

KRALJEVINA JUGOSLAVIJA

UPRAVA ZA ZAŠTITU



INDUSTRIJSKE SVOJINE

Klasa 75 (2)

Izdan 1 februara 1934

PATENTNI SPIS BR. 10639

**Société Anonyme pour l' Exploitation des brevets Jullien, Fontaine
Saveuil (Isère), Francuska.**

Postupak i uredjaj za proizvodjenje kalcijumcianamida.

Prijava od 8 marta 1933.

Važi od 1 jula 1933.

Traženo pravo prvenstva od 8 marta 1932 (Francuska).

Kod proizvodjenja cianamida po sada poznatom postupku u diskontinualnoj peći, zvanoj peć sa loncem, azot dospeva na dno peći i širi se jednoliko u celom slobodnom prostoru.

Započinjanje reakcije, koja je egzotermička, vrši se po osi šarže karbida na zidu cevaste komore, koja je izvedena radi primanja grejnog otpora, koji služi za ovo započinjanje reakcije. Reakcija se širi po tome postupno do spoljašnjosti.

Dobitak u fiksiranju azota dobivenog ovim postupkom je uvek ostajao veoma mali prema teorijskom dobitku a iz sledećih glavnih razloga:

1. Azot, budući doveden na dno peći, ne cirkuliše metodično.

2. Azot prodire veoma sporo i nedovoljno u unutrašnjost mase karbida i to u toliko više u koliko se više udaljuje od središta, što uvećava trajanje azotisanja totalne mase karbida, i što potpomaže obrazovanje sporednih reakcija, koje su štetne.

3. Azot nedovoljno dostiže oblasti, u kojima je temperatura dovoljna za reakciju i takođe dovoljna da razori cianamid i obrazovanju. Iz toga izlazi da jezgra karbida ostaju netaknuta ili malo uticala usled izvesnog oblaganja ovim cianamidom.

Iz gore navedenog razloga je skoro nemoguće da se koristi karbid sa veoma velikom sadržinom, pošto je iznad 80% reakcija življa i usled toga veća temperatu-

ra, obavljanje karbida je olakšano i sadržina u karbidu, koja ostaje u proizvedenom cianamidu znatno se uvećava. Uvek je nalaženo, naročito u ovom poslednjem slučaju, da se sadržina azota u proizvedenom cianamidu smanjuje, idući od sredine ka periferiji, dok se obratno sadržina karbida, koji ostaje u ovom istom cianamidu uvećava.

Činjenica, da se u masi karbida izvode kanali, koji treba da omoguće više homogeno i brže dejstvo azota, može dati samo slab rezultat. Širenje reakcije kroz ove kanale biće uvek veoma smanjeno usled nepravilnosti u cirkulisanju gasa i, usled toga, stabilnosti središta reakcije, koja ostaje uvek u središtu mase.

5. Količina azota upućenog u peć je nezavisna od količine, koja je u njoj fiksirana, i podređena je samo proizvodnji azota, koja se može smatrati kao konstantna, i broju peći u radu, koji može biti raznolik. Dakle se često proizvodi višak ili nedostatak gasa, što je podjednako štetno po reakciju.

Ako je postupani karbid sa malom sadržinom, višak gasa može biti takav, da se, pošto reakcija nije dovoljno egzotermička, njegovo širenje vrši veoma teško i da se može čak zaustaviti. Ako je pak karbid sa visokom sadržinom, to se, u trenutku kad stupa velika masa karbida u reakciju, može desiti nedostatak gasa, odakle nastaje zastoje u njegovom prodiranju i zakašnjena reakcija sa svima ne-

zgodama koje iz toga proističu: sporedne štetne reakcije, razjedinjenja, obavljanje karbida itd.

Najzad, u svima slučajevima, fiksiranje azota, koje je u početku nikakvo, a po tome se progresivno uvećava da bi prošlo kroz maksimum, i zatim se smanjuje progresivno da opet dospe do nule. Čak pod pretpostavkom da to ne škodi reakciji, postoji u početku ili na kraju reakcije izvestan višak azota, koji čini nepotrebno trošenje gasa.

