



PATENTNI SPIS BR. 10225

American Cyanamid Company, New York, U. S. A.

Postupak za izradu zrnastog krečnog azota, koji se može dugo očuvati.

Prijava od 15 juna 1932.

Važi od 1 marta 1933.

Traženo pravo prvenstva od 27 aprila 1932 (U. S. A.).

Pronalazak se odnosi na jedan postupak za izradu zrnastog krečnog azota, po kome se izbegava za vreme očuvanja gotovog produkta gubitak na azotu.

Već su poznati razni postupci za izradu zrnastog krečnog azota. Tako na pr. poznato je dodavati krečnom azotu veću količinu vode od one, koja sa krečom i karbidom može biti vezana i hemijski nevezanu vodu direktno ispariti. Jedan sličan postupak se sastoji u tome, što se izrada zrnaca i sušenje vrši u dva nevezana postupka.

Prijavljeni pronalazak razlikuje se od do sada poznatih i u tome, što se uzima takav krečni azot, koji ne sadrži slobodnog kreča i nikakav raspadnuti karbid i ovim se vrši izrada zrnaca i ne vrši se sušenje kod srazmerno niske temperature, kao do sada, nego kod povećane temperature, naročito iznad 100°C . Po mogućstvu brzim grejanjem na ove visoke temperature otežava se pretvaranje azota u diciandiamid i gubitak azota usled stvaranja amonijaka.

Izrada zrnaca i prethodna prerada krečnog azota može se izvršiti po volji zajedno ili pre zagrevanja, gde se pod izradom zrnaca podrazumeva svaki način davanja oblika. Naročito je korisno krečnom azotu pre ili prilikom izrade zrnaca dodavanje rastvora nekog materijala, koji može posle zagrevanja i odstranjenja vode služiti kao vezujuće sredstvo zrnaca. Kao ovakva sredstva za vezivanje dolaze u obzir na pr. ras-

tvori nitrata, naročito kalciumnitrata ili amonitrata ili azotne kiseline. Ali mogu se i drugi materijali upotrebiti, kao kalciumhlorid, šećer, skrob, glukoza, sulfiti itd. Hidratiziranje krečnog azota može se postepeno izvršiti, gde se mogu uvek isti rastvori upotrebiti, ili na pr. u prvom stepenu dodaje se samo voda i u drugom stepenu rastvor sredstva za vezivanje. Hidratiziranje može se izvršiti na pr. na sledeći način: Meša se najpre fino mleveni krečni azot sa potrebnom količinom vode u jednoj naročitoj mešalici, koja raspolaže odgovarajućim uređajem za mešanje na pr. sa radijalnom osovinom sa krilima ili sl.; mešanje se vrši tako brzo, da će se postignuti samo jedno delimično hidratiziranje i temperatura neće biti suviše visoka, svrsishodno neće prelaziti iznad 70°C . Iz mešalice masa ulazi u jedan drugi aparat na pr. u jedan rotirajući doboš, gde će se hidratiziranje završiti, gde će se dozvoljavati mnogo veće temperature do 175°C , svrsishodno $120-150^{\circ}\text{C}$. Priilikom i između stepena postupka može se hlađenje izvršiti. Može se i jednom delu ovakvog krečnog azota dodavati suvišna količina vode odn. rastvor vezivajućeg sredstva sa suvišnom količinom vode i ovoj mešavini dodavati dalja količina krečnog azota.

Kao naročito korisno se pokazala kombinacija sledećih radnih stepena: sirovi kalciumcianamid hidratizira se po mogućstvu malom, ali za potpuno pretvaranje

slobodnog kreča u kalcijumhidroksid i za poništaj karbida, dovoljnom količinom vode. Uzima se količina vode 2 do 10% — svrishodno 3 do 6% — sračunata na količinu sirovog krečnog azota.

