

สรุปผลการทดลองและข้อสังเกต

ในการศึกษาหาปริมาณธาตุต่าง ๆ ในแร่ชามาสโคทจากทางแร่คีมุกนั้น ปรากฏว่าจากการใช้เทคนิคทาง X-ray fluorescence พบว่ามีธาตุต่าง ๆ ดังต่อไปนี้คือ  $Ta_2O_5$   $7.50 \pm 0.64$  %,  $Nb_2O_5$   $6.59 \pm 0.38$  %,  $SnO_2$   $46.6 \pm 0.56$  %,  $U_3O_8$   $1.44 \pm 0.05$  %,  $ThO_2$   $1.06 \pm 0.01$  %,  $La_2O_3$   $1.29 \pm 0.01$  %,  $Ce_2O_3$   $2.97 \pm 0.03$  %,  $Po_2O_3$   $0.29 \pm 0.02$  %,  $Nd_2O_3$   $0.59 \pm 0.04$  %, และ  $Er_2O_3$   $0.44 \pm 0.01$  % เปรียบเทียบผลกับการวิเคราะห์แร่ชามาสโคทแหล่งเดียวกันซึ่งได้ผลการวิเคราะห์จากประเทศโรมาเนียดังนี้คือ  $Ta_2O_3$  6.6 %,  $Nb_2O_5$  7.3 %,  $WO_3$  0.25 %,  $TiO_2$  2.9 %,  $SnO_2$  35 %,  $ThO_2$  1.17 %,  $MnO_2$  1.73 %,  $Fe_2O_3$  %,  $La_2O_3$  0.55 %,  $Ce_2O_3$  3.2 %,  $Nd_2O_3$  0.14 %,  $Sm_2O_3$  0.014 %,  $Gd_2O_3$  0.068 %,  $Dy_2O_3$  0.25 % และ  $Y_2O_3$  2.6 %

การศึกษากการสกัดแทนทาลัมไนโอเบียม และคีมุกออกจากแร่ชามาสโคทในทางแร่คีมุกด้วยการหลอมด้วยโปแตสเซียมโบรไซด์เฟต และละลายส่วนที่หลอมด้วยสารละลายกรดผสมของ 5 : 4 : 11 ของ HCl : HF :  $H_2O$  พบว่าสามารถสกัดแทนทาลัมและไนโอเบียมได้เกือบร้อยเปอร์เซ็นต์ แต่สกัดคีมุกได้ประมาณ 7 % โดยใช้เวลาในการหลอมแร่ประมาณ 3 ชั่วโมง ดังตารางที่ 7.1

ตารางที่ 7.1 แสดงผลการสกัดแทนทาลัม ไนโอเบียม และคีมุกจากแร่ชามาสโคทในทางแร่คีมุก

ธาตุ	% ที่สกัดได้โดยการหลอมแร่ด้วย $KHSO_4$ 3 ชั่วโมง
แทนทาลัม	103.7
ไนโอเบียม	99.7
คีมุก	7.4

ดังนั้นการสกัดแทนทาลัมและไนโอเบียมจากแร่ โดยวิธีนี้จึงนับว่าเป็นวิธีที่ดีวิธีหนึ่ง เพราะสามารถสกัดแทนทาลัมและไนโอเบียมได้หมดทั้งยังใช้เวลาไม่มาก และใช้อุณหภูมิไม่สูงนัก คือประมาณไม่เกิน  $700^{\circ}$  อุณหภูมิในการสกัดก็หาได้ง่าย วิธีนี้อาจจะขยายขนาดการสกัดถึงขั้น Pilot plant หรือระดับอุตสาหกรรมได้ เพราะการหลอมด้วยไพโรซิลเฟต หรือโบซิลเฟตนี้สามารถใช้กับแร่ที่มีแทนทาลัมไนโอเบียมเป็นองค์ประกอบได้ทุกชนิด ยกเว้น Cassiterite เพราะคีมักจะถูกสกัดมาได้น้อย และการที่ละลายส่วนที่หลอมแล้วควยกรคนผสมของ  $5 : 4 : 11$  ของ  $\text{HCl} : \text{HF} : \text{H}_2\text{O}$  นั้น กรดไฮโดรฟลูออริกจะช่วยในการละลายของโปแตสเซียม-แทนทาลัม คับเบิลฟลูออไรด์ (potassium-tantalum double fluoride) ( $\text{K}_2\text{TaF}_7$ ) ได้ดีขึ้น ส่วนที่ไม่ละลายในสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกอย่างเคียวซึ่งขึ้นกับความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริก ดังตารางที่ 7.2(4)

ตารางที่ 7.2(4) แสดงสารประกอบฟลูออแทนทาลเต (fluotantalate) กับฟลูออโคลัมเบต (fluocolumbate) ที่ไม่ละลายในกรดไฮโดรฟลูออริกซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

ความเข้มข้นของสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก (%)	สารประกอบที่ไม่ละลาย	
	สารประกอบของ Ta	สารประกอบของ Nb
ประมาณ 0-1	$\text{K}_v \text{Ta}_x \text{O}_y \text{F}_z$	$\text{K}_2 \text{CbOF}_5 \cdot \text{H}_2\text{O}$
ประมาณ 1-7	$\text{K}_2 \text{TaF}_7$	$\text{K}_2 \text{CbOF}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$
ประมาณ 7-40	$\text{K}_2 \text{TaF}_7$	$\text{K}_2 \text{CbF}_7$
ประมาณ 40-45	$\text{K}_2 \text{TaF}_7$	$\text{KCbF}_6$
มากกว่า 45	$\text{KTaF}_6$	$\text{KCbF}_6$

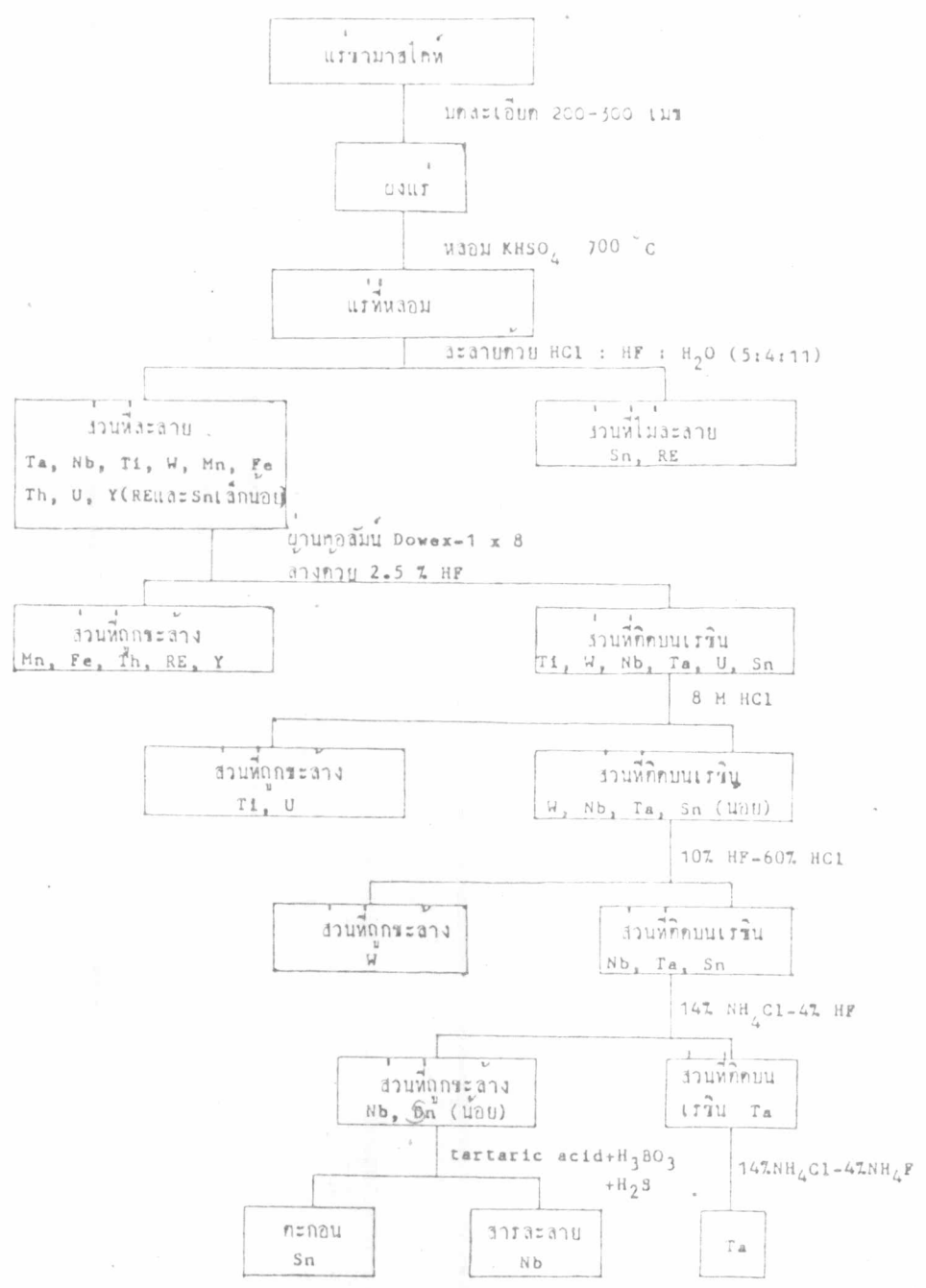
การศึกษาการแยกไนโอเบียมและแทนทาลัมออกจากธาตุอื่น ๆ และออกจากกัน  
 ใช้วิธีแลกเปลี่ยนไอออน ได้ทำการทดลองกับสารมาตรฐานของไนโอเบียมและแทนทาลัมใน  
 สารละลายกรดผสมของ 5 : 4 : 11 ของ  $\text{HCl} : \text{HF} : \text{H}_2\text{O}$  ก่อน โดยผ่านไปบนเรซิน  
 ชนิดแลกเปลี่ยนไอออนประจุลบ (cation exchange resin) Dowex-1 x 8  
 ขนาด 100-200 เมช พบว่าสามารถชะล้างไนโอเบียมออกมาได้ 91.29 % ด้วยสารละลาย  
 ผสมของ 14 %  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -4 %  $\text{HF}$  และชะล้างแทนทาลัมด้วยสารละลายผสมของ  
 14 %  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -4 %  $\text{NH}_4\text{F}$  ได้ 96.59 % แล้วจึงดำเนินการทดลองแยกไนโอเบียมและ  
 แทนทาลัมในสารละลายแอมมาสโคท พบว่าสามารถแยกไนโอเบียมได้ 99.45 % และ  