Predmet ovog pronalaska jeste postupak za proizvodjenje, koji otklanja gornje nezgode, i usled toga omogućuje uvećanje brzine reakcije, dobitak u fiksiranju azota, koristeći isti materijal, malo izmenjen.

Prema glavnoj odlici pronalaska, totalno azotisanje se vrši u dva ili većem broju perioda, pri čemu svaki period ima svoje cirkulisanje azota, nezavisno od cirkulisanja drugih.

U prvom periodu reakcija se najpre započinje kao kod običnog postupka, u središtu šarže karbida sa istim grejnim otporom iz ugljena, ali azot dospeva jedino kroz donji deo središne cevi za započinjanje, i treba da prođe kroz ovu cev. Višak gasa se raspoređuje zatim u peći i odlazi kroz otvor, koji je u tom cilju predviđen na poklopcu.

Kad je rasprostiranje središne reakcije dovoljno, da temperatura za započinjanje procesa vlada na izvesnom rastojanju od središta, to se na ovom rastojanju i svuda oko ovog prvog središta, stvaraju nova središta reakcije gde se upućuje azot. Rasprostiranje reakcije preko prvog središta, koje je služilo za započinjanje, tada biva potpuno zaustavljano potpunim obustavljanjem dovoda azota.

Za vreme ovog drugog perioda reakcija se širi dakle jedino preko novih perifernih centara i to u toliko brže, u koliko je broj ovih centara veći, i u koliko je trajanje prodiranja azota više smanjeno. Ovo prodiranje i reakcija, koja sleduje, vrši se istovremeno sa širenjem toplote umesto da bude u zakašnjenju u odnosu na ovo poslednje; ovo zakašnjenje je u toliko jače u koliko je sadržina karbida veća.

Iz toga, s jedne strane, izlazi, da je brzina reakcije veća, i da su otklonjene sporedne reakcije i, šta više, razjedinjavanja, koja mogu škoditi azotisanju, s druge strane da se obavljanje karbida cianamidom u stapanju ne može proizvesti, što omogućuje veću homogenost i veće fiksiranje azota.

Očividno je da se za velike mase karbida može predvideti treći period, koji po istom principu, stvara drugu zonu reakcionih središta tako, da se podesno smanjuju dužine prodiranja azota.

Druga odlika pronalaska je namenjena da omogućući u svakom trenutnu upuštanje u peć količine azota, koja je jednaka teoretskoj količini, plus potreban višak, prema sadržini postupanog karbida, za bolji tok reakcije, i konstantan za vreme trajanja rada, sa varijacijama u zavisnosti od temperature.

Postupak se sastoji u održavanju u peći konstantnog pritiska pomoću uređaja, koji uvećava ili prekida automatski upuštanja gasa kad se pritisak smanjuje ili povećava.

Priloženi nacrt pokazuje šematički i radi primera peći za izvođenje gornjeg postupka.

Sl. 1 do 3 prikazuje bliže azotisanje u dva ili u većem broju perioda po gornjim načelima, pri čemu sl. 1 pokazuje vertikalni presek, sl. 2 presek po liniji II—II iz sl. 1 i sl. 3 pokazuje jedan detalj.

Sl. 4 i 5 pokazuju slično kao i sl. 1 i 2, pri čemu je pokazana automatska kontrola gasova.

Peć za cianamid, koja je predstavljena u sl. 1 sadrži po poznatom načinu: sud 1 sa, za vatru otpornom oblogom, poklopac 2, čije se ivice gnjuraju u sud 3, koji je ispunjen peskom, da bi se obezbedila zaptivenost, zatim grejni otpor 4 iz ugljena kao i njegov gornji 5 i donji uređaj 6 za vezu, korpu 7 iz izbušenog lima, koja sadrži šaržu iz karbida u prahu.

