

# ĐIỀU CHẾ VÀ KHAN HÓA MUỐI TECBI FLORUA LÀM NGUYÊN LIỆU CHO QUÁ TRÌNH CHẾ TẠO TECBI KIM LOẠI

NGUYỄN THANH THỦY<sup>a</sup>, NGUYỄN TRỌNG HÙNG<sup>a</sup>, LƯU XUÂN ĐỈNH<sup>a</sup>, LÊ BÁ THUẬN<sup>a</sup>, NGUYỄN THỊ LIÊN<sup>a</sup>, NGUYỄN VĂN TÙNG<sup>a</sup>, NGUYỄN ĐÌNH VIỆT<sup>a</sup>, BÙI THỊ THU UYÊN<sup>b</sup>

<sup>a</sup> Viện Công nghệ xạ hiếm – số 48, Láng Hạ, Đống Đa, Hà Nội

<sup>b</sup> Đại học Thủy lợi – số 175 Tây Sơn, Đống Đa, Hà Nội

Email: nttuy.k51a@gmail.com

**Tóm tắt:**  $TbF_3 \cdot xH_2O$  được điều chế từ dung dịch  $TbCl_3$  với các tác nhân kết tủa  $NH_4HCO_3$  và HF. Quá trình khan hóa  $TbF_3 \cdot xH_2O$  được thực hiện trong lò nung ống, với sự có mặt của khí argon trong suốt quá trình nung. Ảnh hưởng của các tác nhân đến quá trình kết tủa và khan hóa đã được nghiên cứu. Phương pháp phân tích nhiệt được áp dụng để lựa chọn khoảng nhiệt độ khan hóa. Thành phần pha của sản phẩm thu được từ quá trình kết tủa được đánh giá bằng phương pháp nhiễu xạ tia X. Thành phần định tính, hình thái học của sản phẩm được đánh giá bằng phương pháp SEM-EDS. Kết quả cho thấy sản phẩm  $TbF_3$  khan có kích thước 200-700nm phù hợp để làm nguyên liệu để điều chế Tb kim loại.

**Từ khóa:** Khan hóa,  $TbF_3 \cdot nH_2O$ , tecbi florua, tecbi kim loại.

## I. MỞ ĐẦU

Tecbi (Tb) là một trong các nguyên tố đất hiếm (RE). Nó là kim loại màu trắng bạc, được ứng dụng rộng rãi trong lĩnh vực công nghệ cao và là thành phần không thể thiếu trong các thiết bị chuyển đổi điện - từ - cơ, cảm biến gia tốc, cảm biến cơ học, máy phát siêu âm - từ giảo, linh kiện điện tử [1-4].

Hai phương pháp chính để điều chế kim loại Tb nói riêng và kim loại đất hiếm là điện phân nóng chảy và nhiệt kim [5-6]. Tùy thuộc vào tính chất hóa lý của chúng mà các phương pháp được áp dụng một cách phù hợp. Trong công nghệ luyện kim thì nhiệt độ nóng chảy và nhiệt độ sôi của kim loại là các thông số rất quan trọng. Do có nhiệt độ nóng chảy cao nên Tb thường được điều chế bằng phương pháp nhiệt kim với tác nhân khử là canxi kim loại. Quá trình điều chế Tb kim loại bằng phương pháp nhiệt kim được thực hiện qua các bước sau: điều chế  $TbF_3$  khan, nhiệt kim thu nhận Tb kim loại thô, tinh chế thu nhận Tb kim loại có độ tinh khiết cao [7]. Như vậy, việc điều chế muối tecbi florua là một trong những công đoạn của quá trình điều chế Tb kim loại. Muối tecbi florua cần phải có độ tinh khiết cao để nhằm hạn chế các tạp chất như O, Cl, F, Fe... đi vào trong sản phẩm. Tecbi florua sạch cũng giúp cho quá trình tinh luyện kim loại Tb trở nên dễ dàng hơn do hàm lượng tạp chất ít hơn [8].

Quá trình điều chế đất hiếm florua nói chung được thực hiện qua hai phương pháp là phương pháp ướt và phương pháp khô. Với phương pháp ướt  $RECl_3$  phản ứng với HF để tạo thành  $REF_3$  ngậm nước, sau đó muối ngậm nước được khan hóa ở nhiệt độ cao. Với phương pháp khô, nguyên liệu ban đầu là oxit đất hiếm, tác nhân florua hóa thường là muối  $NH_4HF_2$ , khí HF khan. Trong các phương pháp trên, phương pháp ướt có ưu điểm là dễ thực hiện, yêu cầu trang thiết bị đơn giản, trong khi phương pháp khô với tác nhân florua hóa là khí HF cho sản phẩm sau cùng có độ tinh khiết cao nhưng do khí flo độc nên yêu cầu thiết bị phản ứng phức tạp [5-6]. Ngoài các phương pháp trên, một lượng nhỏ tecbi florua với kích thước nano hoặc micro có thể được điều chế theo các phương pháp khác nhau như: thủy nhiệt, siêu âm, vi sóng... [1-4,9,10].

