บทที่ 6

ผลการทดลอง

6.1 ขั้นเตรียมบรอท

การเตรียมสารละลายผสมของ HMTA และยูเรียความเข้มข้น 3 โมลาร์พบว่า ต้องเติมน้ำลงไปในปริมาณเท่ากับที่คำนวณไว้ HMTA จึงจะละลายได้หมด และการละลายใช้เวลานานมาก

จากการทดลองพบว่า จุดเยือกแข็งของ ADUN และสารละลายผสมของ HMTA กับยูเรียเท่ากับ -10^{0} เซลเซียส เมื่อนำสารทั้งสองมาผสมกันแล้วจะได้บรอทที่มีอุณหภูมิประมาณ -10^{0} เซลเซียส

6.2 ขั้นเตรียมไมโครสเฟียร์

ไตรคลอโรเอทธิลีนซึ่งใช้เป็นตัวกลางในการทำเจลสเฟียร์ต้องผสมด้วยน้ำมันก๊าดเพื่อให้มีความถ่วงจำเพาะลดลงเป็น 1.4 จึงจะทำให้หยดบรอทจมลงสู่ภาชนะที่เก็บได้ และอุณหภูมิของตัวกลางควรอยู่ที่ $68-70^{0}$ เซลเซียส จึงจะได้มวลสเฟียร์ที่มีขนาดผลึกพอเหมาะ อายุการใช้งานของตัวกลางสังเกตได้จากความขุ่น เนื่องจากมีน้ำลงไปปนอยู่มาก เมื่อตัวกลางขุ่นหยดบรอทจะลอยและเกาะเป็นกลุ่มอยู่ที่บริเวณปากคอลัมน์

การเตรียมตัวกลางเพื่อใช้ทำเจเลชันต้องผสมสแปน 80 ในปริมาณ 0.02 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร พบว่าเมื่อใส่สแปน 80 ในปริมาณ 0.036 เปอร์เซ็นต์จะได้มวลสเฟียร์ที่มีลักษณะเบี้ยวเป็นรูปวงรีและเมื่อใช้สแปน 80 ในปริมาณ 0.01 เปอร์เซ็นต์หรือไม่ใช้เลย เจลสเฟียร์จะติดกันเอง ติดข้างคอลัมน์และเกาะเป็นกลุ่มลอยอยู่ในตัวกลาง

การให้ความร้อนแก่คอลัมน์ต้องให้เป็น 2 ช่วง คือช่วงบนและช่วงล่าง ความร้อนที่ได้จึงจะพอเหมาะ ถ้าให้ความร้อนแต่ช่วงล่างของคอลัมน์อย่างเดียว เจลสเฟียร์จะแตกครึ่งเมื่อตกถึงบริเวณที่ให้ความร้อน

อัตราเร็วของการเกิดหยด การไหลของบรอทเป็นตามตาราง 6.2, 6.3 และ 6.4

6.3 ขั้นการล้าง

เมื่อปล่อยให้เจลสเฟียร์แห้งจากตัวกลางแล้วนำมาล้างพบว่า เจลสเฟียร์จะแตกทันทีที่ใส่สารซึ่งเป็นตัวล้างลงไป การล้างจึงต้องทำทันทีหลังจากที่นำสเฟียร์ออกจากไตรคลอโรเอทธิลีนแล้ว

เมื่อใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ pH 9.5 ล้างสเฟียร์พบว่า น้ำที่ล้างมีสีเหลือง และเมื่อให้ pH เป็น 8.5 ไม่มีสีเหลืองเกิดขึ้นเลย

อุณหภูมิของการล้างพบว่า เมื่อให้อุณหภูมิแก่สารในขณะที่ล้างเกิน 40^{0} เซลเซียส จะมีรอยร้าวปรากฏอยู่รอบเม็ดไมโครสเฟียร์

6.4 การทำให้แห้ง

พบว่าเมื่อให้ความร้อนอย่างรวดเร็วไมโครสเฟียร์จะแตกเป็นส่วนมาก เมื่อให้ความร้อนอย่างช้า ๆ ประมาณ 10^{0} เซลเซียสต่อชั่วโมง ทั้งการทำให้แห้งด้วยเตาอบและด้วยหม้อน้ำมันโดยมีไอน้ำผ่านจะได้ไมโครสเฟียร์ที่ดี มีเปอร์เซ็นต์การแตกน้อยมากหรือไม่มีเลย และสีของไมโครสเฟียร์จะสม่ำเสมอเป็นสีเดียวกันหมด ขณะที่การให้ความร้อนอย่างรวดเร็วจะได้ไมโครสเฟียร์ที่มีสีต่างกัน

ไมโครสเฟียร์ที่ได้จากขั้นที่ 2 ถ้ามีสีเข้มจะแตกในขั้นนี้ ส่วนสเฟียร์ที่เป็นสีเหลืองอ่อนจะมีการแตกน้อยกว่าหรือไม่มีเลย

6.5 การเผาประสาน

เมื่อนำไมโครสเฟียร์มาเผาประสานจะได้ไมโครสเฟียร์ที่มีความหนาแน่นตามตาราง 6.9 อัตราส่วนของ O/U ตามตาราง 6.7 และร้อยละของคาร์บอนตามตาราง 6.5

ตาราง 6.1

ตัวอย่างที่	ขนาดท่อรูตีบ (มม.)	สภาวะการหยด	เส้นผ่าศูนย์กลางไมโครสเฟียร์ (ไมโครเมตร)	จำนวนเม็ด กลม	จำนวนเม็ด แตก	คำร้อยละ กลม	คำร้อยละ แตก	คำร้อยละจำนวนเม็ด
1	0.6	น.น.กด 100 ก.	850	563	281	66.7	33.3	97.8
			600-850	17	2	89.5	10.5	2.2
2	0.6	น.น.กด 500 ก.	>850	503	2	99.6	0.4	95.8
			600-850	15	7	68.2	31.8	4.2
3	0.6	ก๊าซ 0.2ลิตร/นาที	1000	102	-	100	-	7.9
			850-1000	1003	150	87.0	13.0	78.2
			600-850	24	3	88.9	1.1	1.9
4	0.6	ก๊าซ 0.5ลิตร/นาที	300-425	2100	-	100	-	100
5	0.6	ก๊าซ 0.7ลิตร/นาที	>850	7	-	100	-	0.8
			600-850	89	-	100	-	9.7
			300-425	803	-	100	-	87.1
			<300	23	-	100	-	2.5
6	0.6	ก๊าซ 0.9ลิตร/นาที	600	9	-	100	-	-
			425-600	145	15	90.6	9.4	7.6
			300-425	1217	-	100	-	63.7
			<300	526	-	100	-	27.5
7	0.6	ความถี่ 30 Hz.	>425	304	-	100	-	5.8
			300-425	2833	-	100	-	54.3
			<300	2083	-	400	-	39.9
8	0.5	ก๊าซ 0.5กก/ซม^2	1000	23	-	100	-	4.9
			850-1000	449	-	100	-	95.1
9	0.5	น.น.กด 500 ก.	>1000	5	3	62.5	37.5	0.5
			1000	76	-	100	-	7.8
			710-1000	536	6	98.9	1.1	55.3
			510-710	300	50	85.7	14.3	30.9
10	0.45	ตกอย่างอิสระ	600-850	257	19	93.1	6.9	5.9
			425-600	854	25	97.2	2.8	19.6
			300-425	3207	-	100	-	73.5

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

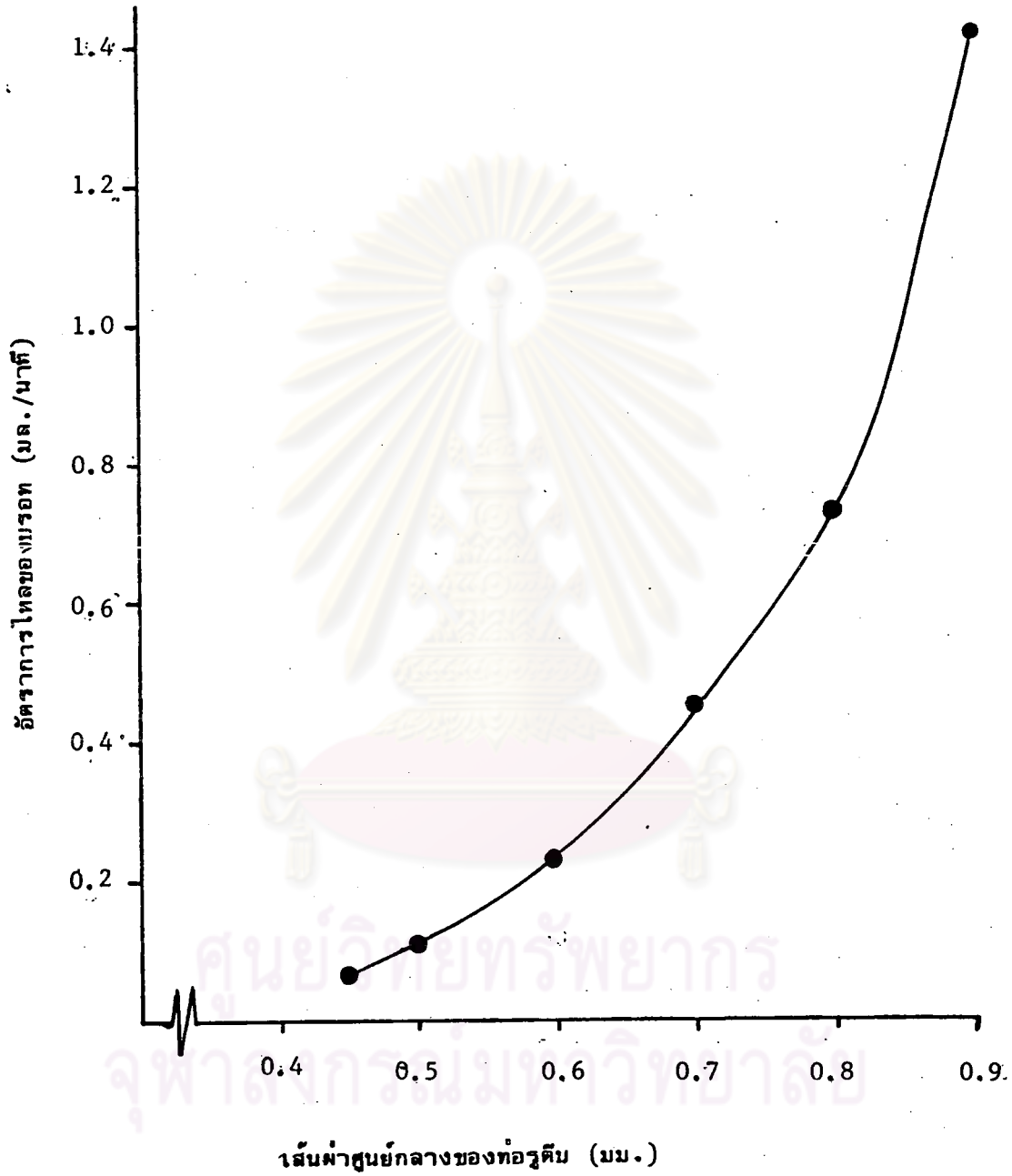
ตาราง 6.2

อัตราการไหลของบรอทผ่านท่อรูตีบขนาดต่าง ๆ

ความเข้มข้นของบรอท = 1.25 ไมลของยูเรเนียม/ลิตร

ตัวอย่างที่	เส้นผ่าศูนย์กลางของท่อรูตีบ (มม.)	ปริมาตรของบรอท (มล.)	เวลาที่ใช้ในการหยด (นาที)	อัตราการไหลของบรอท (มล./นาที)	เส้นผ่าศูนย์กลางของเจลสเฟียร์ (มม.)
1	0.9	12	8.47	1.42	2.9-5.1
2	0.8	12	16.50	0.73	2.6-2.9
3	0.7	12	26.50	0.45	2.6-2.7
4	0.6	12	51.82	0.23	2.6-2.65
5	0.5	9.6	88.00	0.11	1.9-2.2
6	0.45	7.6	124.00	0.06	2.0-2.1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.1 ความสัมพันธ์ของอัตราการไหลของบรอทกับ เส้นผ่าศูนย์กลางท่อรูตีบ

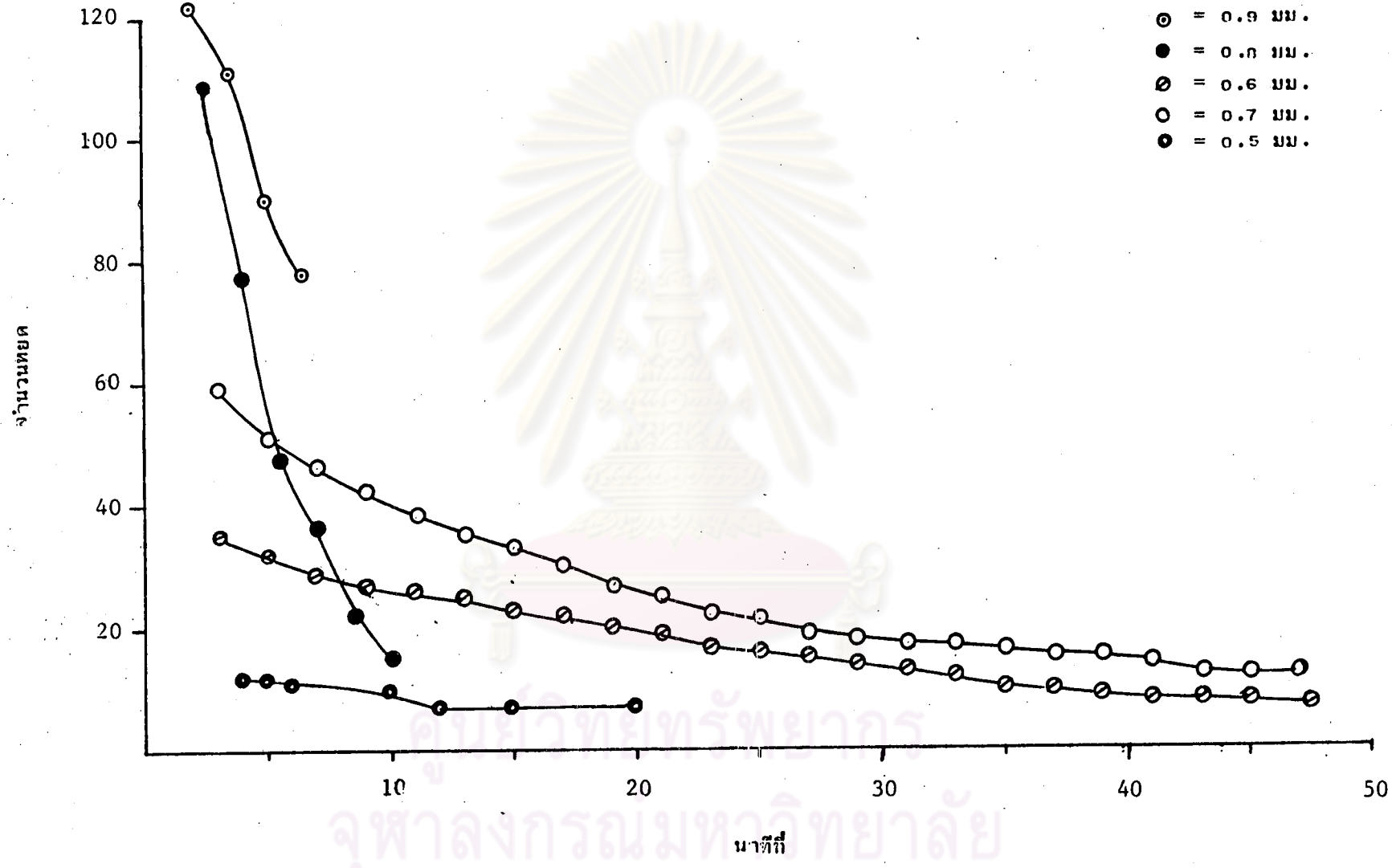
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตาราง 6.3

ข้อมูลอัตราการหยดของบรอทที่เวลาต่าง ๆ เมื่อปล่อยให้ตกอย่างอิสระ

เส้นผ่าศูนย์กลางท่อรูดีบ (มม.)									
0.9		0.8		0.7		0.6		0.5	
าทีที่	จำนวนหยดต่อนาที	นาทีที่	จำนวนหยดต่อนาที	นาทีที่	จำนวนหยดต่อนาที	นาทีที่	จำนวนหยดต่อนาที	นาทีที่	จำนวนหยดต่อนาที
2	122	2.5	109	3	59	3	35	4	12
3.5	111	4.0	77	5.5	51	5	33	5	12
5	90	5.5	47	7.5	46	7	29	6	11
6.5	78	7.0	36	9	42	9	27	10	10
		8.5	22	11	38	11	26	12	7
		10	15	13	35	13	25	15	7
				15	33	15	23	20	7
				17	30	17	22		
				19	27	19	20		
				21	25	21	19		
				23	22	23	17		
				25	21	25	16		
				27	19	27	15		
				29	18	29	14		
				31	17	31	13		
				33	17	33	12		
				35	16	35	10		
				37	15	37	10		
				39	15	39	9		
				41	14	41	8		
				43	12	43	8		
				45	12	45	8		
				47	12	47	7		
						49	6		
						51	5		

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.2 อัตราการเกิดหยดที่เวลาต่าง ๆ

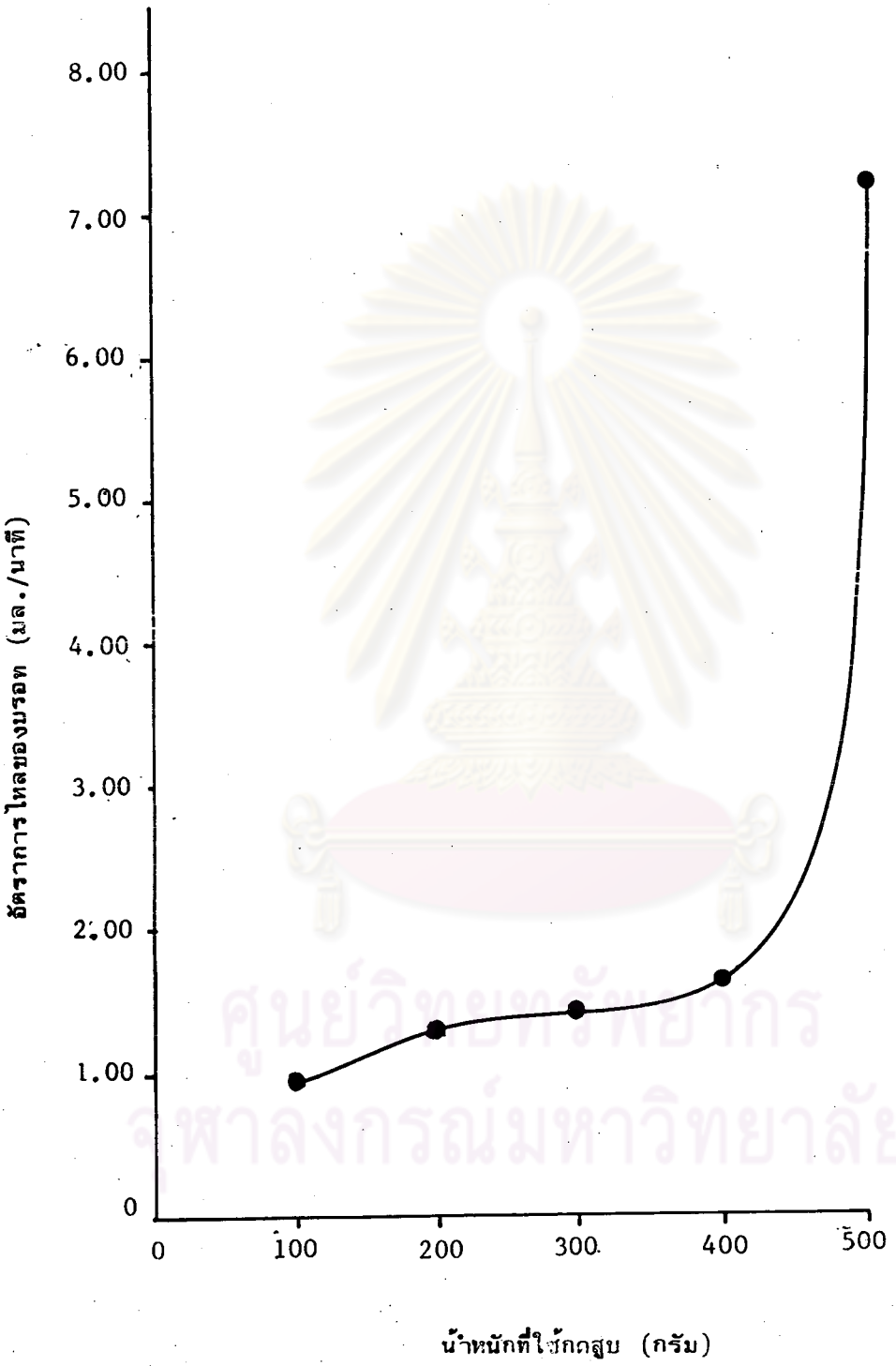
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตาราง 6.4

แสดงอัตราการไหลของบรอทเมื่อใช้น้ำหนักมาตรฐานขนาดต่าง ๆ กัน

ตัวอย่างที่	ความเข้มข้นของ U ในบรอท (โมลาร์)	ขนาดท่อรูตีบ (มิลลิเมตร)	ปริมาตรบรอท (มิลลิลิตร)	น้ำหนักที่ใช้กด (กรัม)	เวลาที่ใช้หยด (นาที)	อัตราการไหล (มิลลิลิตร/นาที)	เส้นผ่าศูนย์กลางของเจลสเฟียร์ (มม.)
1	1.25	0.6	9.6	100	10.0	0.96	2.7
2	1.25	0.6	14.4	200	11.0	1.31	2.7
3	1.25	0.6	7.2	300	5.0	1.44	2.65
4	1.25	0.6	12.0	400	7.3	1.64	2.60
5	1.25	0.6	7.2	500	1.0	7.20	2.7
6	1.25	0.6	-	500	-	-	2.33

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 6.3 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างน้ำหนักกดกับอัตราการไหลของบรอท

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตาราง 6.5

สภาวะการล้าง การทำให้แห้ง การเผาประสาน
และร้อยละของคาร์บอน

ตัวอย่างที่	สภาวะการล้าง สารที่ใช้ล้าง	อุณหภูมิ	สภาวะการทำให้แห้ง เครื่องมือ	อุณหภูมิ (°c)	สภาวะการเผาประสาน บรรยากาศ	อุณหภูมิ (°c)	เวลา(ชม.)	ร้อยละของคาร์บอน ก่อนเผา	หลังเผา
1	CCL_4-NH_4OH	40°c	เตาอบ	80	Ar-4%H_2	1200	3	10.5	0.1
2	NH_4OH	40°c	เตาอบ	80	Ar-4%H_2	1200	3	9.84	0.13
3	NH_4OH	40°c	เตาอบ	80	Ar-4%H_2	1200	20	1.82	<0.1
4	NH_4OH	40°c	หม้อน้ำมัน+ไอน้ำ	170	Ar-4%H_2	1200	24	3.49	<0.1
5	NH_4OH	40°c	เตาอบ	170	Ar-4%H_2	-	-	0.16	-
6	CCI_4-NH_4OH	40°c	เตาอบ	170	Ar-4%H_2	-	-	1.00	-

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 6.6

การวิเคราะห์อัตราส่วนของ O/U ของผลิตภัณฑ์ที่ได้

ตัวอย่างที่	สภาวะการเผาประสาน			สภาวะการวิเคราะห์		น้ำหนักสาร (กรัม)		ปริมาณสาร (กรัม)		O/U
	บรรยากาศ	อุณหภูมิ (^{o}C)	เวลา (ชม.)	อุณหภูมิ (^{o}C)	เวลา (ชม.)	ก่อนเผา	หลังเผา	O	U	
1*	Ar-4%H_2	1200	12	1000	27½	0.56591	0.58468	0.07010	0.49581	2.0
2**	Ar-4%H_2	1200	12	1000	27½	1.33162	1.33324	0.20104	0.13058	2.64
3*	Ar-4%H_2	1200	12	1000	24	1.25450	1.30058	0.15161	1.10289	2.05
4**	Ar-4%H_2	1200	12	1000	27½	0.79573	0.79554	0.12111	0.67462	2.67
5*	Ar-4%H_2	1200	12	1000	21	1.22005	1.26153	0.15029	1.06976	2.09
6**	Ar-4%H_2	1200	12	1000	27½	1.08865	1.09823	0.15735	0.93129	2.51
7*	Ar-4%H_2	1200	12	1000	8	0.68025	0.70540	0.08207	0.59818	2.04
8**	Ar-4%H_2	1200	12	1000	30	0.83283	0.83993	0.12057	0.71226	2.51

หมายเหตุ * ตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ทันทีที่เผาประสานเสร็จ

** ตัวอย่างเก่าและไม่ได้เก็บไว้ในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 6.7

แสดงขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของหยดบรอท ไมโครสเฟียร์ และจำนวนเท่าของการหดตัว

ความเข้มข้นของ U = 1.25 โมล/ลิตร

ตัวอย่างที่	เส้นผ่าศูนย์ กลาง ของรูตีบ (มม.)	เส้นผ่าศูนย์กลาง ของหยดบรอท (µm)	เส้นผ่าศูนย์กลางของไมโครสเฟียร์ (µm) ก่อนล้าง	หลังทำให้แห้ง	หลังเผาประสาน	จำนวนเท่าของการ หดตัว (เท่า)	ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)
1	0.45	2532	2190	1610	850	2.97	8.83
2	0.45	2503	2300	1400	850	2.93	8.52
3	0.50	2517	2310	1530	850	2.97	8.88
4	0.60	2641	2400	1560	900	2.92	8.44
5	0.60	2632	2360	1600	900	2.93	8.46
6	0.70	2788	2600	1750	950	2.92	8.44
7	0.80	2930	2900	1950	1000	2.92	8.40

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 6.8

ค่าความหนาแน่น ไมโครสเฟียร์

ตัวอย่างที่	ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)					ความหนาแน่นเฉลี่ย (กรัม/ลบ.ซม.)	ความเบี่ยงเบนของมาตรฐาน $SD=\frac{\Sigma(x-\bar{x})^2}{n-1}$	ค่าร้อยละเมื่อเทียบกับทฤษฎี (%TD)
	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4	ครั้งที่ 5			
1	7.99	9.75	9.62	9.68	71.3	8.83	1.07	80.5
2	8.08	8.52	9.07	8.39	-	8.52	0.36	77.7
3	8.40	8.43	8.73	9.33	9.50	8.88	0.46	80.9
4	9.94	7.95	8.37	7.49	-	8.44	0.92	76.9
5	8.36	8.37	8.14	7.91	9.50	8.46	0.55	77.1
6	7.80	8.12	8.89	8.88	8.51	8.44	0.42	76.9
7	8.78	8.19	9.16	8.13	7.73	8.40	0.51	76.6

