



Patent dodatkowy
do patentu nr _____

Zgłoszono: 80 05 14 (P. 224222)

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 81 11 27

Opis patentowy opublikowano: 1986 02 10

Int. Cl.⁸ C01G 41/02

Twórca wynalazku: Stanisław Marek Rychlicki

Uprawniony z patentu: Centralny Ośrodek Badawczo-Rozwojowy „Polam”,
Warszawa (Polska)

Sposób rozpuszczania kwasu wolframowego w wodzie amoniakalnej

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób rozpuszczania kwasu wolframowego w wodzie amoniakalnej stosowany zwłaszcza w produkcji materiałów lampowych dla przemysłu oświetleniowego.

Znany dotychczas i najczęściej stosowany w produkcji przemysłowej sposób rozpuszczania kwasu wolframowego polega na wymieszaniu odmierzonej dozy wody destylowanej, stężonej wody amoniakalnej i kwasu wolframowego w postaci proszku. Mieszanie odbywa się sprężonym powietrzem. Po wymieszaniu otrzymany roztwór pozostawia się w zbiorniku. Nierozpuszczone cząstki kwasu wolframowego osadzają się na dnie zbiornika. Po odstaniu klarowny roztwór zlewa się z nad osadu.

Istotną wadą opisanego wyżej sposobu jest brak możliwości otrzymywania roztworów o powtarzalnych parametrach, co wynika ze stosowania sprężonego powietrza do mieszania i nie daje możliwości całkowitego rozpuszczenia kwasu wolframowego. W roztworze pozostaje osad z nierozpuszczonych cząstek kwasu. Ciężar właściwy tak otrzymanego roztworu waha się w dużych granicach.

Zgodnie z wynalazkiem sposób rozpuszczania kwasu wolframowego w wodzie amoniakalnej polega na mieszaniu kwasu wolframowego i wody amoniakalnej a następnie klarowaniu i rozdzielaniu mieszaniny poreakcyjnej. Wodę amoniakalną stanowiącą rozpuszczalnik, przygotowuje się przez mieszanie stężonej wody amoniakalnej z wodą destylowaną lub wodą zdemineralizowaną lub kon-

2

densatem amoniakalnym, przy zachowaniu stałego stężenia i temperatury, korzystnie w zakresie 5–10% wagowych i 20°–40°C. Kwas wolframowy dostarczany do wody amoniakalnej wprowadza się w stan zawiesiny w procesie ciągłego mieszania. Mieszanie prowadzi się z prędkością zmniejszającą się ze wzrostem gęstości roztworu, aż do uzyskania zadanej wartości gęstości zawiesiny. Proces rozpuszczania kwasu wolframowego w wodzie amoniakalnej stanowi reakcję egzotermiczną. Temperaturę tej reakcji reguluje się stężeniem zawiesiny kwasu wolframowego. Następnie prowadzi się rozdzielanie mieszaniny poreakcyjnej przez sedymentację, korzystnie w temperaturze 40°C.

Sposób rozpuszczania kwasu wolframowego według wynalazku posiada szereg zalet, z których naistotniejszą jest możliwość otrzymania roztworów kwasu wolframowego o ustalonych i powtarzalnych parametrach. Prowadzenie procesu rozpuszczania w zawiesinie o regulowanym stężeniu znacznie zmniejsza ilość cząstek nierozpuszczonych oraz przyspiesza sam proces. Utrzymywanie stałej temperatury podczas rozpuszczania zapobiega samorzutnej krystalizacji.

Przedmiot wynalazku jest bliżej wyjaśniony w przykładzie wykonania.

Przykład. W pierwszej fazie procesu miesza się wodę destylowaną ze stężoną wodą amoniakalną. W czasie mieszania utrzymuje się stałe stężenie roztworu wynoszące 8% wagowych oraz stałą

3

temperaturę 30°C. Otrzymany roztwór stanowi rozpuszczalnik. Kwas wolframowy w postaci proszku o wielkości ziarna 100 μm dostarczony do rozpuszczalnika wprowadza się w stan zawiesiny w procesie ciągłego mieszania z prędkością zmniejszającą się ze wzrostem gęstości roztworu, aż do uzyskania końcowej gęstości roztworu równej 1,320 g/cm³. Temperaturę egzotermicznej reakcji rozpuszczania reguluje się stężeniem zawiesiny kwasu wolframowego. Następnie prowadzi się rozdzielanie mieszaniny poreakcyjnej przez sedymentację w temperaturze 40°C.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób rozpuszczania kwasu wolframowego w wodzie amoniakalnej polegający na mieszaniu kwasu wolframowego i wody amoniakalnej, a następnie klarowaniu i rozdzielaniu mieszaniny po-

4

reakcyjnej, **znamienny tym**, że kwas wolframowy dostarczany do wody amoniakalnej wprowadza się w stan zawiesiny w procesie ciągłego mieszania z prędkością zmniejszającą się ze wzrostem gęstości roztworu aż do uzyskania zadanej wartości gęstości zawiesiny, przy czym temperaturę egzotermicznej reakcji rozpuszczania reguluje się stężeniem zawiesiny kwasu wolframowego.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wodę amoniakalną stanowiącą rozpuszczalnik, przygotowuje się przez mieszanie stężonej wody amoniakalnej z wodą destylowaną lub wodą zdemineralizowaną lub kondensatem amoniakalnym przy zachowaniu stałego stężenia i temperatury, korzystnie w zakresie 5—10% wagowych i 20—40°C.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że rozdzielanie mieszaniny poreakcyjnej prowadzi się przez sedymentację, korzystnie w temperaturze 40°C.