Trong nghiên cứu này, chúng tôi nghiên cứu điều chế muối tecbi florua nhằm mục đích làm nguyên liệu cho quá trình điều chế tecbi kim loại. Phương pháp được chúng tôi sử dụng là phương pháp ướt với hai con đường là kết tủa trực tiếp và kết tủa gián tiếp. Hình thái của quá trình kết tủa, hiệu suất kết tủa, độ tinh khiết của sản phẩm được đánh giá nhằm lựa chọn cách thức điều chế phù hợp.

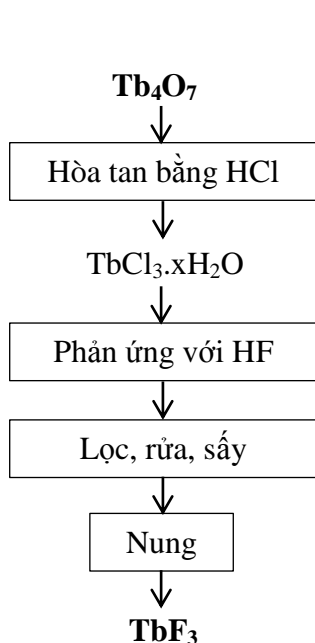
## II. NỘI DUNG

## II.1. Đối tượng và phương pháp

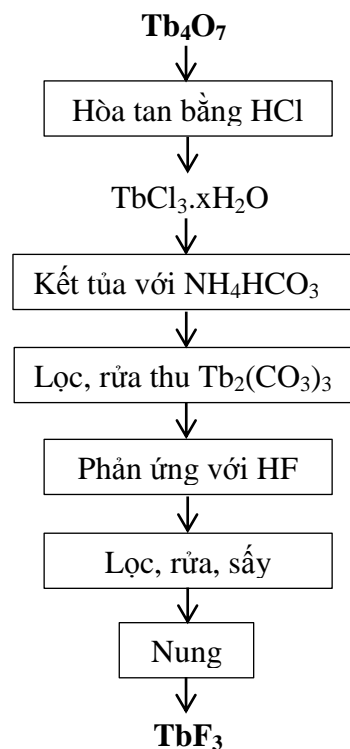
Các hóa chất được sử dụng trong nghiên cứu này bao gồm tecbi oxit ( $Tb_4O_7$  99,5% Nga);  $H_2O_2$ , HCl đặc, muối  $NH_4HCO_3$ , HF đặc (PA, Trung Quốc). Quá trình điều chế  $TbF_3$  được thực hiện theo hai cách trực tiếp (Hình 1a) và gián tiếp (Hình 1b). Nguyên liệu ban đầu là tecbi oxit được hòa tan bằng axit HCl đặc với sự có mặt của  $H_2O_2$ . Sau khi hòa tan hoàn toàn, dung dịch được cô đến khi sền sệt (nhằm loại bớt ion  $Cl^-$ ) rồi định mức thành dung dịch có nồng độ 100g/l (tính theo  $Tb_4O_7$ ).

Đối với quá trình kết tủa trực tiếp, dung dịch HF đặc (với thể tích đã tính toán) được nhỏ từ từ vào dung dịch  $TbCl_3$ . Quá trình phản ứng được thực hiện ở nhiệt độ phòng trên máy khuấy từ. Kết thúc phản ứng, kết tủa được rửa gạn hoặc ly tâm sau đó sấy ở  $105^\circ C/10h$  và nung ở  $600^\circ C/2h$  trong môi trường khí argon. Với quá trình kết tủa gián tiếp, dung dịch  $TbCl_3$  được kết tủa với dung dịch  $NH_4HCO_3$  2M đến pH xác định. Muối tecbi cacbonat sau đó được lọc, rửa, phân tán lại vào trong nước rồi cho phản ứng với axit HF đặc (theo thể tích đã tính toán). Kết tủa  $TbF_3$  được lọc, rửa, sấy và nung tương tự như phần kết tủa trực tiếp. Dung dịch lọc, rửa từ quá trình kết tủa tecbi cacbonat được phân tích thành phần để đánh giá hiệu suất kết tủa. Các quá trình kết tủa, lọc rửa có mặt của HF được thực hiện trong dụng cụ làm bằng nhựa để tránh quá trình ăn mòn của HF.

Sản phẩm của quá trình kết tủa được phân tích một số tính chất bằng các phương pháp: nhiễu xạ tia X trên thiết bị D8-Advanced Bruker tại Trường Đại học Khoa học Tự nhiên, Hà Nội; phân tích nhiệt trên thiết bị Setaram Labsys TG tại trường Đại học Sư phạm Hà Nội; hình thái học và thành phần nguyên tố hóa học - SEM/EDS trên thiết bị JEOL JSM-IT100 tại Viện Công nghệ xạ hiếm. Kích thước hạt được xác định thông qua ảnh SEM nhờ phần mềm ImageJ. Hiệu suất của quá trình kết tủa được xác định qua khối lượng muối tecbi florua khan. Thiết bị phân tích ICP-OES tại Viện Công nghệ xạ hiếm được dùng để phân tích các mẫu dung dịch không chứa flo.



