

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY

99469

Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 15.04.75 (P. 179651)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 18.02.76

Opis patentowy opublikowano: 15.11.1978

Int. Cl².

C01B 19/00

C01B 27/00

CZYTELNIA

Urzędu Patentowego
Polskiej Rzeczypospolitej Ludowej

Twórcy wynalazku: Bogna Klarner, Krzysztof Schmidt-Szałowski, Józef Moczulko

Uprawniony z patentu: Politechnika Warszawska,
Warszawa (Polska)

Sposób wytwarzania drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu metodą mokrą.

Drobnoziarnisty selenek arsenu jest znanym fotoprzewodnikiem stosowanym między innymi do wytwarzania elementów światłoczułych do kopiarek elektrofotograficznych. Według polskiego opisu patentowego nr 67557 sposób wytwarzania drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu polega na rozpuszczeniu litego selenku arsenu, o składzie zbliżonym do As_2Se_3 , w roztworze silnej zasady, na przykład NaOH i strąceniu drobnoziarnistego selenku arsenu przez dodanie do otrzymanego alkalicznego roztworu związków arsenu i selenu silnego kwasu mineralnego, na przykład kwasu siarkowego. Sposób ten zapewnia uzyskanie drobnoziarnistego selenku arsenu o średnicy ziarna nie większej niż $1\ \mu\text{m}$ i dużej światłoczułości.

Niedogodności sposobu według opisu patentowego nr 67557 wynikają z trudności usunięcia ze strąconego osadu selenku arsenu niepożądanych domieszek, zwłaszcza anionów pochodzących z kwasu użytego do zobojętnienia zasady. Zanieczyszczenia te usuwa się przez wielokrotne przemywanie drobnoziarnistego, powoli odsączającego się osadu, co jest czynnością pracochłonną. Przy przemywaniu osadu powstają także pewne straty produktu, którego część może przechodzić przez sączek, co obniża wydajność procesu. Pozostające w osadzie, mimo wielokrotnego przemywania, resztki zanieczyszczeń, zwłaszcza anionów, na przykład siarczanowych pogarszają właściwości otrzymywanego selenku arsenu. Wszelkie błędy w procesie produkcyjnym, powodujące wzrost tych zanieczyszczeń, znacznie obniżają jakość produktu.

Celem wynalazku jest opracowanie sposobu wytwarzania drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu, wolnego od zanieczyszczeń kwasami nieorganicznymi i ich solami.

Według wynalazku do strącenia drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu z alkalicznego roztworu związków arsenu i selenu stosuje się kwas organiczny, zawierający 1–6 atomów węgla w cząsteczce i 1–3 grup karboksylowych.

Sposób wytwarzania drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu metodą moką polega na tym, że selenek arsenu o składzie As_2Se_3 lub zbliżonym rozpuszcza się w roztworze silnej zasady i strąca drobnoziarnisty, światłoczuły selenek arsenu przez zubożenie zasady kwasem, przy czym według wynalazku jako kwas stosuje się kwas organiczny zawierający 1–6 atomów węgla w cząsteczce i 1–3 grup karboksylowych.

Alkaliczny roztwór związków arsenu i selenu według wynalazku można wprowadzać do roztworu kwasu strumieniem albo kroplami w ciągu 0,05–5 godzin, korzystnie w ciągu 0,5 godziny. Mieszanie roztworu alkalicznego z roztworem kwasu prowadzi się w warunkach ruchu burzliwego, uzyskiwanego na przykład za pomocą mieszadła.

Na podstawie przeprowadzonych badań stwierdzono, że stosowane według wynalazku kwasy organiczne i ich sole, jeśli nawet pozostają w odsączonym osadzie drobnoziarnistego selenku arsenu, w znacznie mniejszym stopniu wpływają na właściwości gotowego produktu, niż stosowane dotychczas kwasy nieorganiczne i ich sole. Dlatego przy użyciu wymienionych kwasów organicznych nie jest konieczne tak dokładne oczyszczanie strąconego selenku arsenu, jak w przypadku stosowania kwasów nieorganicznych. Wystarcza na przykład parokrotne przemycie osadu wodą lub rozpuszczalnikami organicznymi, jak etanol lub benzen. Upraszcza to sposób wytwarzania drobnoziarnistego światłoczułego selenku arsenu, a otrzymany tym sposobem produkt odznacza się lepszymi właściwościami niż wytwarzany sposobem znanym dotychczas.

