

การทำแลนทานัมให้บริสุทธิ์ในการสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวงโดย การบำบัดด้วยโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์

*รักไทย ชุศรี¹, เซวเลข ชยวัฒนางกูร², ผุสดี ช่วยแก้ว² และวีรวัฒน์ ปัตทวิทิงกา¹

¹ภาควิชาวิศวกรรมเคมี คณะวิศวกรรมศาสตร์และเทคโนโลยีอุตสาหกรรม มหาวิทยาลัยศิลปากร อำเภอเมือง
จังหวัดนครปฐม 73000 โทรศัพท์ 034 219 3684-6 โทรสาร 034 219 368 E-Mail: damjung_joke@hotmail.com

²สถาบันเทคโนโลยีนิวเคลียร์แห่งชาติ (องค์การมหาชน) 29 หมู่ 3 ตำบลคลองห้า อำเภอลองหลวง
จังหวัดปทุมธานี 12120 โทรศัพท์ 02 577 4162 โทรสาร 02 577 2384 E-mail: chavalekchaya@hotmail.com

บทคัดย่อ

งานวิจัยนี้เป็นการศึกษาการสกัดแลนทานัมให้บริสุทธิ์ ด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง โดยเยื่อแผ่นเหลวที่ใช้เป็นสารละลายผสมระหว่างสารสกัด D2EHPA กับตัวทำละลายน้ำมันก๊าด ในการทดลองได้ใช้สารละลายแอมโมเนียกำจัดปริมาณสารตัวอื่น ๆ ที่ผสมอยู่ในสารป้อนให้ตกตะกอนลงน้อยลงไป ก่อนที่จะนำไปสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลว ซึ่งสารป้อนนี้เป็นสารละลายที่เตรียมจากการย่อยธาตุหายากผสมด้วยกรดไนตริก และนำมาตกตะกอนสารอื่น ๆ ด้วยสารละลายแอมโมเนีย จนสารละลายมีค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 7.6 และนำไปเคลือบฝังในรูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวง ส่วนสารสกัดเป็นสารละลายกรดไนตริก จากนั้นดำเนินการป้อนสารป้อนให้ไหลผ่านเข้าไปสู่ภายในเส้นใยกลวง และป้อนสารสกัดให้ไหลอยู่ภายนอกเส้นใยกลวง โดยให้ดำเนินการแบบไหลผ่านครั้งเดียวที่อัตราการไหล 100 มิลลิลิตรต่อนาที

การศึกษาพบว่าสารป้อนนี้เมื่อผ่านการตกตะกอนสารอื่น ๆ ด้วยสารละลายแอมโมเนีย แล้วสามารถลดองค์ประกอบอื่น ๆ ได้มากถึงร้อยละ 79.3 ซึ่งทำให้แลนทานัมบริสุทธิ์มากขึ้นคิดเป็นร้อยละ 90.8 และสารละลายที่ผ่านการสกัดโดยใช้โมดูลเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวงแล้ว พบว่าแลนทานัมมีความบริสุทธิ์สูงขึ้นมากถึงร้อยละ 95.3

คำสำคัญ: แลนทานัม การสกัด เส้นใยกลวง เยื่อแผ่นเหลว

Purification Lanthanum of Solvent Extraction Hollow Fiber Supported Liquid Membrane by Using Potassium Hydroxide Treatment

*R.Chusee¹ W. Patthaveekongka¹ C. Chayavadhanangkur² and P. Chuoykaew²

¹Department of Chemical Engineering, Faculty of Engineering and Industrial Technology, Silpakorn University

Email: damjung_joke@hotmail.com

² Thailand Institute of Nuclear Technology (Public Organization)

E-mail: yaimai388@hotmail.com

Abstract

The objective of this research is to purify extracted lanthanum by hollow fiber supported liquid membrane. The liquid membrane was fabricated from a solution of D2EHPA dissolved in kerosene solvent before embedded in the microstructure of porous hollow fibers. In the experiment, ammonia was used to precipitate contaminants before liquid membrane extraction. Feed solution is prepared by digesting mixed rare earth with nitric acid and precipitated contaminants with ammonia solution (pH 7.6). Nitric acid solution, used as reagent strip was passed through the outside of the hollow fiber with the flow rate of 100 ml/min, whereas the feed was flow inside the hollow fiber. Results showed that the feed solution could reduce unwanted elements up to 79.3 %, resulting in lanthanum with purity over 90.8 percent. Moreover, the solvents that are extracted using supported liquid membrane module with hollow fibers were found to have high purity of lanthanum to 95.3 percent.

