

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 12 (3)

Izdan 1 decembra 1934.

PATENTNI SPIS BR. 11205

Kalunite Company, Philadelphia, U. S. A.

Postupak za izradu bazisne stipse.

Prijava od 4 aprila 1933.

Važi od 1 decembra 1933.

Traženo pravo prvenstva od 22 aprila 1932 (U. S. A.).

Ovaj se pronalazak odnosi na izradu bazisne stipse postupkom, u kome se rastvor normalne stipse podvrgava temperaturi iznad 1400°C pri odgovarajućim pritiscima, da bi se obrazovala i nataložila u fino podeljenom stanju, bazisna stipsa i obrazovao rastvor sumporne kiseline i alkali-ili amonium-sulfat, koji se izdvaja iz obične stipse.

Pod bazisnom stipsom podrazumevamo hidrisano jedinjenje jednog alkalija i, ili amonium sulfata i bazisnog aluminium sulfata. Izraz para upotrebljen je u smislu vodene pare.

Ovaj se postupak korisno izvodi pri temperaturi od približno 2000°C a ne može se korisno izvoditi pri temperaturi manjoj od 1400°C . Isto tako je poznato da se tamo, gde se rastvori za obradu sastoje iz rastvora normalne stipse, nalode u talogu bazisne stipse samo oko 80% aluminium-oksida iz normalne stipse, i da se dodavanjem rastvoru naknadnog alkalnog sulfata u količini, jednakoj onoj iz normalne stipse, može obrazovati obična stipsa, koja sadrži oko 98% aluminium oksida, koji se nalazi u rastvoru normalne stipse. Koliko nam je poznato, gore pomenuti postupak dobijanja bazisne stipse ne iskorišćuje se za trgovinu, možda zato što se ne može naći ni jedan koristan trgovački metod za njeno izvođenje. S obzirom na visoke pritiske, koji zavise od visoke temperature, na koju mi želimo da podignemo rastvor, potrebno je, naravno, da sud, u kome se obrađuje rastvor stipse mora biti sposoban da se odupre takvim pritiscima,

a što se tiče sumporne kiseline izdvojene pri postupku i sadržane u osnovnoj tečnosti, iz koje se taloži bazisna stipsa, potrebno je da sud bude takav, da ne reagira sa kiselinama. Ovo bi u stvari uslovljavalo oplaćivanje čeličnog suda sa materijom, koja ne reagira sa kiselinom u rastvoru, a mi smo našli da je najpraktičnija konstrukcija takvog suda oplaćivanje čeličnog spoljnog dela olovom. Našli smo i da se onde gde se spoljašna strana suda greje, jedan deo bazisne stipse taloži iz rastvora, ima tendenciju da se hvata za oplatu u obliku vrlo primenljivih ljuski, koje u mnogome kvare sprovodljivost zida suda, tako da se temperatura olovne oplata može popeti toliko, da se može približiti čak i tački topljenja. Sprovodljivost sastavljenog suda, čak i pri normalnim uslovima je mala, a sa većim otporom dobivenim od naslaganih ljuski postala bi još mnogo manja, prirodno je da se ovi uslovi dopunjuju sa pravim grejanjem rastvora i isto tako uslovljavaju takvo povišenje temperature čeličnog spoljnog omota suda, tako da postaje opasno.

Cilj ovome pronalasku je u tome da pruži jedan metod za brzo zagrevanje rastvora stipse do potrebne temperature radi brzog i efektivnog taloženja bazisne stipse, da reguliše zagrevanje rastvora tako, da bi se taloženje bazisne stipse izvelo u traženoj dimenziji čestica i najzad da pruži mogućnost za zagrevanje rastvora stipse, u jednom neprekidnom postupku usled čega se bazisna stipsa otuda taloži tako, kao da prolazi u neprekidnoj struji kroz sud. Jasnije

govoreći, ovaj se pronalazak sastoji u zatvaranju rastvora stipse u jak sud oplaćen materijalom, koji ne reagira i u povišavanju njegove temperature do željenog stepena u vodeći u sud sa rastvorom pri dovoljnoj temperaturi i količini, paru visokog pritiska, da bi se temperatura rastvora brzo podigla na tačku, koja moćno reagira iznad 1400°C . Našli smo da je pod takvim uslovima moguće da se brzo poviši temperatura rastvora do potrebne ili tražene tačke, usled čega se bazisna stipsa taloži iz istog bez tendencije da se hvata do štetnog stupnja na zidove suda, ma da pri našoj metodi grejanja rastvora, uvođenjem pare visokog pritiska nahvaćene ljuske umerene debljine, ne bi bile štetne i možda bi čak bile i od neke koristi radi toga, što bi umanjile stepen toplotne sprovodljivosti kroz zidove suda i što se regulisanjem toplote rastvora regulisanim dovodom pare mogu da kontrolišu do izvesnih granica dimenzije čestica taloga. Tako uopšte govoreći, u koliko se postupnije podiže temperatura rastvora u toliko će biti veće dimenzije čestica taloga, dok se sa bržim grejanjem može i praktično proizvoditi bazisna stipsa u obliku neobično finih taloga.