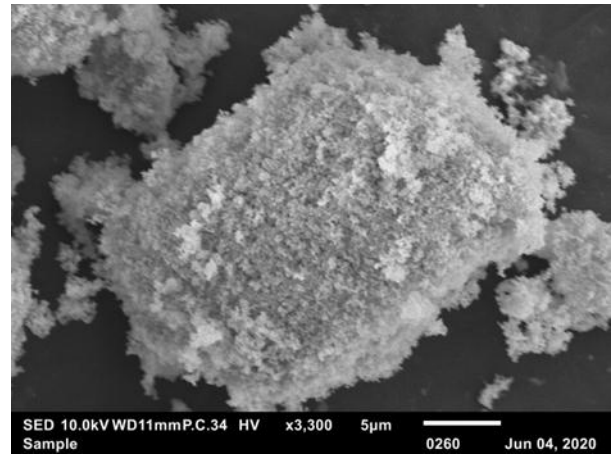
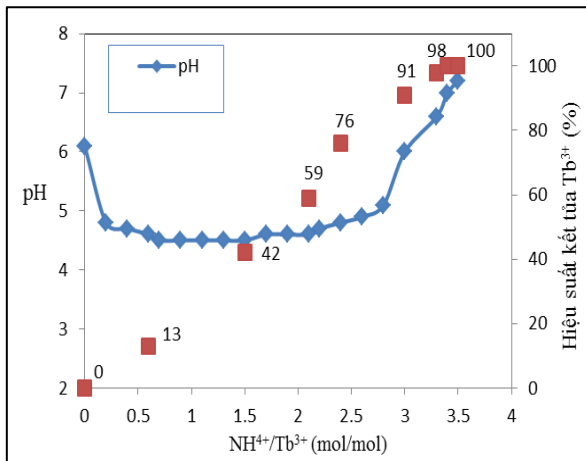
Hình 1a. Sơ đồ điều chế  $TbF_3$  trực tiếp.



Hình 1b. Sơ đồ điều chế  $TbF_3$  gián tiếp.

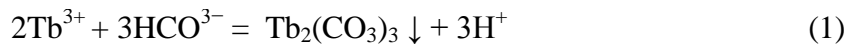
## II. 2. Kết quả và bàn luận

### II.2.1. Quá trình kết tủa muối tecbi cacbonat



**Hình 2.** Sự phụ thuộc của pH và hiệu suất kết tủa Tb<sup>3+</sup> vào tỷ lệ mol NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> (trái), ảnh SEM của muối tecbi cacbonat (phải).

Hình 2 cho thấy khi cho dung dịch muối NH<sub>4</sub>HCO<sub>3</sub> vào dung dịch TbCl<sub>3</sub> thì pH của dung dịch từ 6 giảm xuống nhỏ hơn 5. Khi cho tiếp muối bicacbonat vào thì pH của dung dịch không thay đổi nhiều trong khoảng tỷ lệ NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> từ 0,1 đến 3. Đây là giai đoạn phản ứng kết tủa diễn ra mạnh mẽ. Quá trình kết tủa của các nguyên tố đất hiếm nói chung và tecbi nói riêng bằng tác nhân bicacbonat xảy ra theo phương trình dưới đây:

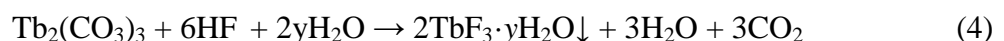
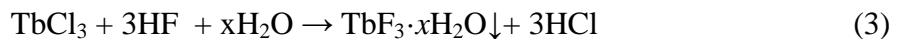


Theo đó, ngoài quá trình kết tủa tecbi (1) còn có xảy ra quá trình trung hòa ion HCO<sup>3-</sup> (2). Điều này làm cho pH của dung dịch trong suốt quá trình xảy ra phản ứng được duy trì trong một khoảng nhất định. Sau giai đoạn này, pH của dung dịch tăng nhanh khi tỷ lệ NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> bằng 3. Điều này chứng tỏ phản ứng đã gần kết thúc. Kết quả phân tích ICP-OES cho thấy hiệu suất của quá trình kết tủa tăng dần khi tỷ lệ NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> tăng trong giai đoạn từ 0,1 đến 3,4. Tại tỷ lệ NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> bằng 3,4 và 3,5, hiệu suất kết tủa tecbi là 100%. Tỷ lệ này cao hơn tỷ lệ NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> cần thiết theo lý thuyết là 3,0 do muối bicacbonat bị tiêu tốn một phần cho việc trung hòa axit còn lại trong dung dịch và do sự phân hủy trong quá trình diễn ra kết tủa. Như vậy, để kết tủa hoàn toàn ion tecbi bằng muối amoni bicacbonat thì pH của dung dịch sau kết tủa cần lớn hơn hoặc bằng 7 hay tỷ lệ NH<sup>4+</sup>/Tb<sup>3+</sup> lớn hơn hoặc bằng 3,4.