 แยกแทนทาลัมได้ 112.6 % จากผลการทดลองแยกตัวอย่างแร่ นี้ จะพบว่าแยกแทนทาลัม  
 ได้มากกว่าความเป็นจริง ทั้งนี้เพราะผลทางการวิเคราะห์ที่มีข้อผิดพลาด เนื่องจากการ  
 วิเคราะห์แทนทาลัม โดยวิธีนิวตรอนแอกทีเวชันนั้น ความเข้มข้นของสารมาตรฐาน และ  
 สารตัวอย่างจะค่อนข้างใกล้เคียงกันมาก มิฉะนั้นผลจะผิดพลาดมาก ในที่นี้ผลการทดลองผิดไป  
 ประมาณ 10 % และการวิเคราะห์แทนทาลัม โดยวิธีสเปกโตรโฟโตเมตรี โดยให้เกิด  
 สารประกอบเชิงซ้อนกับเมทิลไวโอเลตนั้น แม้จะสะดวกในการวิเคราะห์แทนทาลัม โดย  
 ขบวนการนี้ เพราะไม่ต้องทำลายฟลูออไรด์ในสารตัวอย่าง แต่ก็มีข้อเสียที่สีของสารประกอบ  
 เชิงซ้อนไม่ค่อยจะคงที่ และความเป็นกรดเป็นด่างมีผลต่อสีมากด้วย จากการทดลองพบว่า  
 สารละลายซึ่งมีความเป็นกรด pH ต่ำกว่า 1 จะให้สารประกอบเชิงซ้อนสีม่วงน้ำเงิน  
 และสารละลายในชั้นสารอินทรีย์ที่สกัดได้จะใส แต่เมื่อนำสารละลายแทนทาลัมที่ถูกชะล้าง  
 ด้วย 14 %  $\text{NH}_4\text{Cl}$ -4 %  $\text{NH}_4\text{F}$  แล้ว ซึ่งมี pH 6 มาทำให้เกิดสีจะใสสีม่วงแดงและชั้น  
 ของสารอินทรีย์ที่สกัดจะขุ่น ดังนั้นการวิเคราะห์แทนทาลัมโดยวิธีนี้ แม้จะทำสารละลายส่วน  
 ที่ชะล้างออกมาได้ มาทำให้มีความเป็นกรดอยู่ในช่วงของ pH 1 แล้วก็ตาม แต่ผลที่ได้ก็  
 ยังไม่ถูกต้องจริง ๆ คือจะมากกว่าความเป็นจริงทุกครั้งที่ทำ การทดลอง ทั้งนี้มาจะเนื่อง  
 มาจากผลของแอมโมเนียม ไอออน ซึ่งในที่นี้ไม่ได้ทำการทดลองไว้ และเนื่องจากเอกสาร  
 ประกอบการทดลองหายากมาก ส่วนใหญ่เป็นภาณารัสเซีย จึงเป็นอุปสรรคอย่างหนึ่งของ  
 การทดลอง ผลที่ได้จึงยังไม่ค่อยสมบูรณ์นัก จะต้องหาทางพัฒนาต่อไป ผลการแยกแทนทาลัม