Po pronalasku obloga dna peći ima kružni kanal 8, prečnik središne rupe je smanjen, obična cev za dovod azota je izostavljena, isto kao i, razume se, veza između središne rupe i ove cevi.

Sud, koji se zagreva leži na dnu peći sa umetkom sloja iz sitnog peska, gornja strana kružnog kanala je tako zatvorena dnom suda i njegova zaptivenost je obezbedena slojem peska.

Dno korpe nosi rupe 11, koje izlaze u kružni kanal, po broju jednake broju spoljnih reakcionih centara, koji se žele obrazovati, šest u slučaju na nacrtu. Za vreme punjenja korpe, cevi, kao ona, koja je upotrebljena za središnu rupu, ali, koje mogu biti manjeg prečnika, bivaju rasporedene nad ovim rupama, koje obrazuju odvodne otvore 12, posle čega ove cevi bivaju izvučene, u isto vreme kad i središna cev, čim korpa bude postavljena na svoje mesto u peći.

Samim izvođenjem ovih odvodnih kanala kao što je pokazano, i bez druge iz-

mene u peći, pod jednim uslovom, da izvestan mali prostor između dna peći i dna korpe dopusti gasu da tu dospe i da se penje kroz ove odvodne kanale, već se dobija malo poboljšanje azotisanja.

Cevi 13, po pronalasku, za dovodenje azota imaju ventil 14 koji omogućuje regulisanje dovodenja azota. Gas zatim prolazi kroz slavinu 15 sa tri kraka, u položaju pokazanom na nacrtu, koja ga upućuje u donji deo središne rupe, koja postoji u oblozi dna suda. Pre no što se pusti struja u grejni otpor 4, pustiće se, podesnim odvrtnjem slavine sa tri kraka, jednovremeno azot, za vreme od nekoliko trenutaka, u središnu rupu i odvodne kanale, tako, da se odatle istera vazduh.

Jednom započeta reakcija se širi u toliko bolje, u koliko sav azot prolazi kroz središte.

Grejanje se zaustavlja pre no što ovo širenje dostigne odvodnike 12, pri čemu je njegovo trajanje manje od vremena, koje je potrebno za ovo poslednje.

Kad širenje bude dovoljno i kad temperatura za započinjanje bude postojala, tada će se u odvodnicima 12 obrazovati nova središta za reakciju, a zaustaviće se prvo. Radi toga se slavina 15 sa tri kraka upravlja tako, da obustavi azot prema središnjoj cevi i da ga uputi u kružni kanal 8, koji, služeći kao kolektor, napaja odvodnike 12. U tom trenutku gornja veza otvora se uklanja kao i obično, i zatvara se ne samo otvor za prolaz u poklopcu, nego se isto tako zatvara i gornji otvor središne cevi. Radi toga kroz središte čepa za zatvaranje otvora poklopca klizi vreteno 16, koje na svom kraju nosi, na zglobovima, drugi čep 17 u vidu zarubljene kupe, koji se priljubljuje uz otvor središne cevi u tačkasto označenom položaju. Pod ovim uslovima se reakcija ne može više da širi kroz ovu cev usled potpunog izostanka azota.

Ova se reakcija tada širi kroz svaki od novih centara 12a do periferije mase karbida. Od trenutka kad nova središta stupe u reakciju, azotisanje mase karbida će biti u toliko brže, u koliko su ova središta mnogobrojnija, i u koliko je dužina za prodiranje manja. Trajanje potpunog azotisanja dakle biva smanjeno. Očevidno je, ali to sa manjim dobitkom, da se može izvoditi azotisanje jednovremenim odašiljanjem gasa u središnu cev i u odvodnike, dakle bez zaustavljanja prvog središta reakcije.

Da bi se olakšalo čišćenje kružnog kanala pre svakog punjenja, u oblozi i u li-

mu na dnu peći je predviđen otvor 18 koji je zatvoren jednom pločom iz azbesta, koja je pritegnuta pomoću zavrtnja 19 koji je montiran na uzengiji.