Ảnh SEM của muối tecbi cacbonat cho thấy các hạt hình thành không có hình dạng nhất định. Các hạt bị co cụm với nhau thành các hạt lớn, có thể lên đến vài chục micromet. Quá trình lắng và lọc rửa muối tecbi cacbonat diễn ra tương đối nhanh do kích thước hạt lớn.

### II.2.2. Quá trình kết tủa muối tecbi florua

Quá trình kết tủa TbF<sub>3</sub> theo con đường trực tiếp diễn ra theo phương trình (3), trong khi đó phương trình (4) mô tả quá trình hình thành muối TbF<sub>3</sub> theo con đường gián tiếp.



**Bảng 1.** Hiệu suất kết tủa tecbi theo HF

Cách kết tủa	Lượng HF cho vào		
	100%	Dư 10%	Dư 20%
Trực tiếp	99	97	96
Gián tiếp	100	99	98

Trong quá trình kết tủa trực tiếp, kết tủa trắng được hình thành ngay sau khi cho HF vào, khi cho đủ 100% lượng HF vào thì pH của dung dịch nhỏ hơn 1. Đối với con đường gián tiếp, khi cho hết 100% lượng HF theo lý thuyết vào thì pH của dung dịch khoảng bằng 2. Kết quả trong Bảng 1 cho thấy, hiệu suất kết tủa tecbi của cả hai phương pháp đạt 99 và 100% khi lượng HF cho vào vừa đủ theo phản ứng (3) và (4). Khi tiếp tục cho HF vào thì hiệu suất thu nhận tecbi giảm xuống. Điều này là do một phần tecbi đã tạo phức với ion flo ( $F^-$ ) có trong dung dịch. Hiệu suất theo con đường kết tủa trực tiếp giảm nhanh hơn so với con đường gián tiếp, do pH của dung dịch kết tủa trực tiếp luôn thấp hơn dẫn đến muối tecbi florua tan ra nhiều hơn.

**Bảng 2:** Thời gian lắng của kết tủa trong quá trình rửa gạn

Cách kết tủa	Thời gian lắng của kết tủa		
	Sau khi kết tủa	Rửa gạn lần thứ nhất	Rửa gạn lần thứ hai
Trực tiếp	5 phút	1h	22h
Gián tiếp	5 phút	0,5h	6h

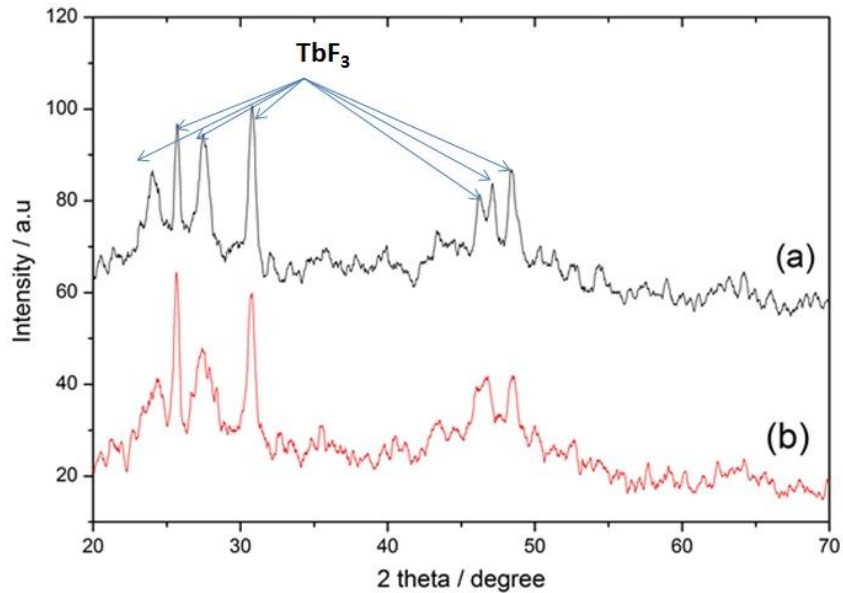
Quan sát hình thái của hai quá trình kết tủa nhận thấy muối tecbi florua hình thành sau khi kết thúc phản ứng lắng tương đối dễ dàng. Thời gian lắng vào khoảng 5 phút. Tiến hành quá trình lọc nhận thấy rằng lọc hút chân không với giấy lọc không khả thi do kích thước hạt kết tủa rất nhỏ. Tiến hành rửa gạn kết tủa thì thấy rằng thời gian lắng của kết tủa tăng lên theo số lần rửa gạn. Đối với mẫu kết tủa trực tiếp, thời gian lắng lần lượt là 1h và 22h đối với quá trình rửa gạn lần 1 và lần 2; trong khi đó thời gian lắng của mẫu kết tủa gián tiếp thấp hơn rất nhiều, lần lượt là 0,5 và 6h. Như vậy, quá trình rửa gạn ít khả thi do mất nhiều thời gian. Chúng tôi tiến hành lọc ly tâm để thu kết tủa.

