

Warszawa, 30 stycznia 1934 r.

Colc 3/18

URZĄD PATENTOWY



RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 19234.

Kl. 12 k, 9.

12/12, 3/18

American Cyanamid Company
(New York, N. Y., Stany Zjednoczone Ameryki).

Sposób wytwarzania trwałego, granulowanego cyjanamidu wapnia.

Zgłoszono 18 czerwca 1932 r.

Udzielono 14 października 1933 r.

Pierwszeństwo: 27 kwietnia 1932 r. dla zastrz. 1—6, 8—10; 2 maja 1932 r.
dla zastrz. 7 (Stany Zjednoczone Ameryki).

Wynalazek dotyczy sposobu granulowania cyjanamidu wapnia, według którego zarówno w czasie wytwarzania go, jak również w czasie przechowywania gotowego już produktu, straty azotu są w bardzo znacznym stopniu uniemożliwione.

Znany jest cały szereg sposobów granulowania cyjanamidów wapnia. Proponowano, np., traktowanie wodą w ilości większej od tej, jaką tlenek węgla i karbid mogą związać, a bezpośrednio potem wyparowanie wody chemicznie niezwiązanej. Podobny sposób polega na tem, że granulowanie i suszenie przeprowadza się w dwóch oddzielnych fazach pracy.

Sposób według wynalazku niniejszego

odróżnia się od dotychczasowych między innemi i tem, że poddaje się granulowaniu taki cyjanamid wapnia, który nie zawiera wolnego tlenu wapnia, ani nierozłożonego karbidu, a suszenie przeprowadza się nie jak dotychczas przy stosunkowo niewysokich temperaturach, lecz przy temperaturach podniesionych, zwłaszcza powyżej 100°C. Przez możliwie szybkie ogrzanie do tych wysokich temperatur zapobiega się wszelkiej przemianie na dwucyjanamid oraz stracie azotu przez tworzenie się amoniaku.

Granulowanie i przygotowanie cyjanamidu wapnia może się odbywać dowolnie przed lub równocześnie z ogrzewaniem,

przyczem pod granulowaniem należy rozumieć nadawanie postaci ziarna wszelkich kształtów. Celowem jest, jeżeli cyjanamid wapnia traktuje się przed lub w czasie granulowania roztworem substancyj, które służą jako spoiwo po ogrzaniu ziarn i wydaleniu z nich wody. Jako takie spoiwo służą mogą roztwory azotanów, zwłaszcza azotan wapnia lub amonu lub też roztwory kwasu azotowego. Można jednak stosować również inne ciała, jak chlorek wapnia, cukier, krochmal, mocznik, glukoza, siarczyny i t. d. Uwadnianie cyjanamidu wapnia może być przeprowadzane w większej ilości okresów pracy, przyczem w każdym z nich stosuje się takie same roztwory lub też w pierwszym okresie stosuje się tylko wodę, a w następnym roztwór spoiwa. Mianowicie postępuje się w następujący sposób: miesza się uprzednio dobrze zmielony cyjanamid wapnia z potrzebną ilością wody w przeznaczonej do tego celu mieszalnicy o odpowiednich urządzeniach, posiadającej promieniową oś ze skrzydłami lub podobnymi łopatkami dla przerobienia masy; przez tę mieszalnicę przeprowadza się materiał tak szybko, że następuje tylko częściowe uwodnienie i temperatura nie podnosi się zbyt wysoko, korzystnie nie powyżej 70°C. Z tej mieszalnicy przechodzi masa do drugiego aparatu, np. do obrotowego bębna, w którym uwadnianie zachodzi do końca, przyczem zezwala się tu na znaczne podniesienie temperatury aż do 175°C, korzystnie 120 — 150°C. Podczas i między okresami traktowania można stosować chłodzenie. Można również na część tak traktowanego cyjanamidu wapnia działać nadmiarem wody lub roztworem spoiwa o nadmiernej zawartości wody i tę mieszaninę zadawać dalszą ilością cyjanamidu wapnia.

Szczególnie korzystnym okazał się następujący szyk okresów pracy.

Surowy cyjanamid wapnia uwadnia się możliwie małą ilością wody, wystarczają-

cą jednak dla całkowitego przeprowadzenia wolnego tlenu wapnia w wodorotlenek wapnia i do zupełnego rozłożenia karbidu wapnia. Stosuje się celowo ilości wody od 2 — 10%, korzystnie 3 — 6% w stosunku do ilości surowego cyjanamidu wapnia.

