บทที่ 5

ผลการวิจัย

5.1 การตกตะกอนอัมโมเนียมไดยูเรเนต

5.1.1 ผลของการศึกษาปฏิกริยาระหว่างสารละลายยูเรนิลไนเตรตและสารละลายอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ รูป 5.1 เป็นกราฟแสดงปฏิกริยาระหว่างสารละลายยูเรนิลไนเตรต (ความเข้มข้น 61.5 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) ปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำปฏิกริยากับอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (ความเข้มข้น 12 นอร์มอล) ที่อุณหภูมิห้อง (30 องศาเซลเซียส) แกนยืนแสดงความเป็นกรด-ด่างของสารละลาย แกนนอนแสดงสัมมูลย์ของอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ต่อโมลของยูเรเนียม

จากกราฟแสดงให้เห็นดังนี้

ก. ความเป็นกรด-ด่างของสารละลายเริ่มต้นเท่ากับ 2.2 มีกรดไนตริกอิสระเท่ากับ 0.3 นอร์มอล

ข. ที่ความเป็นกรด-ด่าง 3.8 เริ่มมีตะกอนปรากฏให้เห็น และเมื่อกวนต่อไปตะกอนจะละลายกลับไปในสารละลาย แสดงให้เห็นว่าในช่วงนี้ด่างที่หยดลงไปจะทำปฏิกริยากับกรดอิสระที่มีอยู่ในสารละลายยูเรนิลไนเตรต

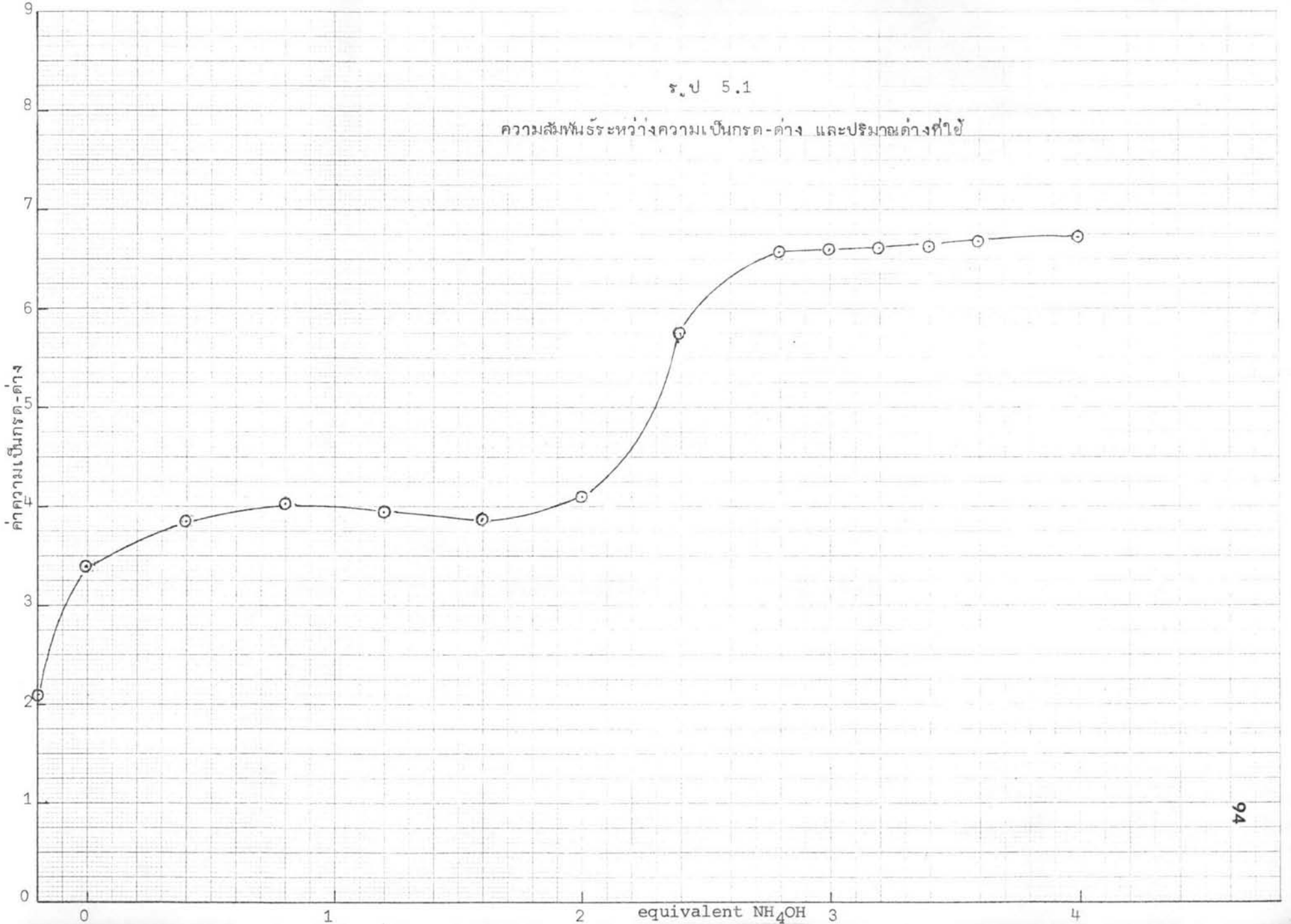
ค. ที่ความเป็นกรด-ด่าง 4.05 จะเกิดตะกอนถาวรขึ้น จุดนี้ใช้ด่างไป 0.8 สัมมูลย์ต่อยูเรนิลไนเตรตที่ปราศจากกรดอิสระ 1 โมล

ง. เมื่อเติมด่างต่อไปความเป็นกรด-ด่างจะลดลงเล็กน้อย ที่อัตราส่วนของสัมมูลย์ของด่างกับยูเรนิลไนเตรตที่ปราศจากกรดอิสระ 1 โมล มีค่าเท่ากับ 1.6

จ. หลังจากนั้นเมื่อเติมด่างต่อไป ค่าความเป็นกรด-ด่างจะเพิ่มขึ้นและการตกตะกอน

รูป 5.1

ความสัมพันธ์ระหว่างความเป็นกรด-ด่าง และปริมาณด่างที่ใช้



จะสมบูรณ์ที่ประมาณ 2.8 สัมมูลย์ของด่างต่อยูเรเนียม 1 โมล

5.1.2 ผลของการตกตะกอนแบบต่อเนื่อง

5.1.2.1 ผลของความเป็นกรด-ด่าง ที่มีต่อคุณสมบัติในการตกนอนก้น

ตาราง 5.1 แสดงเวลาที่ใช้ในการตกนอนก้นของตะกอนที่ระยะทางต่าง ๆ ของการตกตะกอนที่ค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่างกัน จะเห็นได้ว่าที่ค่าความเป็นกรด-ด่าง เท่ากับ 3.2 นั้น ตะกอนที่เกิดขึ้นรวมเป็นก้อน (agglomerate) ใหญ่กว่าที่ค่าความเป็นกรด-ด่าง ที่สูงกว่า ตะกอนสามารถตกนอนก้นเหลือปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากปริมาตรทั้งหมด 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ภายในระยะเวลาเพียง 24.42 นาที เท่านั้น ส่วนตะกอนที่เกิดจากการตกที่ค่าความเป็นกรด-ด่าง ต่ำกว่า 3.2 มีลักษณะเป็นผงละเอียดมาก ตกนอนก้นได้ยาก

5.1.2.2 ผลของความเป็นกรดด่างที่มีต่อคุณสมบัติในการกรอง

ตาราง 5.2 แสดงเวลาที่ใช้ในการกรองตะกอนเมื่อกรองได้สารละลายปริมาตรต่าง ๆ จะพบว่าตะกอนที่ละเอียดมากกว่า ซึ่งตกนอนก้นได้ช้ากว่าจะทำให้กรองได้ยากกว่าตะกอนที่หยาบ