**Bảng 3:** Thành phần hóa học của kết tủa

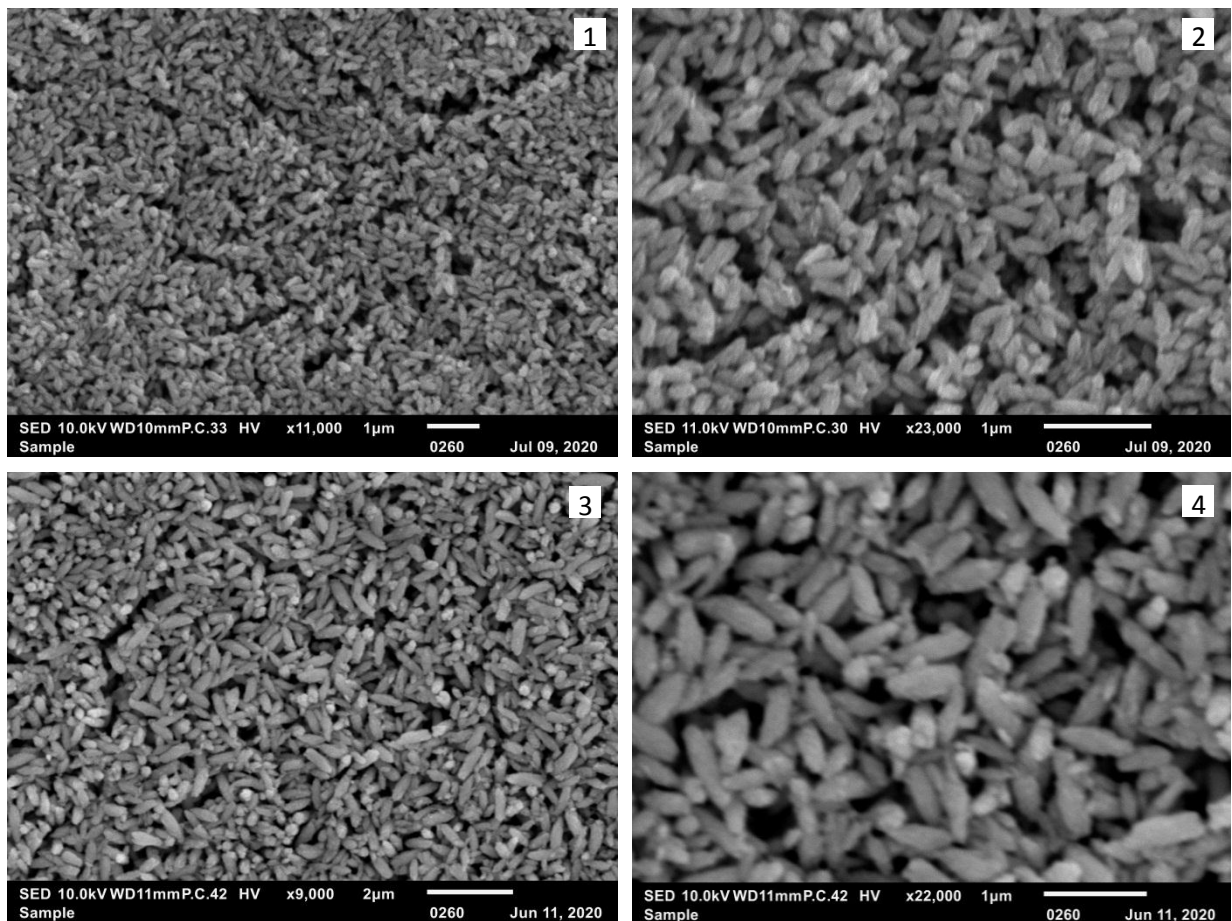
Nguyên tố	Tỷ lệ theo khối lượng (%)				
	TbF <sub>3</sub> tinh khiết	Trực tiếp		Gián tiếp	
		Rửa gạn	Ly tâm	Rửa gạn	Ly tâm
Tb	73,6	56,5	74,7	62,6	74,7
F	26,4	43,3	25,3	37,1	25,3
Cl	0	0,2	0	0,3	0
Tb/F	2,79	1,31	2,95	1,69	2,95

Bảng 3 cho thấy hiệu quả của quá trình lọc rửa ly tâm so với quá trình rửa gạn thông thường. Kết quả cho thấy, ion clo (Cl) được rửa triệt để khỏi kết tủa nhờ phương pháp ly tâm. Bên cạnh đó, tỷ lệ phần trăm khối lượng Tb/F trong mẫu thu được bằng cách lọc rửa ly tâm cũng tương đương với tỷ lệ Tb/F trong muối TbF<sub>3</sub> tinh khiết, trong khi phương pháp rửa gạn có tỷ lệ thấp hơn nhiều. Điều này chứng tỏ một lượng lớn ion F<sup>-</sup> còn nằm lại trong kết tủa thu được từ quá trình rửa gạn. Sự có mặt của ion F<sup>-</sup> không có lợi cho quá trình nhiệt kim điều chế Tb kim loại.