Hidratiziranje može se pod hlađenjem, ili da bi se dobila po mogućstvu brza reakcija, i kod povećane temperature izvršiti, te se može kod namene gornjih uslova izvršiti kod temperatura iznad 100° C, gde se mora obratiti naročita pažnja za sprečavanje stvaranja dicianidamida. Celishodno je za vreme hidratiziranja vršiti mešanje. Hidratiziranom, na sobnu temperaturu ohlađenom krečnom azotu, dodaje se takva količina rastvora jednog sredstva za vezivanje, da se stvara jedan vlažan prašak. Sredstvo za vezivanje dodaje se celishodno u zasićenom ili skoro zasićenom, po potrebi u toplom rastvoru. Kod upotrebe kalcijumnitrata mogu se na pr. uzeti 5 do 50% istog (celishodno 10-12%) u 50% rastvoru. Ovakve koncentracije sprečavaju rastvaranje kalcijumcyanamida. Vlažan prašak isitni se u jednom odgovarajućem mlinu. Vlažan krečni azot stavi se zatim u rotirajući horizontalni cilindar, gde se kod normalne temperature izrađuje zrnice, te se granulirani materijal odstranjuje i ostatak vraća se natrag u uredaj za sitnjenje ili za izradu zrnaca. Zrnasti, prosejani materijal brzo se zagreva u aparatu za sušenje na tako visoku temperaturu, da se izbegava raspadanje i da se sadržaj slobodne vode smanji na 5%, korisno na 1 do 2%. Pod slobodnom vodom podrazumeva se voda, koja se može odstraniti zagrevanjem ispod 115° C. Pošto je odstranjen glavni deo slobodne vode, može se produžiti sušenje ili zagrevanje bez štete, celishodno je ipak celi proces sušenja za najviše 3 sata izvršiti. Vreme trajanja sušenja zavisi naravno od veličine zrnaca.

Na priloženim nacrtima pretstavljen je postupak kao primer, na osnovu šematične aparature i to pretstavlja.

Fig. 1 šemu glavnog stepena procesa i

Fig. 2 pogled jednog jednostavnog uredaja za izvršenje postupka.

Kako je to na Fig. 1 pretstavljeno, dodaje se sirovom krečnom azotu u jednoj mešalici 3 voda iz 2 do potpune hidratacije. Zatim se materijal ohladi u 4 i ulazi u mešalicu 5. Rastvor iz 6 odgovarajućeg sredstva vezujućeg materijala, naročito kalcijumnitrata u 50%-nom rastvoru dobro se izmeša. Kod mešanja mora se paziti, da se rastvor iznad cele mase jednako razdeli, da se sprečava stvaranje jake gomile i da bi se olakšalo kasnije stvaranje zrnaca. Stvaranje jake gomile ne može se sasvim sprečavati, zato se vlažan materijal stavi u je-

dan dezintegrator 7. Ovaj može biti svaka vrsta odgovarajućeg mlina.

Materijal se zatim donosi u aparat za izradu zrnaca 8, gde se materijal aglomerira u zrnca zahtevane veličine. Celishodno je količinom rastvora i načinom granuliranja regulisati veličinu stvorenih zrnaca, da ona iznosi između 8 i 100 mašni. Zrnasti produkt stavlja se u sito 9, da bi se delovi, koji su veći od 8 mašni zaustavljali, koji se potom opet stavljaju u dezintegrator 7. Osim sita 9 ili umesto istog može se uzeti jedno sito između 7 i 8, time se postiže, da će u aparat 8 ulaziti materijal sasvim jednake određene veličine. Zrnca prolaze kroz rotacionu sušaru 11, gde se podvrgavaju uticaju toplih gasova, koji se u istom ili protivnom pravcu dovode do materijala. Pravac vođenja gasa nije od uticaja, od važnosti je samo, da se voda u što kraćem vremenu odstrani.

Od značaja je da se veći komadi zrnastog materijala pre sušenja odstrane, pošto se time izbegava stvaranje dicianidamida i ove veće gomile mogu biti povraćene u dezintegrator i opet iskorišćene.

Uredaji se sastoje u glavnom iz posude 12 za hidratiziran ohlađen krečni azot, iz kojeg ulazi putem uredaja za prenos 13 u mešalicu 14, koja se na pr. sastoji iz cilindra, koji ima jednu rotirajuću osovinu sa lopatama ili sl. Rastvor kalcijumnitrata ili jednog drugog podesnog sredstva za vezivanje vodi se iz posude 15 kroz cev 16 u mešalicu 14, gde isti po mogućstvu u finoj podeli na pr. kroz male otvore ulazi do materijala, da bi se dobilo jednako ovlaženje. Na kraju 17 mešalice ulazi materijal u dezintegrator 18 i odavde u uredaj za izradu zrnaca 19. Ovaj je na pr. jedan otvoren cilindar sa sasvim malim padom i okreće se odgovarajućom brzinom tako, da materijal prolazi u srazmerno kratkom vremenu. Cilindar mora biti na taj način konstruisan, da materijal ne može slobodno prelaziti, nego u izvesnim delovima cilindra materijal se sakuplja i prede dalje tek posle postizavanja jednog izvesnog nivoa. Uzima se takva brzina okretanja da se materijal sasvim ne rotira, nego od gornjeg dela cilindra padne natrag. Putem brzine rotacije, količine materijala, sadržaja vlage i razmera cilindra odn. njegovog odeljenja može se veličina zrnaca odrediti. Kod gore navedenog mešanja dovoljno je na pr. 45 min. za izradu zrnaca odgovarajućeg oblika. Na kraju 20 pada materijal na uredaj za prenos 21, zatim na rešetko 22, koje se trese, u kome se veći komadi odstranjuju, dok zrnca ulaze putem prenosne trake 23 u rotacionu sušaru 24, koja se na