และไนโอเบียมในแร่โดยวิธี แลกเปลี่ยนไอออนและหาปริมาณโดยวิธีต่าง ๆ ได้แสดงไว้ใน ตารางที่ 7.3

ตารางที่ 7.3 แสดงผลการวิเคราะห์แทนทาลัมและไนโอเบียมที่แยกได้โดยวิธี แลกเปลี่ยนไอออน

ธาตุ	องค์ประกอบที่แยกได้โดยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน		
	วิเคราะห์โดยวิธี Spectro.	วิเคราะห์โดยวิธี XRF	วิเคราะห์โดยวิธี NAA
แทนทาลัม	114.2	-	111.1
ไนโอเบียม	104.2	94.7	-

การแยกแทนทาลัมและไนโอเบียม โดยวิธีแลกเปลี่ยนไอออนเป็นวิธีที่วิธีหนึ่ง เพราะสามารถแยกแทนทาลัม และไนโอเบียมออกจากธาตุอื่น ๆ และออกจากกันได้ดีมาก และนอกจากแทนทาลัมและไนโอเบียมแล้วธาตุเศรษฐกิจอื่น ๆ เช่น W, Ti ก็สามารรถแยกได้โดยวิธีนี้ แผนผังแสดงขั้นตอนการแยกแรชามาสโคทออกเป็นส่วน ๆ โดยใช้วิธี Ion exchange chromatography ได้แสดงอยู่ในรูปที่ 7.1 ซึ่งสามารถนำไปใช้ได้



ตารางที่ 7.1 ขั้นตอนการสกัดทังสเตนและไนโอเบียมจากแร่ทังสเตนในทางแร่ที่ตกด้วย  $KHSO_4$