



ÚŘAD PRO VYNÁLEZY  
A OBJEVY

# POPIS VYNÁLEZU

## K AUTORSKÉMU OSVĚDČENÍ

263 305

(11) (B1)

(61)

(23) Výstavní priorita  
(22) Přihlášeno 25 06 87  
(21) PV 4724-87.T

(51) Int. Cl.<sup>4</sup>  
C 01 G 41/00

(40) Zveřejněno 16 09 88  
(45) Vydáno 1.3.1990

(75)  
Autor vynálezu

KODÝTEK VILÉM ing.,  
GRUNT MILOSLAV ing., ÚSTÍ NAD LABEM

(54) Způsob výroby kyseliny wolframové

Zjednodušení postupu výroby velmi čisté kyseliny wolframové a zvýšení ekonomické výhodnosti této výroby se dosáhne postupem, při němž se z roztoku obsahujícího wolfram sodný a/nebo amonný, například z výluhu wolframové rudy, sráží wolframan působením 2,4,6-triamino-1,3,5-triazinu při pH 1 až 7. Ze sraženiny se extrahuje wolfram do vodného roztoku amoniaku, zatímco melamín zůstane v pevné fázi a po oddělení od roztoku může být znovu použit. Přidáním kyseliny chlorovodíkové, sírové nebo dusičné k vodnému roztoku se vysráží kyselina wolframová.

Vynález se týká způsobu výroby kyseliny wolframové z vodného roztoku obsahujícího wolframan sodný a/nebo wolframan amonný, zahrnujícího srážení wolframu z vodného roztoku působením organické dusíkaté zásady a srážení kyseliny wolframové z vodného roztoku působením silné minerální kyseliny jako kyseliny chlorovodíkové, dusičné nebo sírové.

Při výrobě wolframového prášku se dnes převážně vychází z parawolframanu amonného, připravovaného některým hydrometalurgickým postupem, nejčastěji cestou kapalinové extrakce, z wolframové rudy. Jinou surovinou pro výrobu wolframového prášku, která dříve převládala a dodnes se používá vedle parawolframanu amonného, je kyselina wolframová. Lze ji připravit například působením kyseliny chlorovodíkové na wolframan vápenatý nebo srážením z výluhu z wolframové rudy přidavkem kyseliny chlorovodíkové, dusičné nebo sírové. Nevýhodou těchto postupů je vznik nepříliš čistého produktu. Nedávno byl popsán postup výroby kyseliny wolframové srážením minerální kyselinou z roztoku wolframanu amonného, připraveného cestou kapalinové extrakce. Tímto postupem se získá čistý produkt, avšak postup

sám je velmi složitý a nákladný.

263 305

Výše uvedené nevýhody odstraňuje způsob výroby kyseliny wolframové z vodného roztoku obsahujícího wolframan sodný a/nebo wolframan amonný, zahrnující srážení wolframu z vodného roztoku působením organické dusíkaté zásady a srážení kyseliny wolframové z vodného roztoku přidavkem silné minerální kyseliny jako kyseliny chlorovodíkové, dusičné nebo sírové. Tento způsob spočívá v tom, že se wolfram z vodného roztoku obsahujícího wolframan sodný a/nebo wolframan amonný srazí působením 2,4,6-triamino-1,3,5-triazinu (melaminu) při pH 1 až 7, vzniklá sraženina se oddělí od zbylého roztoku, z této sraženiny se extrahuje wolfram vodným roztokem amoniaku, vodný roztok po extrakci se oddělí od zbylé pevné fáze, k tomuto roztoku se přidá silná minerální kyselina a vyloučená kyselina wolframová se oddělí od kapalné fáze. Výhodou postupu podle vynálezu je vysoká kvalita produktu a jednodušší provedení ve srovnání se známým postupem. Postup podle vynálezu je velmi výhodný i ekonomicky, neboť až asi 95 % použitého melaminu lze po oddělení od roztoku po extrakci znovu použít.

Při postupu podle vynálezu lze vyjít z výluhu po alkalickém rozkladu wolframové rudy nebo druhotné wolframové suroviny, obsahujícího wolframan sodný a zpravidla síran nebo chlorid sodný. Postup podle vynálezu lze aplikovat i na roztok wolframanu sodného nebo amonného, připravený ze surové kyseliny wolframové, získané kyselým rozkladem wolframové rudy nebo wolframového odpadu. Také matečné roztoky z krystalizace parawolframanu amonného lze postupem podle vynálezu zpracovat na velmi čistý produkt.

#### Příklad

K 500 ml výluhu z wolframové rudy (168,5 g/l wolframanu sodného (jako oxid wolframový  $WO_3$ ), 112 mg/l oxidu křemičitého  $SiO_2$  25 mg/l arsenu As, 260 mg/l molybdenu Mo) se

zahřeje na 70 °C, přidá se 50 g melaminu a pomalým pří-  
davkem 32% kyseliny chlorovodíkové se upraví pH na 6,05  
(měřeno při 25 °C). Po ochlazení se reakční směs zfilt-  
ruje a sraženina promyje vodou. Sraženina se suspenduje  
ve vodě, přidá se 120 ml 25% vodného roztoku amoniaku a  
směs se 1 h míchá. Potom se při teplotě 18 °C odfiltru-  
je pevný melamin a čirý roztok se zahřeje na 90 °C. Při-  
dá se 310 ml 32% kyseliny chlorovodíkové, směs se 2 h  
míchá při 90 °C, potom se zfiltruje a vyloučená kyselina  
wolframová se promyje 1% kyselinou dusičnou. Produkt ob-  
sahuje 0,014 % Mo, 0,007 % SiO<sub>2</sub> a 0,0008 % As.

#### P Ř E D M Ě T V Y N Á L E Z U

Způsob výroby kyseliny wolframové z vodného roztoku  
obsahujícího wolframan sodný a/nebo wolframan amonný, za-  
hrnující srážení wolframu z vodného roztoku působením  
organické dusíkaté zásady a srážení kyseliny wolframové  
z vodného roztoku působením silné minerální kyseliny jako  
kyseliny chlorovodíkové, dusičné nebo sírové, vyznačený  
tím, že se wolfram z vodného roztoku obsahujícího wolfra-  
man sodný a/nebo amonný srazí působením  
2,4,6-triamino-1,3,5-triazinu při pH 1 až 7,  
vzniklá sraženina se oddělí od zbylého roztoku, z této  
sraženiny se extrahuje wolfram vodným roztokem amoniaku,  
vodný roztok po extrakci se oddělí od zbylé pevné fáze,  
k tomuto roztoku se přidá silná minerální kyselina a vy-  
loučená kyselina wolframová se oddělí od kapalné fáze.