pr. može da sastoji iz jednog cilindra sa duplim zidovima, podeljenim radialnim horizontalnim zidovima. Veći komadi materijala, koji su ostali na rešetku 22 mogu biti vraćeni u dezintegrator 18. Vruć vazduh ili gasovi iz peći 25 ulaze kroz cev 26 u rotacionu sušaru 24, a da ne dolaze najpre u dodir sa zrcima za sušenje. Gasovi, koji ulaze svrsishodno sa temperaturom od 250 do 275° C i izlaze sa temperaturom ispod 100° C na pr. od 85° C prelaze sušaru uzduž do kraja 27, odavde idu natrag i kroz razna odeljenja sušare, koja sadrže zrnca, tako, da sada gasovi direktno dodiruju materijal. Gasovi izlaze kroz odvodnu cev 28. Velika prednost upotrebe opisanog aparata za izvršenje novog postupka postoji u tome, što se jednim postupkom uspeva skoro celokupni materijal preraditi u zrnca, dok kod do sada poznatih postupaka ostaje uvek materijal, koji se mora više puta staviti u aparaturu, da bi se dobilo zrnce.

U gore opisanoj aparaturi predviđeni su naročiti radni stepeni za hidratiziranje, za dodavanje sredstva za vezivanje, za izradu zrnaca i za sušenje, gde se izbegava stvaranje dicianidamida na pr. sa upotrebom po mogućstvu male količine suvišne vode ili u slučaju suvišne količine vode radom od niske temperature ili po mogućstvu brzim zagrevanjem.

Postupak se može izvršiti ne samo kod krečnog azota, koji je izrađen iz karbida, nego i kod onih krečnih azota, koji su izrađeni iz mešavine kalciumoksida ili karbonata sa amoniakom ili amoniak-ugljen-oksida odn. ugljene kiseline, HCN-a ili sličnih gasova. Zrnca se mogu i na poznat način snabdeti sa uljem ili drugim sredstvima u svrhu smanjenja razvijanja prašine.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za izradu zrnastog krečnog azota, koji se može dugo očuvati, naznačen time, što se vlažna zrnca krečnog azota, koja ne sadrže više ni slobodnog kreča, ni karbida, zagrevaju pri ili još bolje

posle izrade zrnaca kod povećane temperature korisno iznad 100° C.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se zagrevanje zrnaca po mogućstvu brzo izvrši i na taj način, da posle zagrevanja sadrži manje od 5%, korisno 1 do 2% slobodne vode.

3. Postupak po zahtevu 1 do 2, naznačen time, što se krečnom azotu pre ili prilikom izrade zrnaca dodaje rastvor materijala, koji posle brzog isparenja vode kod visokih temperatura služe kao vezivajuće sredstvo zrnaca.

4. Postupak po zahtevu 3, naznačen time, što se upotrebljava rastvor nitrata, naročito kalciumnitrata ili azotne kiseline, a po potrebi vrši i hlađenje.

5. Postupak po zahtevu 1 do 4, naznačen time, što se hidratiziranje vrši u više stepena, gde se mogu za pojedine stepene isti ili raznovrsni rastvori upotrebljavati.

6. Postupak po zahtevu 5, naznačen time, što se krečni azot preraduje najpre sa vodom, zatim sa rastvorom kalciumnitrata, gde se može prilikom ili između pojedinih stepena rada izvršiti hlađenje, te se posle kod sobne temperature vrši izrada zrnaca i putem brzog zagrevanja u jednoj naročitoj sušari oslobodi od suvišne vode.

7. Postupak po zahtevu 1 do 6, naznačen time, što se vrši hidratiziranje krečnog azota odgovarajućom količinom ili malo suvišnom količinom vode odn. tekućine, koja je potrebna za gašenje slobodnog kreča i karbida.