Usled lakoće prodiranja azota, ivica u perforisanom limu korpe može biti zamenjena punim limom, što otklanja upotrebu odvodnog kanala u korpi da bi se održavao karbid u prahu.

Usled samog oblika obloge dna suda, dno korpi se neće deformisati. Podesnim preinačenjem površine ove obloge moguće je da se upotrebe korpe, koje su već korišćene za poznati postupak i čije je dno, kao što se dešava, bilo deformisano.

Najzad upotrebom nitrisanog karbida postupak postaje u toliko korisniji, što se uvećanju dobiti zahvaljujući ovom karbidu, dodaju još i koristi, koje proizilaze iz primene postupka, koji u ovom slučaju ima još korist da čini intenzivnijim katalitičko dejstvo kalcijum nitrida i što obezbeđuje potpuno pretvaranje ovog poslednjeg u cianamid.

Sl. 4 i 5 pokazuju jedno od sredstava, koja se mogu koristiti za automatsko obezbeđivanje konstantnog pritiska u peći.

Cev 20, koja polazi od gornjeg dela suda peći, dopire do dna zatvorenog suda 21 na čijem se dnu taloži prašina, koja može biti zahvaćena, i odakle se ona može ukloniti otvaranjem zašrafljenog i zaptivenog čepa 22. Druga cev 23, koja polazi od gornjeg dela ovog suda, dopire u manometarsku komoru 24, čije se pokretno dno sastoji iz metalnog kotura 25 i jedne membrane 26 čija je unutrašnja ivica pritegnuta uz kotur jednim metalnim vencem, a spoljna ivica je stegnuta u dnu komore 24 gornjim delom nezaptivene kutije, koja čini telo sa ovom komorom. Ovaj kotur nosi u svom središtu jedno vreteno 27, koje je vođeno u svom prolazu kroz donji deo pljosnate gvozdenne uzengije 28, koja je pritvrđena na ovom dnu. Ova uzengija služi takode kao oslonac na oprugu 29 čije se naprezanje reguliše pomoću zavrtnja 30. Dužina vretena 27 se može regulisati pomoću zavrtnja 31 sa protivnim hodom. Pomoću jednog malog točkića, koji se kreće u kliznom delu, ovo vreteno upravlja polugom 32, koja je naglavljena na osovinu krila 33 koje reguliše prolazak gasa. Manometar 34 sa vodom daje unutrašnji pritisak peći i ventil 35 za dovod gasa je širom otvoren pri stupanju u dejstvo.

Kad pritisak u peći bude jednak nuli, napon opruge treba da bude dovoljan da kotur 25 zauzme svoj krajnji gornji položaj, kojem odgovara horizontalni položaj krila 33, t. j. najveći otvor za prola-

zak gasa. Kretanjem donjem položaju kotura odgovara naprotiv potpuno zatvaranje prolaska gasa. Opruga 29 može biti zamenjena pokretnim protivtegom 36 na produženju poluge 32.

Čim ventil 35 bude otvoren i unutrašnji pritisak peći se uspostavi, kotur 25 se spušta, krilo 33 zatvara prolaz gasa, dok pritisak, koji obezbeđuje odilaženje gasa kroz otvor u poklopcu i pritisak, koji se vrši na kotur 25, ne budu uravnoteženi naponom opruge ili položajem protivtega na poluzi. U tom trenutku je očividno da količina azota, koji odilazi kroz predstavljene poklopac, predstavlja tri varijacije, koje su posledica temperature, konstantan višak gasa za vreme celog rada. Naponom opruge ili položajem protivtega se može menjati pritisak odilaženja azota između nekoliko milimetara i više santimetara vode, i odgovarajuća dobit, koja odilazi, t. j. višak gasa će se prema tome menjati u istim razmerama.

Čim reakcija bude započeta i počne fiksiranje azota, pošto unutrašnji pritisak peći počne da se smanjuje, ventil 33, 35 će biti progresivno otvaran da bi se ovaj pritisak održao konstantnim. Obratno će nastati kad se bude smanjivalo fiksiranje azota.

