

MEMORIA DESCRIPTIVA

D. Carlos BOUQUILLON LIZE y D. Mauricio GRISAU de CHILEY.- BARCELONA



156296

PATENTE DE INTRODUCCION

por 10 años

para "Procedimiento de preparación de ácido tungstico"

a favor de D. Carlos BOQUILLON LIZE y D. Mauricio GRISAU de CHILLY, ambos de nacionalidad francesa, residentes en España.

MEMORIA DESCRIPTIVA

La patente de introducción a que se refiere la presente memoria descriptiva está destinada a garantizar la explotación exclusiva de un procedimiento para la producción de ácido tungstico, que puede obtenerse en dos estados diferentes, uno de ellos, el menos refinado, puede tener diversas aplicaciones, por ejemplo la obtención de carburo de tungsteno y de otros compuestos químicos a base de tungsteno, y tanto en el estado menos puro como en el que lo es más el ácido tungstico producido puede aplicarse también a la obtención de compuestos químicos y por ejemplo a la constitución de útiles duros e incluso a la producción de filamentos para lámparas eléctricas de incandescencia, por treñilado.

El procedimiento de que se trata se lleva a la práctica del modo que a continuación se explica.

Se emplea como materia inicial el wolframio, que es un mineral de tungstato de hierro y de manganeso que contiene proporciones variables de anhídrido o ácido tungstico, sometiendo dicho tungstato a desmenuzado o a



156296

molturación fina.

5 El mineral pulverizado es atacado por una solución hirviente de sosa cáustica, pudiendo, si se considera conveniente, proceder previamente a una tostación del mineral antedicho. Por consecuencia de la referida operación se obtiene una solución que contiene anhídrido tungstíco en forma de tungstato de sosa impuro y un residuo que contiene hierro, manganeso, gran parte de sílice y eventualmente otras materias residuarias.

10 PRIMERA PRECIPITACION

15 La solución antedicha se filtra y se precipita por acción del ácido clorhídrico con exceso de este ácido, y auxiliando la operación mediante elevación de temperatura; esta operación se realiza por ejemplo en aparatos de doble fondo con circulación de vapor.

20 Por la operación anterior se obtiene un precipitado de ácido tungstíco amarillo y una solución ácida de cloruro sódico que es eliminada; se lava el ácido tungstíco repetidamente por decantación con agua destilada acidulada.

El ácido tungstíco amarillo precipitado y lavado es filtrado, y luego tratado con agua destilada que contenga nitrato amónico.

25 A continuación el ácido tungstíco es disuelto en amoniaco, precipitándose y obteniéndose una solución de tungstato de amonio y además un depósito de residuos que contienen impurezas, lo cual se filtra al vacío para retener estas impurezas y se recoge el tungstato de amonio en un recipiente al vacío, en estado de menor pureza.

30 SEGUNDA PRECIPITACION

35 La solución de tungstato de amonio es precipitada mediante ácido clorhídrico diluído para obtener ácido tungstíco amarillo, purificado, y por otra parte una solución de cloruro de amonio que contiene la mayor parte de las impurezas del ácido tungstíco que provienen de la primera precipitación; se lava después repetidamente con agua destilada acidulada.

40 El ácido tungstíco se separa por filtración, y es lavado del propio modo que se ha indicado anteriormente, desecándolo después, pulverizándolo y tamizándolo.

45 Por las operaciones indicadas hasta aquí se obtiene ácido tungstíco ordinario, y si el ácido tungstíco se quiere producir en estado de mayor pureza para destinarlo, por ejemplo entre otras aplicaciones a la fabricación



156296

5 de filamentos para lámparas de incandescencia, el ácido tungstíco tal como se ha obtenido según lo explicado anteriormente se disuelve en amoniaco, transformándolo en tungstato de amoniaco, se filtra al vacío y se evapora a presión reducida, cristalizando la sal amoniaca de tungsteno en paratungsteno de amoniaco puro y obteniendo además un líquido residual que se separa del paratungstato antedicho por filtración, después de la cual los cristales obtenidos se lavan, se secan y se envasan.

10 Para obtener aún mayor purificación del paratungstato de amoniaco, se tratan sus cristales por una solución acuosa de potasa cáustica que lo transforma en tungstato de potasa, precipitándose nuevamente una parte de las impurezas restantes.

15 Después se somete el líquido a filtración al vacío para separar los residuos, y se hace precipitar el tungstato de potasa obtenido por ácido clorhídrico diluido hirviente, y luego se filtra, se lava y se seca, y finalmente se pulveriza y se tamiza.

