

(様式第5号)

XAFS を用いたタンタルおよびニオブの新製錬プロセスに 関与する非フッ酸系化合物の解明

Non-fluoride compounds involved in new smelting processes of tantalum and niobium by XAFS

久保 裕也・篠田 弘造

Hironari Kubo・Kozo Shinoda

福岡工業大学・東北大学

Fukuoka Institute of Technology・Tohoku universityxc

- ※1 先端創生利用（長期タイプ）課題は、実施課題名の末尾に期を表す（Ⅰ）、（Ⅱ）、（Ⅲ）を追記してください。
- ※2 利用情報の公開が必要な課題は、本利用報告書とは別に利用年度終了後2年以内に研究成果公開〔論文（査読付）の発表又は研究センターの研究成果公報で公表〕が必要です（トライアル利用を除く）。
- ※3 実験に参加された機関を全てご記載ください。
- ※4 共著者には実験参加者をご記載ください（各実験参加機関より1人以上）。

1. 概要（注：結論を含めて下さい）

利用者らは、Ta、Nb 鉱石を硫酸や塩酸などの一般的な酸に溶解可能にする画期的な手法を見出した。このプロセスで生成する熔融塩および白色沈殿の化学形態、つまり反応機構を明らかにすることを目的とした。白色沈殿を BL07 で Ta について XAFS 分析した。その結果、白色沈殿と酸化物の間に結晶性の大きな差異はなかった。粒径が溶解性の差の原因である可能性が浮上した。

(English)

The users have discovered an innovative method to make Ta and Nb ores soluble in common acids such as sulfuric and hydrochloric acid. The purpose of this study was to clarify the chemical form of the molten salt and white precipitates produced in this process, i.e., the reaction mechanism. White precipitates were analyzed by XAFS for Ta at BL07.

The results showed no significant difference in crystallinity between the white precipitates and the oxides. The possibility that particle size is the cause of the difference in solubility was raised.

2. 背景と目的

利用者らは、通常フッ化水素酸でしか溶解できないTa、Nb鉱石を硫酸や塩酸などの一般的な酸に溶解可能にする画期的な手法を見出した。鉱石と硫酸水素アンモニウムを加熱すると熔融塩が生成する。放冷後の熔融塩を水浸出すると白色沈殿が生成し、これが硫酸や塩酸などの各種酸に容易に溶解する。残された課題は、反応過程で生成する熔融塩および白色沈殿の化学形態、つまり反応機構が不明なことである。本提案の目的はXAFS分析によってこれらの構成化合物を同定することである。これらの化合物を同定できれば、効率的なプロセス設計に有益な情報となるのみならず、Ta、Nbの化学に新たな知見を追記することになる。

3. 実験内容（試料、実験方法、解析方法の説明）

提案している製錬工程を図1に示す。試験管に0.05 gのTa、Nb鉱石と1.5 gのNH₄HSO₄を添加し、ガスバーナで5分間加熱すると均一な熔融塩が形成された。生成した熔融塩を放冷した後に50 mLの水を加えると、白色の沈殿物が析出した。このスラリーを濾過し、得られた白色の固体物質をBL07でXAFS分析した。

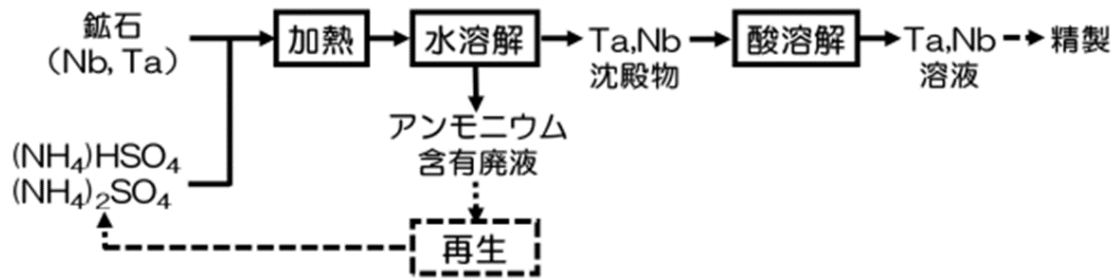


図1 利用者が提案している製錬方法

4. 実験結果と考察

鉍石から作製した白色沈殿と参照サンプルを Ta について測定した XANES スペクトルを図 2 に示す。白色沈殿の結晶性は酸化タンタルやタンタル酸と大きな差は見受けられなかった。しかしこれらは白色沈殿と異なり塩酸や硫酸にほとんど溶解しない。白色沈殿の粒径が酸化物試薬と比べて極端に小さい可能性がある。

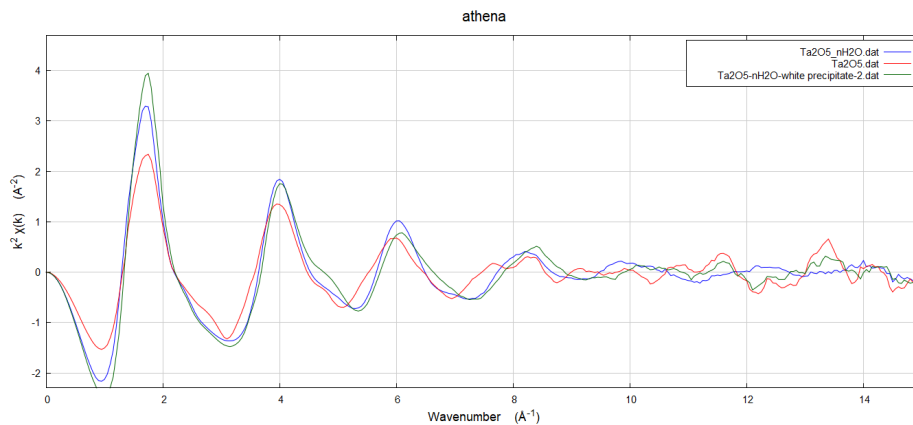


Fig. タンタル酸, Ta₂O₅, タンタル酸白色沈殿の結晶構造

5. 今後の課題

Nb と比較して Ta は入手できる化合物試薬が少ないため、他の研究者から提供して頂くか合成する必要がある。今回の分析結果から白色沈殿が 0.1 μm 程度の酸化物微粒子である可能性が浮上したため、Ta₂O₅ の超微粉碎サンプルを作製し比較したい。

6. 参考文献

なし

7. 論文発表・特許 (注：本課題に関連するこれまでの代表的な成果)

久保裕也, 西田拓翔, 増田彩香: ニオブ, 及びタンタルの液化処理方法,
特願 2021-041753, 特許第 6910690 号, PCT: JP2022/005190.

8. キーワード (注：試料及び実験方法を特定する用語を 2～3)

タンタル・ニオブ鉍石、硫酸水素アンモニウム、フッ化水素酸

9. 研究成果公開について (注：※2に記載した研究成果の公開について①と②のうち該当しない方を消してください。また、論文(査読付)発表と研究センターへの報告、または研究成果公報への原稿提出時期を記入してください(2018年度実施課題は2020年度末が期限となります)。

長期タイプ課題は、ご利用の最終期の利用報告書にご記入ください。

① 論文(査読付)発表の報告

(報告時期： 2024年10月)

