

5-1145

# Eesti fosforiit lähtainena superfosfaadi valmistamiseks

*The Estonian Phosphate as Raw Material for Manufacture of  
Superphosphate*

Prof. dr. Jaan Kopvillem

Äratrükk ajakirjast „Agronoomia“ nr. 12 — 1937. a.

---

Reprint from the journal „Agronoomia“ No 12 — 1937

Tartu 1937



# Eesti fosforiit lähtainena superfosfaadi valmistamiseks

*The Estonian Phosphate as Raw Material for Manufacture of  
Superphosphate*

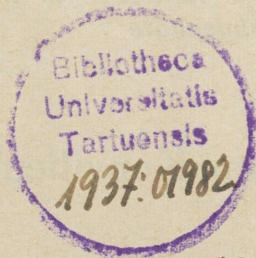
Prof. dr. Jaan Kopvillem

Äratrükk ajakirjast „Agronoomia“ nr. 12 — 1937. a.

---

Reprint from the journal „Agronoomia“ No 12 — 1937

Tartu 1937



16 001  
B-1145

## Eesti fosforiit lähtainena superfosfaadi valmistamiseks

*The Estonian Phosphate as Raw Material for Manufacture of Superphosphate*

Prof. dr. Jaan Kopvillem

Tallinna Tehnikainstituudi keemia osakonna juhataja.

Eesti fosforiit on saanud elava tähelepanu osaliseks juba meie iseseisvuse algpäevist peale. Ta on olnud ja on praegugi katsete objektiks niihästi laboratooriumides kui ka tegelikus väetamispraktikas ja esineb viimase ajal kodumaa turul otsitava kaubana. Rida eesti fosforiidi alal ilmunud väärtuslikke uurimustöid ja artikleid ning möödunud aastal turustatud 5000 tonni fosforiiti tõendavad ülemalöeldut. Huvi meie fosforiidi vastu on seletatav selle otsatu suure tähtsusega, mida omavad fosforväetisained kogu maailma väetamispraktikas.

Kuna fosforühendid eesti toorfosforiidis leiduval kujul ei lahustu vees ja nende taimhapetes lahustuva fosforhappe osa moodustab vähem kui ühe kolmandiku toorfosforiidis leiduvast kogu fosforhappest ( $P_2O_5$ -na arvestatuna), saavad taimed seda arusaadavalt ainult piiratud määral ära kasutada. Fosforhappe maksimaalselt taimedele kättesaadavaks tegemiseks vajab eesti toorfosforiit ümbertöötamist kõrgemaväärtuseliseks väetisaineks. Eestisse sisseveetavatest väetisainetest moodustab superfosfaat peaosaka. Möödunud aastal imporditi Eestisse ümmarguselt 30 000 tonni superfosfaati 1 500 000 krooni väärtuses. Loomulikult kerkib küsimus, kuidas on lugu superfosfaadi valmistamisega eesti fosforiidist.

Käesoleva aasta algul Majandusministeeriumi ülesandel Tallinna Tehnikainstituudi keemilise tehnoloogia laboratooriumis viidi läbi rida superfosfaadi valmistamise katseid, A./S. „Eesti Fosforiidi“ poolt kodumaa obulusliivakivist toodetavat toorfosforiiti lähtainena kasutades.

Katsete ülesandeks oli:

1) kindlaks määrata eesti fosforiidist superfosfaadi valmistamiseks vajalik väävelhappe kangus ja hulk,

2) saadavale superfosfaadile määrata: a) üld- $P_2O_5$  sisaldus, b) vees lahustuva  $P_2O_5$  sisaldus, c) sidrunihappes lahustuva  $P_2O_5$  sisaldus, d) teised tähtsamad omadused.

3) Valmistada eesti fosforiidist „kotkafosfaati“ ja määrata sellele tema olulised omadused.

## I. Lähtaine analüüs.

A/S. „Eesti Vosvoriidi“ poolt keemilise tehnoloogia laboratooriumile katseteks saadetud toorfosforiidile tehti kõigepealt sõela- ja keemiline analüüs.

### a) Sõelanalüüs.

60-auksõela läbis 92% ja 100-auksõela läbis 74% toorfosforiidi proovist. Sõelanalüüsil kasutati Institute of Mining and Metallurgy standard-sõelu. Tooraine oma peenusel vastas täiel määral Ameerika varena praktika nõuetele, mille järgi fosforiidi küllaldaseks peenusastmeks peetakse 80—90% läbimist 60-auksõelast.

Ameerika viimase aja nõue superfosfaadi kohta on: 80—90% tooraine 100-auksõela läbimine. Seda nõuet ei rahulda katseteks kasutatud fosforiidi proov, sest ainult 74% temast läbib 100-auksõela.

### b) Keemiline analüüs.

Toorfosforiidis leiti:

Üld-P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	28,7%
2%-lises sidrunihappes lahustuvat P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	8,1%
veelahustuvat P <sub>2</sub> O <sub>5</sub>	jäljed
CaO	41,6%
Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> + Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	2,1%

Kõik protsendid on arvatud 105° C t<sup>0</sup>-il kuivatatud lähtainele.