20 El tungsteno, tanto si se trata del obtenido según el primer grupo de operaciones como del más purificado por el tratamiento completo antes reseñado, se reduce mediante la acción de hornos eléctricos; las operaciones se realizan en dos fases y mediante la intervención de una corriente de hidrógeno que circula constantemente, transformándose el tungsteno en la primera fase en óxido intermediario; para la realización de la segunda fase de reducción se mezcla en cantidad proporcional el óxido intermediario con ácido tungstíco nuevo, pasando por segunda vez a los hornos de reducción, de los cuales se retira el tungsteno metálico en estado pulverulento.

35 Este polvo se moldea a presión para obtener lingotes que son relativamente frágiles, por lo que se someten a una primera cocción en hornos eléctricos con corriente de hidrógeno a fin de que dichos lingotes ofrezcan cohesión suficiente para recibir una segunda cocción, que es la definitiva, eliminando durante ésta, por una corriente de hidrógeno, el aire que puedan contener los propios lingotes; esta segunda cocción se obtiene haciendo atravesar el lingote por una corriente eléctrica de apropiada intensidad.

45 Después de la segunda cocción el lingote o la barra de tungsteno puede ya recibir en caliente las operaciones de martilleo para trefilarlo luego, también en caliente, mediante hileras de paso duro, por ejemplo primeramente en hileras de carburo de tungsteno y luego en otras de diamante para obtener filamentos propios para la fabricación de lámparas eléctricas de incandescencia.

También puede destinarse el tungsteno más purifi-

156288



- 4 -

cado a la obtención de útiles duros y a otras aplicaciones.

NOTA

Por la patente de introducción a que se refiere la presente memoria descriptiva se REIVINDICA:

5 1.- La explotación exclusiva de un procedimiento de preparación de ácido tungstico, como primera materia para diversas aplicaciones incluso a la producción, por
10 trefilado, de filamentos para lámparas eléctricas, el cual procedimiento consiste esencialmente en someter el wolframio a desmenuzado o molturación fina, tratamiento por
15 sosa cáustica, previa tostación potestativa del mineral, filtrado de la solución y precipitado de la misma por ácido clorhídrico, lavando el ácido tungstico obtenido por
 dicha precipitación con agua destilada acidulada y tratándolo con solución de nitrato amónico, disolviéndolo luego en amoniaco, precipitando y filtrando al vacío para separar impurezas.

20 2.- La explotación exclusiva del procedimiento consignado en la reivindicación precedente, realizando una segunda precipitación para obtener mayor purificación en el ácido tungstico obtenido según lo detallado en dicha reivindicación anterior, tratando dicho ácido tungstico mediante ácido clorhídrico y parte de impurezas con cloruro de amonio, lavando luego con agua acidulada y filtrando y lavándolo como antes, desecándolo,
25 pulverizándolo y tamizándolo.

30 3.- La explotación exclusiva del procedimiento consignado en las reivindicaciones anteriores, tratando el ácido tungstico producido, para obtenerlo en mayor pureza, por disolución en amoniaco, filtrando y evaporando para obtener cristales de paratungstato amónico puro y residuos que se separan por filtración, lavando los cristales obtenidos, los cuales pueden ser tratados por una solución acuosa de potasa cáustica, precipitando luego las impurezas restantes y filtrando para separar estas impurezas, haciendo precipitar el tungstato de potasa por ácido clorhídrico, filtrando nuevamente, lavando, secando, pulverizando el producto obtenido y tamizándolo.
35

40 4.- La explotación exclusiva, en el procedimiento consignado en las reivindicaciones precedentes, del tratamiento de ambas calidades de tungsteno obtenido por reducción en hornos eléctricos mediante intervención de hidrógeno, realizándose dicho tratamiento en dos fases
45 de operaciones para obtener en la segunda fase la reduc-

106296

- 5 -



ción del óxido obtenido en la primera, mediante ácido túngstico nuevo, y produciéndose tungsteno metálico en estado pulverulento.

5 5.- La explotación exclusiva del procedimiento consignado en las reivindicaciones anteriores, realizando el moldeo del polvo de tungsteno obtenido para obtener lingotes, que son relativamente frágiles y que se hacen más coherentes mediante dos cocciones por corriente eléctrica y tratamiento con corriente de hidrógeno.

10 6.- La explotación exclusiva del tratamiento del tungsteno obtenido según la reivindicación 5 por martilleo para destinarlo a diversas aplicaciones y a la producción de filamentos para la fabricación de lámparas eléctricas de incandescencia o útiles duros para herramientas.

7.- La explotación exclusiva del objeto de la patente, sean cuales fueren las circunstancias que concurren con su esencialidad definida en las anteriores reivindicaciones, cual objeto es:

20 "Procedimiento de preparación de ácido túngstico".

Consta la presente memoria de cinco hojas foliadas, escritas por una sola cara.

Barcelona, 14 de Febrero de 1942.

F. p. de D. Carlos BOCQUILLON LIZÉ y

D. Mauricio GRISAU de CHILLY,