Keywords: lanthanum, extraction, hollow fiber supported liquid membrane, treatment

1. บทนำ

แลนทานัม (Lanthanum) ถูกพบในปี ค.ศ. 1839 โดย C.G. Mosander จัดอยู่ในกลุ่มของธาตุอนุกรมแลนทาไนด์หมู่ที่ IIIB มีหมายเลขอะตอม 57 มวลอะตอมเท่า 138.9¹ แลนทานัมนำมาใช้ประโยชน์อย่างกว้างขวาง อาทิเช่น แลนทานัมออกไซด์ออกไซด์นำผสมในใยแก้วนำแสง (optic fiber) ทำให้แก้วมีดัชนีหักเห (refractive index) สูง เป็นองค์ประกอบสำคัญของตัวเร่งปฏิกิริยาที่จำเป็นใน การสร้างเชื้อเพลิงสำหรับยาน พานะ และยานอวกาศ แลนทานัม เมื่อผสมกับเลนส์ช่วยเพิ่มความยืดหยุ่นของเลนส์ ส่งผลทำให้สามารถทำเลนส์กล้องที่มีประสิทธิภาพสูง และเมื่อผสมในฟิล์ม X-ray และในเลเซอร์ สามารถช่วยลดปริมาณรังสีให้แก่ผู้ป่วยได้ถึง 75%² ในประเทศไทยพบธาตุหายากได้ในรูปแร่โมนาไซต์ ซึ่งเป็นผลพลอยได้จากการถลุงแร่ดีบุก พบในบริเวณจังหวัดภูเก็ต พังงา ระนอง และชุมพร ในงานวิจัยนี้ได้นำเทคนิคการสกัดแยกธาตุหายาก โดยใช้วิธีการสกัดแยก และนำกลับโดยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง (Hollow Fiber Liquid Membrane) ซึ่งเป็นวิธีที่น่าสนใจอีกวิธีหนึ่ง เนื่องจากเป็นวิธีที่มีต้นทุนต่ำ ขั้นตอนการทำงานไม่ยุ่งยาก ง่ายในการขยายขนาดโดยที่ประสิทธิภาพไม่ลดลง และมีค่าใช้จ่ายระหว่างการดำเนินงานที่ต่ำ ดังนั้นจึงเป็นอีกวิธีที่น่าสนใจในการนำมาสกัดธาตุหายาก

ในปัจจุบันทั่วโลกมีการใช้ธาตุหายากรวมกันประมาณปีละ 35,000 ตัน และมีแนวโน้มจะเพิ่มขึ้นจากความต้องการของมนุษย์ ในประเทศยังมีการนำเข้าธาตุหายากจากต่างประเทศ ซึ่งราคาในการนำเข้าค่อนข้างสูง ดังนั้นถ้าสามารถหาวิธีในการทำการผลิตธาตุหายากแต่ละธาตุให้มีความบริสุทธิ์สูงเพื่อรองรับความต้องการที่มีอยู่ได้ก็จะเป็นหนทางหนึ่งที่น่าสนใจ³

2. วัสดุอุปกรณ์

1. Weighing Machine
2. Measuring Cylinder
3. Beaker
4. Spatula
5. Stirring Rod
6. Separation Funnel
7. Magnetic Stirrer
8. Micro Pipette
9. Heater
10. Vacuum Pump
11. Filter Papers
12. Erlenmeyer Flask
13. Erlenmeyer Flask Liqui-Cel[®] Liquid/Liquid Extraction System รุ่น Cat. #5PCM 106
ของบริษัท Hoechst Celanese Celanese Corporation
14. Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy (ICP-AES)