8. Postupak po zahtevu 7, naznačen time, što se krečni azot kod temperatura ispod 100° C sa vodom dobro razmeša i što se hidratiziranje završi u jednom naročitom aparatu kod temperatura iznad 100° C.

9. Postupak po zahtevu 1 do 8, naznačen time, što se hidratizirani krečni azot podvrgava izradi zrnaca kod temperatura ispod 40° C.

10. Postupak po zahtevu 1 do 9, naznačen time, što se sušenje zrnaca vrši u kraćem vremenu od 3 sata.

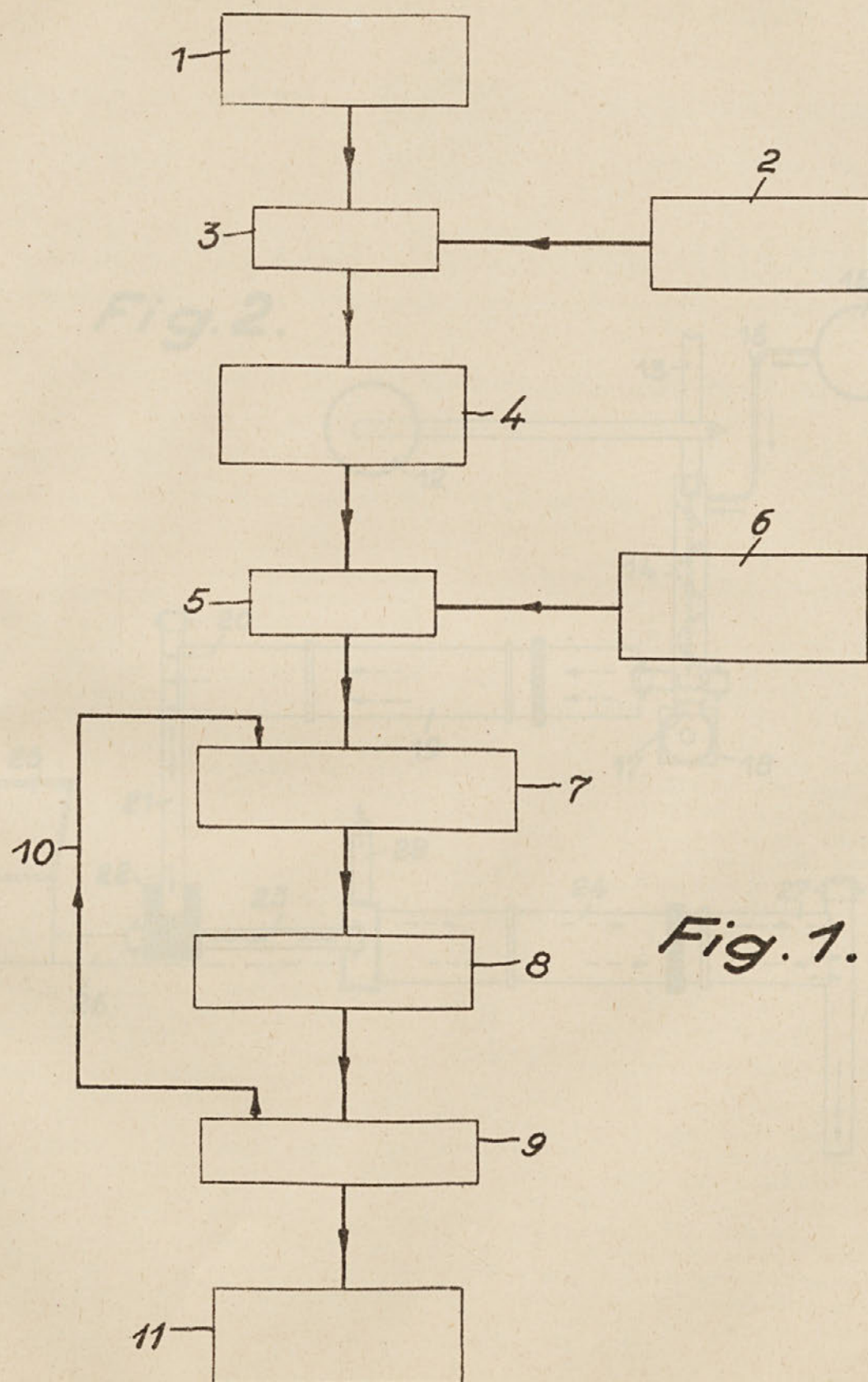


Fig. 1.

Fig. 2.