Toetudes eeltoodud keemilise analüüsi andmetele, võib katseteks kasutatud fosforiiti lugeda tavaliste superfosfaadi valmistamiseks kasutatavate lähtainete hulka. A./S. „Eesti Vosvoriidi“ andmetel on Ülgaste fosforiidi-tehas võimeline ülemaltoodud omadustega fosforiiti oma uute seadmetega tootma.

## II. Laboratoorsed superfosfaadi valmistamise katsed.

Superfosfaadi valmistamiseks kasutati tehnoloogia laboratooriumis ülemaltoodud omadustega lähtainet, võttes igaks katseks 200 grammi toorfosforiiti.

Superfosfaadi omadustele väävelhappe kindlaks määramiseks kasutati järgmiste kontsentratsioonidega väävelhapet:

- |                      |                      |
|----------------------|----------------------|
| 1) 62%-list (50° Bé) | 3) 70%-list (55° Bé) |
| 2) 65%-list (52° Bé) | 4) 80%-list (61° Bé) |

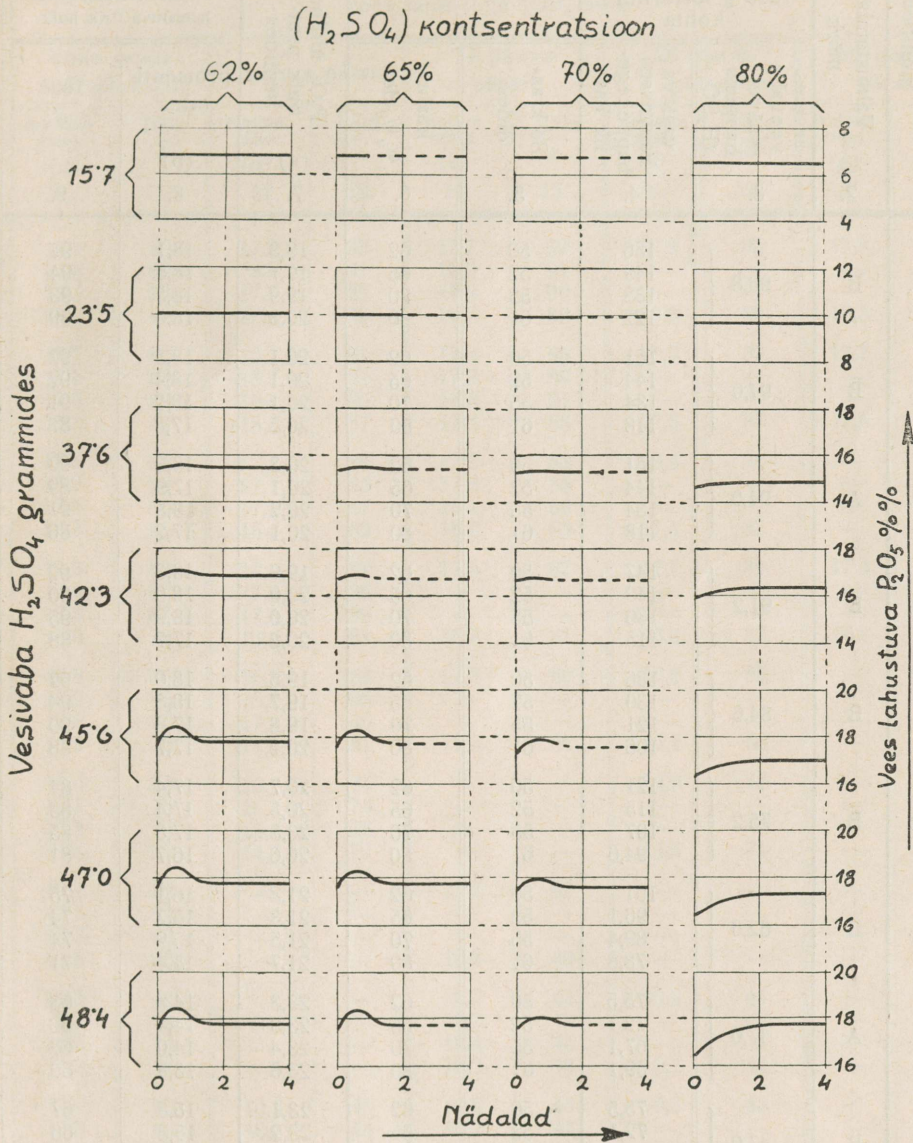
Kõik need väävelhappe kangusastmed, peale viimase, leiavad tarvitamist tegelikus superfosfaadi valmistamise praktikas. 80%-list väävelhapet kasutati kõne all olevates katsetes ainult võrdluseks.

Väävelhappe hulga kohta tehtud eelkalkulatsiooni järgi pidi katseteks saadetud lähtaine vajama 94 grammi väävelhapet, arvates veevaba happena, toorfosforiidi 200-le grammile, ehk 47% toorfosforiidi kaalust. Katsetel selgus, et happe määra võib kuni 3% vähendada, ilma et superfosfaadi olulised omadused selle tagajärjel muutuksid.