Dok se ova pronalazak može izvoditi metodom, po kojoj se rastvor za obradu uvodi i drži u sudu kao jedan kvantum, pri čemu se sud naizmenično puni i prazni, dotle smo mi našli da je od odlučujuće koristi da se ovaj pronalazak izvodi u sudu nekoliko puta dužem od njegovog prečnika, u koji se rastvor stipse uvodi na jednom kraju, greje do potrebnog stupnja za vreme njenog prolaza kroz sud, a tada dobivena osnovna tečnost, koja sadrži bazisnu stipsu kao talog u suspenziji izvodi sa drugog kraja suda. Pri izvođenju pronalaska na ovaj način mnogo se traži i u stvari je vrlo važno da para treba da dođe u dodir sa tekućim rastvorom na raznim tačkama dužinom suda, pri čemu se predviđaju najbolje dva ili više otvora za paru, kroz koje ulazi tekuća struja na raznim tačkama. Bolje je da se para uvodi u tekuću struju prvo na izvesnom rastojanju od početka struje, tako da će se deo struje, koji je ispred otvora pare, postepeno zagrevati obrazujući male kristale bazisne stipse, i koja će sa povećanom toplotom struje pri njenom približavanju i prolazu kroz otvor za paru imati povećanje dimenzije kristala. Ako bi se tražila mala dimenzija čestica, onda bi trebalo da se para uvede bliže početku glavnog toka struje, usled čega će se obrazovati više kristala manjih veličina. Upotreba većeg broja razmaknutih otvora za paru je važna, zato što je reakcija bazisne stipse endotermična a opisanim načinom potreba visoke temperature se postizava brzo i održava kroz ceo tok mase rastvora.

Pri radu neprekidnog procesa, koji smo opisali kao koristan, našli smo, da ako se sud, kroz koji prolazi struja rastvora, potpuno napuni tim rastvorom, onda mogu nastupiti zastoje u neprekidnom toku rastvora, koji nastaju, u koliko nam je poznato, usled obrazovanja velikih parnih mehurića, koji se ne kondenzuju lako. Pošlo nam je za rukom da savladamo ovu teškoću time, što u gornjem delu suda, iznad nivoa, stuba ili struje rastvora, držimo jednu masu nekog internog gasa, prvenstveno vazduha, čije prisustvo moćno sprečava zastoje, koji se javljaju onda ako se takva masa drži u aparatu.

Na nacrtu je pokazan aparat za izvođenje ovog pronalaska u kome je sl. 1 središnji uzdužni presek kroz sud uzet duž jedne ravni, u kojoj leže siskovi, iz kojih izlazi para i sl. 2 je poprečni presek po liniji 2—2 iz sl. 1.

A pokazuje spoljnji omot suda ili kotla (autoklava) koji se u prvom redu pravi od čelika i dovoljne je jačine da izdrži pritisak kome se podvrgava. A^1 je gornja glava kotla a A^2 je donja glava ili kraj. B je oplata od materijala, koji ne reagira, u prvom redu od olova, a C je unutrašnja oplata od nereagirajućeg inertnog i refraktornog materijala, na pr. od opeka, koje ne napadaju kiseline. D je upusni vod, kroz koji se rastvor stipse neprekidno tera u kotao pod pritiskom, koji je nešto veći od pritiska u kotlu. D' je pumpa za teranje rastvora u sudu. E je ispusni vod, koji ide od dna kotla a F je ventil za regulisanje otvora, kroz koji dolazi tečnost iz suda. G je sud, u koji rastvor i talog obrazovan od istog, teče iz izlaza autoklava i iz koga izlazi para pod regulisanim uslovima, usled čega se brzo snižuje temperatura rastvora.

H pokazuje parovod, koji je vezan sa izvorom pare, čiji je pritisak veći od pritiska u kotlu a H_1, H_2, H_3, H_4 , su bočne cevi koje idu od parovoda i koje su celishodno savijene u obliku prstena u sisku suda, kao što je pokazano kod H^5 . Od ovih prstenova, prema dole idući, načinjeni su odvori, prvenstveno snabdeveni kratkim siskovima, kao što je pokazano kod H^6 . Svaka od ovih cevi H^1, H^2, H^3, H^4 , ima ventil za regulisanje pokazan kod J, a ventil za regulaciju pritiska pokazan kod H, predviđen je u vodu za parovod. L je ventil na dnu parovoda, predviđen da ispušta vodu ako se kondenzuje u parovodu. M je vazdušni kompresor od kojega vodi cev M^1 u gornji deo suda. Ova cev ima ventil M^2 . N je masa tečnosti u sudu a O masa inertnog gasa poglavito vazduha u gornjem delu suda. Sud pokazan na nacrtima ima visinu oko 6m, a unutrašnji prečnik ima oko 1,2 m.