Uwadnianie można prowadzić przy chłodzeniu, lub też, aby osiągnąć szybką reakcję, w temperaturach podniesionych, nawet przy zachowaniu wymienionych warunków przy temperaturach ponad 100°C, przyczem należy jednak mieć na uwadze, aby możliwie jak najdalej zapobiec wszelkiej możliwości tworzenia się dwucyjanamidu. Celowem jest dbać o dokładne przemieszanie w czasie uwadniania, np. zapomocą mieszadeł. Na uwodniony, ochłodzony do temperatury pomieszczenia cyjanamid działa się następnie taką ilością wodnego roztworu spoiwa, że tworzy się wilgotny proszek. Spoiwo stosuje się celowo w roztworze nasyconym lub bliskim nasycenia, ewentualnie w postaci roztworu ciepłego. Przy zastosowaniu azotanu wapnia mogą być użyte ilości jego od 5 — 50% (celowo 10 — 12%) azotanu w roztworze 50%. Tego rodzaju koncentracje zapobiegają najwidoczniej przechodzeniu w roztwór cyjanamidu wapnia. Wilgotny proszek rozdrabnia się w odpowiednich młynkach, aby rozbić grudki utworzone we wcześniejszych okresach pracy. Wilgotny cyjanamid wapnia granuluje się w obrotowym, najkorzystniej poziomym cylindrze przy zwykłej temperaturze i odsiewa się otrzymane ziarna, odprowadzając pozostałość do urządzeń rozdrabniających lub granulujących. Odsiane ziarna ogrzewa się szybko do wysokich temperatur w specjalnej suszarni, aby zapobiec rozkładowi i aby zawartość wolnej wody sprowadzić poniżej 5%, korzystnie do 1 — 2%. Pod wolną wodą rozumie się wodę, którą można odciągać poniżej 115°C. Skoro znaczna część wolnej wody zostanie usunięta, można pro-

wadzić suszenie i ogrzewanie czas dłuższy bez szkody, jednak jest wskazane przeprowadzić całkowity proces suszenia w czasie krótszym niż 3 godziny. Czas trwania suszenia zależy oczywiście od wielkości ziarn.

Na rysunkach przedstawiono schematycznie przykład przebiegu pracy według wynalazku przy pomocy schematycznie przedstawionej dla przykładu aparatury.

Fig. 1 przedstawia istotne okresy procesu pracy, a fig. 2 — widok urządzenia.

Jak to przedstawia fig. 1, doprowadza się surowy cyjanamid ze zbiornika 1 do mieszalnicy 3 i traktuje go wodą ze zbiornika 2 aż do całkowitego uwodnienia. Produkt ten chłodzi się w chłodnicy 4 i przeprowadza do mieszalnicy 5, w której następuje dokładne przemieszanie z doprowadzanym spoiwem, np. 50% roztworem azotanu wapnia ze zbiornika 6. Przy mieszanii należy uważać, aby roztwór rozdzielał się jak najbardziej równomiernie na całą masę i nie tworzyły się większe grudki, któreby utrudniały późniejsze granulowanie. Ponieważ tworzeniu się grudek całkowicie zapobiec nie można, przeprowadza się produkt z mieszalnicy do rozdrabniacza 7, którym może być dowolnego odpowiedniego rodzaju młynek.

Następnie przeprowadza się ten produkt do urządzenia 8 do granulowania, gdzie uzyskuje się w normalnej temperaturze żądanej wielkości ziarna. Wskazane jest zastosowanie takiej ilości płynu i takiego rodzaju granulowanie, aby wielkość tworzonych ziarn wahała się między wielkościami 8 — 100 oczek. Granulowany produkt przeprowadza się następnie przez sito 9, aby oddzielić cząsteczki większe od wielkości 8 oczek, które następnie zpowrotem doprowadza się do rozdrabniacza 7. Oprócz sita 9 lub zamiast niego można umieścić sito między rozdrabniaczem 7 i urządzeniem 8, dzięki czemu osiąga się to, że urządzenie 8 zasila się materiałem o-

kreślonych wymiarów. Ziarna przeprowadza się następnie przez suszarnię obrotową 11 i poddaje działaniu gorących gazów, doprowadzanych z prądem lub w przeciwnym kierunku do nich. Sposób doprowadzania gazów nie jest zbyt ważny, natomiast ważne jest wydalenie wody w możliwie krótkim czasie.

Również ważną rzeczą jest oddzielenie przed suszeniem większych grudek produktu granulowanego, gdyż przez to unika się tworzenia dwucyjanamidu, a te większe grudki wprowadza się zpowrotem do rozdrabniacza dla przerobienia na ziarna użyteczne.