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

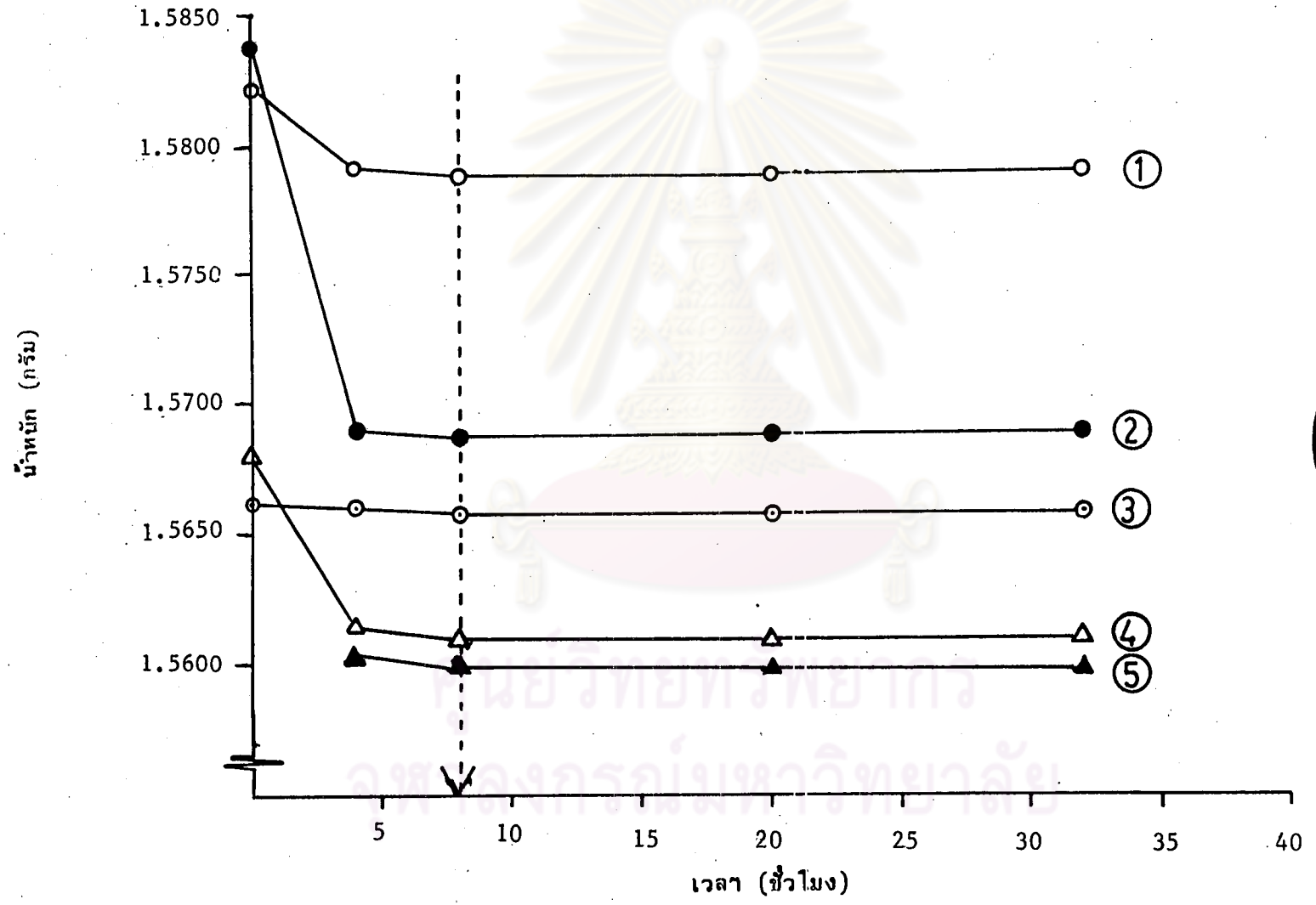
ตารางที่ 6.9

ข้อมูลการหาสภาวะที่เหมาะสมในการวิเคราะห์อัตราส่วน O/U

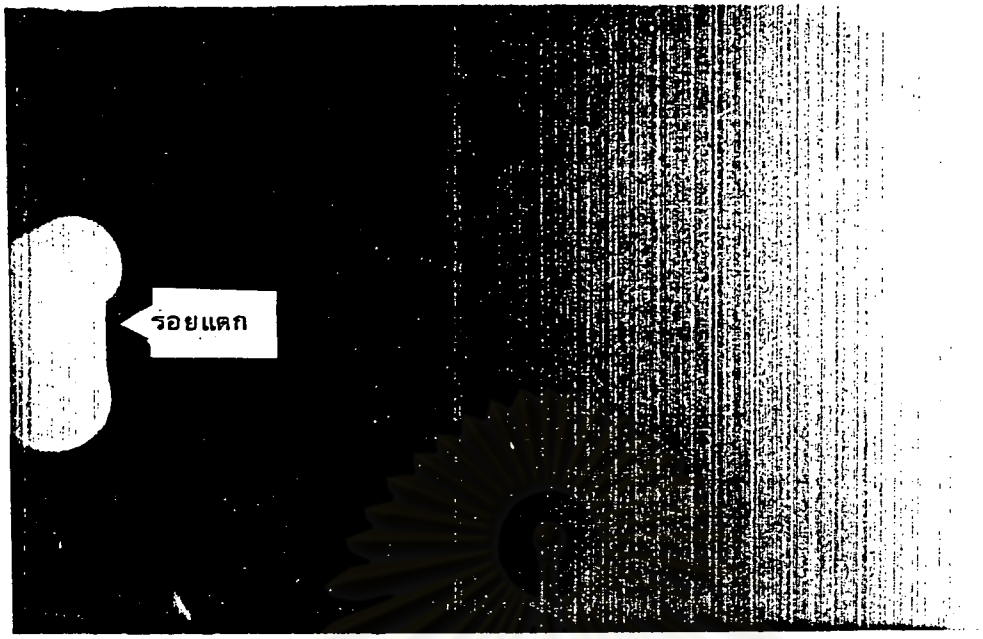
เวลา (ชม.)	น้ำหนักสาร (กรัม)				
	1	2	3	4	5
0	1.58225	1.58375	1.56620	1.56800	-
4	1.57900	1.56900	1.56600	1.56150	1.56680
8	1.57875	1.56870	1.56575	1.56125	1.56525
32	1.57900	1.56900	1.56572	1.56123	1.56500

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

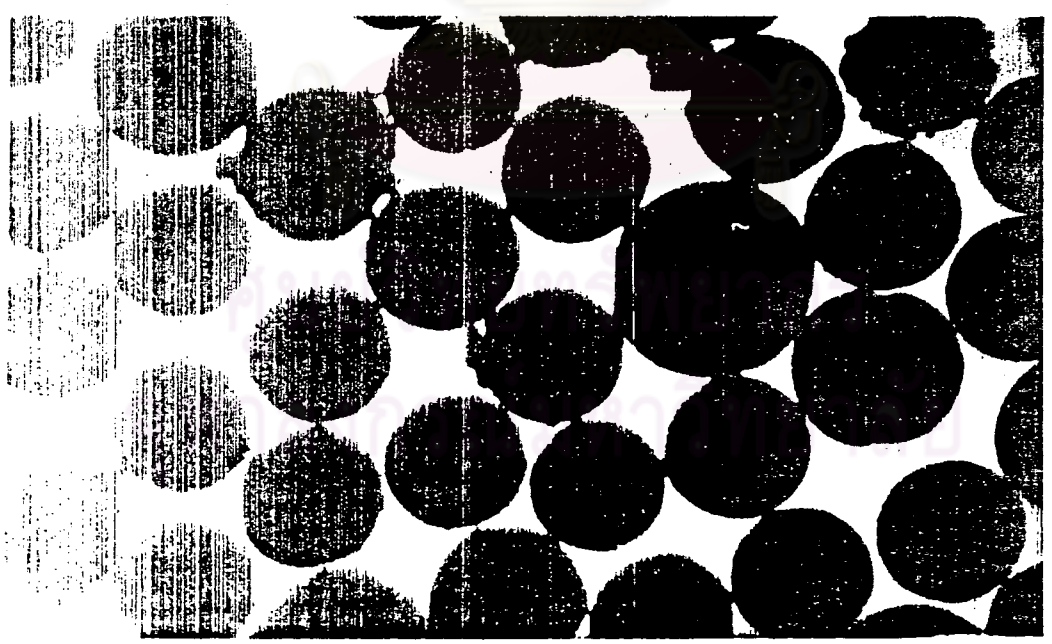
รูปที่ 6.4 แสดงระยะเวลาที่เหมาะสมในการวิเคราะห์อัตราส่วน O/U