ระยะทางที่ตะกอนตกลง (เซนติเมตร)	เวลาที่ใช้ (นาที)		
	ตกตะกอนที่ pH 3.2	ตกตะกอนที่ pH 5.8	ตกตะกอนที่ pH 7.2
3.62	0.62	0.76	1.42
7.24	1.25	1.42	2.83
10.86	1.92	2.28	4.33
14.48	2.77	3.57	6.17
18.10	4.40	5.95	8.37
21.72	7.50	10.08	11.58
25.34	13.38	16.67	17.00
28.96	24.42	33.30	34.50

ตาราง 5.1 ความแตกต่างของค่าความเป็นกรด-ด่างที่มีต่อการตกนอนกันของตะกอน

ปริมาตรของสารละลาย (filtrate) (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	เวลาที่ใช้ (นาที)		
	ตกตะกอนที่ pH 3.2	ตกตะกอนที่ pH 3.8	ตกตะกอนที่ pH 7.2
200	1.04	1.63	2.25
400	2.00	4.22	4.50
600	5.38	8.42	9.27
800	10.67	12.53	13.90

ตาราง 5.2 ความแตกต่างของค่าความเป็นกรด-ด่างที่มีผลต่อการกรองได้เร็ว

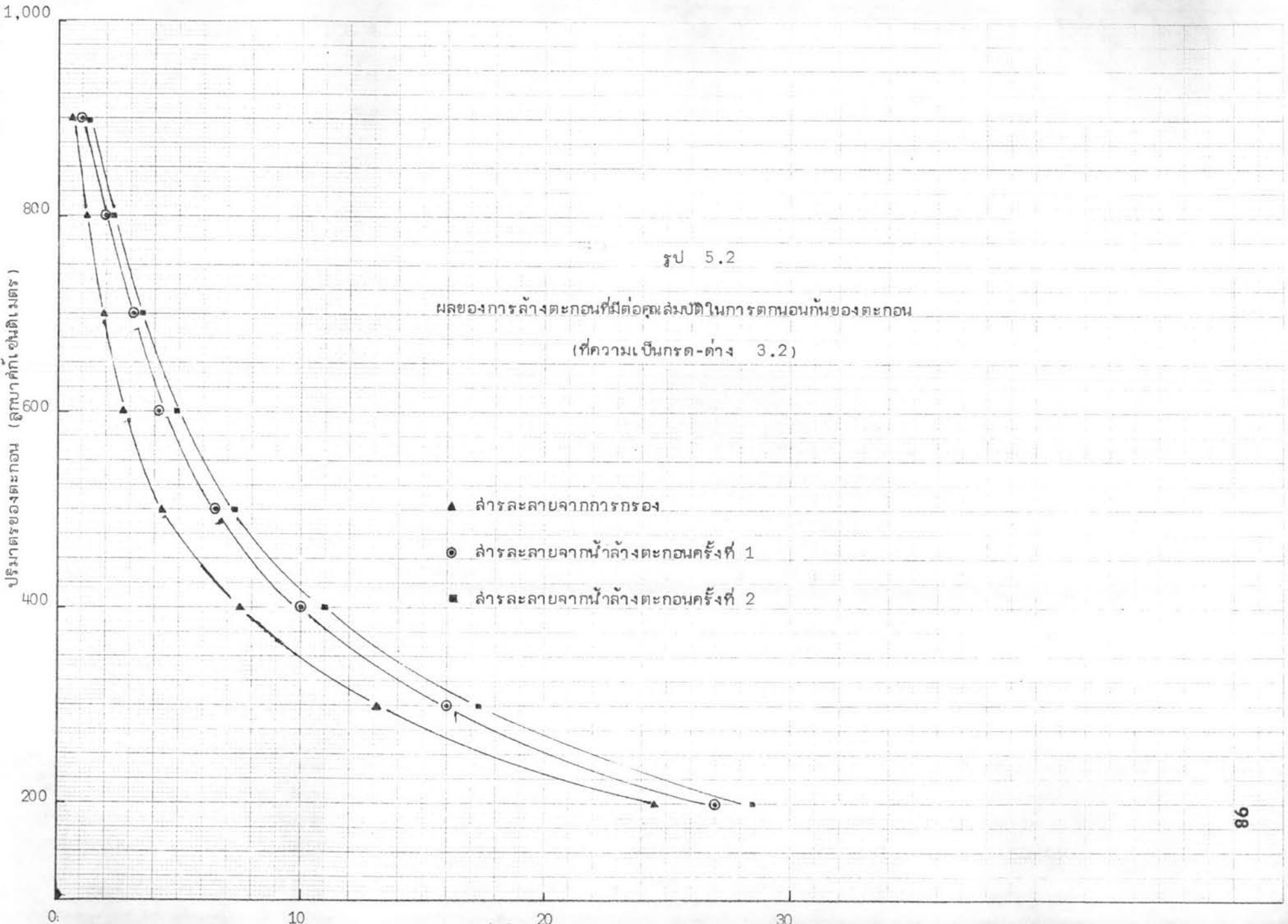
5.1.2.3 ผลของการล้างตะกอนที่มีต่อคุณสมบัติในการตกนอนก้น

ตาราง 5.3 แสดงให้เห็นว่า การล้างไนเตรตออกจากตะกอนนั้นเป็นผลให้กลุ่มตะกอนแตกออกเป็นผงละเอียด แขวนลอยตกนอนก้นได้ยาก การล้างตะกอนจึงทำให้ตะกอนมีพื้นที่มากขึ้น อย่างไรก็ตามตะกอนส่วนใหญ่ก็ยังตกนอนก้นในเวลาใกล้เคียงกับก่อนล้าง และการล้างครั้งที่ 2 ลักษณะของตะกอนค่อนข้างจะไม่เปลี่ยนแปลง

รูป 5.2 แสดงกราฟเปรียบเทียบผลที่ได้ตามตาราง 5.3

ระยะทางที่ตะกอนตกลง (เซนติเมตร)	เวลาที่ใช้ (นาที)		
	ก่อนล้าง	ล้างครั้งที่ 1	ล้างครั้งที่ 2
3.62	0.62	1.0	1.17
7.24	1.25	2.03	2.33
10.86	1.92	3.08	3.55
14.48	2.77	4.23	4.83
18.10	4.40	6.57	7.20
21.72	7.50	10.20	10.95
25.34	13.38	16.08	17.31
28.96	24.42	26.83	28.52

ตาราง 5.3 ผลของการล้างตะกอนที่มีต่อคุณสมบัติในการตกนอนก้นเมื่อตกตะกอนที่ pH 3.2



รูป 5.2

ผลของการล้างตะกอนที่มีต่อคุณสมบัติในการตกนอนก้นของตะกอน

(ที่ความเป็นกรด-ด่าง 3.2)

5.1.2.4 ปริมาณไนเตรตก่อนและหลังการล้างตะกอน

ตาราง 5.4 แสดงค่าความดูดกลืนแสง (Absorbance) ที่ 220 nm ของสารละลายมาตรฐานอัมโมเนียมไนเตรตที่ความเข้มข้นต่าง ๆ นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟมาตรฐาน (รูป 5.3)