Katsed teostati seeriade kaupa, igas neli katset, kasutades igaks katseks iseguse kangusega hapet eelpooltoodud reast. Ühe ja sama seeria katsed on teostatud ühesugusel segamise jne. tingimustel ja katseteks on võetud üks ja sama hulk väävelhapet, arvates veevaba happena. Lehekülgedel 6—7 leiduva katsete tulemuste tabeli kolmas lahter illustreerib seda. Seejuures varieerus, arusaadavalt, tegelikult võetud happe hulk, olenedes kontsentratsioonist. Vastavad arvud on antud sama tabeli 4-ndas, 5-ndas ja 6-ndas lahtris. Iga katsete seeria annab seega võimaluse võrrelda happe kontsentratsiooni toimet. Väävelhappe hulga toime selgitamiseks varieeriti väävelhappe hulkasid katsete-seeriade kaupa, nagu see nähtub tabeli 3-ndast lahtrist. Nii on võetud 1. seeria katsetele igale 96,8 g, teise ja kolmanda omadele igale 94,0 g, 8-nda, 9-nda ja 10-nda seeria omadele igale 47,0 g ja lõpuks 11-nda seeria katsetele igale 31,3 g väävelhapet, kõikidel kordadel arvestatud vesivaba happena ja toorfosforiidi 200 grammile.

Tabelis tähega A märgitud seeriade valmistamine toimus sel teel, et väävelhappetele lisati juurde vastav hulk fosforiiti, segati saadud massi 5 minuti kestel intensiivselt ja jäeti see 24 tunniks lahtiselt tõmbekappi toatemperatuuri. Kuna sellel viisil segud jahtuvad liiga kiiresti ja segude valmimise tingimused on kauged töös-

tuslikult valmistatava superfosfaadi valmistamise temperatuuri tingimustest, asetati suuremal osal katsetel segud valmima termostaati. Tähega B märgitud seeriade valmistamine erineb eelmiste valmistamise viisist selle poolest, et fosforiidi-väävelhappe segu pärast 5 minutilist segamist asetati 5 tunniks termostaati, mille temperatuuriks oli 80—90° C.



Graafik 1. Vees lahustuva  $P_2O_5$  määrade muutumine eesti fosforiidist valmistatud superfosfaadi proovides aja kestel.

Märgiga B\*) tähistatud seeria on segafosfaat, mis saadud sel teel, et segati 2-se seeria superfosfaadid toorfosforiidiga vastavates proportsioonides. Seeriad 8, 9 ja 10 kujutavad enesest nn. „kotkafosfaate“, millede valmistamiseks kasutati ainult  $\frac{1}{2}$  minimaalselt superfosfaadi valmistamiseks vajalisest väävelhappe määrast. Kõikide katsete saadused analüüsiti 24 tundi pärast segamist. Analüüsides tulemused leitud vahetabelis 7—11 katsete tulemuste tabelis. Vees lahustuva  $P_2O_5$  määramist teostati peale selle üksikutele katsetele veel 7, 14, 28 ja 56 päeva järel, et ülevaadet saada

Superfosfaadi valmistamise

Secria järjekorra number	Valmistamisviisi märk	Katseks võetud väävelhappe hulk grammides iga 200 g fosforiidi kohta		Väävelhappe kontsentratsioon		P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> sisaldus,		
		arvates veevaba väävelhappena (H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> )	vastava kangusega happe tege-lik kaal	Bé kraa- dides	kaalu % <sub>100</sub> -des	P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> üldine hulk prot-sentides (a)	2 %-ses sidrunihappes lahustuva P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> hulk	
							protsenti-des (b)	$\frac{100b}{a}$
1.	2.	3.	4.	5.	6.	7.	8.	9.
1.	B	96,8	156	50	62	19,3	18,1	94
			149	52	65	19,7	18,5	94
			138	55	70	19,9	18,5	93
			122	61	80	20,3	18,0	89
2.	B	94,0	151	50	62	20,1	18,5	92
			144	52	65	20,1	18,4	92
			134	55	70	20,1	18,2	91
			118	61	80	20,5	17,8	87
3.	A	94,0	151	50	62	20,3	18,3	90
			144	52	65	20,1	17,9	89
			134	55	70	20,2	18,3	91
			118	61	80	20,1	17,2	86
4.	B	91,2	147	50	62	19,9	18,3	92
			140	52	65	20,0	18,0	90
			130	55	70	20,0	18,9	95
			115	61	80	20,2	17,7	88
5.	B	84,6	136	50	62	19,5	18,0	92
			130	52	65	19,7	18,5	94
			121	55	70	19,8	17,8	90
			106	61	80	20,2	17,7	88
6.	B	75,2	121	50	62	20,7	17,4	84
			115	52	65	20,5	17,4	85
			107	55	70	20,3	17,3	85
			94,6	61	80	20,6	16,7	81
7.	B	62,6	101	50	62	21,3	16,1	75
			96,1	52	65	21,3	15,7	74
			89,4	55	70	21,5	15,9	74
			78,8	61	80	21,7	15,4	71
8.	A	47,0	75,5	50	62	23,3	14,8	63
			72,1	52	65	23,3	14,4	62
			67,1	55	70	23,4	14,0	60
			59,1	61	80	23,6	13,8	59
9.	B	47,0	75,5	50	62	23,1	15,5	67
			72,1	52	65	23,2	15,3	66
			67,1	55	70	23,3	15,1	65
			59,1	61	80	23,3	14,7	63
10.	B*)	47,0	75,5	50	62	23,1	15,3	66
			72,1	52	65	23,7	15,1	64
			67,1	55	70	23,4	14,9	64
			59,1	61	80	23,4	14,7	63
11.	B	31,3	50,5	50	62	24,5	11,2	46
			48,1	52	65	24,6	11,0	45
			44,7	55	70	24,7	11,1	45
			39,4	61	80	24,7	10,9	44

katsete tulemused.

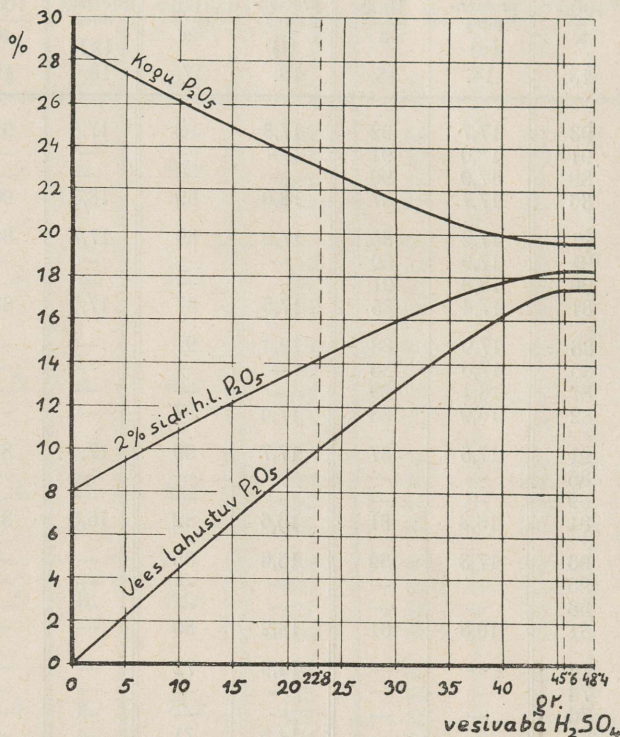
arvatud 105°C temperatuuril kuivatatud superfosfaadile

Vees lahustuva P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> hulk									
kohe peale valmistamist		7 päeva pärast		14 päeva pärast		28 päeva pärast		56 päeva pärast	
protsentides (c)	100c a	protsentides (d)	100d a	protsentides (e)	100e a	protsentides (f)	100f a	protsentides (g)	100g a
10.	11.	12.	13.	14.	15.	16.	17.	18.	19.
17,2	89	17,9	93	17,7	92	17,8	92	17,8	92
17,5	89	18,0	91	18,0	91	—	—	—	—
17,5	88	17,7	89	17,9	90	—	—	—	—
16,6	82	17,4	86	17,7	87	18,0	89	18,3	90
17,7	88	18,2	91	17,2	86	17,9	89	17,7	88
18,1	90	18,2	91	17,9	89	—	—	—	—
17,9	89	18,0	90	18,3	91	—	—	—	—
16,3	79	16,5	81	17,4	85	17,5	87	17,6	87
17,6	87	17,4	86	17,9	88	18,4	91	—	—
17,9	89	17,1	85	17,3	86	—	—	—	—
17,4	86	17,6	87	18,1	89	—	—	—	—
16,3	81	16,5	82	16,9	83	17,4	87	—	—
17,6	88	18,1	91	17,5	87	17,7	89	17,4	87
17,4	87	17,7	86	—	—	—	—	—	—
17,3	87	17,8	89	—	—	—	—	—	—
16,0	79	16,4	81	16,3	81	16,6	82	16,8	83
16,8	86	16,8	86	17,3	89	16,6	85	—	—
16,9	86	16,9	86	—	—	—	—	—	—
16,5	83	17,1	86	—	—	—	—	—	—
15,9	79	16,3	81	16,3	81	16,2	80	—	—
15,4	74	15,3	74	—	—	14,9	72	—	—
15,3	75	15,1	74	—	—	—	—	—	—
15,3	76	15,4	76	—	—	—	—	—	—
14,6	71	14,6	71	—	—	14,5	71	—	—
13,1	62	—	—	13,2	62	—	—	—	—
13,1	62	—	—	—	—	—	—	—	—
13,3	62	—	—	—	—	—	—	—	—
12,8	60	—	—	12,8	60	—	—	—	—
10,3	44	—	—	10,3	44	10,2	44	—	—
10,1	43	—	—	10,2	44	—	—	—	—
10,3	44	—	—	10,4	45	—	—	—	—
10,3	44	—	—	10,2	44	10,2	44	—	—
10,4	45	10,3	45	10,2	44	10,3	45	—	—
10,3	44	10,1	44	10,2	44	—	—	—	—
10,1	43	10,0	43	10,1	43	—	—	—	—
9,7	42	9,7	42	9,6	42	9,7	42	—	—
10,4	45	10,3	45	10,2	44	10,4	45	—	—
10,7	45	10,5	44	10,5	44	—	—	—	—
10,3	44	10,3	44	10,4	45	—	—	—	—
10,0	43	10,1	43	10,0	43	10,1	43	—	—
6,6	27	—	—	6,7	27	6,6	27	—	—
6,6	27	—	—	—	—	—	—	—	—
6,2	26	—	—	—	—	—	—	—	—
6,2	25	—	—	6,0	24	6,1	25	—	—