Kết quả phân tích XRD của hai mẫu TbF<sub>3</sub> (Hình 3) cho thấy có sự hình thành pha tinh TbF<sub>3</sub> với các pic 6 đặc trưng có cường độ cao. Vị trí phù hợp với các pic chuẩn của muối tecbi florua tinh khiết [1]. Kết quả cũng không thấy sự xuất hiện của các pic của các hợp chất khác như muối cacbonat, muối clorua nên quá trình kết tủa đã diễn ra hoàn toàn. Như vậy, cả hai phương pháp đều phù hợp để điều chế TbF<sub>3</sub> tinh khiết.



**Hình 3:** Giải đồ XRD của mẫu kết tủa gián tiếp (a) và trực tiếp (b).



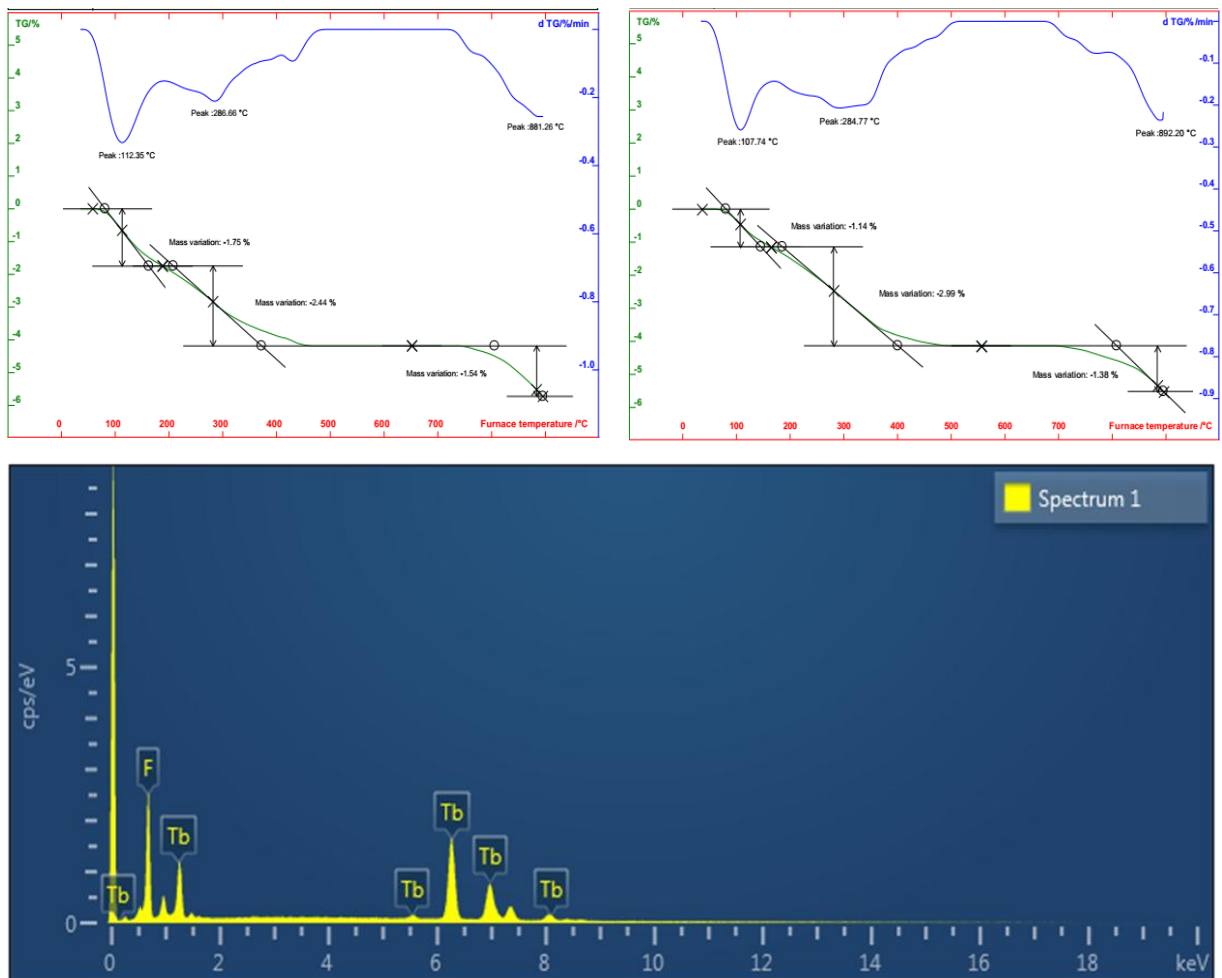
**Hình 4:** Ảnh SEM của mẫu  $TbF_3$  kết tủa trực tiếp (1-2) và kết tủa gián tiếp (3-4).