Patentni zahtevi:

1. Postupak za proizvodjenje cianamida u diskontinualnoj peći naznačen time, što se azotisanje vrši u bar dva perioda, pri čemu svaki ima zasebno kruženje azota, i prvo kruženje prvog perioda vrši se obavezno u središnjem zagrevanom kanalu, a kruženje drugog ili ostalih perioda se vrši kroz niz odvodnih kanala, raspoređenih u masi na izvesnom rastojanju od središnjeg kanala.

2. Postupak po zahtevu 1, naznačen time, što se prvi period zaustavlja obustavljanjem i upuštanjem azota, kad se reakcija proširila do sledećih reakcionih otvora, proizvedši dovoljno toplote za zapo-

činjanje reakcije novih središta, i tako redom za svaki period.

3. Postupak po zahtevu 1 i 2, naznačen time, što je količina azota, koja se u svakom trenutku upušta u peć, jednaka teorijskoj količini plus mali promenljivi višak prema sadržini postupanog karbida, ali konstantan za vreme celog trajanja rada, pri čemu ovaj višak po potrebi može biti manjan u toku rada.

4. Postupak po zahtevu 1 do 3, naznačen time, što je kontrola potrebne količine azota osigurana automatskim putem pri čemu se održava konstantan pritisak u peći.

5. Peć za izvođenje postupka po zahtevu 1 do 4, naznačena time, što obloga dna peći sadrži jedan središnji kanal (9) malog prečnika, koji se produžuje u kanal, koji je izveden u masi karbida, i jedan ili više koncentričnih kružnih kanala (8), sa kojima je, sa svakim posebno, u vezi niz odgovarajućih vertikalnih kanala (12a) izvedenih koncentrično u masi.

6. Peć po zahtevu 5, naznačena time, što cev (13) za dovodenje azota sadrži jedan ili više odvodnika, upravljanih slavinom (15) sa tri kraka koja omogućuje upravljanje gasne struje redom ka središtu (9) i ka svakoj reakcionoj zoni (8).

7. Peć po zahtevu 5 i 6, naznačena time, što središnji otvor (9) može biti zatvoren odozgo pomoću čepa, koji zalazi u otvor za sprovođenje otpornika (4).

8. Peć po zahtevu 5 do 7, naznačena time, što je na cevi (13) za dovod azota montiran ventil ili krilo (33) za zatvaranje, koje se može regulisati i automatski kontrolisati pritiskom koji vlada u peći.

9. Peć po zahtevu 5 do 8, naznačena time, što se uređaj za automatsku kontrolu sastoji iz manometarske komore (24) sa membranom (26), u vezi, prvenstveno posredstvom uređaja (21, 22), za uklanjanje prašine, sa gornjim delom peći, pri čemu pomeranja membrane (26) pod dejstvom promena pritiska utiču na krilo (33) pomoću proizvoljnih mehaničkih uređaja.