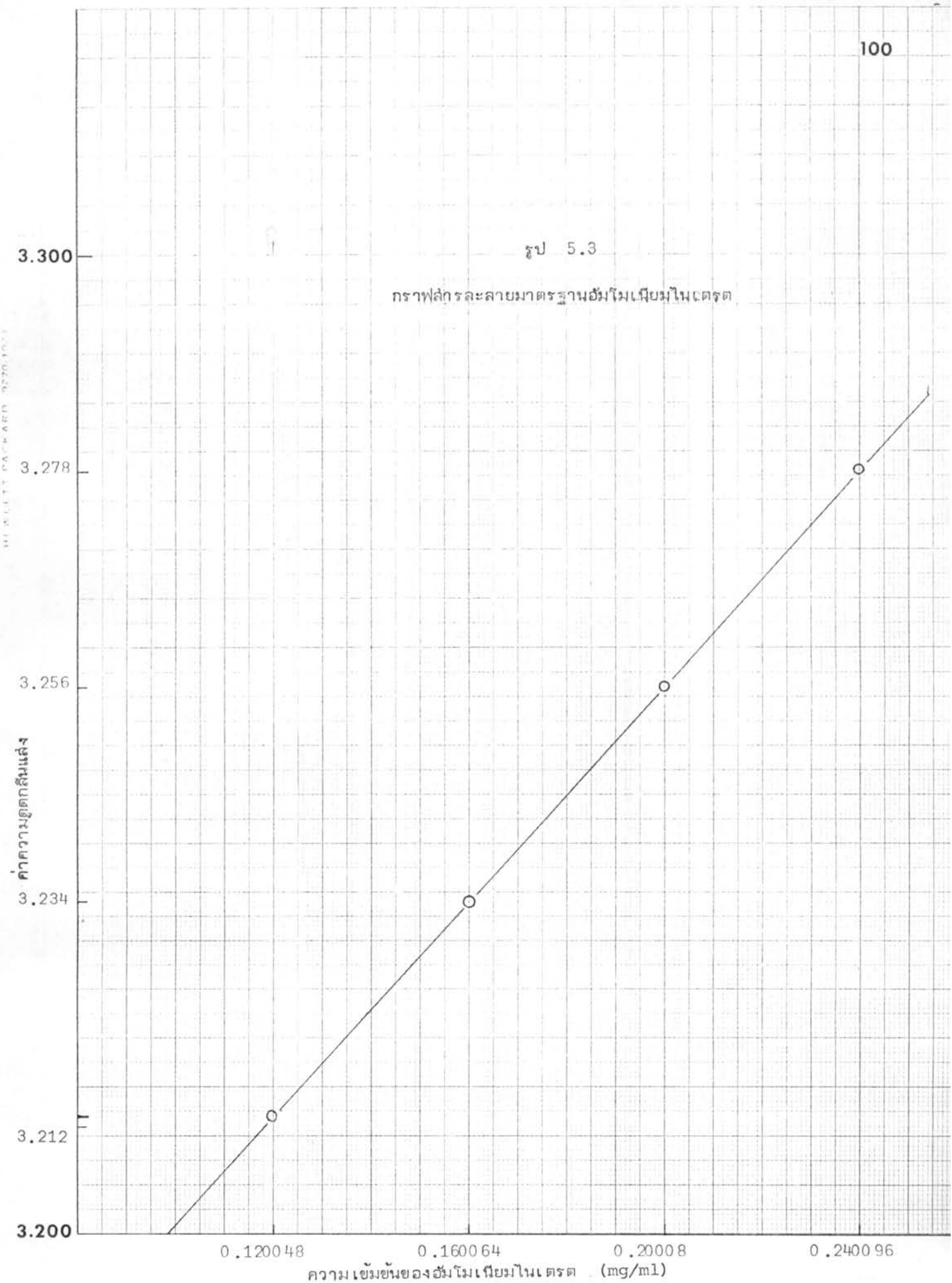
ตาราง 5.5 แสดงค่าความดูดกลืนของสารละลายที่กรองได้จากตะกอน น้ำล้างตะกอน 2 ครั้ง ค่าความดูดกลืนแสงนี้นำไปเทียบกับกราฟมาตรฐาน ค่าความดูดกลืนแสงที่ต่ำหรือสูงกว่ากราฟจะหาปริมาณไนเตรตได้จากการต่อกราฟนี้

ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	ปริมาณอัมโมเนียมไนเตรต (มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
15	0.120048	3.212
20	0.160064	3.234
25	0.20008	3.256
30	0.240096	3.278

ตาราง 5.4 ค่าความดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐาน อัมโมเนียมไนเตรต เมื่อวัดที่ความยาวคลื่น 220 นาโนเมตร

รูป 5.3

กราฟสารละลายมาตรฐานอัมโมเนียมไนเตรต



	ชนิดของสารละลาย	ค่าความดูดกลืนแสง	ปริมาณอัมโมเนียมไนเตรต (มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ปริมาณของสารละลาย	น้ำหนักของอัมโมเนียมไนเตรตทั้งหมด (กรัม)
ตัวอย่างที่ 1	สารละลายก่อนล้าง	3.74	1.0053015	1200	1.20636
	ล้างครั้งที่ 1	3.296	0.260078	800	0.20806
	ล้างครั้งที่ 2	1.19	0.095	1350	0.12825
ตัวอย่างที่ 2	สารละลายก่อนล้าง	3.76	0.960288	1220	1.17155
	ล้างครั้งที่ 1	3.21	0.260014	800	0.20801
	ล้างครั้งที่ 2	1.16	0.0955	1350	0.12893

ตาราง 5.5 ปริมาตรอัมโมเนียมไนเตรตในสารละลายที่กรองได้จากการตกตะกอนอัมโมเนียมไดยูเรเนต และในน้ำล้างตะกอน

ห้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากตาราง 5.5 จะเห็นว่า ปริมาณไนเตรตในการล้างครั้งแรกมีค่าประมาณร้อยละ 17 ถึง 18 ของปริมาณไนเตรตในสารละลาย และปริมาณไนเตรตในการล้างครั้งที่ 2 มีประมาณร้อยละ 10 ถึง 11 ของปริมาณเดิมที่มีอยู่ แสดงให้เห็นว่าไนเตรตส่วนใหญ่ออกไปกับการกรองครั้งแรกภายหลังการตกตะกอน ซึ่งปริมาณที่เหลืออยู่ในตะกอนจะลดลงดังจะเห็นได้จากการล้างทั้งสองครั้ง

5.1.2.5 ยิลด์ที่ได้จากการตกตะกอน

ตาราง 5.6 แสดงน้ำหนักยูเรนิลไนเตรต ที่ทำปฏิกริยากับอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ความเป็นกรด-ด่าง ต่างกัน ยิลด์ที่ได้คำนวนโดยคิดจากสูตรโมเลกุลของอัมโมเนียมไดยูเรเนต เป็น $(NH_4)_2U_4O_{13}$ และปราศจากน้ำในผลึก เมื่ออบให้แห้งที่ 105 $\pm$5 องศาเซลเซียส

สภาวะความเป็นกรด-ด่างในการตกตะกอน	น้ำหนักยูเรนิลไนเตรตเฮกซะไฮเตรต(กรัม)	ปริมาณอัมโมเนียมไฮดรอกไซด์(ลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักอัมโมเนียมไดยูเรเนต(กรัม)	ยิลด์ (ร้อยละ)
3.2	100.16979	35.5	61.23200	102.93
5.8	100.02720	36.4	61.41096	103.08
7.2	100.24287	35.6	62.65246	104.91
7.8	110.02382	40.02	68.28146	104.21
8.2	110.00072	40.0	68.65206	104.79

ตาราง 5.6 ยิลด์ของการตกตะกอนอัมโมเนียม ไดยูเรเนตที่สภาวะต่าง ๆ

5.2 ผลการเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต

ในการละลายตะกอนอัมโมเนียมไดยูเรเนต 68.65206 กรัม ใช้กรดซัลฟูริกเข้มข้น 14 ลูกบาศก์เซนติเมตร หรือร้อยละ 91.56 ของปริมาณที่ต้องการจากการคำนวน