Ảnh SEM của các sản phẩm kết tủa theo hai con đường cho thấy kết tủa hình thành có độ kết tinh cao. Các hạt kết tủa có hình dạng giống hạt gạo, có biên giới các hạt rõ ràng, không bị co cụm. Sử dụng phần mềm ImageJ nhận thấy các hạt kết tủa theo phương pháp trực tiếp có chiều rộng 100-200nm, chiều dài 300-500nm; trong khi với mẫu kết tủa gián tiếp kích thước rộng và dài lần lượt là 300-400nm và 400-700nm. Như vậy, muối  $TbF_3$  điều chế theo phương pháp gián tiếp có kích thước hạt lớn hơn. Điều này cũng giải thích tại sao kết tủa của

hỗn hợp sau phản ứng và hỗn hợp rửa gạn thu được theo con đường gián tiếp lắng nhanh hơn như đã trình bày ở trên. Kích thước hạt của cả hai mẫu đều nằm trong khoảng vài trăm nanomet có lợi cho quá trình nhiệt kim điều chế Tb kim loại do diện tích tiếp xúc lớn.

### II.2.3. Quá trình khan hóa muối tecbi florua

Quá trình khan hóa muối tecbi florua điều chế theo phương pháp ướt rất quan trọng do sản phẩm thu được luôn ngâm nước. Nước trong muối nếu không được loại bỏ sẽ phản ứng với canxi và đi vào Tb kim loại trong quá trình nhiệt kim từ đó là giảm độ tinh khiết của sản phẩm. Muối đất hiếm florua dạng hydrat nói chung có dạng  $RE\text{F}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  (với  $x=0,5-1$ ). Kết quả phân tích nhiệt của hai mẫu  $\text{TbF}_3$  trong Hình 5 cho thấy ở hai mẫu xảy ra quá trình mất nước tự do ở  $112^\circ\text{C}$  và  $107^\circ\text{C}$ , tương ứng với độ hụt khối 1,75% và 1,14%. Quá trình mất nước hydrat diễn ra từ khoảng 110 đến  $450^\circ\text{C}$  ứng với 2 đỉnh pic ở cả hai mẫu thí nghiệm. Ở cả hai mẫu, độ hụt khối do sự mất nước tự do và nước hydrat xấp xỉ nhau và vào khoảng 4,1% tương ứng với  $0,663 \text{ H}_2\text{O}$  (với  $0,5 \text{ H}_2\text{O}$  dạng hydrat và  $0,163$  nước tự do). Giai đoạn từ  $450$  đến  $700^\circ\text{C}$ , khối lượng của cả hai mẫu không giảm. Từ  $700^\circ\text{C}$  trở đi, khối lượng lại bắt đầu giảm xuống. Đây là quá trình chuyển hóa muối  $\text{TbF}_3$  thành  $\text{TbOF}$  do sự có mặt của hơi nước và oxi trong môi trường nung. Do đó, quá trình khan hóa muối  $\text{TbF}_3 \cdot x\text{H}_2\text{O}$  nên được thực hiện trong khoảng nhiệt độ  $450^\circ\text{C}$  đến  $700^\circ\text{C}$  với môi trường không có hơi nước hoặc oxi.



**Hình 5:** Giảm đồ phân tích nhiệt  $\text{TbF}_3$  kết tủa trực tiếp (trên, trái), kết tủa gián tiếp (trên, phải) và EDS của kết tủa  $\text{TbF}_3$  nung ở  $600^\circ\text{C}/2\text{h}$ .

Kết quả phân tích EDS của mẫu khan hóa ở  $600^\circ\text{C}/2\text{h}$  chỉ cho thấy sự xuất hiện của các pic đặc trưng cho Tb và F, không có sự xuất hiện của oxi hay clo. Điều này cho thấy muối tecbi florua có độ tinh khiết cao và đáp ứng được yêu cầu làm nguyên liệu cho quá trình điều chế kim loại tecbi.



### III. KẾT LUẬN

Muối tecbi florua đã được điều chế thành công theo hai con đường trực tiếp và gián tiếp. Phương pháp điều chế trực tiếp cho kết quả có kích thước nhỏ hơn nhưng quá trình lắng, lọc rửa diễn ra lâu hơn. Sản phẩm tecbi florua khan, có độ tinh khiết cao có thể thu được khi tiến hành khan hóa ở nhiệt độ 450-700°C. Kích thước hạt kết tủa vào khoảng vài trăm nanomet rất thuận lợi cho quá trình nhiệt kim điều chế tecbi kim loại. Hai phương pháp kết tủa này cũng có thể được dùng để điều chế muối TbF<sub>3</sub> cho các mục đích khác như làm vật liệu phát quang, vật liệu sinh học hay từ tính, tuy nhiên cần nghiên cứu các điều kiện phản ứng để làm giảm kích thước hạt.

