



POLSKIEJ RZECZYPOSPOLITEJ LUDOWEJ

OPIS PATENTOWY

Nr 43479

12m, 41/00
Kl. 12 n, 10

Bytomska Wytwórnia Chemiczna Przemysłu Terenowego*)

Bytom, Polska

Sposób wytwarzania kwasu wolframowego o najwyższej czystości

Patent trwa od dnia 25 stycznia 1960 r.

Kwas wolframowy używany do przeróbki na wolfram metaliczny przeznaczony do wytwarzania drucików żarzeniowych lamp żarowych powinien być najwyższej czystości, to znaczy nie powinien zawierać zanieczyszczeń zwłaszcza molibdenu, żelaza i krzemu, wykrywalnych spektrograficznie. Znane są różne sposoby oczyszczania technicznych związków wolframu w celu wytworzenia kwasu wolframowego najwyższej czystości. Jedne z nich, jak np. według patentu polskiego nr 39877, polega na rozpuszczeniu kwasu wolframowego w alkaliach i wytrącaniu go ponownie z tego roztworu kwasem mineralnym. Ponadto wytrącony osad poddaje się wytrawianiu przez gotowanie w kwasie. Prowadzi to do zmniejszenia ilości zanieczyszczeń, jednakże wymaga wielokrotnego powtórzenia wymienionych zabiegów. Proces ten jest

pracochłonny i powoduje straty kwasu wolframowego związane z każdym zabiegiem. Można również wykorzystywać do oczyszczania związków wolframu małą rozpuszczalność parawolframianu amonowego, czyli soli amonowej kwasu 24-tleno 7-wolframowego. Przez rozpuszczenie kwasu wolframowego w wodzie amoniakalnej a następnie gotowanie roztworu i odpędzanie wolnego amoniaku wytrąca się parawolframian amonowy. Część zanieczyszczeń pozostaje w roztworze, jednakże część ich przechodzi do osadu i wynik oczyszczenia w wysokim stopniu zależy od dalszej przeróbki wytrąconego parawolframianu. Patent francuski nr 963.796 podaje następujący sposób przeróbki parawolframianu. Parawolframian amonowy rozpuszcza się w gorącej wodzie, najlepiej o temperaturze wrzenia. Ze względu na małą rozpuszczalność tej soli wymaga to dużej ilości wody. Rozcieńczony roztwór sący się na gorąco, a następnie z przesączu wytrąca się kwas wolframowy przez zakwaszenie. Ponieważ za-

*) Właściciel patentu oświadczył, że współtwórcami wynalazku są inż. Hubert Niewidok i inż. Gabriel Tencer.

nieczyszczenia wytrącają się głównie wraz z pierwszym powstającym osadem, zakwaszanie to prowadzi się stopniowo, odbierając partiami osad kwasu wolframowego, którego część wymaga zawrócenia ponownie do oczyszczania.

Sposób według wynalazku również wykorzystuje trudną rozpuszczalność parawolframianu amonowego, jednakże posiada tę przewagę nad sposobem znanym, że przy dalszej przeróbce parawolframianu unika manipulacji z wielkimi objętościami gorącego roztworu oraz otrzymuje od razu całą ilość kwasu wolframowego w stanie najwyższej czystości.

Według wynalazku, osad parawolframianu amonowego wytrącony w sposób znany i opisany powyżej wprowadza się do małej ilości gorącego rozcieńczonego kwasu mineralnego. Następuje przy tym rozkład stałego parawolframianu na kwas wolframowy. Mimo niewielkiej objętości roztworu, zanieczyszczenia pozostają w roztworze, a wytrącony kwas wolframowy jest dostatecznie czysty. Ponieważ powstaje on w tych warunkach w postaci drobno krystalicznej, szczególnie dogodnej do przemywania i sączenia, wystarczy przemyć go wodą destylowaną do zaniku reakcji na jon NH_4^+ . Po wysuszeniu otrzymuje się kwas wolframowy o najwyższej czystości z dużą wydajnością.

Przykład. 50 części objętościowych kwasu azotowego 60%owego rozcieńczono 150 częściami objętościowymi wody destylowanej i przy temperaturze 70–80° dodano 250 części

wagowych parawolframianu amonowego jednocześnie mieszając i utrzymując temperaturę w ciągu 2½ godzin, nie przestając mieszać. Po zatrzymaniu mieszadła i osadzeniu się kwasu wolframowego, roztwór powstałego azotanu amonowego usunięto przez dekantację, osad zadano 250 częściami objętościowymi wody destylowanej, wymieszano i przesączono. Na filtrze przemywano wodą destylowaną aż do zaniku reakcji na NH_4^+ , po czym wysuszono. Otrzymano z wydajnością przeszło 99% wydajności teoretycznej kwas wolframowy o najwyższej czystości.

Zastrzeżenie patentowe

Sposób wytwarzania kwasu wolframowego o najwyższej czystości przez rozpuszczanie kwasu wolframowego w amoniaku i wytrącanie parawolframianu amonowego oraz jego rozkład kwasem, znamienny tym, że stały parawolframian amonowy wprowadza się do gorącego roztworu rozcieńczonego kwasu mineralnego i miesza, utrzymując podwyższoną temperaturę w przeciągu 2–3 godzin, po czym z roztworu wydziela się wytrącony kwas wolframowy, przemywa wodą destylowaną i suszy.

Bytomska Wytwórnia Chemiczna
Przemysłu Terenowego
Zastępca: mgr inż. Witold Hennel
rzecznik patentowy