5.3 ผลการเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟตโดยวิธีอิเลกโตรไลติกรีดักชัน

5.3.1 ผลของขนาดพื้นที่ของขั้วอาโนดที่มีต่อเวลาที่ใช้ในการรีดักชัน

ตาราง 5.7 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของขั้วอาโนด และเวลาที่ใช้ในการทำให้ปฏิกริยารีดักชันเกิดสมบูรณ์

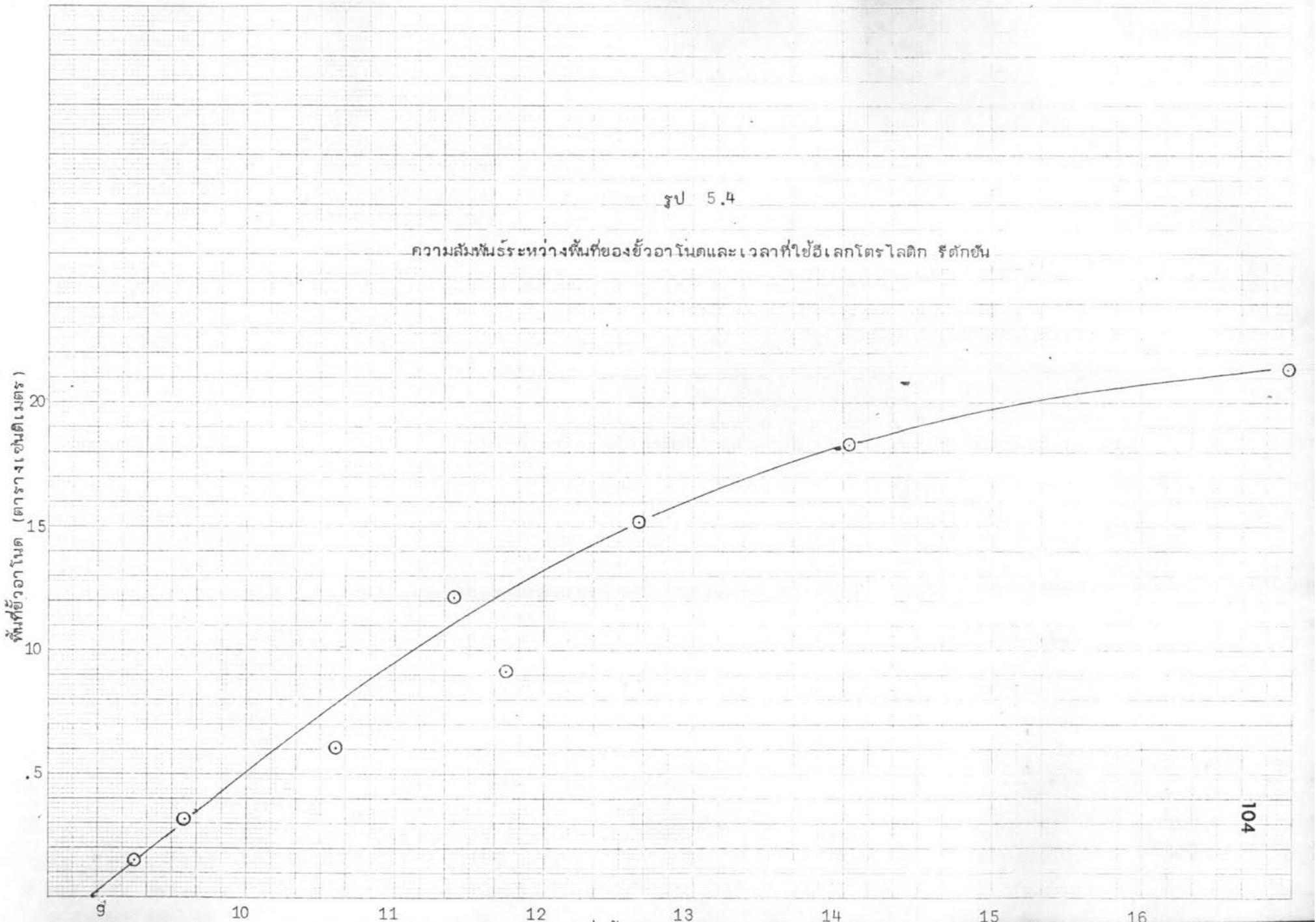
พื้นที่ของขั้วอาโนด (ตารางเซนติเมตร)	เวลาที่ใช้ (นาที)
1.52	9.27
3.04	9.59
6.08	10.60
9.12	11.76
12.16	11.40
15.20	12.67
18.24	14.06
21.28	16.66

ตาราง 5.7 พื้นที่ขั้วอาโนดมีผลต่อเวลาที่ใช้ อิเลกโตรไลติกรีดักชัน

นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟ (รูป 5.4) จะเห็นได้ว่าเมื่อเพิ่มพื้นที่ของขั้วอาโนด โดยที่กระแสที่ใช้ยังคงที่ หรือความหนาแน่นของกระแสต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ (current density) ลดลง

รูป 5.4

ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของขั้วอาโนดและเวลาที่ใช้อีเลกโตรไลติก รีดักชัน



จะสังเกตเวลาที่ใช้มากขึ้นเพียงเล็กน้อย เช่น พื้นที่เพิ่มขึ้น 10 เท่า ใช้เวลาเพิ่มเพียง 1.36 เท่า ทั้งนี้เกิดจากปฏิกริยาที่ขั้วอาโนด เป็นการแตกตัวของน้ำเท่านั้น

5.3.2 ผลของขนาดพื้นที่ของขั้วคาโทดที่มีต่อเวลาที่ใช้ในการรีดักชัน

ตาราง 5.8 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของขั้วคาโทดและเวลาที่ใช้ในการทำให้ปฏิกริยารีดักชันเกิดสมบูรณ์