3. วิธีการ

3.1 การเตรียมสารป้อน

3.1.1 การบำบัดกรด⁴

เป็นการเตรียมสารป้อนโดยใช้ความสามารถในการละลายของธาตุหายากในสภาวะความเป็น pH ที่แตกต่างกัน ในการละลายธาตุหายากผสม ที่อยู่ในรูป $(RE(OH)_3(s))$ ของธาตุแต่ละชนิดในธาตุหายากผสมโดยทำการศึกษาโดยใช้ สารละลายกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 65 % เป็นตัวปรับ pH โดยผสมแร่ธาตุหายากผสม กับน้ำที่อัตราส่วน น้ำ 300 ml กับแร่ธาตุหายากผสม 50 g

3.1.2 การตกตะกอน

เป็นการเตรียมสารป้อนโดยการนำสารละลายจากกระบวนการบำบัดด้วยน้ำมาตกตะกอนด้วยด่าง ในการตกตะกอนของสารละลายแร่ธาตุหายากผสมในเตรต ทำการศึกษาโดยใช้สารละลายแอมโมเนียความเข้มข้น 25 % เป็นตัวปรับ pH โดยนำแร่มาละลายด้วยกรดไนตริกที่ความเข้มข้น 65 % ด้วยอัตราส่วน 1 : 1 (กรัม : มิลลิลิตร) แล้วนำมาปรับปริมาตรเป็นสารป้อนเริ่มต้น

3.2 การสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง

3.2.1 ศึกษาอิทธิพลของชนิดและความเข้มข้นของสารสกัดที่มีต่อการศึกษาการสกัดธาตุหายากผสม

เตรียมสารละลายป้อนโดยใช้จากการศึกษาผลความเป็นกรด-ด่างของสารละลายป้อนเท่ากับ 7.6 แล้วเก็บตัวอย่างสารละลายป้อนไปวิเคราะห์ เตรียมสารนำกลับโดยใช้กรดไนตริกที่ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร เตรียมสารสกัดโดยทำละลายในน้ำมันก๊าด ที่ความเข้มข้น 0.5 โมลต่อลิตร แล้วยัดตรงในรูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวงในชุดทดลองทำการป้อนสารละลายป้อน และสารละลายสตริปเข้าสู่ชุดการ

ทดลองเส้นใยกลวงพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลในทั้งสองฝั่งที่ 100 มิลลิลิตรต่อนาที โดยลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน และเป็นการไหลผ่านชุดการทดลองแบบครึ่งเดียวดังรูป แล้วเก็บตัวอย่างไปวิเคราะห์ที่ 5 นาทีเป็นเวลา 60 นาที ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่แรกโดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารสกัดเป็น 0.02 และ 0.1 โมลต่อลิตรตามลำดับ และใช้ D2EHPA, TBP, LIX860, LIX 84, Cyanex 272, Cyanex 923 และ Aliquat[®] 336 เป็นสารสกัด นำตัวอย่างที่เก็บจากการทดลองทุกจุดไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP เพื่อหาความเข้มข้น

3.2.2 ศึกษาผลของชนิดสารสกัดและความเข้มข้นของสารสกัด

เตรียมสารละลายป้อนโดยใช้จากการศึกษาผลความเป็นกรด-ด่างของสารละลายป้อนในข้อที่ 3.1.1 แล้วเก็บตัวอย่างสารละลายป้อนไปวิเคราะห์ เตรียมสารสกัดโดยทำละลายในน้ำมันก๊าด ที่ความเข้มข้น ตามที่ศึกษาในข้อ 3.1.2 แล้วยัดตริงในรูพรุนจุลภาคของเส้นใยกลวงในชุดทดลอง เตรียมสารสกัดโดยใช้กรดไนตริกที่ความเข้มข้น 1.0 โมลต่อลิตร ทำการป้อนสารละลายป้อน และสารละลายสกัดเข้าสู่ชุดการทดลองเส้นใยกลวงพร้อมกัน โดยมีอัตราการไหลในทั้งสองฝั่งที่ 100 มิลลิลิตรต่อนาที โดยลักษณะการไหลเป็นแบบสวนทางกัน และเป็นการไหลผ่านชุดการทดลองแบบครึ่งเดียวดังรูป แล้วเก็บตัวอย่างไปวิเคราะห์ ที่ 5 นาทีเป็นเวลา 60 นาที ทำการทดลองซ้ำ ตั้งแต่แรก โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของสารสกัดเป็น 1.5 และ 0.5 โมลต่อลิตร และ กรดไนตริก และกรดไฮโดรคลอริก เป็นสารสกัด นำตัวอย่างที่เก็บจากการทดลองทุกจุดไปวิเคราะห์ด้วยเครื่อง ICP เพื่อหาความ