Aparatura składa się w zasadzie ze zbiornika 12 dla uwodornionego ochłodzonego cyjanamidu wapnia, z którego przeprowadza się go ślimakiem transportowym 13 do mieszalnicy 14, składającej się z cylindra, zaopatrzonego w obrotowy wał z łopatkami lub narządami podobnymi. Roztwór azotanu wapnia lub innego odpowiedniego spoiwa doprowadza się do mieszalnicy 14 ze zbiornika 15 rurą 16 tak, aby mógł on działać w postaci możliwie rozpylonej, np. przy pomocy szeregu dysz, na traktowany produkt w celu równomiernego i dokładnego zwilżenia. Z końca 17 mieszalnicy produkt przechodzi do rozdrabniacza 18, a stamtąd do urządzenia do granulowania 19. To ostatnie przedstawia sobą lekko nachylony otwarty cylinder, obracający się z odpowiednią szybkością tak, aby produkt przeszedł przez urządzenie w możliwie krótkim czasie. Cylinder winien posiadać taką budowę, żeby materiał nie mógł swobodnie przechodzić, lecz zatrzymywał się w jednym lub więcej miejscach i dopiero po osiągnięciu pewnego poziomu mógł posuwać się dalej. Szybkość obrotową dobiera się w ten sposób, aby cząstki materiału nie wykonywały całkowitego z cylindrem obrotu, lecz padały na górną jego część. Wielkość ziarn zależy od szybkości obrotowej cylindra, od ilości mate-

rjału obrabianego, od zawartości w nim wilgoci i od wymiarów cylindra, względnie jego działek. Przy produkcji o znamionach wyżej wspomnianych wystarcza dla przeprowadzenia zupełnie dostatecznego granulowania 45 minut w zupełności.

Z wylotu 20 produkt spada na urządzenie transportowe 21 i doprowadzany jest na sito wstrząsowe 22, na którym zostają zatrzymane większe cząstki, podczas gdy przesiane ziarna zapomocą taśmy transportowej 23 wprowadzane są do suszarni obrotowej 24, składającej się z cylindra o podwójnych ściankach, przedzielonego promieniowo wzdłuż umieszczonymi ściankami. Zatrzymane przez sito 22 zbyt duże ziarna doprowadza się do rozdrabniacza 18 zapomocą nienarysowanej taśmy transportowej lub w jakikolwiek inny sposób. Gorące powietrze lub gazy spalinowe przechodzą z pieca 25 rurą 26 do suszarni obrotowej 24 bez stykania się początkowo z ziarnami mającymi być suszonymi. Gazy winny celowo posiadać przy wlocie temperaturę 250° — 275°C , a przy wylocie nieco poniżej 100°C , np. 85°C . Przechodzą one wzdłuż suszarni aż do końca 27, a stąd są skierowywane zpowrotem, przechodząc przez rozmaite oddziały suszarni zawierające ziarna, tak że dopiero wtedy stykają się bezpośrednio z suszonym produktem. Odlociny zostają odprowadzane rurą 28. Szczególną korzyść osiąga się z zastosowania opisanego urządzenia przy wykonywaniu nowego sposobu przez to, że przez jednorazowe przeprowadzenie materiału otrzymuje się prawie całkowity materiał w postaci ziarn, podczas gdy przy znanych sposobach materiału niegranulowanego jest znacznie większy procent i przez to trzeba było przeprowadzać materiał przez aparaturę parokrotnie.

W opisaney aparaturze przewidziane są poszczególne okresy uwadniania, przyczem tworzeniu się dwucyjanamidu zapobiega się albo przez bardzo nieznaczny nadmiar

wody, lub przy większym nadmiarze wody możliwie niską temperaturę lub też wreszcie możliwie szybkie ogrzewanie.

Zastrzeżenia patentowe.

1. Sposób wytwarzania trwałego granulowanego cyjanamidu wapnia, znamien-ny tem, że wilgotny cyjanamid wapnia, nie zawierający wolnego tlenu wapnia ani karbidu, ogrzewa się podczas lub po granulowaniu do temperatury ponad 100°C , przyczem ogrzewanie odbywa się możliwie szybko i tak, aby zawartość wolnej wody pozostającej w nim po ogrzewaniu wynosiła mniej niż 5%, korzystnie tylko 1 — 2%.

2. Sposób według zastrz. 1, znamien-ny tem, że całkowicie uwodniony cyjanamid wapnia traktuje się przed granulowaniem lub w czasie granulowania spoiwem lub roztworem ciał, które po wyparowaniu wody służą za spoiwo.

3. Sposób według zastrz. 2, znamien-ny tem, że stosuje się roztwory azotanów, zwłaszcza azotanu wapnia, lub kwas azotowy, ewentualnie przy równoczesnem chłodzeniu.

4. Sposób według zastrz. 1 — 3, znamien-ny tem, że uwadnianie przeprowadza się w większej ilości okresów pracy, przyczem w każdym poszczególnym okresie stosuje się takie same lub różne roztwory.