$P_2O_5$  vees lahustuvuse tagasimineku määrast. Need viimased analüüside andmed leiduvad katsete tulemuste tabeli lahtrites 12—19. Üksikute katsete kohta on analüüsi andmed väljendatud graafikutes.

### III. Laboratoorsete katsete tulemuste kokkuvõte.

1. 28,7%-lise  $P_2O_5$  sisaldusega eesti fosforiidist saadi laboratoorsetel katsetel 17—18%-lise vees lahustuva  $P_2O_5$  sisaldusega superfosfaati. (Vaata lahtrid 10, 12, 14, 16 ja 18 seeriatele 1—4.)



Graafik 2.  $P_2O_5$  lahustavuse sõltuvus eesti fosforiidile (100 g) lisandatud 62%-lise väävelhappe hulgast.

2. Katsetel valmistatud superfosfaadi üld- $P_2O_5$ -est on 90—95% 2%-lises sidrunihappes lahustuv ja seega taimedele kättesaadav. Vees lahustub ümmarguselt 90% superfosfaadis leiduvast üld- $P_2O_5$ -est. (Vaata lahtrid 9, 11, 13, 15, 17 ja 19 seeriatele 1—4 ja graafik nr. 3.)

3. Mis puutub väävelhappe hulka, siis 28,7%-lise  $P_2O_5$  sisaldusega eesti fosforiidist superfosfaadi valmistamisel osutus küllaldaseks 45,6% väävelhapet toorfosforiidi kaalust (200 grammi fosforiiti vajab 91,2 grammi väävelhapet), arvates vesivaba väävelhappena. Kõrgem väävelhappe määr ei tõstnud oluliselt lahustu

tuva  $P_2O_5$ -e hulka superfosfaadis. Seega kuluks ideaalsel segamisel, nagu see laboratooriumis võimalik, superfosfaadi valmistamiseks 55° Bé graadilist (70%-list) väävelhapet 65%, arvatud toorfosforiidi kaalule. Väävelhappe eelnimetatud määra vähendamisel langeb niihästi 2%-lises sidrunihappes kui ka vees lahustuva  $P_2O_5$  määr, kuid mitte täiesti proportsionaalselt, vaid vähem. (Võrdle analüüsi tulemusi katsete seeriatele 4, 5, 6, 7, 9 ning 11 ja vaata graafikuid 2 ja 3.) „Kotkafosfaadis“, mille valmistamiseks kasutati ümmarguselt pool superfosfaadi valmistamiseks tarvitatud väävelhappe määrast (47 g vesivaba väävelhapet toorfosforiidi 200 grammile), osutub veidi rohkem lahustuvat  $P_2O_5$ , kui seda võiks oodata kasutatud väävelhappe hulga alusel.

4. Mis puutub väävelhappe kontsentratsioone, siis ei avaldanud need erinevat toimet superfosfaadi olulistesse omadustesse piirides 50—55 Bé (62—70%). Toorfosforiidi segamine nimetatud kangusastmeliste hapetega teostus ilma raskusteta ja nende abil valmistatud superfosfaat osutus urbsiks ja kergesti peenendatavaks. 61 Bé-kraadilise (80%-lise) väävelhappe