4. ผลการทดลองและวิจารณ์

4.1 การเตรียมการสารป้อน

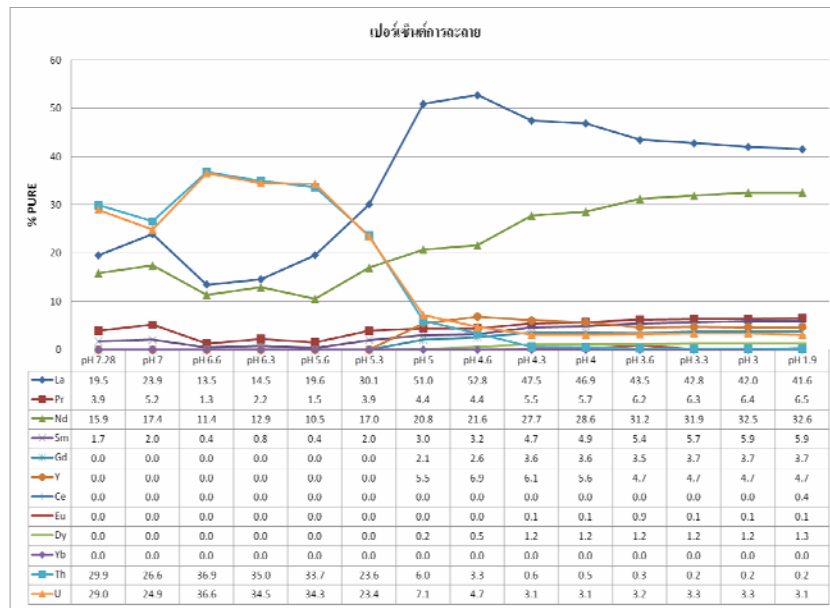
4.1.1 การบำบัดกรด

การละลายธาตุหายากผสม ที่อยู่ในรูป $(RE(OH)_3 (s))$ ด้วยกรด ในสภาวะความเป็น pH ที่ต่าง ๆ กัน แสดงในรูปที่ 1

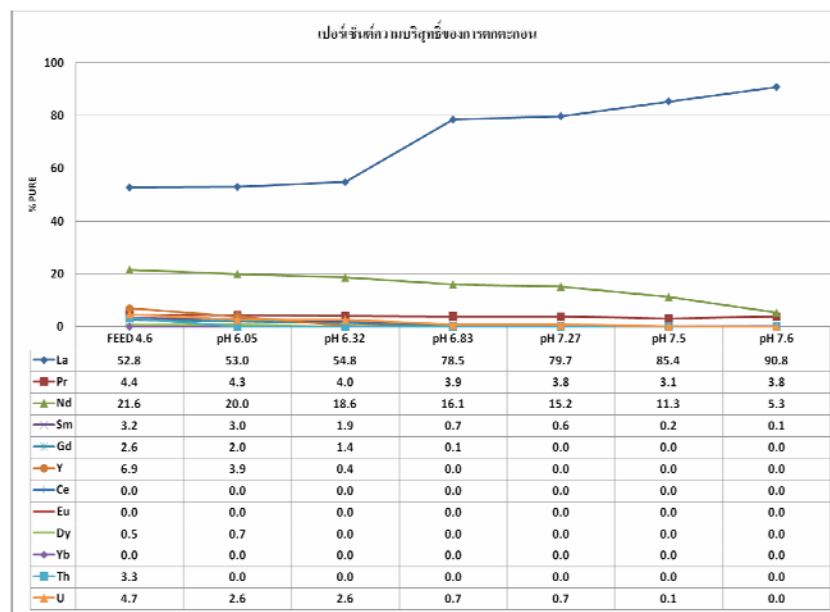
จากผลการศึกษาดังรูปที่ 1 ซึ่งเป็นการแสดงผลการทดลองในหน่วยของเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ พบว่าปริมาณการละลายจะเพิ่มขึ้นเมื่อลดค่า pH แต่พบว่าความบริสุทธิ์ของ La มีความบริสุทธิ์สูงสุดอยู่ที่ pH เท่ากับ 4.6 ให้ความบริสุทธิ์ 52.8 เปอร์เซ็นต์