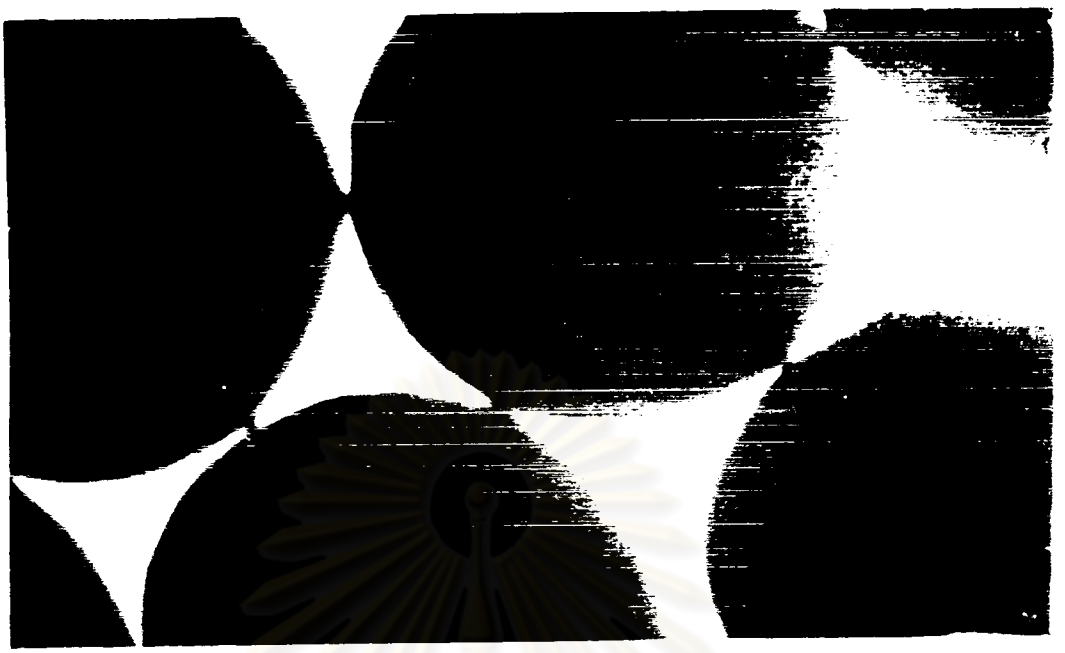
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



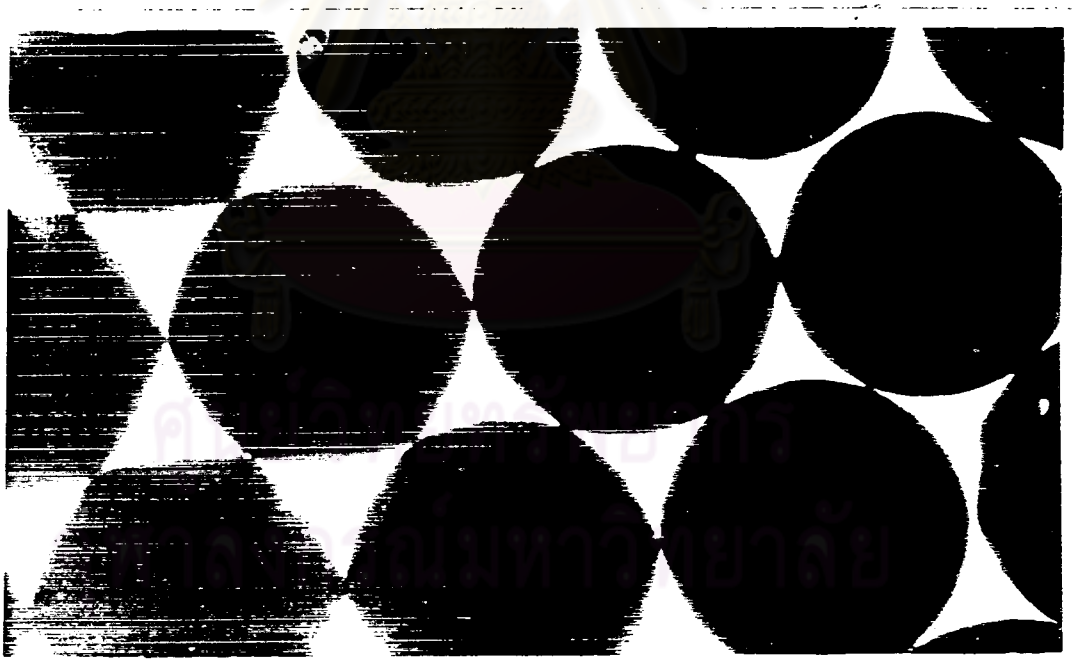
รูปที่ 6.5 ไมโครสเฟียร์ที่แตกขณะล้าง (X25)



รูปที่ 6.6 UO_2 ไมโครสเฟียร์ที่ได้จากการใช้ก๊าซดัน (X 25)



ก) ไมโครสเพียร์หลังจากการทำให้แห้ง (X25)



ข) ไมโครสเพียร์ที่ได้หลังการเผาประสาน (X25)

รูปที่ 6.7 ไมโครสเพียร์ที่ได้จากการทดลอง