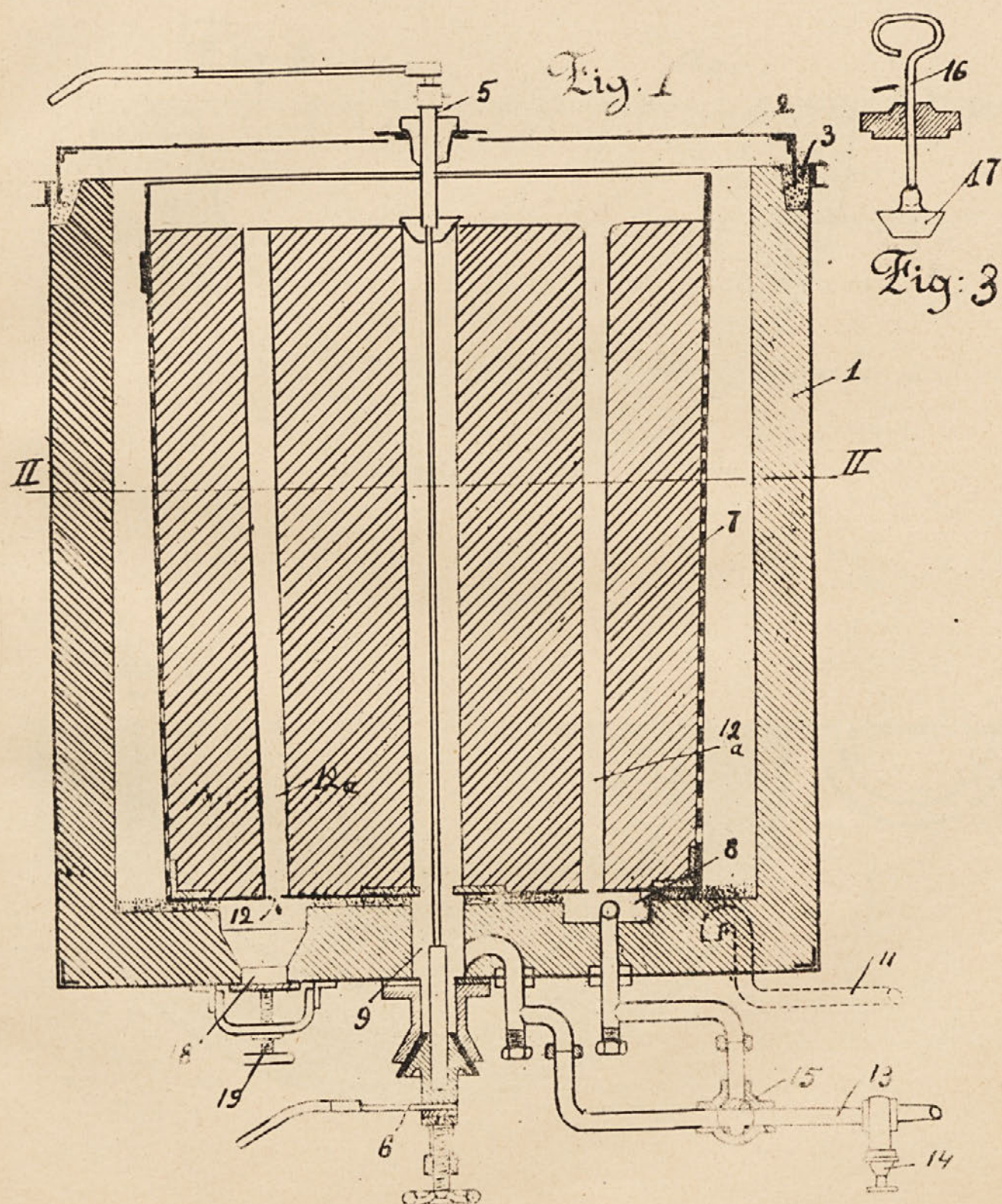


Fig: 2

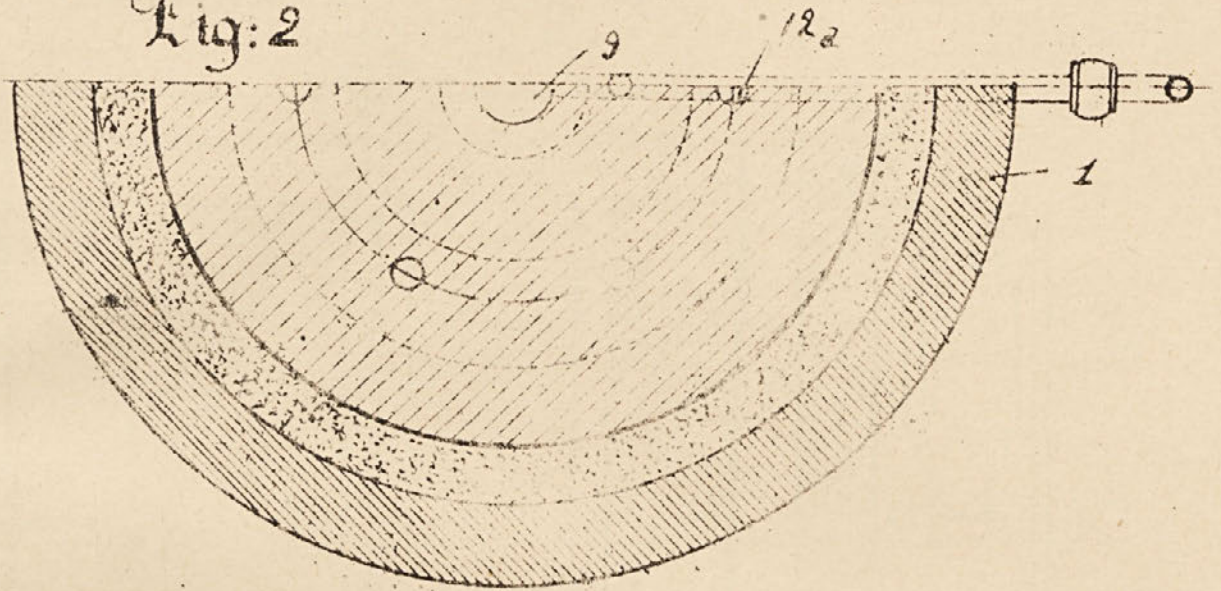


