

การแยกโนไอเมียมและแทนทาลัม แล้วทำให้บริสุทธิ์
โดยการสกัดด้วยตัวทำละลาย



นางสาวอาภรณ์ ศิริอุดมรัตน์

วิทยานิพนธ์นี้เป็นส่วนหนึ่งของการศึกษาคตามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรมหาบัณฑิต

ภาควิชาเคมี เคมีเทคโนโลยี

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย


พ.ศ. 2527

ISBN 974-563-028-4

010124

i 18308079

SEPARATION AND PURIFICATION OF NIOBIUM AND TANTALUM
BY SOLVENT EXTRACTION



Miss Arporn Siriudomratana

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering

Department of Nuclear Technology

Graduate School

Chulalongkorn University

1984

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การแยกไนโอเบียม และแทนทาลัม แล้วทำให้บริสุทธิ์ โดยการสกัดด้วย
ตัวทำละลาย

โดย นางสาวอาภรณ์ ศิริอุดมรัตน์
ภาควิชา นิเวศลิขรเทคโนโลยี
อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชยากริต ศิริอุปถัมภ์



บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยนี้เป็นส่วนหนึ่ง
ของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต

.....
(รองศาสตราจารย์ ดร. สุประคิษฐ์ มุนนาค)

.....
(ศาสตราจารย์ สุวรรณ แสงเพชร)

.....
(ศาสตราจารย์ ดร. เหม็จ สิทธิสุนทร)

.....
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชยากริต ศิริอุปถัมภ์)

.....
(อาจารย์ ศิริวัฒนา ไทรสมบูรณ์)

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

หัวข้อวิทยานิพนธ์ การแยกไนโอเบียมและแทนทาลัม แล้วทำให้บริสุทธิ์โดยการสกัดด้วย
ตัวทำละลาย

ชื่อนิสิต นางสาวอาภรณ์ ศิริอุคมรัตน์

อาจารย์ที่ปรึกษา ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชยากริต ศิริอุปถัมภ์

ภาควิชา นิวเคลียร์เทคโนโลยี

ปีการศึกษา 2526



บทคัดย่อ

ได้ทำการทดลองศึกษาวิธีการแยกไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากสิ่งเจือปนและ
ออกจากกันด้วยการสกัดด้วยตัวทำละลาย โดยนำแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอไซต์มาละลายด้วยกรด HF
48% เป็นเวลา 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิ 80°C แล้วนำสารละลายมาปรับให้มีความเข้มข้นของ
กรดผสมซึ่งมี HF 1 N และ H_2SO_4 2 N นำมาสกัดด้วย 50% ไตริวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าด
เป็นเวลา 20 นาที นำวัฏภาคอินทรีย์มาสกัดกลับด้วยน้ำบริสุทธิ์ แล้วตกตะกอนแทนทาลัมด้วย
 NH_4OH 20% ส่วนวัฏภาคน้ำนำมาปรับให้มีความเข้มข้นของกรดผสมซึ่งมี HF 5 N และ
 H_2SO_4 9 N แล้วนำมาสกัดด้วย 50% ไตริวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าด 20 นาที นำวัฏภาค
อินทรีย์มาสกัดกลับด้วยน้ำบริสุทธิ์ แล้วตกตะกอนไนโอเบียมด้วย NH_4OH 20% นำตะกอนที่ได้
ไปทำให้แห้งและเผาที่อุณหภูมิ 700°C จะได้ผงแทนทาลัมและไนโอเบียมออกไซด์ ซึ่งจากการ
วิเคราะห์ด้วยเทคนิคนิวตรอนแอกติเวชันพบว่า ได้แทนทาลัมออกไซด์บริสุทธิ์ 90.30% ได้
ไนโอเบียมออกไซด์บริสุทธิ์ 88.59%

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Thesis Title Separation and Purification of Niobium and
 Tantalum by Solvent Extraction
Name Miss Arporn Siriudomratana
Thesis Advisor Assistant Professor Chyagrit Siri-Upathum
Department Nuclear Technology
Academic Year 1983

ABSTRACT

A preliminary study on chemical separation and purification of niobium and tantalum from the mineral of Columbite-Tantalite family was carried out. The Columbite-Tantalite was digested with 48% HF for 8 hours at 80°C. The solution was then adjusted to 1+2 N of HF + H₂SO₄ and extracted with 50% tributyl phosphate in kerosene for 20 minutes. The organic layer was then stripped with distilled water. Tantalum was precipitated from the solution with 20% NH₄OH. The aqueous layer was adjusted to 5+9 N of HF + H₂SO₄ and extracted with 50% tributyl phosphate in kerosene for 20 minutes. The organic layer from the second extraction was stripped with distilled water. Niobium was precipitated from the solution with 20% NH₄OH. The tantalum and niobium precipitates were heated at about 700°C to form tantalum oxides and niobium oxide. Neutron Activation Analysis indicated that the purity of tantalum oxide obtained from this separation procedure was 90.30% and niobium oxide was 88.59%.



กิติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงได้โดยความอนุเคราะห์จาก กองเคมี สำนักงาน
พลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ที่กรุณาให้ใช้เครื่องมือและอุปกรณ์สำหรับใช้ในการทดลอง และ
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ที่ได้อนุมัติทุนอุดหนุนในการทำวิจัย

ขอขอบพระคุณ ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ชยากริต ศิริอุปถัมภ์ อาจารย์ที่ปรึกษา
วิทยานิพนธ์ ที่ได้ให้ความช่วยเหลือแนะนำทั้งทางคำปรึกษาและการทดลองจนวิทยานิพนธ์นี้
สำเร็จลุล่วงไปด้วยดี

ขอขอบพระคุณ ดร. กรรติกา ศิริเสนา ผู้อำนวยการกองเคมี ที่ให้ความสะดวก
ในการใช้เครื่องมือทดลอง ขอขอบคุณ คุณยุทธพงศ์ บุษมมงคล ที่ให้ความช่วยเหลือในด้าน
เครื่องมือที่ใช้ทดลอง คุณกาญจนา ศิริอุปถัมภ์ คุณชาอุษัย อัครวินิจกุลชัย คุณสุรัตน์ มีขันทอง
ที่ให้ความช่วยเหลือในด้านการทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



	หน้า
บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
รายการตารางประกอบ	ฎ
รายการรูปประกอบ	ฏ
บทที่	
1. บทนำ	1
1.1 ความเป็นมาของปัญหา	1
1.2 วัตถุประสงค์ของการวิจัย	3
1.3 ขอบเขตของการทดลอง	3
2. การสกัดในไอเบียมและแทนทาลัม	8
2.1 การสกัดด้วยโพโรซิลเฟด	8
2.2 การสกัดด้วยการหลอมกับโปแตสเซียมหรือโซเดียมไฮดรอกไซด์ และโซเดียมเปอร์ออกไซด์	10
2.3 การสกัดด้วยโซเดียมบอเรต	11
2.4 การสกัดด้วยกรดไฮโดรฟลูออริก	11
2.5 การสกัดด้วยการทำคลอรีเนชัน	12
3. การแยกในไอเบียม-แทนทาลัมโดยการสกัดด้วยตัวทำละลาย	14
3.1 หลักการทั่ว ๆ ไป	14
3.2 สภาพของสารละลายเป็นกรดไฮโดรคลอริก	14
3.3 สภาพของสารละลายเป็นฟลูออไรด์	15
3.3.1 การสกัดโดยใช้เฮกไซน	15

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
3.3.2 การสกัดโดยใช้ตัวทำละลายอื่น ๆ	16
4. อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	19
4.1 อุปกรณ์	19
4.2 สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	19
5. การทดลอง	24
5.1 การวิเคราะห์แร่โคลัมไบต์-แทนทาลิตโดยใช้เทคนิคทาง นิวตรอนแอกติเวชัน	24
5.1.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ	24
5.1.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณ	25
5.2 การเตรียมสารมาตรฐานแทนทาลัมและไนโอเบียม	28
5.2.1 เตรียมสารละลายมาตรฐานของแทนทาลัม	28
5.2.2 เตรียมสารละลายมาตรฐานของไนโอเบียม	29
5.3 การศึกษาการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาลิตด้วยกรดไฮโดร ฟลูออริก	30
5.3.1 การศึกษาถึงความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกและ เวลาที่ใช้ในการย่อยไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจาก แร่ตัวอย่าง	30
5.3.2 การศึกษาถึงอุณหภูมิที่มีผลต่อการย่อยไนโอเบียมและ แทนทาลัมออกจากแร่ตัวอย่าง	31
5.4 การศึกษาการสกัดไนโอเบียมและแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย ..	31
5.4.1 ศึกษาการสกัดแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย	31
5.4.2 ศึกษาการสกัดไนโอเบียมด้วยตัวทำละลาย	32

สารบัญ (ต่อ)

บทที่	หน้า
5.5 การย่อยและการสกัดในโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่ โคลัมไบต์-แทนทาลอต์ โดยใช้เงื่อนไขที่เหมาะสม	32
5.5.1 การย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอต์	32
5.5.2 การสกัดในโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่ โคลัมไบต์-แทนทาลอต์	33
6. ผลการทดลองและอภิปรายผลการทดลอง	35
6.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพและเชิงปริมาณของแร่โคลัมไบต์- แทนทาลอต์	35
6.2 การศึกษาการย่อยแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอต์ด้วยกรดไฮโดร ฟลูออริก	38
6.3 การศึกษาถึงผลของอุณหภูมิที่มีต่อการย่อยแร่โคลัมไบต์- แทนทาลอต์	41
6.4 การศึกษาการสกัดในโอเบียมและแทนทาลัมด้วยตัวทำละลาย ..	44
6.5 การสกัดในโอเบียมและแทนทาลัมออกจากแร่โคลัมไบต์- แทนทาลอต์	47
6.6 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ที่ปนมาในผงในโอเบียมและ แทนทาลัมออกไซด์	48
7. สรุปผลการทดลองและข้อเสนอแนะ	49
เอกสารอ้างอิง	53
ประวัติการศึกษา	56

