บทที่ 2

การสกัดยิเทรียมจากซีโนไทม์

แร่ซีโนไทม์นั้นมีสูตรทางเคมีคือ YPO_4 นอกจากยิเทรียมแล้วในแร่นี้ยังมีพวกแรร์เอิร์ทกลุ่มเบา (light rare earth) หรือที่เรียกว่ากลุ่มย่อยซีเรียม อันประกอบด้วยธาตุ แลนทานัม ซีเรียม พราซีโอดิเนียม นีโอดิเนียม สมาเรียม ยูโรเปียม และกาโดลิเนียม และแรร์เอิร์ทกลุ่มหนัก (heavy rare earth) หรือกลุ่มย่อยยิเทรียม ประกอบไปด้วยธาตุยิเทรียม ลูทิเชียม ยิเทอร์เบียม ทูเลียม เออร์เบียม โฮลเมียม ดิสโพรเซียม และเทอร์เบียม ปนอยู่ด้วย การทดลองนี้มีจุดประสงค์เพื่อหาวิธีสกัดยิเทรียมจากแร่นี้ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์ โดยอาศัยหลักการสกัดซีเรียมจากโมนาไซท์ จุดมุ่งหมายในการหาวิธีสกัดนี้พยายามหาวิธีใช้อุปกรณ์ซึ่งไม่ยุ่งยาก สารละลายที่ใช้ราคาถูก หลังจากนั้นก็ทำการตรวจสอบผลการแปรสภาพด้วยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ ส่วนผลพลอยได้จากการสกัดยิเทรียมของธาตบางธาตุคือ ซีเรียมและยูเรเนียมนั้น ใช้หาปริมาณโดยวิธีนิวตรอนแอคติเวชั่น

2.1 การสกัดโดยใช้โซเดียมไฮดรอกไซด์

ในการย่อยแร่ซีโนไทม์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์นั้น โซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้คือ 40 % โซเดียมไฮดรอกไซด์ อัตราส่วนของโซเดียมไฮดรอกไซด์ต่อซีโนไทม์ 2 : 1 โดยน้ำหนักในการสกัดนี้ต้องกวนตลอดเวลา 3 ชั่วโมง อุณหภูมิในการสกัดอยู่ระหว่าง 120 – 180° ซ ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นคือ

$$2\,RE(PO_4) + 6\,NaOH \longrightarrow RE_2O\,3H_2O \text{ (หรือ } 2RE(OH)_3 + 2\,Na_3PO_4$$

$$Y(PO_4) + 3\,NaOH \longrightarrow Y(OH)_3 + Na_3PO_4$$

$$Th_3(PO_4)_4 + 12\,NaOH \longrightarrow 3\,ThO_2\,2H_2O \text{ (หรือ } 3\,Th(OH)_4 + 4Na_3PO_4$$

เมื่อเกิดปฏิกิริยาอย่างสมบูรณ์แล้ว เติมน้ำประมาณ 3 เท่า แล้วต้มที่อุณหภูมิ

ประมาณ 100° ซ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง เพื่อละลายไตรโซเดียมฟอสเฟต กรองขณะร้อน สารละลายที่กรองได้สองในสามส่วนจะเป็นด่างที่เหลือจากปฏิกิริยา ส่วนอีกหนึ่งส่วนคือไตร-โซเดียมฟอสเฟต นำไปทำให้เข้มข้นโดยระเหยที่อุณหภูมิ 100° ซ เมื่อปริมาตรของสิ่งที่กรองได้ลดลงเหลือประมาณสองในสามของปริมาตรเดิมก็หยุดทำให้ร้อน ทิ้งไว้ให้เย็นจะได้ผลึกของไตรโซเดียมฟอสเฟต ตกลงมา

ส่วนตะกอนไฮดรอกไซด์ของยิเทรียม ยูเรเนียม ธอเรียม และแรร์เอิร์ทเอามาละลายด้วยกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเป็นไปดังสมการข้างล่าง