5. Sposób według zastrz. 4, znamien-ny tem, że cyjanamid traktuje się najpierw wodą, a następnie roztworem azotanu wapnia, przyczem podczas poszczególnych okresów pracy lub w przerwach między nimi można stosować chłodzenie, następnie produkt granuluje się w temperaturze normalnej i wreszcie uwalnia od nadmiaru wody w specjalnej suszarni przez szybkie ogrzewanie.

6. Sposób według zastrz. 1 — 5, znamien-ny tem, że uwadnianie cyjanamidu wapnia przeprowadza się taką ilością wo-

dy lub płynu zawierającego wodę, jaka wystarcza jedynie do zlasowania wolnego tlenu wapnia i karbidu, względnie w bardzo nieznacznym nadmiarze.

7. Sposób według zastrz. 6, znamien-ny tem, że cyjanamid wapnia miesza się dokładnie z wodą z początku szybko w temperaturze poniżej 100°C i przeprowadza następnie uwadnianie do końca, celowo w odrębnym aparacie w temperaturze powyżej 100°C .

8. Sposób według zastrz. 1 — 7, znamien-ny tem, że uwodniony cyjanamid

wapnia poddaje się granulowaniu w temperaturze poniżej 40°C .

9. Sposób według zastrz. 1 — 8, znamien-ny tem, że suszenie ziarn przeprowadza się w czasie krótszym od 3 godzin.

10. Sposób według zastrz. 1 — 9, znamien-ny tem, że uwadnianie, traktowanie spoiwem i granulowanie przeprowadza się w oddzielnych częściach urządzenia.

American Cyanamid Company.

Zastępca: Inż. J. Wyganowski,
rzecznik patentowy.

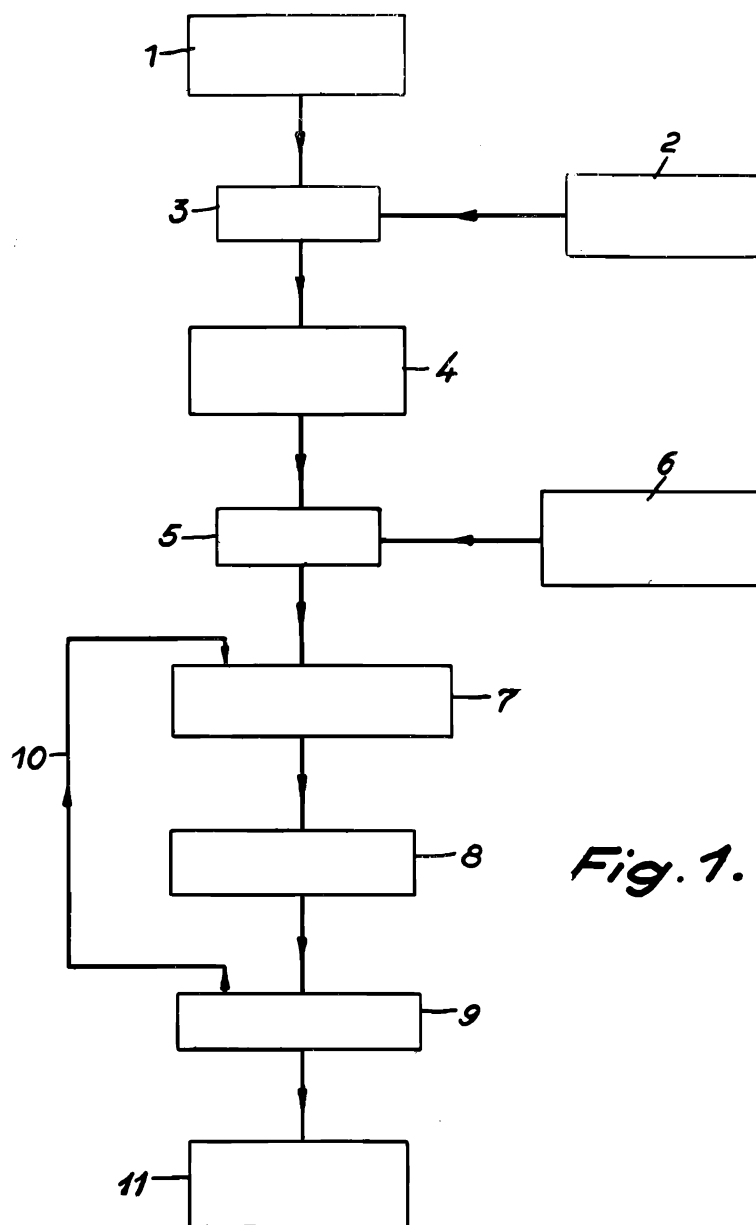


Fig. 1.

Fig. 2.