Sposób otrzymywania drobnoziarnistego selenku arsenu według wynalazku ma ponadto tę korzystną właściwość, że obecność zanieczyszczeń, które mogą wystąpić w wyniku zakłóceń procesu produkcyjnego, na przykład przy niedokładnym przemyciu osadu, nie powoduje znacznego pogorszenia jakości produktu.

Przykład I. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się w 2 l roztworu zawierającego 220 g NaOH. Do otrzymanego alkalicznego roztworu związków arsenu i selenu dodaje się 2 l roztworu zawierającego 360 g kwasu mrówkowego w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. Osad odsącza się i przemywa się na sączku dwukrotnie wodą destylowaną i dwukrotnie alkoholem etylowym otrzymując czysty, drobnoziarnisty selenek arsenu o dużej światłoczułości. Wydajność 95%.

Przykład II. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się w 6 l roztworu zawierającego 220 g NaOH. Do otrzymanego alkalicznego roztworu dodaje się 2 l roztworu zawierającego 480 g kwasu octowego w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. Dalsze postępowanie i wydajność jak w przykładzie I.

Przykład III. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się jak w przykładzie I. Otrzymany alkaliczny roztwór związków arsenu i selenu wlewa się do 2 l roztworu zawierającego 750 g kwasu chlorooctowego w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. W czasie reakcji ciecz miesza się za pomocą mieszadła, tak aby wprowadzić ją w ruch burzliwy. Otrzymany osad odsącza się i przemywa na sączku dwukrotnie wodą destylowaną, dwukrotnie alkoholem etylowym i dwukrotnie benzenem. Wydajność jak w przykładzie I.

Przykład IV. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się jak w przykładzie II. Otrzymany alkaliczny roztwór związków arsenu i selenu wkrapla się w ciągu 0,5 godz. do 20 l roztworu zawierającego 500 g kwasu winowego w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. W czasie wkraplania roztwór kwasu niesza się za pomocą mieszadła, przez co roztwór ten znajduje się w warunkach ruchu burzliwego. Osad odsącza się i przemywa jak w przykładzie I. Wydajność 94%.

Przykład V. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się w 2 l roztworu zawierającego 300 g KOH. Do otrzymanego alkalicznego roztworu związków arsenu i selenu dodaje się 2 l roztworu zawierającego 700 g kwasu propionowego w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. W czasie reakcji ciecz miesza się tak, aby wprowadzić ją w ruch burzliwy. Osad odsącza się i przemywa jak w przykładzie I. Wydajność 96%.

Przykład VI. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się jak w przykładzie II. Do otrzymanego alkalicznego roztworu związków arsenu i selenu dodaje się 8 l roztworu zawierającego 500 g kwasu cytrynowego w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. Osad odsącza się i przemywa jak w przykładzie II. Wydajność 95%.

Przykład VII. 100 g czystego trójselenku arsenu rozpuszcza się jak w przykładzie I. Otrzymany alkaliczny roztwór związków arsenu i selenu wkrapla się w ciągu 1 godz. do roztworu zawierającego 500 g kwasu adypinowego rozpuszczonego w 6 l etanolu w celu strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu. W czasie reakcji ciecz miesza się tak, aby wprowadzić ją w ruch burzliwy. Osad odsącza się i przemywa 3-krotnie etanolem. Wydajność 97%.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania drobnoziarnistego, światłoczułego selenku arsenu metodą moką polegający na rozpuszczeniu selenku arsenu, o składzie As_2Se_3 lub zbliżonym w roztworze silnej zasady i strąceniu drobnoziarnistego selenku arsenu.

nistego, światłoczułego selenku arsenu przez zobojętnienie zasady kwasem, z n a m i e n n y t y m, że do strącenia drobnoziarnistego selenku arsenu z alkalicznego roztworu związków arsenu i seleniu stosuje się kwas organiczny, zawierający 1–6 atomów węgla w cząsteczce i 1–3 grup karboksylowych.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że roztwór alkaliczny zawierający związki arsenu i seleniu wprowadza się do roztworu kwasu strumieniem albo kroplami, w ciągu 0,05–5 godzin, korzystnie w ciągu 0,5 godz.

3. Sposób według zastrz. 1 lub 2, z n a m i e n n y t y m, że proces prowadzi się w warunkach ruchu burzliwego.