#### Lời cảm ơn

Chúng tôi xin chân thành cảm ơn Đề tài cấp Bộ mã số ĐTCB.10/20/VCNXH “Nghiên cứu quy trình công nghệ điều chế Tecbi kim loại từ dung dịch TbCl<sub>3</sub> của quá trình chiết phân chia đất hiếm” đã hỗ trợ tài chính cho nghiên cứu này.

#### TÀI LIỆU THAM KHẢO

- [1] Ling Zhu, Yangjia Liu, Xizhi Fan, Daowu Yang, Xueqiang Cao, Rapid synthesis of single-crystalline TbF<sub>3</sub> with novel nanostructure via ultrasound irradiation, *Materials Research Bulletin* 46, 252–257, (2011).
- [2] Miao Wang, Yujun Shi, Guoqing Jiang, Yanfeng Tang, Room temperature synthesis and characterization of different morphological TbF<sub>3</sub> nano/microcrystals, *Materials letters* 65, 1945–1948, (2011).
- [3] Wang Zhenling, Zhang Xinlei, Chang Jiazhong, Li Chunyang, Synthesis and photoluminescent properties of water-soluble TbF<sub>3</sub> nanoparticles, *Journal of rare earths*, Vol. 29, P. 1018, (2011).
- [4] Xun Wang, Jing Zhuang, Qing Peng, and Yadong Li, Hydrothermal synthesis of rare-earth fluoride nanocrystals, *Inorganic Chemistry*, Vol. 45, 6661-6665, (2006).
- [5] Nguyễn Trọng Hùng, Nghiên cứu công nghệ điều chế một số sản phẩm đất hiếm có độ sạch cao từ nguồn khoáng đất hiếm Việt Nam, Báo cáo đề tài cấp Nhà nước, Hà Nội 2015
- [6] Lê Bá Thuận, Nguyễn Trọng Hùng, Nguyễn Văn Sinh, Nghiên cứu điều chế Nd, Pr kim loại bằng phương pháp điện phân muối nóng chảy hệ florua, *Khoa học và Công nghệ*, số 24, 28 – 31 (2015).
- [7] Trevor M. Riedemann and et al., High purity rare earth metals preparation, MPC rare earth materials section, 122 metals development building, Ames Laboratory (2011).
- [8] Yosry A. Attia, Extraction and refining of high purity terbium metal from rare earth resources, *Mineral Processing and Extractive Metallurgy Review*, Vol. 7, 95-114, (1990).
- [9] Chunxia Li, Jun Yang, Piaoping Yang, Hongzhou Lian, and Jun Lin, Hydrothermal synthesis of lanthanide fluorides LnF<sub>3</sub> (La to Lu) nano-microcrystals with multiform structures and morphologies, *Chem. Mater*, 20, 4317–4326, (2008).
- [10] Jintai Lin, Qianming Wang, Systematic studies for the novel synthesis of nano-structured lanthanide fluorides, *Chemical Engineering Journal* 250, 190–197, (2014).

# PREPARATION AND DEHYDRATION OF TERBIUM FLUORIDE SALT FOR TERBIUM METAL PROCESSING

NGUYEN THANH THUY <sup>a</sup>, NGUYEN TRONG HUNG <sup>a</sup>, LUU XUAN DINH <sup>a</sup>, LE BA THUAN <sup>a</sup>,  
NGUYEN THI LIEN <sup>a</sup>, NGUYEN VAN TUNG <sup>a</sup>, NGUYEN DINH VIET <sup>a</sup>, BUI THI THU UYEN <sup>b</sup>

<sup>a</sup> *Institute for Technology of Radioactive and Rare Elements, 48 – Lang Ha, Dong Da, Hanoi*

<sup>b</sup> *Thuyloi University – 175 Tay Son, Dong Da, Hanoi.*

*Email: ntthuy.k51a@gmail.com*

**Abstract:**  $TbF_3 \cdot xH_2O$  is prepared from the solution by using  $TbCl_3$ ,  $NH_4HCO_3$ , and HF. The dehydration process of  $TbF_3 \cdot xH_2O$  is carried out in a tube furnace with the presence of argon gas during the firing process. The effects of the agents' concentration, heating time, temperature, on the precipitation, anhydrous process have been studied. Thermal analysis techniques are applied to determine the temperature range of the study. The phase composition of the product is assessed by X-ray diffraction. The qualitative and morphological components of the product are assessed by SEM-EDS. The results show that anhydrous  $TbF_3$  with the particle size of 200-700nm can be used as a material to prepare terbium metal.

**Keywords:** *Dehydration,  $TbF_3 \cdot nH_2O$ , terbium fluoride, terbium metal.*