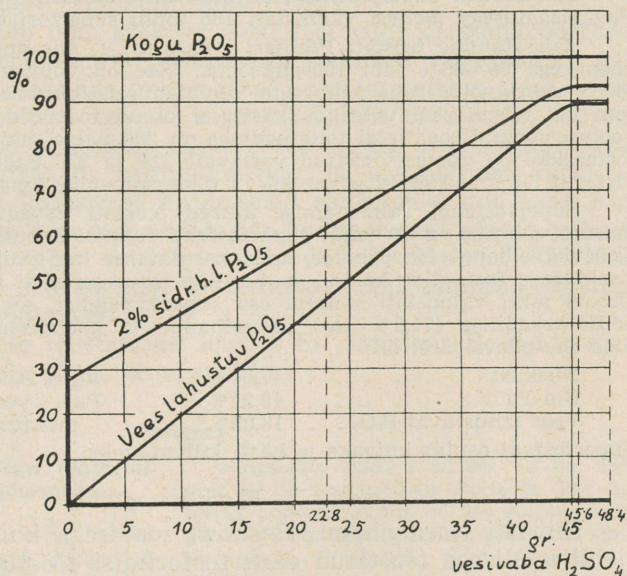
segamine fosforiidiga oli, võrreldes eelmisega, märksa raskem, saadud superfosfaat osutus märksa kõvemaks ja lahustuva  $P_2O_5$  sisaldus temas kohe peale valmistamist märgatavalt väiksemaks, kui nõrgemate hapete abil valmistatud saadustes. Alles aja kestel, umbes 2 nädala valmimise järele, jõudis 80%-lise väävelhappega valmistatud superfosfaat  $P_2O_5$  lahustuvuse määras nõrgemate hapetega valmistatud saaduste tasemele. (Vaata graafik nr. 1.)

5. Eesti fosforiidist valmistatud superfosfaadis ei ole märgata erilist tagasiminekut  $P_2O_5$  vees lahustuvuses, kuna tagasiminekut põhjustavate ühendite,  $Fe_2O_3$  ja  $Al_2O_3$ , määr jääb normaalsuse piiridesse, alla 3%, moodustades ainult 2,1% fosforiidist.

#### IV. Tööstuslikud eesti fosforiidist superfosfaadi valmistamise katsed.

Kuna laboratoorsetel katsetel selgus, et eesti fosforiit on kõigiti kõlblik lähtaine superfosfaadi valmistamiseks, korraldas Majandusministerium katsed tööstuslikus ulatuses, et saada kindlaid andmeid tööstuslikuks kalkulatsiooniks.

Vahepeal oli Üigaste vabrik leidnud lihtsa võtte 31%  $P_2O_5$  sisaldusega toorfosforiidi valmistamiseks. Katsed teostati käesoleva aasta suvel 1) Nordenhami superfosfaadivabrikus Saksa maal, kuhu selleks saadeti 31 tonni 31%  $P_2O_5$  sisaldusega eesti fosforiiti, ja 2) Anglo-Continental Guano Works Ltd. superfosfaadivabrikus Silvertownis Inglismaal, kuhu saadeti 100 tonni sama toorainet. Kuna Nordenhami vabrik Beskowi seadmetega töötab, Silvertownis aga Broad-



Graafik 3.  $P_2O_5$  lahustuvaks muutumise määra sõltuvus 62%-lise väävelhappe hulgest.

fieldi tüüpi segajaga töötatakse, võimaldavad kõne all olevad katsed teha süsteemide võrdlust ja aitavad teha superfosfaadivabriku tüübi valikut. Tooraine saadeti vabrikutele jahvatamatult, mille tõttu võis saada andmeid jahvatamiseks vajalise energia kulu, kohaste veskite tüüpide jne. kohta.

##### a) Katsed Nordenhami superfosfaadivabrikus.

Eesti fosforiiti jahvatati viisil, nagu jahvatatakse Nordenhami vabrikus sama trikalsiumfosfaadi sisaldusega Põhja-Aafrika M'Dilla fosfaate, Kent- ja Maxecon-veskitega. Jahvatamine teostus väga hästi. Sõelad jäid puhtaks ega vajanud töö lõpul puhastamist. Eesti fosforiidi jahvatuse võimsus, 4,8 tonni jahvatist tunnis, peenusega 84% läbi 100-auksõela, ei jää alla väga peene M'Dilla fosfaadi jahvatuse omast. Kõrge erikaal ja sõredus soodustavad eesti fosforiidi korrapärast voolust koludes. Superfosfaadi valmistamiseks segati Beskowi seadmes 100 kaaluosa eesti fosforiiti ja

87,6 kaaluosa 54,5° Bé-kraadilist (68,8%-list) väävelhapet. Saadud superfosfaadi analüüs 24 tunni järel andis järgmised tulemused:

Üld- $P_2O_5$ . . . . .	18,04%	Vaba $P_2O_5$ . . . . .	6,49%
Vees lahustuvat $P_2O_5$ . . . . .	16,87%	Niiskust . . . . .	13%

On huvitav märkida, et M'Dilla fosfaadi korral, milline sisaldab trikaltsiumfosfaati umbes 3% vähem kui eesti fosforiit, Nordenhami vabrikus 100-le fosfaadi kaaluosale lisatakse harilikult juurde 91,2 kaaluosa eelnimetatud kangusega väävelhapet ja saadakse sel teel superfosfaat, milles 16,2—16,4% vees lahustuvat  $P_2O_5$ -t.