Pri puštanju aparata u rad ispusni ventil F se zatvori a isto tako se radi i sa parom. Sud se tada napuni tečnošću prvenstveno vodom od dna do blizu nivoa ispusta D rastvora. Tada se vazduh tera u gornji deo suda dok njegov pritisak ne dostigne vrednost od oko 10 do 12,5 kg/cm² para tada ide kroz cevi H¹, H², H³, H⁴, dok se temperatura tečnosti ne popne na njenom gornjem nivou između 130⁰ C do 170⁰ C. Potom se otvara ventil F i ispusni ventil D² za rastvor, pri čemu je ispusni otvor regulisan tako, da će na pritiscima, koji vladaju na unutarnjoj strani suda, nastupiti isticanje iz suda u istoj količini, u kojoj se rastvor uteruje u sud više količina kondenzovane vode od pare, upotrebljene pri zagrevanju rastvora, koji prolazi kroz sud, do izvesnog željenog stepena, koji mora biti iz praktičnih razloga veći od 140⁰ C a koji, u cilju najboljih rezultata mora biti održavan na 185⁰ do 200⁰, kako smo to našli. Radeći na ovim poslednjim temperaturama, rastvor normalne kaliumove stipse taložiće fino u sitnjeni talog bazisne kaliumove stipse, koja sadrži približno 80% do 85% aluminijum-oksida, sadržanog u normalnoj stipsi i oko 28% kalium sulfata iz normalne stipse, dok će komponenta sumporne kiseline bazisne stipse biti približno 38% iste komponente normalne stipse. Osnovna tečnost sadržiće u rastvoru sumpornu kiselinu i kalium-sulfat koji ulazi u sastav taloga bazisne stipse zajedno sa zaostalom količinom normalne stipse ubačene za vreme reakcije.

Jasno je, da se veće iskorišćavanje bazisne stipse i potpunije uklanjanje aluminijum oksida iz normalne stipse može postići dodavanjem rastvoru kalium-sulfata prvenstveno u količini jednakoj iz normalne stipse.

Napominjemo da se proces po pronalasku, može izvesti u svakom sudu, koji je otporan prema kiselinama, i da se, i ako neprekidan proces ima vrlo dobre strane, mnoge koristi mogu imati i od nekontinualne prerade rastvora normalne stipse, iz koga se taloži bazisna stipsa, a gde se oplata dobija od pare visokog pritiska uvedene u rastvor, koji se nalazi u sudu podesnom za visoke pritiske.

Ističemo, da je u našem neprekidnom procesu uvođenje pare u rastvor, koja prolazi kroz sud i to na raznim nivoima ili na raznim mestima putanje rastvora, vrlo

korisno to što postoji težnja, da se održi potrebna toplota reakcije kroz celu dužinu suda.

Utvrdili smo u praksi, da je korisno u gornjem delu tečnog stuba određivati toplotu od oko 13⁰ a da se upuštanje pare reguliše tako, da se postigne temperatura od približno 198⁰ na oko 60 cm ispod nivoa tečnog stuba. Pod ovim uslovima talog će imati veličinu čestica, takvu da će 99% istoga proći kroz rešetku od 300 rupica. Brže zagrevanje rastvora daće manje dimenzije čestica taloga a postepenije zagrevanje veće čestice taloga. Ono što je rečeno o dimenzijama i temperaturama odnosi se naročito na obradu kaliumove i natriumove stipse, a u slučaju amonijumove stipse veličina čestica biće veća pod istim uslovima.

Jasno je da ovaj proces zavisi od latentne toplote pare visokog pritiska upotrebljene za zagrevanje rastvora stipse. Količina para od oko 14 kg/cm² manometarskih, koja je potrebna, da se nataloži jedan kg aluminijum-oksida iz 80% rastvora stipse na početnoj temperaturi od 100⁰ C, iznosi oko 3,5 kg.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu nataložene bazisne stipse iz rastvora normalne stipse, naznačen time, što se temperatura rastvora zatvorenog u sudu za visoki pritisak, brzo podiže do iznad 140⁰ time, što se uvodi para visokog pritiska u rastvor u količini dovoljnoj da izazove takvo brzo povišenje temperature.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što je uvedena količina i temperatura pare visokog pritiska takva, da povišava temperaturu rastvora stipse do između 185⁰ i 200⁰.

3. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se rastvor za obradu zagreva do reakcione temperature, na kojoj se obrazuje bazisna stipsa i taloži usled toga, što se ubacuje para visokog pritiska dok taj rastvor prolazi u neprekidnoj struji kroz sud za visoki pritisak.

4. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se pare visokog pritiska uvode u tekuću struju rastvora na dva ili više mesta duž same tekuće struje.

5. Postupak po zahtevu 3, naznačen time, što se drži masa inertnog gasa u sudu iznad tekuće struje rastvora, a u dodiru sa njom.



