

C. 112
I. 282

DETERMINACIÓN DE WOLFRAMIO EN MINERALES

MÉTODO EMPLEADO EN MINA "LA CHOJLLA" DE LA
REPÚBLICA DE BOLIVIA, PROPIEDAD DE INTERNATIONAL
MINING COMPANY

DESARROLLADA EN EL LABORATORIO DE QUÍMICA DE ESTA
REPARTICIÓN

Por: ESTEBAN ARIAS CÁU

AGOSTO DE 1972

2601

DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA

JUJUY



LABORATORIO DE QUIMICA.-

Esteban Arias Cáu



-DETERMINACION DE WOLFRAMIO EN MINERALES.-

Marcha analítica empleada para minerales de Mina LA CHOJLLA, de la República de Bolivia, propiedad de INTERNATIONAL MINING COMPANY, y, desarrollada por el Laboratorio de Química de esta Dirección.-

- La determinación de las leyes del W constan de cinco fases, como siguen a continuación:

1ra. parte.-

-Se pesan 0.5000 gramos de muestra finamente pulverizada y afinada en mortero de Agata, y se coloca en un Erlenmeyer de 300 c.c. Luego se añaden 55 cc de agua destilada, con el propósito de humedecer uniformemente la muestra, entonces se agregan 80 cc de HCl concentrado y se calienta por espacio de una hora, cuidando que la temperatura no sea mayor de 70 grados centígrados, ya que las temperaturas muy altas eliminan demasiado rápidamente los gases de HCl. Se recomienda agitar continuamente el matraz, suavemente, para evitar que la muestra quede en el fondo, o que se formen costras, cosa que en esta primera parte no es conveniente.-

-Siempre debe tratarse de que se disuelva todo, hasta llegar a más o menos 15 cc, observando si es que la muestra ha sido bien atacada y transformada en ácido wolfrámico. El color característico de la muestra en este estado es el pardo oscuro.

2da .parte.-

-Se deja enfriar durante dos minutos ; Se agregan 0.5000 gramos de clorato de potasio para oxidar la muestra, y se continúa el ataque , pero más suave que el anterior, hasta llegar a un volumen de unos 5 cc. Aquí se nota ya la formación de costras de color amarillo oscuro. Debe procurarse que no se produzca la sequedad, es decir, que quede con un poco de humedad, para que en la próxima fase la disolución sea más fácil.-

3ra. parte.-



-Esta tercera parte se comienza agregando 30 cc. de HCl y 15 cc. de HNO_3 concentrado. (por la adición de ácidos se disuelve el precipitado, o sean, las costras amarillas).- Se continúa con el ataque, conservando la temperatura de la primera parte, aproximadamente durante una hora, agitando el matraz a intervalos para completar la perfecta descomposición del mineral, hasta reducir a un volumen de 10 cc. En la parte final de esta fase se añaden 25 cc. de H_2O y 2 cc. de clorhidrato de quinina, sometiendo a ebullición por espacio de 2 minutos, y de este modo se precipita el anhídrido tungstítico (WO_3) y se deja decantar durante dos horas. Esta fase se completa con la precipitación del WO_3 y del estaño con el HNO_3 .-

4 ta. parte.-

-Filtramos la solución a través de doble filtro N° 40 de 12.5 cm de diámetro, se lava con agua destilada caliente 6 veces para separar en su totalidad el Fe-Mn-Zn y algunas otras impurezas que pudiera contener, quedando en el filtro el precipitado exento de impurezas. A éste se le ~~tr~~ traslada al matraz original por medio de un embudo, lavando con un chorrito de agua caliente, no excediendo los 50 cc. Ahora se disuelve el precipitado del WO_3 que se encuentra en el matraz con 20 cc. de amoníaco concentrado al igual que al precipitado que queda adherido en el filtro. A este último se le disuelve haciendo gotear en sus contornos unos 5 cc. de amoníaco, recibiendo estas soluciones en un vaso de precipitación de 600 cc. La solución ubicada en el matraz se calienta hasta que llegue a ebullición, y después de dejarla enfriar un poco se le adicionan 2 gramos de NH_4Cl para precipitar la opalescencia, y, nuevamente se hace hervir, con lo que el WO_3 queda transformado en $\text{WO}_4(\text{NH}_4)_2$.-

-Filtrase esta solución por el filtro original, recibiendo la solución en un vaso de 600 cc. Para obtener un filtrado completamente cristalino y evitar que pasen impurezas, se aconseja colocar un poco de papel pulpa en el filtro. Teniendo en cuenta que, en las primeras filtradas puede pasar algo de SiO_2 , deben refiltrárselas, y lavar luego con agua calien

DIRECCION PROVINCIAL DE MINERIA

JUJUY



te hasta quitar toda la alcalinidad y obtener un volumen de solución de 400 cc. Tenemos ahora el WO_3 en la solución, y en el filtro el SnO_2 y la SiO_2 . La solución debe ser neutralizada con HCl , usando como indicador anaranjado metile, debiendo llegar a una coloración anaranjada. Una vez neutra se sugiere poner un exceso de unos 3 cc. de HCl . Se hace reír y se añaden 10 cc. de clorhidrato de quinina, (Preparada en solución de HCl al 25%), dejando ebullición durante 5 minutos más para que el tungstato de totaquina pueda precipitar en su totalidad. Finalmente se deja decantar el precipitado por espacio de por lo menos 8 horas.

5 ta. parte.-

-Una vez transcurridas las 8 horas de decantación se procede al filtrado, utilizándose papel filtro N° 30 de 12.5 cm. de diámetro - con un poco de pulpa fina de papel lavado con agua caliente, y, al finalizar con una solución de clorhidrato de quinina al 1%, en solución de HCl al 10%. Cuando se lavó perfectamente el precipitado, se saca el filtro - colocándolo en un crisol de porcelana. Primero se lo hace secar en la plancha, y luego se lo calcina en horno eléctrico. El calcinado debe hacerse lentamente, y cuando se obtiene un color amarillo canario, característico del WO_3 se lo saca y deja enfriar.

-Cuando ya está frío se lo pesa en una balanza de precisión de 10/100 miligramos. El peso obtenido es multiplicado por 2, y el producto de esta operación nos da la ley buscada, siempre y cuando se haya operado sobre 0.5000 gramos de muestra. Si se opera con un gramo el resultado es directo.-

Realizado en agosto de 1972

San Salvador de JUJUY, 28 de mayo de 1973.-
Fecha de presentación.



Esteban Arias Cár
Laboratorio Químico