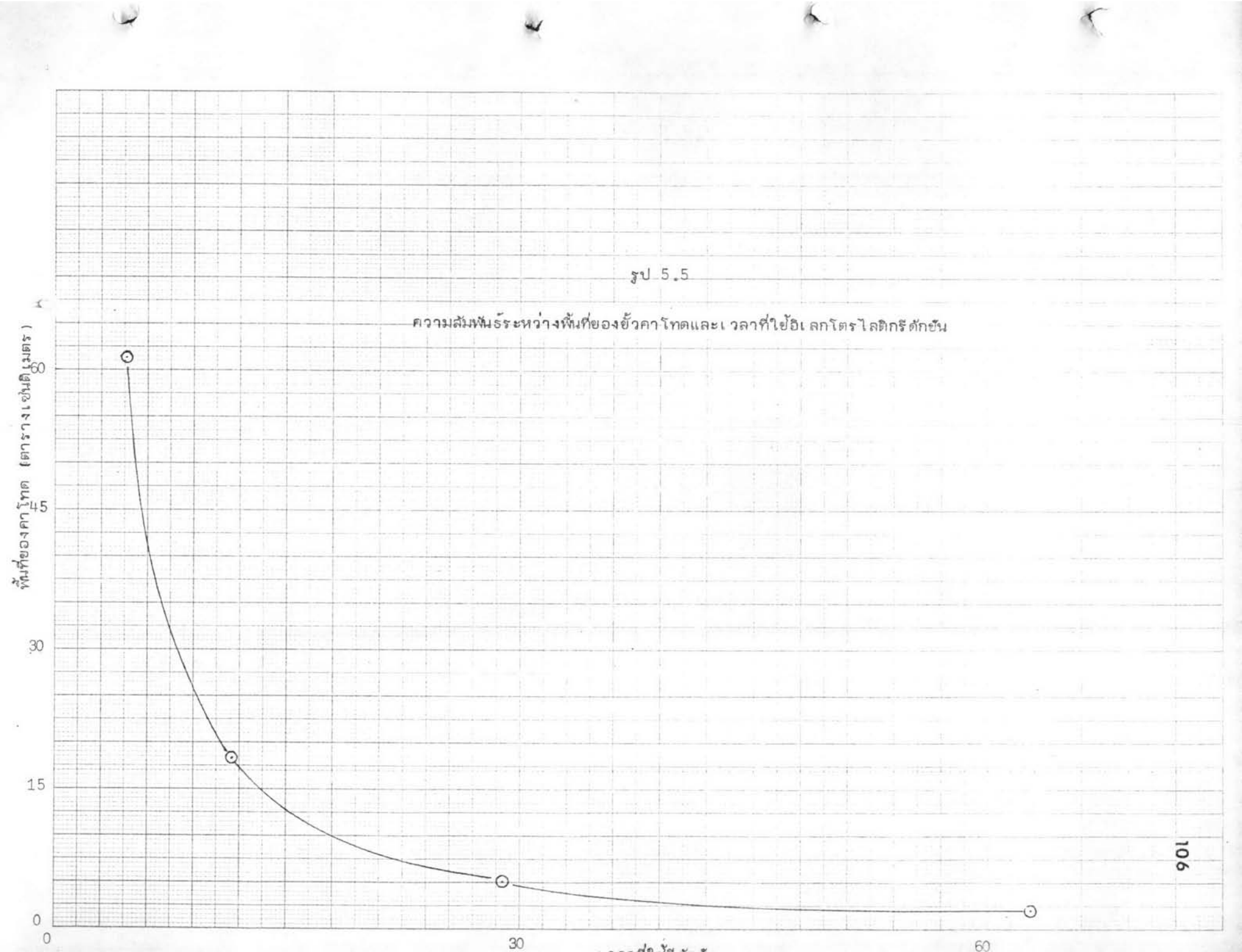
พื้นที่ขั้วคาโทด (ตารางเซนติเมตร)	เวลาที่ใช้ (นาที)
1.89	62.66
4.71	29.06
17.72	11.33
63.62	4.69

ตาราง 5.8 พื้นที่ของขั้วคาโทดมีผลต่อเวลาที่ใช้อิเลกโตรไลติกรีดักชัน

นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟ (รูป 5.5) จะเห็นได้ว่า เมื่อพื้นที่ของคาโทดเพิ่มขึ้น โดยที่กระแสที่ใช้คงที่ หรือความหนาแน่นของกระแสต่อหนึ่งหน่วยพื้นที่ลดลง เวลาที่ใช้จะลดลงด้วย เช่น พื้นที่เพิ่มขึ้นประมาณ 10 เท่า ใช้เวลาลดลงถึง 5.5 เท่า ทั้งนี้เนื่องจากปฏิกริยารีดักชันของยูเรเนียมเกิดขึ้นที่ขั้วคาโทด

รูป 5.5

ความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของขั้วคาโทดและเวลาที่ใช้อิเลกโตรไลติกรีดักชัน



5.3.3 ผลของความเข้มข้นของสารละลายที่มีต่อเวลาที่ใช้ในการรีดักชัน

ตาราง 5.9 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลาย กับเวลาที่ใช้ในการทำให้เกิดปฏิกริยารีดักชันสมบูรณ์

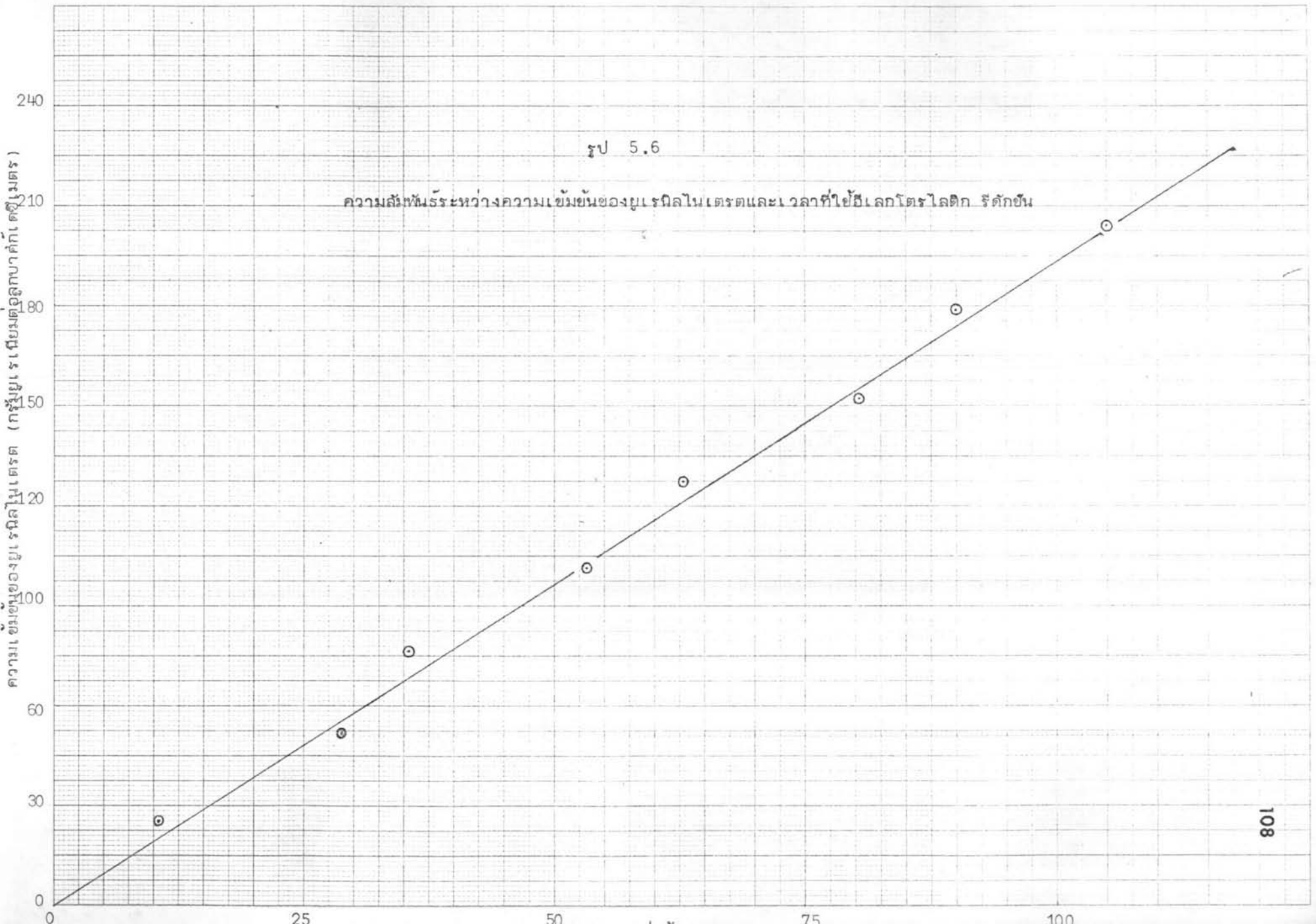
ปริมาตรของสารละลาย (ลูกบาศก์เซนติเมตร)	น้ำหนักของยูเรเนียม (กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร)	เวลาที่ใช้ (นาที)
5	25.47	10.37
10	51.12	28.78
15	76.68	33.07
20	102.24	53.62
25	127.80	63.18
30	153.36	80.57
35	178.92	90.02
40	204.48	105.19
45	255.60	104.88

ตาราง 5.9 ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิลไนเตรตมีผลต่อเวลาที่ใช้อิเลกโตรไลติกรีดักชัน

นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟ (รูป 5.6) จะเห็นได้ว่า เมื่อความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น เวลาที่ใช้ก็เพิ่มขึ้นด้วยเป็นปฏิภาคโดยตรง

5.3.4 ผลของอุณหภูมิของสารละลายที่มีต่อเวลาที่ใช้ในการรีดักชัน

ตาราง 5.10 แสดงอุณหภูมิต่าง ๆ ที่ใช้ในการรีดักชันกับเวลาที่ใช้ในการทำให้เกิดปฏิกริยารีดักชันสมบูรณ์



รูป 5.6

ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของยูเรนิลไนเตรตและเวลาที่ใช้อิเลกโตรไลติก รีดักชัน

อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)	เวลา (นาที)
10	13.08
30	12.33
50	13.00
70	13.00

ตาราง 5.10 อุณหภูมิมีผลต่อเวลาที่ใช้อิเลกโตรไลติกรีดักชัน

จะเห็นได้ว่าอุณหภูมิของสารละลายมีผลน้อยมากต่อเวลาที่ใช้ แต่ทั้งนี้จะพบว่าที่อุณหภูมิต่ำเหมาะในการรีดักชันมาก เพราะไม่ต้องใช้อุปกรณ์ในการควบคุมอุณหภูมิมาก

5.3.5 การเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟตในปริมาณมาก

ตาราง 5.11 แสดงรายละเอียดในการทดลองรีดักชัน ยูเรนิลซัลเฟตปริมาณมาก

สภาวะ	ครั้งที่ 1	ครั้งที่ 2	ครั้งที่ 3	ครั้งที่ 4
ปริมาณยูเรเนียม(กรัม)	52.14	52.15	112.94238	114.05
ความเข้มข้น(กรัมยูเรเนียมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร)	118.50	118.52	141.18	142.56
พื้นที่ของคาโทด(ตารางเซนติเมตร)	81.07	81.07	124.69	124.69
ความหนาแน่นของกระแส(แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร)	0.2467	0.2467	0.1604	0.171
ความต้นไฟฟ้า (โวลต์)	5.6-6.3	9.5-11.5	8-11	8.5-12
อัตราการรีดักชัน(กรัมยูเรเนียมต่อชั่วโมงต่อตารางเซนติเมตร)	0.328	0.35	0.45	0.4063
กำลังไฟที่ใช้ไป (วัตต์ต่อชั่วโมงต่อกรัมยูเรเนียม)	0.524	0.845	0.71	0.749

ตาราง 5.11 สภาวะต่าง ๆ ที่ใช้อิเลกโตรไลติกรีดักชัน ยูเรนิลไนเตรตปริมาณมาก

จากตาราง 5.11 จะเห็นได้ว่า อัตราการรีดักชันจะเพิ่มขึ้นเมื่อ ความเข้มข้นของสารละลายเพิ่มขึ้น พื้นที่ของคาโทดเพิ่มขึ้นหรือความหนาแน่นของกระแสลดลง ในขณะที่กำลังไฟที่สิ้นเปลืองในการรีดักชันยูเรเนียม 1 กรัม นั้นใกล้เคียงกัน

ห้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

5.3.6 ผลได้ของอิเลกโตรไลติกรีดักชัน

ตาราง 5.12 แสดงรายละเอียดในการหาผลได้ของการรีดักชัน

สารละลายโซนยูเรนิลซัลเฟต ($UO_2SO_4 \cdot 3\frac{1}{2} H_2O$)	205.61026	กรัม
ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกอิสระ	40	กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
ปริมาตรของสารละลายทั้งหมด	1,500	ลูกบาศก์เซนติเมตร
ความหนาแน่นของกระแสไฟ	0.1604	แอมแปร์ต่อตารางเซนติเมตร
ความต่างศักย์	8.6	โวลต์
เวลาที่ใช้ในการรีดักชัน	120.25	นาที
น้ำหนักของยูเรเนียมในยูเรนิลซัลเฟต	73.365415	มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร
หรือ	113.054	กรัมยูเรเนียม
หรือ	ร้อยละ 99.13	ของยูเรเนียมในยูเรนิลซัลเฟต

ตาราง 5.12 สภาวะที่ใช้ในการหาผลได้ ในการทำอิเลกโตรไลติกรีดักชัน สารละลายยูเรนิลซัลเฟต

5.4 ผลการเตรียมยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

5.4.1 ผลของอุณหภูมิที่ใช้ตกตะกอน

ตาราง 5.13 แสดงให้เห็นการตกตะกอนยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่อุณหภูมิต่างกัน โดยใช้สารละลายยูเรนิลซัลเฟต ในปริมาณเท่ากัน

อุณหภูมิของการตกตะกอน (องศาเซลเซียส)	น้ำหนักยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ (กรัม)	สีของตะกอน
32	4.73724	เขียวเข้ม
50	4.73066	เขียวเข้ม
> 90	4.36880	เขียวอ่อน

ตาราง 5.13 อุณหภูมิที่ใช้ตกตะกอนมีผลต่อคุณสมบัติของตะกอนยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

จะเห็นได้ว่ายูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ตกตะกอนต่ำกว่า 90 องศาเซลเซียสได้ตะกอนที่มีลักษณะแตกต่างไปจากการตกตะกอนที่อุณหภูมิสูงกว่า ทั้งนี้เนื่องจากเกิดยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ตกตะกอนสูงเกินกว่า 90 องศาเซลเซียส จะมีน้ำในผลึก $\frac{3}{4}$ โมเลกุล แต่ถ้าตกตะกอนต่ำกว่า 90 องศาเซลเซียส น้ำในผลึกจะมีตั้งแต่ 1 ถึง 2.5 โมเลกุล ในตาราง 5.13น้ำหนักของตะกอนที่ตกที่อุณหภูมิต่ำกว่ามากเป็นร้อยละ 8.28 ถึง 8.43 ของตะกอนที่ตกสูงกว่า 90 องศาเซลเซียส

5.4.2 ผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกที่มีต่อคุณสมบัติของตะกอน

ตาราง 5.14 แสดงการตกตะกอนยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ โดยใช้กรดไฮโดรฟลูออริกความเข้มข้นต่าง ๆ สารละลายยูเรนิลซัลเฟตเข้มข้น 94.82 กรัมยูเรเนียมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิที่ใช้มากกว่า 90 องศาเซลเซียส

	ความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริก (ร้อยละ)				
	50	25	15	10	5
น้ำหนักของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ 105 องศาเซลเซียส (กรัม)	12.60647	13.20133	12.94393	13.12059	13.01244
เวลาที่ใช้ตกนอนก้นเหลือปริมาตรร้อยละ 50 (นาที)	8.88	7.20	7.33	13.83	17.00

ตาราง 5.14 ความเข้มข้นของกรดมีผลต่อคุณสมบัติของตะกอนยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

จากตารางจะเห็นได้ว่า ความเข้มข้นของกรดไฮโดรฟลูออริกร้อยละ 25 ได้ผลดีในการตกตะกอนสูงที่สุด ตะกอนที่ได้มีขนาดใหญ่จึงทำให้สามารถตกนอนก้นได้เร็วที่สุดโดยใช้เวลา 7.20 นาที ในการตกนอนก้นเหลือปริมาตรร้อยละ 50

5.4.3 คุณสมบัติของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

ตาราง 5.14 แสดงขนาดของผลึกยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ ที่ได้จากการร่อนด้วยแร่งในขณะที่เปียก ส่วนการหาความหนาแน่นทำในขณะแห้ง

ขนาด (ไมโครเมตร)	ปริมาณร้อยละ
+ 149	0.0
- 149 + 105	2.12
- 105 + 88	0.98
- 88 + 53	5.47
- 53	91.43
ความหนาแน่นจากการเคาะ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	1.48 - 2.24
ความหนาแน่นที่แท้จริง (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	5.35 - 6.06