Sellest järeneb, et eesti fosforiit, võrreldes M'Dilla fosforiidiga, vajab vähem väävelhapet superfosfaadi valmistamisel. Eesti fosforiidist valmistatud superfosfaadi analüüs näitab liiga kõrget vaba  $P_2O_5$  protsenti, seega liiga suurt lisatud väävelhappe ülekut. Eesti fosforiidist valmistatud superfosfaat vastab kõigile nõuetele: on urbane, kobe, kuiv, küllaldaselt kõrge väärtusega ja kergesti külvatav. Katseteks oli vabrikul 31 tonni eesti fosforiiti ja sellest valmistati 58 tonni superfosfaati.

#### b) Katsed Anglo-Continental Guano Works Ltd. superfosfaadivabrikus Silvertownis.

Silvertowni superfosfaadivabrikule oli saadetud 100 tonni eesti fosforiiti 31%  $P_2O_5$  sisaldusega. Sellest valmistati 180 tonni superfosfaati.

Jahvatamine teostati Pfeifferi veskis nr. 1, mis andis 5 tonni jahvatist tunnis, peenusega 88—93% läbi 100-auksõela. See on võimsus, mis saavutatakse Silvertowni vabrikus Maroko fosfaatide jahvatamisel. Jahvatise erikaal on tunduvalt suurem kui teistel seni vabrikus käsitusel olnud fosfaatidel. Eesti fosforiidi jahvatise vooluse määr Broadfieldi toiteseadmes on 258 naela minutis, kuna Maroko ja Gafsa fosfaatidel on vooluse määrad vastavalt 220 ja 235 naela minutis. Jahvatatud eesti fosforiit läbis sõelad, edasikande- ja töstesüsteemid ilma ühegi takistusega.

Superfosfaadi valmistamise katsed teostati Broadfieldi seadmega, mille normaalne võimsus on 10 tonni superfosfaati tunnis. Kasutati 56° Bé-kraadilist (71,2%-list) väävelhapet. Happemäär, mida kasutatakse harilikult Põhja-Aafrika sama  $P_2O_5$ -sisaldusega fosfaatide korral, osutus liiga suureks eesti fosforiidile. Mitme väiksema proovi järel valmistati suurem osa superfosfaadist, segades fosforiidi 100 kaaluosa 56 Bé-kraadilise (71,2%-lise) väävelhappe 72 kaaluosaga. Saaduste keemiline analüüs ühe päeva järel oli:

Niiskust . . . . .	7,67%	Vaba $P_2O_5$ . . . . .	3,90%
Üld- $P_2O_5$ . . . . .	19,21%	$P_2O_5$ vees lahustuvaks	
Vees lahustuvat $P_2O_5$ . . . . .	18,03%	muutumise määr . . .	93,8%

Superfosfaat osutus kuivaks ja hästi külvatavaks.

#### K o k k u v õ t e.

Niihästi Nordenhamis Beskowi seadisega kui ka Silvertownis Broadfieldi seadisega teostatud eesti fosforiidist tööstuslikus ulatuses superfosfaadi valmistamise katsed näitavad järgmist:

1. Eesti fosforiit on igati kõlblik kõrgeväärtusliku superfosfaadi valmistamiseks. Beskow-seadmetega, mis annab kõrgema niiskuseprotsendiga (13% niiskust) superfosfaadi, on kerge valmistada väetisainet 17% vees lahustuva  $P_2O_5$ -sisaldusega, muutes seega vähemalt 92% üld- $P_2O_5$ -st vees lahustuvaks. Broadfieldi seadmega, mis võimaldab töötamist kangema väävelhappega, on võimalik ilma ühegi raskuseta saada superfosfaati 7—8 niiskuseprotsendiga, 17—18% vees lahustuva  $P_2O_5$  sisaldusega ning 92—94%  $P_2O_5$  vees lahustuvaks muutmise määraga. Sidrunihappes lahustuvus on ümmarguselt 0,5% kõrgem vees lahustuvusest.

2. Eesti fosforiit vajab superfosfaadi valmistamiseks vähem hapet, võrreldes teiste tavaliste superfosfaadi valmistamiseks tarvitatavate fosfaatidega, mille trikaltsiumfosfaadisisaldus sama. Nordenhami vabrikus võeti eesti fosforiidile väävelhapet 96% sellest, mis kulub samaväärsele M'Dilla fosfaadile. Eesti fosforiidist superfosfaadi valmistamiseks Broadfieldi seadmega võeti väävelhapet 2% vähem, kui kulub samaväärsele Maroko toor-

ainele. Tegelikus praktikas võib vähema väävelhappe hulgaga töötada kui seda tehti kõne all olevate katsete korral.