Fig: 5

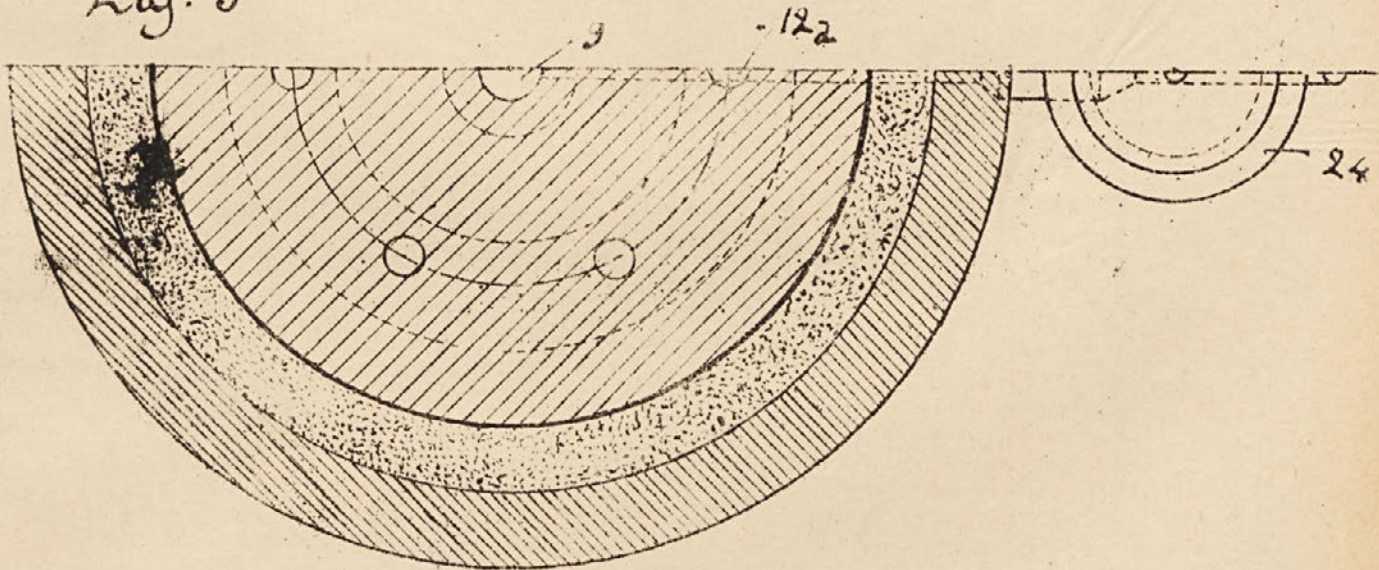


Fig: 4