ตาราง 5.14 คุณสมบัติของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ ($UF_4 \cdot \frac{3}{4} H_2O$)

จากตาราง 5.14 จะเห็นได้ว่าขนาดของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ผลิตได้มีขนาดเล็กกว่า 53 ไมโครเมตร (270 เมช) เป็นส่วนใหญ่

รูป 5.7 แสดงลักษณะของผลึกยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ถ่ายด้วยกล้องจุลทรรศน์ด้วยกำลังขยาย 100 เท่า

5.4.4 ผลของการทำดีไฮเดรชัน ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

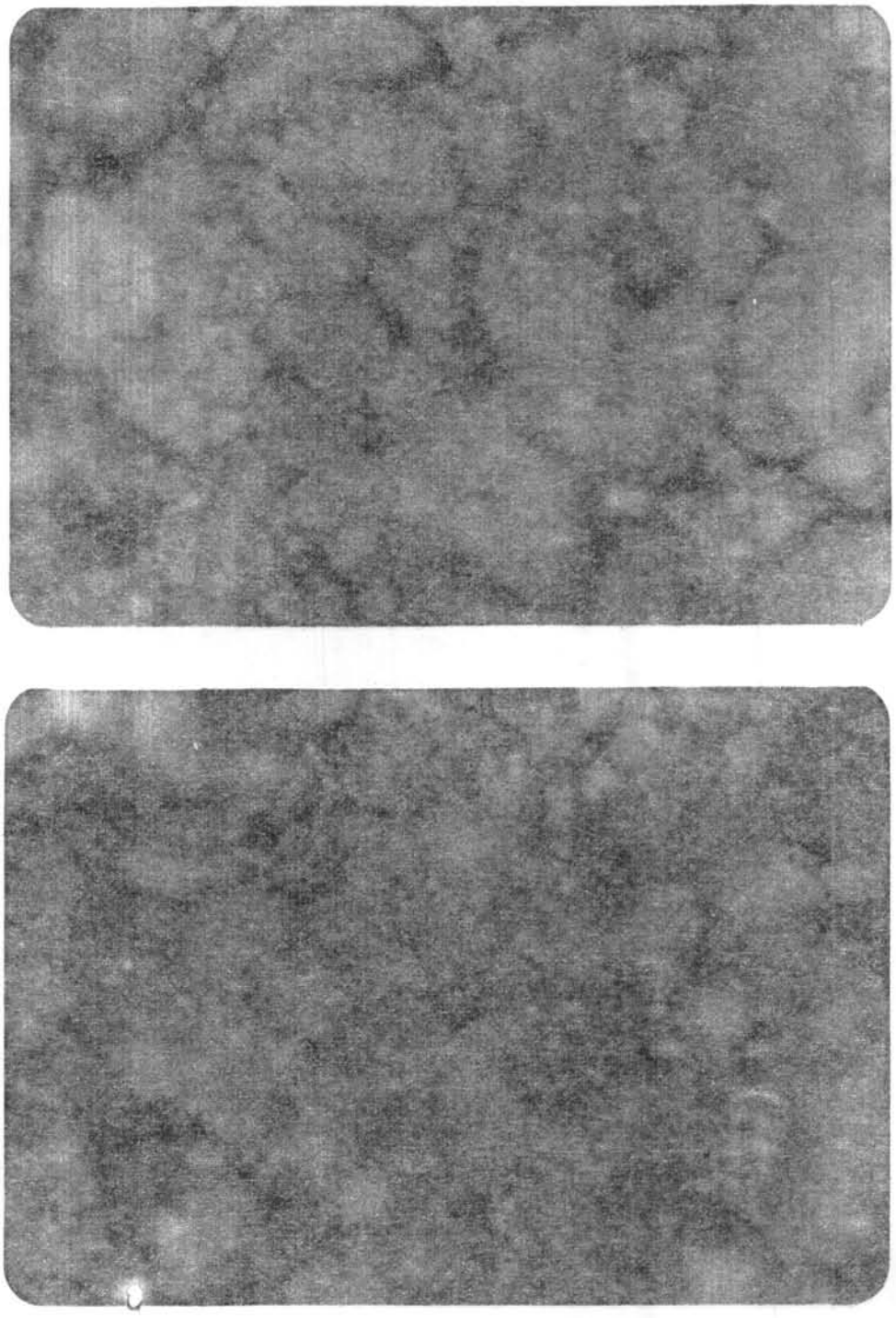
ตารางที่ 5.15 แสดงน้ำหนักของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ลดลง เมื่อเผาที่อุณหภูมิต่าง ๆ โดยผ่านก๊าซไนโตรเจนที่ปราศจากออกซิเจนและความชื้นอย่างสม่ำเสมอ อัตราการเพิ่มของอุณหภูมิเท่ากับ 3 องศาเซลเซียสต่อนาที

น้ำหนักยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ (กรัม)	น้ำหนักที่ลดลงที่อุณหภูมิ (องศาเซลเซียส)			น้ำหนักที่ลดลง (ร้อยละ)	น้ำหนักลดลงเฉลี่ย (ร้อยละ)
	200	300	400		
3.79738	0.0667	-	-	1.76	1.77
3.96061	0.07056	-	-	1.78	
3.89193	-	0.07888	-	2.03	2.07
4.73870	-	0.09992	-	2.11	
3.25842	-	-	0.10905	3.35	3.345
9.31464	-	-	0.11072	3.34	

ตาราง 5.15 ปริมาณน้ำในผลึกยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ลดลงโดยขบวนการดีไฮเดรชัน

น้ำหนักร้อยละของโมเลกุลของน้ำ ($\frac{3}{4}H_2O$) ในโมเลกุลของ $UF_4 \cdot \frac{3}{4}H_2O$ มีค่าเท่ากับ 4.125 จากตารางจะเห็นได้ว่า เมื่อให้ความร้อนที่ 200 องศาเซลเซียส น้ำจะหลุดออกไปเพียงร้อยละ 42.91 โดยน้ำหนักที่ 300 องศาเซลเซียส หลุดออกไปร้อยละ 50.18 โดยน้ำหนัก และที่ 400 องศาเซลเซียส น้ำจะหลุดออกไปร้อยละ 81.09 โดยน้ำหนักของปริมาณน้ำที่มีอยู่ในโมเลกุลทั้งหมด ซึ่งแสดงว่าแม้จะให้ความร้อน 400 องศาเซลเซียสก็ตาม ยังคงมีน้ำเหลืออยู่ในโมเลกุลของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

เมื่อทำดีไฮเดรชันทำให้ความหนาแน่นของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์เพิ่มขึ้น จากทดลองพบว่าก่อนดีไฮเดรชันยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ มีความหนาแน่นจากการเคาะ (tap density) 2.24 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หลังจากดีไฮเดรชันแล้วเพิ่มขึ้นเป็น 2.26 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร



รูป 5.7 ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ ภาพขยาย 100 เท่า

รูปบน ขนาด -100 +150 เมช์

รูปล่าง ขนาด -150 +200 เมช์

5.5 ยีลด์ของการเตรียมยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์จากยูเรนิลไนเตรตเฮกซะไฮเดรต

ตาราง 5.16 แสดงยีลด์ของยูเรเนียมเตตระฟลออไรด์ที่เตรียมได้โดยผ่านการตกตะกอนเป็นอัม-โมเนียมไดยูเรเนต ละลายตะกอนด้วยกรดซัลฟูริก ทำอิเลกโตรไลติก รีดักชัน ตกตะกอนเป็น $UF_4 \cdot \frac{3}{4} H_2O$

