboljšan proizvod, uvodeći prvo paru za vreme digestione periode i održavajući pritisak unutra na unapred određenoj vrednosti bez ikakvog njegovog otpu-

šianja ili smanjivanja isto tako umesto upuštanja pare kroz krivu cev 88, ona se može upustiti kroz cev 105, ili ona se može upuštati istovremeno kroz cev 105 i kroz krivu cev 88.

Nađeno je, da se s ovim tipom operacije mogu upotrebiti više koncentracije kiseline. Na primer, postupak radi vrlo povoljno s koncentracijama, koje se kreću od 52° Bé do 57° Bé kiseline. Onaj tip operacije dopušta takođe upotrebu niže temperature kiseline, nego u slučaju operacije u autoklavu s parnim omotačem. Radeći s ovim tipom postupka, količina pare, koja se upušta može, naravno, varirati u relativno širokim granicama. Količina koja se želi, zavisi od iznosa toplote, koja se nađena kao potrebna za zgodne operacije, sa ma kojim tipom rude i sa ma kojom koncentracijom kiseline. Kao opšte pravilo, treba uvesti dovoljno pare, da bi se dala dovoljna količina kondenzovane vode da smanji koncentraciju kiseline na 52 ili 53° Bé. Na primer, pri upotrebi punila od 4536 kg. za jedan autoklav i polazeći s kiselinom od 55° Bé na temperaturi između 32—43°C približno bi 90 kgr. zasićene pare pod pritiskom od 36 do 45 kg bilo potrebno da smanji koncentraciju kiseline od 55 na 53° Bé i da da dovoljno toplote masi za ubrzanje reakcija za vreme digestije i da da dovolno osetljive toplote za osiguranje povoljnog sušenja, ekavuišući zatim proizvod.

Ukratko, ovaj modifikovani oblik postupka obuhvata pak unošenje unapred određenih količina sitne rude i jake kiseline u zagrejan i rotacioni autoklav. Bolje je prethodno donekle evakuisati autoklav, da bi se olakšalo punjenje na način koji je ranije opisan. Pošto se masa unese u autoklav, ventili 43, 47, 90 i 92 se zatvore i para se upusti kroz cevi 106 i 105, ili kroz obe istovremeno, u autoklav, da bi se dale toplotne jedinice i da bi se kondenzovalo dovoljno vode radi snižavanja koncentracije kiseline do željenog stepena. Ovo uvođenje pare može se produžiti za jedan deo ili za sve vreme digestione periode ili se, kao što je opisano, para može uvoditi, pa onda ispustiti, pa ponovo uvesti sveža para, da bi se smanjio parcialni pritisak vezanih gasova u elementu. Posle digeriranja mase u rotacionom autoklavu više-manje za pola časa proizvedeni pritisci se ispuste otvaranjem naprave 90. Pošto se pritisak smanji na atmosferski, naprava 90 se zatvori, a naprave 92 i 96 se otvore, pa se pumpa za vakuum stavi u rad da stvori vakuum u rotacionom autoklavu. Pod ovim okolnostima, zahvaljujući činjenici, što je materijal u glavnom potpuno reagovao i što su zadržane egzotermne toplote reakcije i dopunske toplotne jedinice, protizvedene pomoću pare, proizvod se zgodno suši pod smanjenim pritiscima. Za vreme periode sušenja autoklav i dalje rotira, a pumpa za vakuum radi od oko 25 do 29" pritiska za vreme od 25 do 40 minuta.

Sledeći primer ilustruje efikasnost ovog tipa postupka:

4540 kgr materijala prema razmeru kiselina-prah 88/100 (računato kao 52° Bé H_2SO_4, ali upotrebljena kiselina od 55° Bé) uneta je u rotacioni autoklav. Ovaj materijal digeriran je u tom autoklavu za 35 minuta. U početku digestione periode uvodi se para pod pritiskom od 45—50 kgr kroz krivu cev 88 za vreme od 20 minuta. Za vreme digestione periode temperatura u autoklavu održava se na 126° do 138° C a maksimalni pritisak u autoklavu bio je 27 kgr. U ovoj operaciji bilo je upotrebljeno oko 50 do 70 kgr. pare. Posle digestione periode od 30 minuta, pritisci se otpuste otvaranjem naprave 90 i materijal je evakuisan rotirajući autoklav i dalje za vreme od približno pola časa. Materijal ja tada ispražnjen i analisan posle 48 časova pokazao je sledeći rezultat:

Procenat	vlage	3,15
„	ukupnog P_2O_5	21.11
„	nerastvornog P_2O_5	1.74
„	korisnog P_2O_5	19.07
„	slobodne kiseline	4.4
„	zakiseljenje	91.3

Druga tipična operacija izvedena je prema gornjim principima; u njoj je 4540 kgr uneseno u autoklav upotrebljavajući isti tip rude i istu koncentraciju kiseline. Pošto je materijal unesen, para je upuštana kroz krivu cev 88 sve dok se pritisak u autoklavu nije popeo do 27 kgr. Para je zatim isključena zatvaranjem naprave 106' i unutrašnji pritisak je smanjen na 13.5 kgr odpuštajući ga kroz cev 89. Za taj smer otvorena je naprava 90. Kad je pritisak smanjen na 13.5 kgr, naprava 90 se zatvori i para se ponova uvodi kroz krivu cev sve dotle, dok se pritisak ne popne na 27 kgr. Vreme potrebno za dva uvođenja pare i za smanjivanje unutrašnjeg pritiska od 27 kgr na 13.5 kgr. iznosi oko 20 minuta. Za sve ovo vreme masa u autoklavu se neprekidno održava u rotaciji. Materijal se digerira približno još za deset minuta, posle kojeg vremena se gasovi i pare iz autoklava otpuštaju kroz cev 89 sve dotle, dok se pritisak ne izjednači s atmosferskim. Tada se s autoklavom spoji pumpa za vakuum i ona ra-

di približno za 40 minuta. Za vreme ovog evakuisanja, kao što je ovde opisano, autoklav i dalje rotira. U ovoj operaciji upotrebljeno je od 92 do 104 kgr pare, a temperatura u autoklavu je varirala od 132° do 138° C. Posle 48 časova proizvod je bio analisan i pokazao je sledeći rezultat:

Procent	vlage	3.67
„	ukupnog P_2O_5	21.11
„	nerastvornog P_2O_5	2.20
„	korisnog P_2O_5	18.91
„	slobodne kiseline	4.5
„	zakiseljenja	89.6

U svim ovim operacijama, bilo da se para upušta za kratko vreme ili stalno, ili na mahove za vreme digestije, i bilo da se para upušta samo kroz kraj za vakum ili kroz kraj za punjenje, ili kroz oba kraja autoklava, dobijaju se poboljšani rezultati i nov poboljšani proizvod.

Videli smo, da se ovaj postupak može izvesti i dobiti poboljšan proizvod bilo upotrebljavajući autokluv s parnim omotačem, kao što je pokazano na sl. 1, i radeći poglavito pod proizvedenim pritiscima, ili upotrebljavajući autoklav sa jednim jedinim zidom, obloženim nepropustnim materijalom da se izbegne gubitak toplote i proizvodeći toplotne jedinice uvođenjem pare u unutrašnjost autoklava. Pri operaciji s parom, kao što je navedeno, digestija materijala može se izvršiti na poglavito atmosferskom pritisku, uvodeći stalno paru i udaljujući stalno smesu pare i permanentnih gasova. Ili opet, postupak se može izvesti uvodeći paru u unutrašnjost autoklava i radeći na višem pritisku, koji pritisak može poticati od parcialnog pritiska pare i permanentnih gasova ili u velikoj meri može biti od same pare. Pri operaciji s upotrebom pare, za punjenje se može upotrebiti relativno koncentrovana kiselina i ona se može razblažiti u autoklavu do željene koncentracije, upotrebljavajući kondenzovanu paru kao vodu za razblaženje. Ovo, kao što je navedeno, služi korisno za stvaranje toplotnih jedinica u masi.

U onim postupcima, u kojima se upotrebljava para za vreme digestione periode, razumljivo je, da se materijali, koji imaju gnojivne vrednosti mogu dodati rudi, da bi se dobila mešovita gnojiva.