4.1.2 การตกตะกอน

การตกตะกอนของสารป้อนโดยนำสารละลายจากการบำบัดด้วยกรดที่ pH เท่ากับ 4.6 มาตกตะกอนด้วยด่าง ที่ในสภาวะความเป็น pH ต่าง ๆ กัน แสดงในรูปที่ 2



รูปที่ 1 เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของผลการละลายด้วยกรด ที่ pH ต่าง ๆ



รูปที่ 2 เปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของการตกตะกอนที่ pH ต่าง ๆ กัน

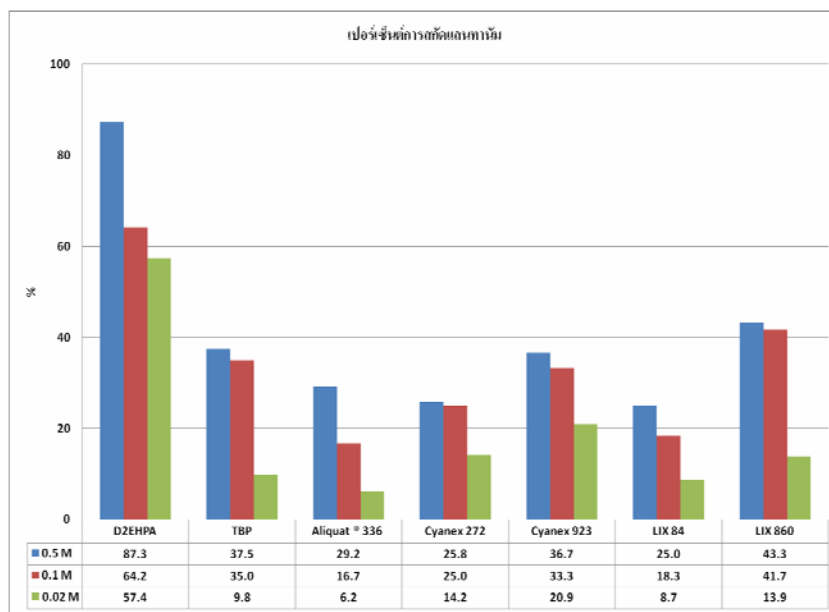
จากผลการทดลองพบว่าจากเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ของการตกตะกอนที่ pH ต่าง ๆ พบว่า เมื่อเพิ่ม pH ทำให้ธาตุหายากตกตะกอนหมดยกเว้น La ที่อัตราการตกตะกอนน้อยเมื่อเทียบกับธาตุหายากธาตุอื่น โดยที่ค่า pH 7.6 La มีเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ถึง 90.8 เปอร์เซ็นต์

จากผลการทดลองการเตรียมสารป้อน พบว่าสภาวะที่นำมาให้เป็นสารป้อนคือการบำบัดด้วยกรดที่ pH 4.6 แล้วนำสารละลายมาตกตะกอนด้วยด่างที่ pH 7.6 เป็นสารละลายป้อน