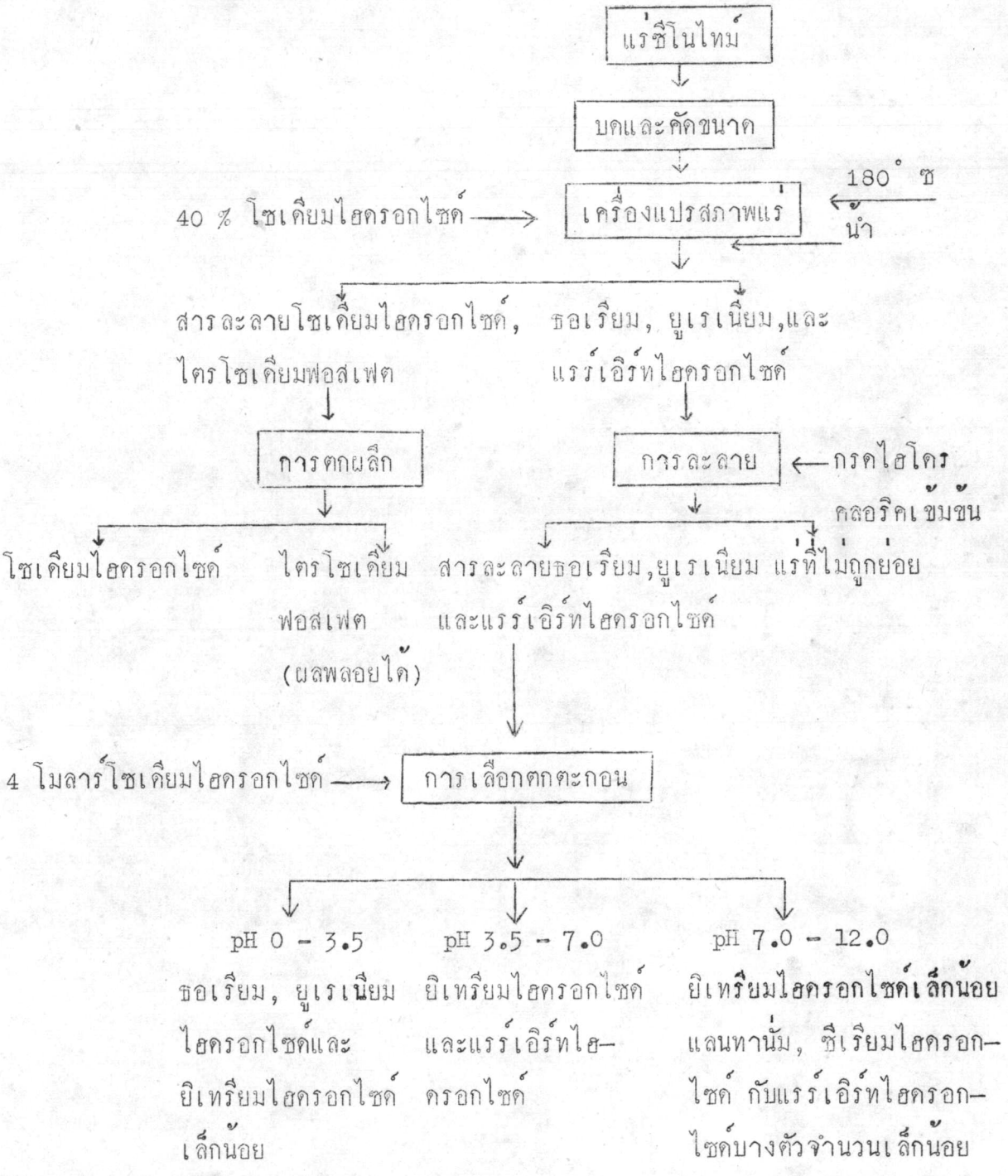
$$RE(OH)_3 + 3\,HCl \longrightarrow RECl_3 + 3\,H_2O$$

$$Y(OH)_3 + 3\,HCl \longrightarrow YCl_3 + 3\,H_2O$$

$$Th(OH)_4 + 4\,HCl \longrightarrow ThCl_4 + 4\,H_2O$$

$RECl_3$, YCl_3, $ThCl_4$ ส่วนใหญ่จะอยู่ในสารละลาย กรองเอาสิ่งที่ไม่ละลายออก สิ่งที่กรองได้เอาไปตกตะกอนเป็นไฮดรอกไซด์ ที่ความเป็นกรดต่าง ๆ กันด้วย 4 โมลาร์ โซเดียมไฮดรอกไซด์ ยูเรเนียมและธอเรียมจะตกตะกอนที่ช่วง pH 0 - 3.5 ยิเทรียมไฮดรอกไซด์ และแรร์เอิร์ทไฮดรอกไซด์ตกตะกอนในช่วง pH 3.5 – 7.0 แลนทานัมและซีเรียมตกตะกอนออกมามากในช่วง pH สูงกว่า

แผนภาพแสดงการสกัดซีโนไทม์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์แสดงโดยรูป 2.1



รูปที่ 2.1 แผนภาพแสดงการสกัดแร่ซีโนไทม์ด้วยโซเดียมไฮดรอกไซด์

2.2 การหาปริมาณโดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์

ต้นกำเนิดรังสีที่ใช้เพื่อกระตุ้น (excite) ให้เกิดรังสีเอกซ์เรือง คือ

อเมริเซียม – 241 ปริมาณของธาตุคำนวณจาก K_{α_1} – line ของสารตัวอย่างเปรียบเทียบกับของสารมาตรฐาน ธาตุที่หาปริมาณโดยการเรืองรังสีเอกซ์คือ ยิเทรียม แลนทานั่ม ซีเรียม พราซีโอดิเนียม นิโอดิเนียม สมาเรียม กาโดลิเนียม ดิสโพรเซียมและเอรร์เบียม

2.3 การหาปริมาณโดยวิธีนิวตรอนแอคติเวชั่น

ธาตุที่ใช้หาปริมาณโดยวิธีนิวตรอนแอคติเวชั่น คือธอเรียมและยูเรเนียม ปฏิกิริยาที่เกิดขึ้นเมื่อนำธาตุธอเรียมและยูเรเนียมไปอาบรังสีเป็นดังนี้

$$_{92}U^{238} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow {}_{92}U^{239} + \gamma :$$

$$_{90}Th^{232} + {}_{0}n^{1} \longrightarrow {}_{90}Th^{233} + \gamma$$

หาปริมาณของยูเรเนียมโดยวัดความเข้มข้นของพลังงานแกมม่าที่ 75 keV ของ U^{239} ซึ่งมีครึ่งชีวิต 23.5 นาที

หาปริมาณของธอเรียมโดยวัดความเข้มข้นของพลังงานแกมม่าที่ 29 keV ของ Th^{233} ซึ่งมีครึ่งชีวิต 22.3 นาที

การวัดรังสีแกมม่าใช้หัววัดแบบ Hyperpure Germanium