Navedeno je takođe, da je proizvod, koji je dobiven kao rezultat parne digestije, bilo na atmosferskom ili super-atmosferskom pritisku, istih osobina kao proizvod, dobiven digestijom pod proizvedenim pritiscima u autoklavu s parnim omotačem. Drugim rečima, ovaj materijal, slično materijalu, proizvedenom u aparatu pokazanom na sl. 1, sastoji se od korom obavijene tvrde mase granulovanih, poroznih loptica. Ovom materijalu može se dodati amonijak ma u kom zgodnom obliku, bilo u zatvorenom ili otvorenom sistemu. Tako isto, ako se želi azotni materijal, može se dodati amonijaka koncentrovanoj kiselini, da se nagradi amonijum sulfat, pa zatim upotrebljavajući kao reagens kiseli rastvor amonium sulfata.

Isto tako je razumljivo da umesto što se autoklav puni smešom kiseline i suve rude, može se ruda poprskati vodenim rastvorom amonijaka i uneti u željenu proporciju u sud za mešanje, a zatim staviti u autoklav. Navedeno je, da je kod više postupaka karakteristična crta neprekidno mešanje za sve vreme punjenja, digestije i sušenja materijala u vakuumu i da je karakteristična crta proizvoda njegov porozni loptasti oblik sa korom pokrivenom i otvrdlom površinom i unutrašnjom ćelijastom strukturom.

Napomenuti je da postupci ovde opisani pružaju mnogo preimućstva. Oni omogućavaju proizvodnju novog tipa gnojiva za minimum vremena i sa minimum aparata. Rotacioni autoklav potpomaže sve funkcije sudova za mešanje i slagališta ranije vrste. Zbog ovog tretiranja, gnojivo velikog zakiseljenja i željenog niskog sadržaja vlage prazni se iz autoklava posle jednog tretiranja, zašto se troši približno samo jedan čas vremena. Opisujući prednje postupke, razumljivo je, da oni objašnjavaju najveći deo stupnjeva ovih postupaka i nisu isključive metode za njihovo izvršenje. Više mehaničkih modifikacija mogućno je u opsegu ovoga pronalaska. Takve variacije, koje sadržavaju tip autoklava, razmere praha i kiseline, jačinu kiseline, trajanje i korelaciju više stupnjeva tretiranja, smatraju se sve obuhvaćene u ovom pronalasku.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za dobijanje fosfatnih gnojiva, naznačen time što se jedna relativno tanka struja samlevenog fosfatnog materijala upućuje u jedan autoklav; što se istovremeno upućuje jedna struja kiseline u autoklav; što se struja kiseline i struja materijala spajaju tako da se dobije jedna mešovita ili složena struja, koja se zatim unosi u jedan prijemni sud; što se, ako se koncentracija upotrebljene kiseline povećava, vreme punjenja mora odgovarajuće smanjivati tako da se svede na minimum gubitak isparljivog materijala pri

prelazu i da se masa održi u pokretnom stanju i stanju podesnom za mešanje.

2. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se mešavina struja, kiseline i fosfatnog materijala dovodi u reakciju, što se za sve vreme reakcije smeša održava u pokretnom stanju i što se brzina proticanja menja prema promenama reaktivnosti kiseline i praha, da bi se održao u napred određeni viskozitet smeša.

3. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se mešaju zagrejana kiselina i sitan fosfatni prah u zoni za spajanje, što smeša prolazi u zatvoreni prijemni sud i što se varira brzina proticanja struje direktno s temperaturom kiseline tako da se održava unapred određena viskoznost smeše.

4. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se mešaju kiselina i sitan fosfatni materijal u zoni spajanja, što smeša prelazi u zatvoreni prijemni sud i što se varira brzina proticanja smeše direktno sa stepenom sitnjenja tako da se smeša održava u napred određenoj viskoznosti.

5. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se mešaju kiselina i sitan fosfatni materijal u prostoru za sjedinjavanje, što smeša prelazi u prijemni sud i što se brzina proticanja smeše varira direktno s temperaturom fosfatnog materijala tako da se održava unapred određena viskoznost smeše.

6. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se mešaju samleveni fosfatni materijal i kiselina u prostoru za sjedinjavanje, smeša se provodi u zatvorenu zonu i smanjuje se vreme proticanja smeše u zonu, smeša se održava u pokretnom stanju u rečenoj zoni u koliko se povećava patencialna reaktivnosi smeše, da bi se sprečilo mirovanje smeše za vreme punjenja.

7. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se meša samleveni fosfatni materijal i kiselina u prostoru za sjedinjavanje, smeša se puni u reakcionu zonu, smeša se održava u pokretnom stanju u reakcionoj zoni, vreme punjenja smeše u zonu se smanjuje ukoliko se povećava koncentracija kiseline, da bi se smeša održala u napred određenoj viskoznosti.

8 Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se samleveni fosfatni materijal i kiselina mešaju u prostoru za sjedinjavanje, smeša se unosi u reakcionu zonu, smeša se održava u pokretnom stanju u reakcionoj zoni, a smanjuje se vreme unošenja smeše u zonu, ukoliko se povećava sitnoća samlevenog fosfatnog materijala, da bi se održala smesa u napred određenoj visokoznosti.

9. postupak za proizvodnju fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se mešaju fosfatni materijal i kiselina u zoni za sjedinjavanje, što se smesa unosi u reakcionu zonu i što se smanjuje vreme unošenja smeše u zonu, ukoliko se povećara temperatura mase.

10. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se mešaju fosfatni materijal i kiselina u prostoru za sjedinjavanje, što se smeša unosi u reakcionu zonu, što se smeša održava u pokretnom stanju u reakcionoj zoni, i što se smanjuje vreme unošenja u zonu, u koliko se povećava temperatura i koncentracija kiseline, da bi se smeša održala u unapred određenoj viskoznosti.

11. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se mešaju fosfatni materijal i kiselina u prostoru za sjedinjavanje, što se smeša unosi u reakcionu zonu, što se smeša održava u pokretnom stanju u reakcionoj zoni i što se smanjuje vreme unošenja smeše u zonu ukoliko se povećava temperatura, koncentracija kiseline i sitnoća fosfatnog materijala, da bi se smeša održala u napred određenoj viskoznosti.

12. Postupak za proizvodnju fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se jedna količina kiseline zagreva, što ova kiselina u obliku struje i pod pritiskom prelazi u prostor ze sjedinjavanje, što struja provetrenoga praha istovremeno prelazi u prostor za sjedinjavanje i što sjedinjene smeše prelaze u zatvoreni prijemni sud.

13. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što struja zagrejane kiseline pod pritiskom prelazi u prostor za sjedinjavanje, što istovremeno prelazi struja provetrenog praha u rečeni prostor, što se dve struje u unapred određenom konstantnom razmeru mešaju u rečenom prostoru, što smeša prelazi u zatvoreni prijemni prostor i što se smeša održava u rečenom prostoru za unapred određeno vreme pod superatmosferskim pritiskom.

14. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što smeša fosfatnog materijala i kiseline prelazi u zatvoreni prijemni prostor, što se materijal u rečenom prostoru održava pod superatmosferskim pritiskom, za vreme koje je dovoljno da se sastavnice potpuno izmešaju, što se smanjuje pritisak na smeši odvođenjem proizvedenih gasova i para, što se kondenzuju komponente, koje se mogu kondenzovati, odvedenih gasova i para i što se smeša u prijemnom sudu izlaže sušenju pomoću uslova temperature i pritiska.

15. Postupak za dobijanje fosfatnog gno-

jiva, naznačen time, što struja kiseline prelazi u susednu prijemnu zonu što se pomenuta struja meša sa strujom sitnog fosfatnog materijala i što kombinovana struja prelazi u rečenu zonu.

16. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što struja provetrenog praha fosfatnog materijala prelazi u prijemni sud, što se rečena struja meša sa strujom zagrejane kiseline i što se kombinovana struja prazni u prijemni sud.

17. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se sveže pomešani fosfatni materijal i jaka ne organska kiselina zagrevaju pod kontrolisanim superatmosferskim pritiskom.

18. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se zagrevaju sveže pomešani fosfatni materijal i kiseo agens, koji sadrži sumporne kiseline pod kontrolisanim superatmosferskim pritiskom.

19. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se digerira smeša sitnog fosfatnog materijala i jake neorganske kiseline, koja reaguje sa materijalom, dajući korisne fosfatne soli pod kontrolisanim superatmosferskim pritiskom uz mešanje mase.

20. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se mešaju fosfatni materijal i jaka neorganska kiselina, što poglavito pokrenuta smesa prelazi u zatvoren prostor, što se meša i digerira masa pod kontrolisanim superatmosferskim pritiskom i kontrolisanom temperaturom i što se proizvod suši.

21. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time što se digerira masa fosfatnog materijala i kiseline, pri čemu se masa meša za period vremena, koji je dovoljan da se fosfatni materijal pretvori u koristan oblik i što se suše proizvodi pretvaranja podvrgavajući ih mešanju.

22. Postupak za tretiranje vlažnog fosfatnog materijala naznačen time, što se materijal podvrgava vakuumu uz mešanje.

23. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se digerira smeša fosfatnog materijala i kiseline u zatvorenom prostoru podvrgavajući je mešanju, zatim izlažući materijal smanjenom pritisku mešajući i dalje mehanički, da bi se proizvod osušio.

24. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se digerira smeša unapred određene količine sitnog neupotrebljivog fosfatnog materijala i jake neorganske kiseline u zatvorenom prostoru pod superatmosferskim pritiskom i na temperaturi, što se masa mehanički meša i zadržava u tom prostoru za vreme, koje je dovoljno da se neupotrebivi fosfat poglavito pretvori u korisne oblike.

25. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što se mešaju fosfatna ruda i sumporna kiselina, što se smeša digerira uz mehanično mešanje u zatvorenom prostoru pod autogenim superatmosferskim pritiskom i primenjujući temperaturu višu od okolne, da bi se neupotrebivi fosfat poglavito pretvorio u korisan što se zatim suši čvrst proizvod pretvaranja, smanjujući pritiske ispod atmosferskog, pri tom mešajući mehanički masu.

26. Aparat za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što je digestor udešen, da zadrži pritisak, što je sud za punjenje vezan sa digestorom i udešen da primi smešu fosfatnog materijala i kiseline u kontrolisanim količinama; što su sa digestorom spojena sredstva za udaljivanje iz njega gasova i para i za udešavanje pritisaka u njemu za svaku napred određenu količinu.

27. Aparat za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što ima sud udešen da zadrži pritiske, sredstva za primanje u sud smeše fosfatnog materijala i kiseline, sredstva za mešanje sadržaja suda, sredstva spojena sa sudom za zagrevanje materijala u njemu i pumpu za vakuum, koja komunicira sa sudom i koja je udešena za kontrolisanje pritisaka i za evakuisanje suda (ili i za jedno i za drugo) do onog stepena koliko je dovoljno da se materijal u sudu osuši.

28. Aparat za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što ima rotacioni sud udešen da zadrži pritiske i da meša svoj sadržaj sredstva za primanje u sud smese fosfatnog materijala i kiselina, sredstva za zagrevanje udružena sa sudom, da bi se kontrolisala temperatura sadržaja i pumpu za vakuum koja komunicira sa sudom i koja je udešena da kontroliše pritiske i da evakuiše sud (ili i za jedno i za drugo) do onog stepena koliko je dovoljno da se osuši tretirani materijal.

29. Fosfatno gnojivo naznačeno time, što je u poroznom loptastom obliku.

30. Fosfatno gnojivo naznačeno time, što je u poroznom loptastom obliku i što sadrži azotni materijal.

31. Fosfatno gnojivo naznačeno time, što je u poroznom loptastom obliku i što sadrži kaliumov materijal.

32. Fosfatno gnojivo naznačeno time, što se sastoji iz sfernih čestica.

33. Fosfatno gnojivo naznačeno time, što se sastoji u velikoj meri iz mono-kalciumsulfata, koji je sfernog oblika i koji se u glavnom ne raspada u prah pod običnim uslovima manipulacije.

34. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što fosfatni materijal i kiselina reaguju u zatvorenoj zoni i što se direktno zagrevaju za vreme reakcione periode upotrebljujući zagrejanu paru.

35. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što fosfatna stena i kiselina reaguju na atmosferskom pritisku i u atmosferi, koja se sastoji u velikoj meri od pare.

36. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva naznačen time, što fosfatna stena i kiselina reaguju u rezervoaru, što se mase mešaju za vreme reakcije i što pregrejana para neprestano prolazi kroz rezervoar, da bi se odala masi toplota i da bi se održala poglavito pod atmosferskim pritiskom.

37. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što fosfatna ruda i kiselina reaguju u zatvorenom prostoru i u atmosferi, koja se sastoji u velikoj meri od pare.

38. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što stena i kiselina prelazi u rezervoar, što se neprekidno meša masa u rezervoaru pod atmosferskim pritiskom udaljujući na mahove permanentne gasove pomoću pregrejane pare, što se na završetku reakcije prekida tok pare uz stalno mešanje i što se najzad dodaje toplota masi podvrgavajući je vakuumu da bi se proizvod osušio.

39. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se fosfatni materijal pretvara u grudvice izlažući ga vakuumu i mehaničkom mešanju.

40. Postupak za dobijanje fosfatnog gnojiva, naznačen time, što se unapred određene količine sitnog neupotrebljivog fosfatnog materijala i kiseline unose u rotacioni rezervoar, što se materijal digerira u rezervoaru u dodiru sa parom upuštenom u rezervoar, što se održava masa u rezervoaru pod superatmosferskim parnim pritiskom, što se proizvod suši u rezervoaru odvođenjem para i gasova, što se u rezervoaru uspostavlja vakuum i što se upotrebljava osetljiva toplota mase da prouzrokuje isparavanje vode na niskom pritisku i što se održava rotacija autoklava za vreme periode sušenja.

Ad patent broj **10784**

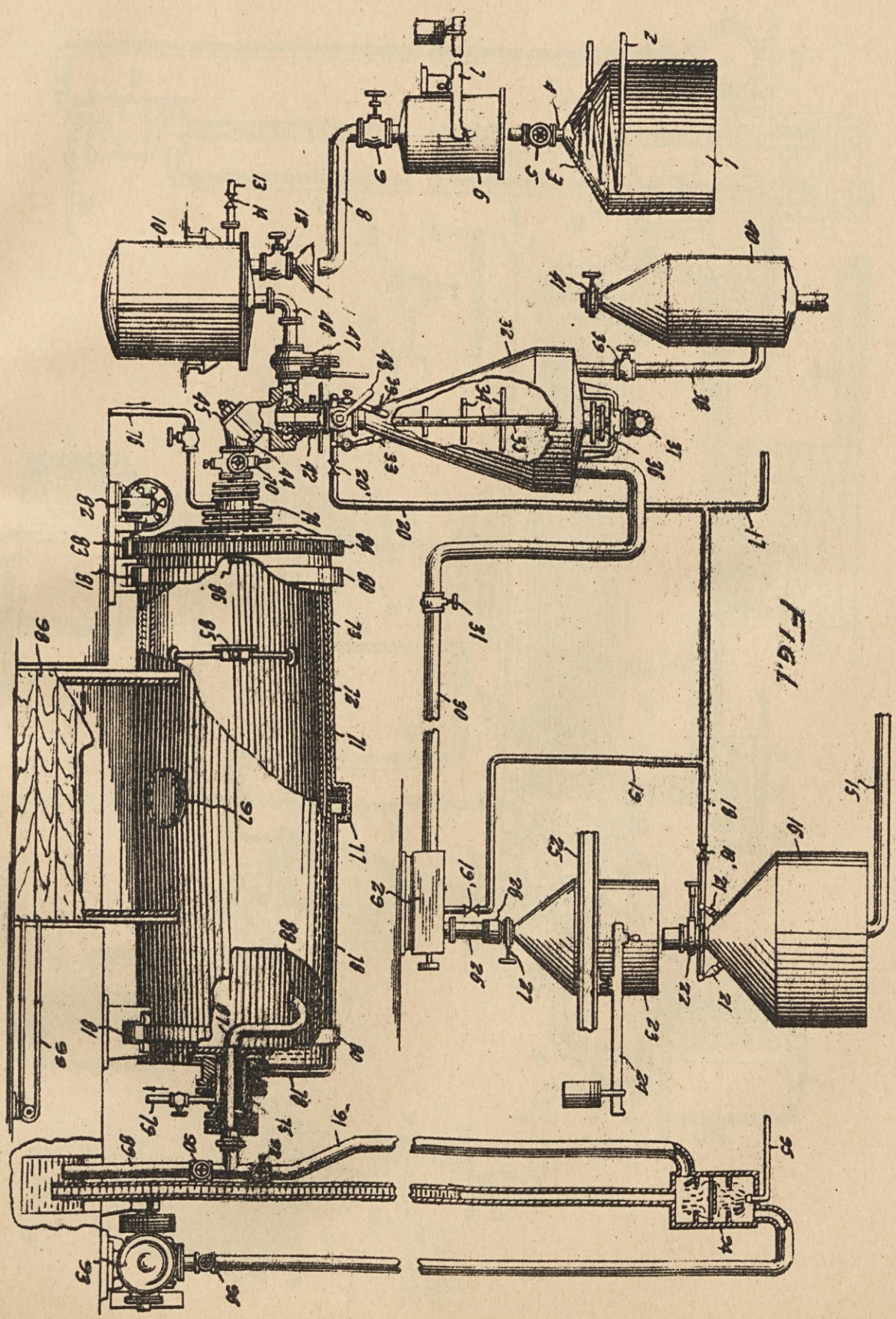


FIG. 1

Ad patent broj **10784**

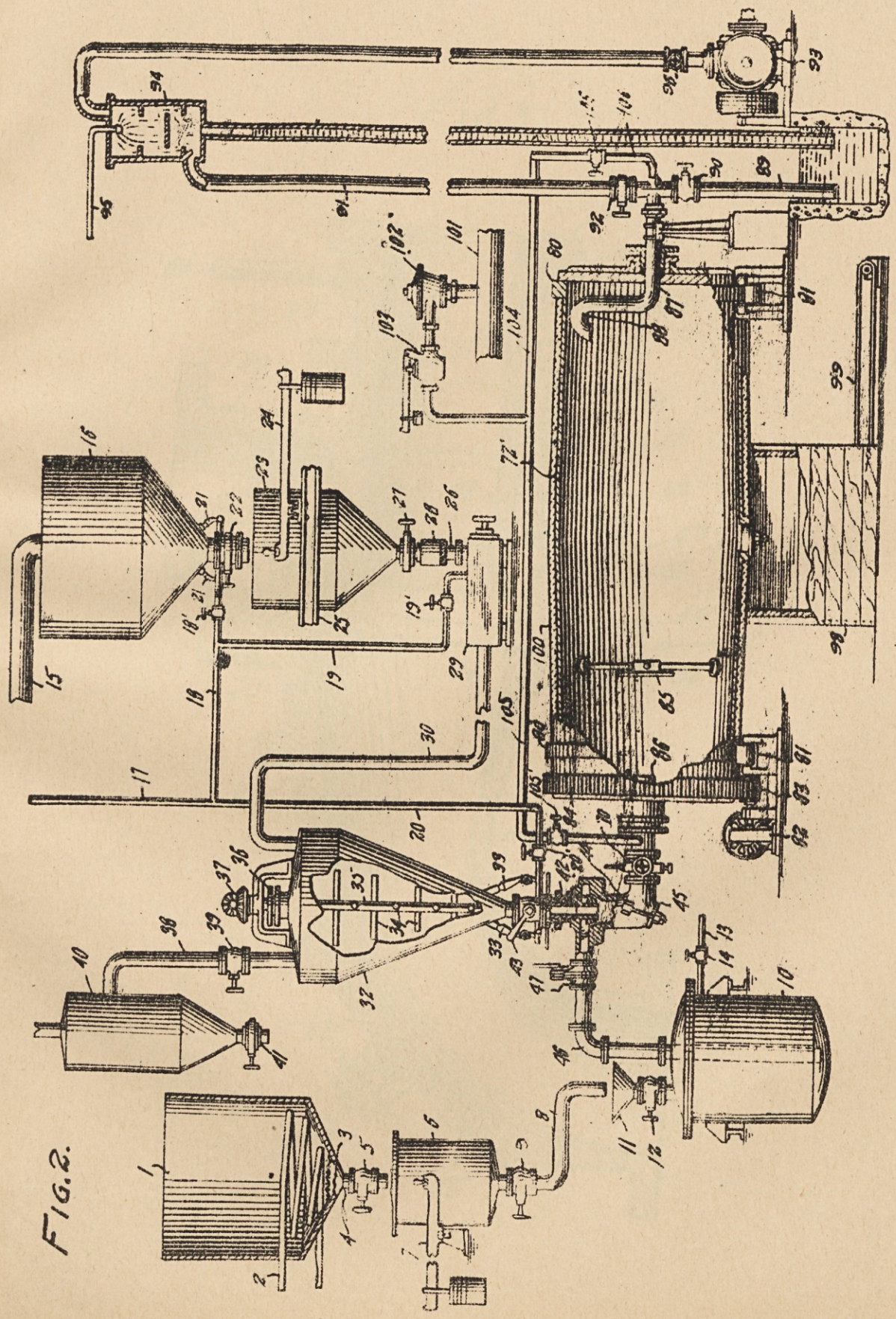
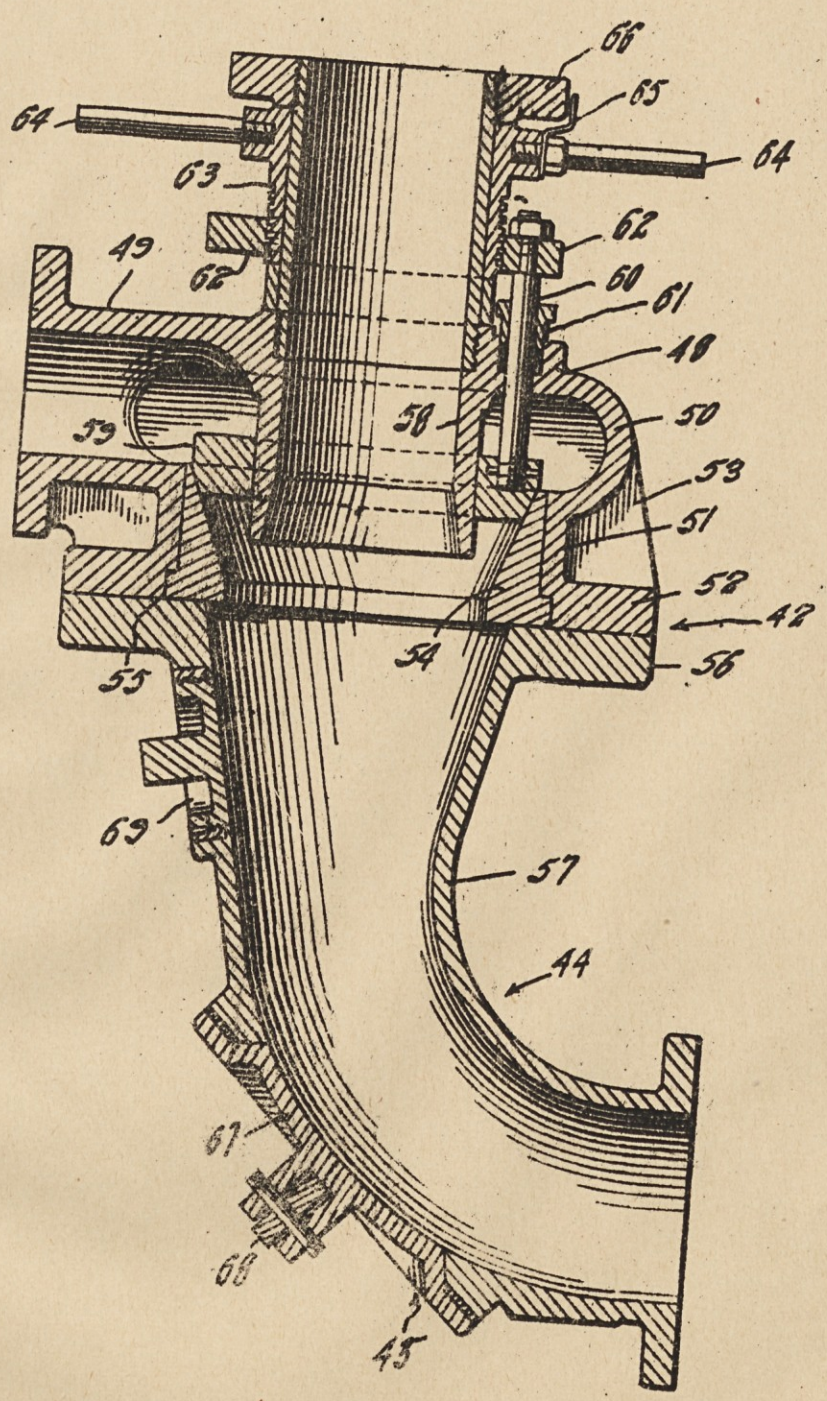


FIG. 2.

FIG. 3.


66
65
64
64
63
62
49
62
60
61
48
50
59
58
53
51
52
42
55
54
56
69
57
44
67
68
45