4.2 การสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พุงด้วยเส้นใยกลวง

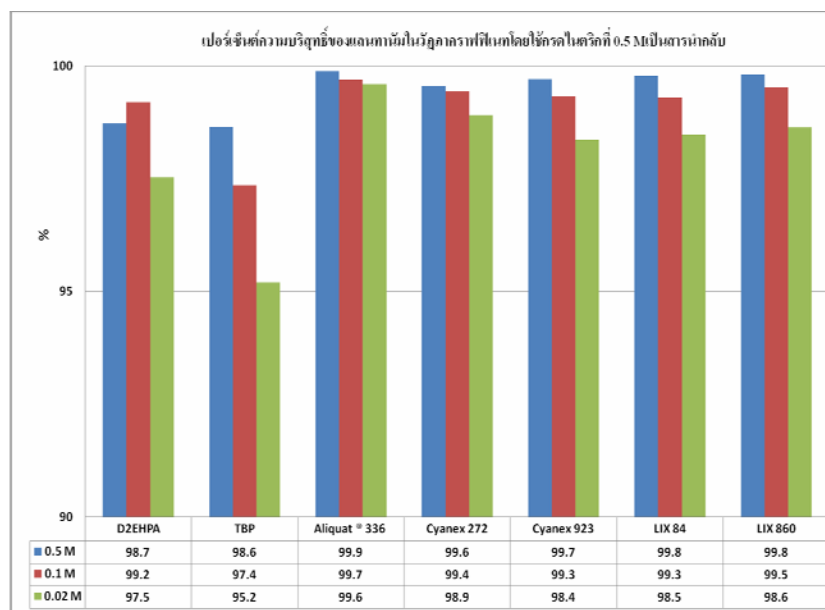
4.2.1 ศึกษาอิทธิพลของชนิดและความเข้มข้นของสารสกัดที่มีต่อการศึกษาการสกัดธาตุหายากผสม

ศึกษาการสกัดโดยใช้ D2EHPA, TBP, LIX860, LIX 84, Cyanex 272, Cyanex 923 และ Aliquat[®] 336 เป็นสารสกัด ที่ ความเข้มข้น 0.5, 0.1 และ 0.2 โดยใช้สารนำกลับกรดไนตริก ที่ความเข้มข้น 0.5 M แสดงในรูปที่ 3



รูปที่ 2 แสดงเปอร์เซ็นต์ของการสกัดที่ของความเข้มข้นและชนิดสารสกัดต่าง ๆ กัน

จากผลการทดลองพบว่าจากเปอร์เซ็นต์การสกัดโดยใช้สารสกัด D2EHPA ที่ความเข้มข้น 0.5 M สามารถสกัด La ได้มากที่สุดอยู่ที่ 87.3 เปอร์เซ็นต์ของสารป้อน และปริมาณที่สกัดเท่ากับ 8,000 mg/l นำสถานะที่ได้นำไปศึกษาชนิดสารนำกลับและความเข้มข้นของสารนำกลับ แต่พบว่าผลการวิเคราะห์ที่วัฏภาคแรฟไฟเนตแสดงเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ที่สูง ดังแสดงในรูปที่ 4

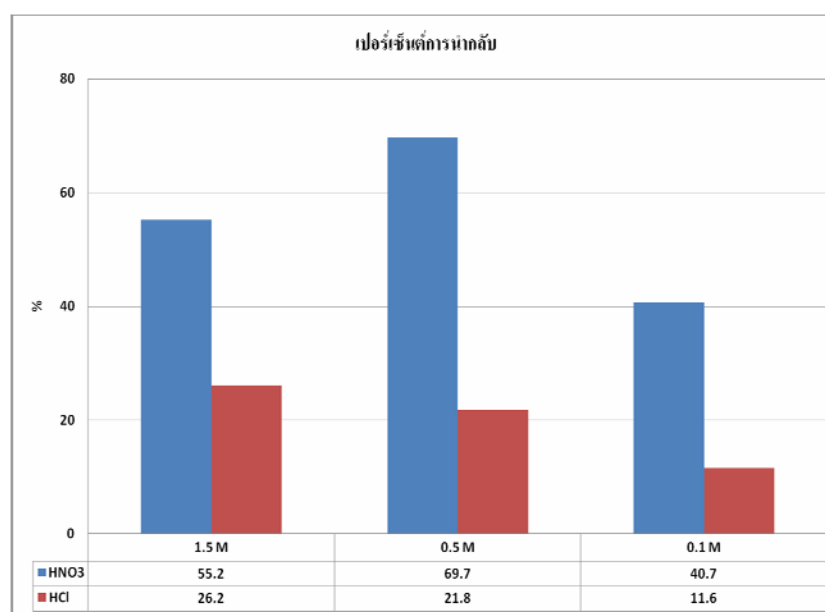


รูปที่ 4 เปอร์เซนต์ความบริสุทธิ์ของแลนทานัมในวัฏภาคแรฟไฟเนตโดยใช้กรดไนตริก 0.5 M เป็นสารนำกลับ

