



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY
A OBJEVY

POPIS VYNÁLEZU K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

261282

(11)

(B1)

(22) Přihlášeno 25 06 87
(21) PV 4722-87.P

(51) Int. Cl.⁴

G 01 N 31/02

(40) Zveřejněno 15 06 88

(45) Vydáno 15 06 89

(75)

Autor vynálezu

KODÝTEK VILÉM ing., HRDLÍČKOVÁ EVA ing., ÚSTÍ nad Labem

(54) Způsob stanovení wolframu

Řešení se týká způsobu stanovení wolframu při rozbořech wolframových rud, meziproductů výroby wolframu a jeho sloučenin, těchto sloučenin samotných a dalších pevných nebo kapalných látek s obsahem wolframu asi nad 5 % hmot. Cílem je snížení pracnosti a doby trvání přesného gravimetrického stanovení wolframu. Tohoto cíle se dosáhne použitím 2,4,6-tri-amino-1,3,5-triazinu ke srážení wolframu (VI) z roztoku, promytím sraženiny vodou, jejím vyžiháním a gravimetrickým stanovením ve formě oxidu wolframového.

Vynález se týká způsobu stanovení wolframu gravimetrickou metodou, spočívajícího ve vysrážení wolframu z vodného roztoku působením organické dusíkaté zásady, z vyžíhání sraženiny při teplotě 600 až 850 °C a v gravimetrickém stanovení wolframu jako oxidu wolframového WO_3 .

K přesnému stanovení obsahu wolframu se používá tzv. cinchoninová metoda (S. W. H. Yih a C. T. Wang, Tungsten, Plenum, New York, 1979, str. 443; J. Michal. E. Pavlíková, P. Peták, Analýza rud a produktů jejich zpracování, SNTL, Praha, 1984, str. 414). Při jejím provádění se nejprve ze vzorku (v případě pevného vzorku po jeho převedení do vodného roztoku) srazí působením kyseliny chlorovodíkové a dusičné kyselina wolframová. Ta se promyje zředěnou kyselinou chlorovodíkovou a potom se rozpustí ve vodném roztoku amoniaku. Z tohoto roztoku a také z promývacích vod se srazí wolfram cinchoninem a sraženina se nakonec vyžihá a zvaží. Uvedený postup je velmi přesný, avšak také značně zdlouhavý a pracný.

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob stanovení wolframu gravimetrickou metodou podle vynálezu, spočívající ve vysrážení wolframu z vodného roztoku působením organické dusíkaté zásady, ve vyžíhání sraženiny při teplotě 600 až 850 °C a v gravimetrickém stanovení wolframu jako oxidu wolframového WO_3 . Tento způsob spočívá v tom, že se wolfram z vodného roztoku vysráží působením 2,4,6-triamino-1,3,5-triazinu (melaminu) při pH 4,5 až 6,5 a sraženina se před vyžíháním promyje vodou.

Výhodou postupu podle vynálezu je rychlost a jednoduchost stanovení ve srovnání s cinchoninovou metodou při zachování prakticky stejné přesnosti. Jinou výhodou je náhrada drahého cinchoninu levnějším melaminem.

Postup podle vynálezu je založen na překvapivém zjištění, že wolfram lze z vodného roztoku kvantitativně vysrážet melaminem a dále na zjištění, že sraženinu lze dokonale a bez ztrát promýt destilovanou nebo deionizovanou vodou. Podle vynálezu se postupuje tak, že s k roztoku obsahujícím wolfram (VI), s výhodou při 60 až 100 °C, přidá melamin v poměru látkových množství k wolframu aspoň asi 0,8:1. Směs se promíchá při pH asi 4,5 až asi 6,5, ochladí se a nechá se aspoň asi 2 h stát. Pak se zfiltruje a promyje vodou, popřípadě velmi zředěným roztokem minerální kyseliny. Sraženina se nakonec obvyklým způsobem vyžihá a stanoví se hmotnost produktu žíhání, oxidu wolframového WO_3 . Postup podle vynálezu lze použít ve spojení s jinými postupy, například při srážení wolframu z čpavkového roztoku v cinchoninové metodě. Poskytuje však velmi přesné výsledky v té podobě, jak byl výše popsán.

P ř í k l a d provedení

5 ml výluhu z wolframové rudy se zředí vodou na asi 30 ml, roztok se zahřeje na 70 °C a přidají se 2 g melaminu. Po 15 minutách míchání se směs ochladí na teplotu místnosti a nechá se 5 h stát. Pak se zfiltruje přes papírový filtr modrou pásku a sraženina se promyje 50 ml destilované vody. Po promytí se filtrační papír se sraženinou vloží do platinového kelímku, vysuší se a spálí a obsah kelímku se pak 2 h žihá při 750 °C. Zjištěný obsah oxidu wolframového WO_3 ve výluhu je 176,4 g/l. Cinchoninovou metodou byla nalezena hodnota 176,8 g/l.

P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob stanovení wolframu gravimetrickou metodou, spočívající ve vysrážení wolframu z vodného roztoku působením organické dusíkaté zásady, vyžíhání sraženiny při teplotě 600 až 850 °C a gravimetrickém stanovení wolframu jako oxidu wolframového WO_3 vyznačený tím, že se wolfram z vodného roztoku vysráží působením 2,4,6-triamino-1,3,5-triazinu při pH 4,5 až 6,5 a sraženina se před vyžíháním promyje vodou.