Eesti fosforiidi peenendamine on jõukulu mõttes vähemalt sama kerge kui teiste tavaliste pehmemate fosfaatide peenendamine ja jahvatise käsitlemine väga lihtne, sest tema ei ummista sõelu ega tee teisi takistusi edasiandeseadmises. C. v. Grueber, kelle vabrikus Berliinis samuti möödunud suvel tehti eesti fosforiidi jahvatuse katseid, ütleb: „Mitte üksi, et obulusfosforiit ei peenendu halvemini teistest normaalsetest fosfaadisortidest, vaid teda tuleb selles mõttes teistest paremaks pidada.“

Toetudes laboratoorsete ja tööstuslike katsete tulemustele peab tunnistama, et eesti fosforiit kahtlemata väärtuslike superfosfaadi valmistamise lähtainete liiki kuulub. Pärast katsete tulemuse selgumist kinnitasid mõlemate vabrikute juhatajad, et nemad valmis on oma vabrikuis superfosfaadi lähtaineks eesti fosforiiti kasutama, kui see müügile ilmuks, makstes selle eest sama hinda, mida makstakse võrdse  $P_2O_5$ -sisaldusega Põhja-Aafrika ja teiste tuntud fosfaatide eest. Samuti on Taani superfosfaadivabrikute ühing Kopenhaagenis konkreetset avaldanud soovi saada eesti fosforiiti superfosfaadi valmistamiseks Taanis.

On selge, et meil tuleb teha kõik, et eesti fosforiidi kõrgemaväärtuseliseks väetisaineks ümbertöötamine, vähemalt kodumaa vajadusteks, toimuks Eestis. Kuna põhjaliku kaalumise järel on selgunud, et teised eesti fosforiidi ümbertöötamisviisid kas on liiga kallid või tööstusliku küpsuseni veel arenemata, jääb praegusel pilgul meie oludes ainukeseks käidavaks teeks asuda superfosfaadi valmistamisele. Ei ole põhjust karta, et superfosfaadi tootekulud kodumaal kujuneksid suuremaks kui meie naabermaades. Palju rohkem on alust oodata, et Eestis superfosfaadi valmistamine kujuneb odavamaks kui mujal, kus puuduvad lähtained täielikult. Enesestki mõista eeldab see äärmist otstarbekust igal sammul, tööstuse asutamisel ja hiljemini töötamisel.

Laboratoorsete katsete teostamine toimus hr. assistent R. R ä t s e p a kaastööl, mille eest temale tõsist tänu avaldan.

#### Summary.

#### The Estonian Phosphate as Raw Material for Manufacture of Superphosphate.

By Prof. Dr. J. K o p v i l l e m.

On behalf of the Estonian Ministry of Economics tests have been made with the Estonian phosphate to produce superphosphate in the Laboratory of Chemical Technology at the Technical University of Tallinn, on a laboratory scale, and further in two commercial superphosphate plants: 1) at the Nordenham superphosphate plant, Germany, and 2) at the Anglo-Continental Guano Works Ltd superphosphate plant, Silvertown, England.

For the laboratory tests a raw phosphate with the following characteristics has been used:

Fineness: 92% through 60-mesh screen and

74% through 100-mesh screen

Total $P_2O_5$ . . . . .	28,7%
2%-Citric acid soluble $P_2O_5$ . . . . .	8,1%
Water soluble $P_2O_5$ . . . . .	none
CaO . . . . .	41,6%
$Fe_2O_3 + Al_2O_3$ . . . . .	2,1%

Sulphuric acid of 50° Bé, 52° Bé, 55° Bé and 61° Bé was used in the tests. The three lower concentrations of the sulphuric acid gave all equally good results. The superphosphate produced with the acid of 61° Bé was harder and contained less watersoluble  $P_2O_5$  just after mixing, as compared with the products produced with lower acid concentrations. To reach the maximum effect with regard to the water solubility of  $P_2O_5$  in the superphosphate, 45,6% of sulphuric acid, as water free  $H_2SO_4$ , was needed. The produced samples contained 17—18% water soluble  $P_2O_5$ , the recovery of water soluble  $P_2O_5$  being 90%, and the recovery of citric acid soluble  $P_2O_5$  being 90—95%.

At the Nordenham plant Estonian phosphate with 31% of total  $P_2O_5$  was used and about 58 tons of superphosphate in the Beskow den of the following analysis were produced:

Moisture . . . . .	13,0%
Total $P_2O_5$ . . . . .	18,04%
Water soluble $P_2O_5$ . . . . .	16,8%
Free acid ( $P_2O_5$ ) . . . . .	6,49%

ESTONIAN PHOSPHATE

Sulphuric acid of 54,5° Bé was applied. The amount of sulphuric acid needed for the Estonian phosphate was lower than it has been usual for the M'Dilla phosphate with the corresponding P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> content in the Nordenham plant practice.

At the Silvertown plant with a Broadfield mixer Estonian phosphate of 31% total P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> content was used and about 180 tons of superphosphate were produced. The strength of the applied sulphuric acid at Silvertown was 56° Bé.

The analysis of the superphosphate manufactured at Silvertown was:

Moisture . . . . .	7,64%
Total P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . . . . .	19,21%
Water soluble P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . . . . .	18,03%
Free acid (P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ) . . . . .	3,90%
Recovery of the water soluble P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> . . . . .	93,8%

The power required for the grinding of the Estonian phosphate at the above commercial plants was not higher than it was usual for the softer African phosphates. There appeared troubles neither in grinding nor in sieving appliances. The manufactured superphosphate was properly dry.



tu

B-1145  
U