การผลการทดลองพบว่าการใช้สารสกัดทั้ง 6 โดยใช้กรดไนตริก 0.5 M เป็นสารนำกลับ ที่วัฏภาคแรฟไฟเนต ปริมาณที่มากที่สุดคือที่ใช้สารสกัด Aliquat ® 336 ที่ความเข้มข้น 0.02 M ปริมาณที่อยู่ในวัฏภาคแรฟไฟเนตเท่ากับ 10,440 mg/l มีเปอร์เซนต์ความบริสุทธิ์เท่ากับ 99.6 เปอร์เซนต์

4.2.2 ศึกษาผลของชนิดสารนำกลับและความเข้มข้นของสารนำกลับ

โดยใช้ D2EHPA ที่ความเข้มข้น 0.5 M เป็นสารสกัด และ HNO_3 และ HCl เป็นสารนำกลับ ที่ความเข้มข้น 1.5, 1.0 และ 0.5 แสดงดังรูปที่ 5



รูปที่ 5 เปอร์เซนต์การนำกลับที่ความเข้มข้นต่าง ๆ

จากผลการทดลองพบว่ากรดไนตริก 0.5 M มีเปอร์เซ็นต์การนำกลับสูงสุด 69.7 เปอร์เซ็นต์ และเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์เท่ากับ 95.3

5. สรุป

การเตรียมสารป้อน พบว่าสภาวะที่นำมาให้เป็นสารป้อนคือการบำบัดด้วยกรดที่ pH 4.6 แล้วนำสารละลายมาตกตะกอนด้วยด่างที่ pH 7.6 เป็นสารละลายป้อน ให้ La มีเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ถึง 90.8 เปอร์เซ็นต์ นำมาสกัดด้วยเยื่อแผ่นเหลวที่พองด้วยเส้นใยกลวง ทำการสกัดกับ D2EHPA ที่ความเข้มข้น 0.5 M สามารถสกัด La ได้มากที่สุดอยู่ที่ 87.3 เปอร์เซ็นต์ และนำกลับด้วยกรดไนตริก 0.5 M มีเปอร์เซ็นต์การนำกลับสูงสุด 69.7 เปอร์เซ็นต์ และเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์เท่ากับ 95.3

แต่พบว่าที่ภูมิภาคแรฟฟิเนตของการสกัดทั้ง 6 ชนิด โดยใช้กรดไนตริก 0.5 M เป็นสารนำกลับเปอร์เซ็นต์ความบริสุทธิ์ La มีมากกว่า 95 เปอร์เซ็นต์ ที่มากที่สุดคือ 99.9 เปอร์เซ็นต์ โดยใช้ Aliquat[®] 336 ที่ความเข้มข้น 0.02 M เป็นสารสกัด ปริมาณ La ที่อยู่ในภูมิภาคแรฟฟิเนตเท่ากับ 10,440 mg/l

6. กิตติกรรมประกาศ

งานวิจัยนี้ได้รับทุนสนับสนุนการวิจัยจากสถาบันเทคโนโลยีนิวเคลียร์แห่งชาติ (องค์การมหาชน) และศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายากในการวิเคราะห์สารตัวอย่าง

7. เอกสารอ้างอิง

1. มหาวิทยาลัยเกษตรศาสตร์. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก <http://web.ku.ac.th/schoolnet/snet5/topic2/La.html>. (วันที่ค้นข้อมูล : 18 ธันวาคม 2553)
2. บริษัท molycorp. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก <http://www.molycorp.com/lanthanum.asp> (วันที่ค้นข้อมูล : 18 ธันวาคม 2553)
3. สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ. [ออนไลน์]. เข้าถึงได้จาก http://203.185.68.133/thaiatom/OFFICE/data05_14_08.htm (วันที่ค้นข้อมูล : 18 ธันวาคม 2553)
4. Nwe Nwe Soe, Lwin Thuzar Shwe, and Kay Thi Lwin, 2008. Study on Extraction of Lanthanum Oxide from Monazite Concentrate. World Academy of Science, Engineering and Technology. 48, 142-145.