รายการตารางประกอบ

ตารางที่	หน้า
1.1 แสดงคุณสมบัติของไนโอ เบียมและแทนทาลัม	2
1.2 สถิติการผลิตและส่งออกของแร่โคลิ้ม เบียม-แทนทาลัมของประเทศไทย	5
1.3 สถิติการผลิตและส่งออกของแร่โคลิ้มไบต์ของประเทศไทย	6
1.4 สถิติการผลิตและส่งออกของแร่แทนทาลอต์ของประเทศไทย	7
2.1 แสดงส่วนประกอบและคุณสมบัติของแร่ตระกูลแทนทาลัมและไนโอเบียม	9
6.1 แสดงผลการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุต่าง ๆ ในแร่โคลิ้มไบต์-แทนทาลอต์	35
6.2 แสดงถึงผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกและเวลาที่ใช้ในการย่อยแร่โคลิ้มไบต์-แทนทาลอต์ โดยใช้อุณหภูมิ 60°ซ	38
6.3 แสดงถึงผลของอุณหภูมิที่มีต่อการย่อยแร่โคลิ้มไบต์-แทนทาลอต์ โดยใช้ความเข้มข้นของกรด HF 48% เวลา 8 ชั่วโมง	41
6.4 แสดงการสกัดแทนทาลัมด้วยตัวทำละลายในสารละลายที่มีความเข้มข้นของกรด HF : H ₂ SO ₄ ต่าง ๆ กัน	44
6.5 แสดงการสกัดไนโอเบียมด้วยตัวทำละลายในสารละลายที่มีความเข้มข้นของกรด HF : H ₂ SO ₄ ต่าง ๆ กัน	45
6.6 แสดงถึงผลการสกัดไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากสารละลายแร่โคลิ้มไบต์-แทนทาลอต์ ด้วยตัวทำละลาย	47
6.7 ผลการวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ในผงไนโอเบียมและแทนทาลัมออกไซด์ที่เผาได้	48
7.1 แผนผังแสดงขั้นตอนการสกัดแร่โคลิ้มไบต์-แทนทาลอต์ด้วยตัวทำละลาย	52

รายการรูปประกอบ

รูปที่	หน้า
3.1 แสดงการสกัดแทนทาลัมและไนโอเบียมในสารละลาย HF-HCl ด้วย เมทิลไอโซบิวทิลคีโตน	17
4.1 แผนผังแสดงการจัดเครื่องมือในการวัดรังสี	22
4.2 แสดงระบบการวัดรังสีเมื่อใช้หัววัดรังสี Ge(Li)	23
5.1 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานแกมมาของธาตุกับหมายเลขช่องที่ fine gain = 0.7, coarse gain = 50	26
5.2 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพลังงานแกมมาของธาตุกับหมายเลขช่องที่ fine gain = 0.7, coarse gain = 100	27
6.1 แสดงลักษณะแกมมาสเปกตรัมของแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอइटหลังอาบรังสี นิวตรอน บันทึกลงโดยหัววัดรังสี Ge(Li) ที่ fine gain = 0.7, coarse gain = 50	36
6.2 แสดงลักษณะแกมมาสเปกตรัมของแร่โคลัมไบต์-แทนทาลอइटหลังอาบรังสี นิวตรอน บันทึกลงโดยหัววัดรังสี Ge(Li) ที่ fine gain = 0.7, coarse gain = 100	37
6.3 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Ta ₂ O ₅ ที่อุณหภูมิ 60°ซ	39
6.4 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Nb ₂ O ₅ ที่อุณหภูมิ 60°ซ	40
6.5 แสดงลักษณะความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Ta ₂ O ₅ โดยใช้ความเข้มข้นของ HF 48%	42
6.6 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างเวลากับเปอร์เซ็นต์การย่อยของ Nb ₂ O ₅ โดยใช้ความเข้มข้นของ HF 48%	43

รายการประกอบ (ต่อ)

รูปที่	หน้า
6.7 แสดงลักษณะของความสัมพันธ์ระหว่างค่าสมมูล ของกรด $\text{HF} + \text{H}_2\text{SO}_4$ กับ เปอร์เซ็นต์การสกัด	46



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย