



(54) **Sposób wytwarzania metalicznego arsenu  
oraz urządzenie do wytwarzania metalicznego arsenu**

(43) Zgłoszenie ogłoszono:  
**15.07.2002 BUP 15/02**

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:  
**28.02.2007 WUP 02/07**

(73) Uprawniony z patentu:

**Akademia Górniczo-Hutnicza  
im. Stanisława Staszica, Kraków, PL**

(72) Twórca(y) wynalazku:

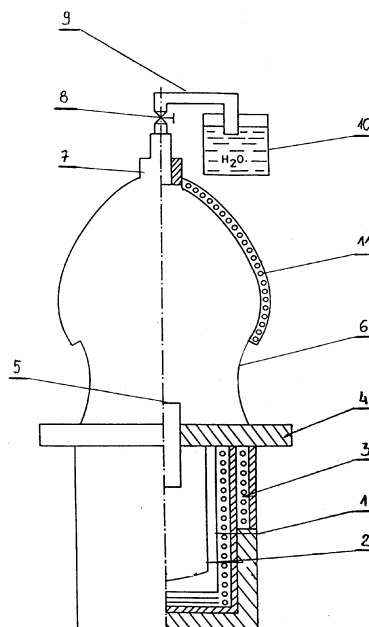
**Jerzy Nowakowski, Kraków, PL  
Władysław Bukiej, Kraków, PL**

(74) Pełnomocnik:

**Elżbieta Postołek,  
Akademia Górniczo-Hutnicza,  
im. Stanisława Staszica**

(57) 1. Sposób wytwarzania metalicznego arsenu w postaci krystalicznej polegający na tym, że związki arsenu poddaje się wysokotemperaturowej redukcji, a następnie mieszaninę gazową oziębia się powodując kondensację par arsenu, **znamienny tym**, że wsad stanowiący mieszaninę arsenianów sodowych oraz węgla drzewnego o uziarnieniu poniżej 1 mm w ilości 60-70% w stosunku do ilości arsenianów wprowadza się do komory reaktora (2), a następnie wsad nagrzewa się z szybkością 100°C na godzinę do temperatury 600-700°C, przy czym proces kondensacji prowadzi się przy nadciśnieniu do 100 mm H<sub>2</sub>O, kontrolując temperaturę schładzania par arsenu.

2. Urządzenie do wytwarzania metalicznego arsenu w postaci krystalicznej składające się z reaktora mającego ogrzewaną komorę oraz z kondensatora z wewnętrzną powierzchnią chłodzącą, **znamiennie tym**, że od góry reaktor (1) uszczelniony jest poziomą płytą (4), korzystnie z materiału ceramicznego wyposażoną w króciec (5), a na płycie (4) osadzony jest kondensator (6), korzystnie w kształcie dzwonu, mający w górnej części przewód wylotowy (7), połączony poprzez zawór odcinający (8) i przewód (9) z płuczką wodną (10), przy czym w górnym wypukłym obszarze kondensator (6) wyposażony jest w urządzenie (11) do nastawiania i regulowania temperatury powierzchni chłodzącej.



## Opis wynalazku

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania metalicznego arsenu oraz urządzenie do wytwarzania metalicznego arsenu wysokiej czystości o żądanej wielkości krystalitów z arsenianów sodowych, będących produktem odpadowym przemysłu miedziowego.

Metaliczny arsen wytwarza się metodą elektrochemiczną lub przez termiczny rozkład związków arsenu w fazie gazowej albo w różnych procesach redukcji.

Znany z polskiego opisu patentowego nr 132 914 sposób otrzymywania metalicznego arsenu polega na tym, że drobno zmielony koncentrat zawierający powyżej 10% arsenu z dodatkiem mieszaniny koksiku z węglanem amoniowym oraz środkiem powierzchniowo czynnym w postaci sulfonianu poddaje się procesowi wysokotemperaturowej redukcji w zakresie temperatur od 700 do 900°C. Wytwarzające się pary lotnego metalicznego arsenu kieruje się do chłodzonego odbieralnika, w którym następuje kondensacja par do metalicznego arsenu.

Ponadto znany jest z polskiego opisu patentowego nr 79 418 proces wytwarzania metalicznego arsenu krystalicznego w sposób ciągły oraz urządzenie do stosowania tego sposobu. Sposób polega na tym, że trójtlenek arsenu rozprasza się w strumieniu amoniaku w temperaturze 500-1000°C i w tych warunkach  $AsO_3$  poddaje się redukcji wodorem, powstałym z rozkładu amoniaku, a następnie mieszaninę gazową oziębia się powodując kondensację par arsenu w postaci krystalicznej. Urządzenie zawiera zasobnik, z którego związek arsenu jest rozprowadzany w postaci bardzo rozdrobnionej w strumieniu amoniaku, a następnie razem z amoniakiem jest wprowadzany do reaktora. W reaktorze przepływający gaz najpierw ulega homogenizacji ze związkiem arsenu przeprowadzonym poprzez odparowanie w fazę gazową, po czym po reakcji w odpowiedniej temperaturze mieszanina gazowa przepływa do kondensatora, gdzie metaliczny arsen, powstały w wyniku reakcji, wytrąca się w postaci krystalicznej, a gaz poreakcyjny przechodzi przez płuczkę wieżową, w której zostaje oczyszczony od pozostałego arsenu.

Sposób wytwarzania metalicznego arsenu w postaci krystalicznej polegający na tym, że związki arsenu poddaje się wysokotemperaturowej redukcji, a następnie mieszaninę gazową oziębia się powodując kondensację par arsenu, charakteryzuje się tym, że wsad stanowiący mieszaninę arsenianów sodowych oraz węgla drzewnego o uziarnieniu poniżej 1 mm w ilości 60-70% w stosunku do ilości arsenianów wprowadza się do komory reaktora. Następnie wsad nagrzewa się z szybkością 100°C na godzinę do temperatury 600-700°C, a proces kondensacji prowadzi się przy nadciśnieniu do 100 mm  $H_2O$ , kontrolując temperaturę schładzania par arsenu.

Urządzenie do wytwarzania metalicznego arsenu w postaci krystalicznej składające się z reaktora mającego ogrzewaną komorę oraz z kondensatora z wewnętrzną powierzchnią chłodzącą charakteryzuje się tym, że od góry reaktor uszczelniony jest poziomą płytą, korzystnie z materiału ceramicznego, przy czym płyta wyposażona jest w króciec. Na płycie osadzony jest kondensator, korzystnie w kształcie dzwonu, mający w górnej części przewód wylotowy, połączony przez zawór odcinający i przewód z płuczką wodną. W górnym wypukłym obszarze kondensator wyposażony jest w urządzenie do nastawiania i regulowania temperatury powierzchni chłodzącej.

Sposób według wynalazku umożliwia otrzymanie metodą jednostopniową metalicznego arsenu o czystości powyżej 99% o żądanej wielkości ziaren krystalitów przy stopniu uzysku powyżej 96%. Natomiast zaletą urządzenia jest jego prosta konstrukcja, co czyni go tanim inwestycyjnie.

Przedmiot wynalazku przedstawiony jest schematycznie w przykładzie wykonania na rysunku, który przedstawia urządzenie do wytwarzania metalicznego arsenu w półwidoku i półprzekroju.

Urządzenie składa się z reaktora 1 o kształcie cylindrycznym, wewnątrz którego usytuowana jest komora 2, ogrzewana za pomocą elektrycznych elementów oporowych 3. Od góry reaktor 1 uszczelniony jest poziomą płytą 4 z materiału ceramicznego, przy czym płyta 4 wyposażona jest w króciec 5. Na płycie 4 osadzony jest kondensator 6 w kształcie dzwonu, mający w górnej części przewód wylotowy 7, połączony przez zawór odcinający 8 i przewód 9 w postaci rurki z płuczką 10, którą stanowi zbiornik, zawierający wodę.

W górnym wypukłym obszarze kondensator 6 wyposażony jest w urządzenie 11 w postaci elektrycznych oporowych elementów, służące do nastawiania i regulowania temperatury wewnętrznej powierzchni chłodzącej.

2 kg arsenianu sodowego zawierającego 25% As po zmieszaniu z 1,2 kg węgla drzewnego umieszcza się w komorze 2 reaktora 1 o objętości 15  $dm^3$ , który następnie przykrywa się uszczelniającą poziomą płytą 4. Na płycie ustawia się kwarcowy kondensator 6 o objętości 25  $dm^3$ . Komorę 2

ogrzewa się z prędkością 100°C na godzinę do osiągnięcia temperatury 650°C, w której przez 12 godzin prowadzi się redukcję arsenianu sodowego. Gazy reakcyjne przechodzą z reaktora 1 poprzez króciec 5 do kondensatora 6 o chłodzonej wewnętrznej powierzchni, w którym proces kondensacji prowadzi się przy nadciśnieniu około 100 mm H<sub>2</sub>O, kontrolując temperaturę schładzania par arsenu. W górnym wypukłym obszarze kondensatora 6, który jest ogrzewany do temperatury około 110°C arsen wytrąca się w postaci grubokrystalicznej, w dolnym, wklęsłym obszarze kondensatora 6 otrzymuje się arsen drobnokrystaliczny, natomiast w króćcu 5 uzyskuje się arsen w postaci litej. W wyniku procesu otrzymuje się 96 g arsenu litego, 96 g arsenu drobnokrystalicznego i 288 g arsenu grubokrystalicznego, przy czym każda z otrzymanych frakcji jest rengenograficznie czysta, a stopień uzysku wynosi 96%.

Po opuszczeniu kondensatora 6 gaz poreakcyjny poprzez przewód wylotowy 7, zawór odcinający 8 i przewód 9 w postaci rurki przechodzi do płuczki 10, którą stanowi zbiornik, zawierający wodę.

### Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wytwarzania metalicznego arsenu w postaci krystalicznej polegający na tym, że związki arsenu poddaje się wysokotemperaturowej redukcji, a następnie mieszaninę gazową oziębia się powodując kondensację par arsenu, **znamienny tym**, że wsad stanowiący mieszaninę arsenianów sodowych oraz węgla drzewnego o uziarnieniu poniżej 1 mm w ilości 60-70% w stosunku do ilości arsenianów wprowadza się do komory reaktora (2), a następnie wsad nagrzewa się z szybkością 100°C na godzinę do temperatury 600-700°C, przy czym proces kondensacji prowadzi się przy nadciśnieniu do 100 mm H<sub>2</sub>O, kontrolując temperaturę schładzania par arsenu.

2. Urządzenie do wytwarzania metalicznego arsenu w postaci krystalicznej składające się z reaktora mającego ogrzewaną komorę oraz z kondensatora z wewnętrzną powierzchnią chłodzącą, **znamiennie tym**, że od góry reaktor (1) uszczelniony jest poziomą płytą (4), korzystnie z materiału ceramicznego wyposażoną w króciec (5), a na płycie (4) osadzony jest kondensator (6), korzystnie w kształcie dzwonu, mający w górnej części przewód wylotowy (7), połączony poprzez zawór odcinający (8) i przewód (9) z płuczką wodną (10), przy czym w górnym wypukłym obszarze kondensator (6) wyposażony jest w urządzenie (11) do nastawiania i regulowania temperatury powierzchni chłodzącej.

## Rysunek