ครั้งที่	น้ำหนักยูเรนิลไนเตรตเฮกซะไฮเดรต (กรัม)	คิดเป็นน้ำหนักของยูเรเนียม (กรัม)	น้ำหนักอัมโมเนียมไดยูเรเนียม (กรัม)	น้ำหนัก $UF_4 \cdot \frac{3}{4} H_2O$	น้ำหนักของยูเรเนียม	ยีลด์ (ร้อยละ)
1	110.00072	51.101909	68.652026	58.33865	42.390314	82.95
2	110.00646	51.104567	70.21160	65.12957	47.324732	92.60
3	110.00238	51.112641	68.28146	69.98970	50.856221	99.50
4	110.02720	51.114211	70.57826	65.12957	47.324732	92.59

ตารางที่ 5.16 ยีลด์ของการเตรียมยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์จากยูเรนิลไนเตรต

จากตารางจะเห็นได้ว่า การทดลองในครั้งแรกได้ยีลด์ต่ำ การทดลองในครั้งที่ 2 และ 4 ได้ยีลด์ใกล้เคียงกัน ส่วนการทดลองครั้งที่ 3 ได้ยีลด์สูงสุดถึงร้อยละ 99.50

5.6 ผลของการเตรียมโลหะธาตุยูเรเนียม

5.6.1 ผลวิเคราะห์แร่ฟลูออล์สปาร์ที่ใช้บุด้านในของบอมบ์เป็นดังนี้

CaF_2	ร้อยละ	99.21
SiO_2	ร้อยละ	0.21
$CaCO_3$	ร้อยละ	0.3

5.6.2 การอัดก้อนยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ กับแคลเซี่ยม

5.6.2.1 ปริมาณแคลเซี่ยมที่ต้องการตามทฤษฎี

$$UF_4 + 2Ca \longrightarrow U + 2CaF_2$$

ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ 1 กรัม ต้องการแคลเซี่ยม 0.25475 กรัม หรือถ้าต้องการให้แคลเซี่ยมมากกว่าปริมาณที่ต้องการตามทฤษฎีร้อยละ 20 ต้องใช้แคลเซี่ยม 0.0357 กรัม

5.6.2.2 ขนาดของก้อนอัด (รูป 5.8)

ตาราง 5.17 แสดงขนาดของก้อนอัดที่ใช้อัตราส่วนของแคลเซี่ยมมากกว่าปริมาณที่ต้องการตามทฤษฎี ร้อยละ 20

น้ำหนักยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ (กรัม)	น้ำหนักแคลเซี่ยม (กรัม)	น้ำหนักรวม (กรัม)	ขนาดของก้อนอัด เส้นผ่าศูนย์กลาง (เซนติเมตร)	ความสูง (เซนติเมตร)
36.80	11.25	48.05	3.5	1.93
34.20	10.50	44.70	3.5	1.66
32.4	9.85	42.25	3.5	1.64

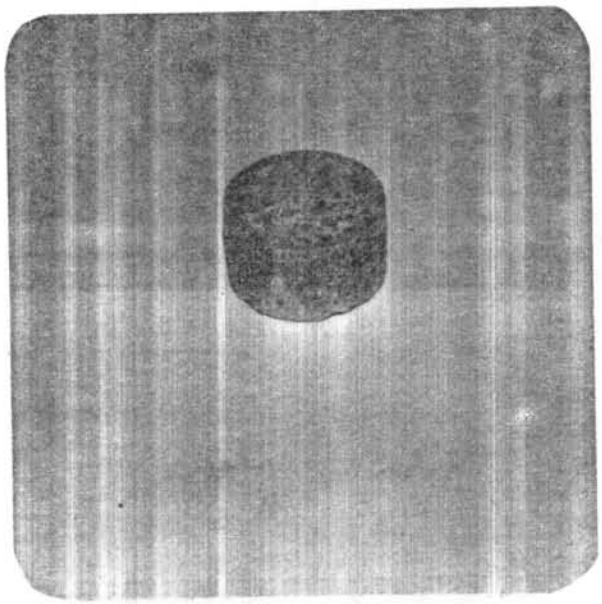
ตาราง 5.17 ขนาดของก้อนอัดยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์กับแคลเซี่ยม

5.6.3 ผลของการเตรียม

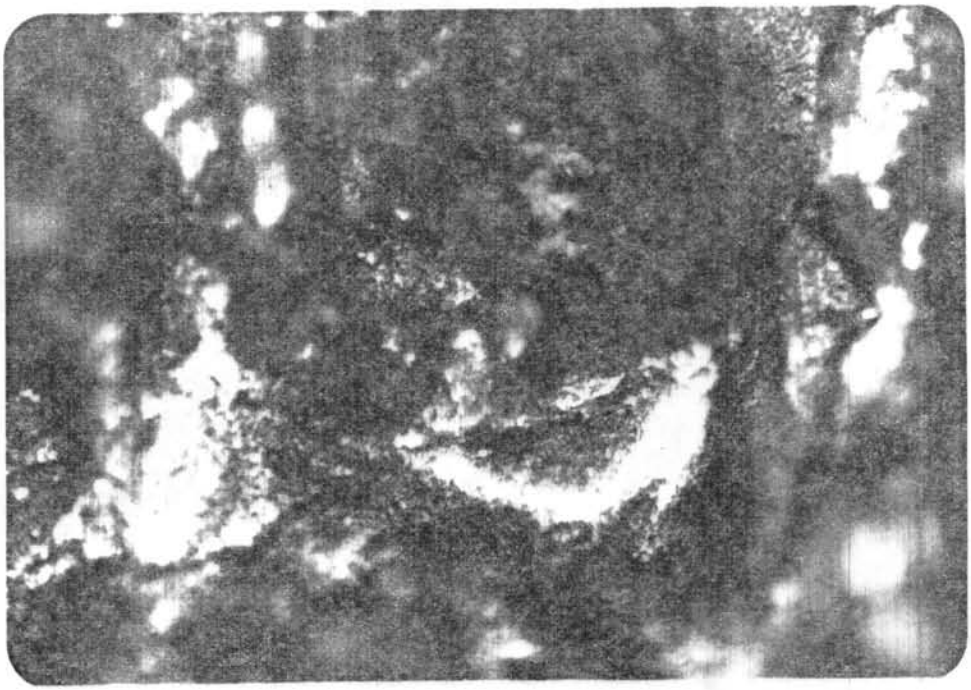
โลหะธาตุยูเรเนียม batch ที่ดีที่สุด ใช้ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ 74.66789 กรัม และแคลเซี่ยม 23 กรัม ได้โลหะเกิดขึ้น 3 แบบคือ

ก. แบบเป็นก้อน (รูป 5.9) เกิดฝังอยู่ในตะกรัน แยกออกได้โดยทุบตะกรันที่เกาะอยู่ให้แตกออกขนาดที่ได้มีขนาด 1 ถึง 5 มิลลิเมตร หนัก 2.90892 กรัม หรือร้อยละ 5.36 ของปริมาณยูเรเนียมป้อนผลวิเคราะห์มียูเรเนียมร้อยละ 99.46 นำไปหลอมให้เป็นก้อนด้วยลำพลาสมาได้โลหะที่มีความหนาแน่น 18.10 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร (รูป 5.10)

ข. แบบเป็นผง (รูป 5.11) เกิดฝังอยู่ในตะกรัน แยกออกมาได้โดยการบดตะกรันให้ละเอียด ผงยูเรเนียมยังคงลักษณะเป็นเม็ดส่วนที่สามารถแยกออกมาได้มีขนาด + 149 ไมโครเมตร จนถึง 0.05 มิลลิเมตร หนัก 1.82320 กรัม หรือร้อยละ 3.36 ของปริมาณยูเรเนียมป้อน

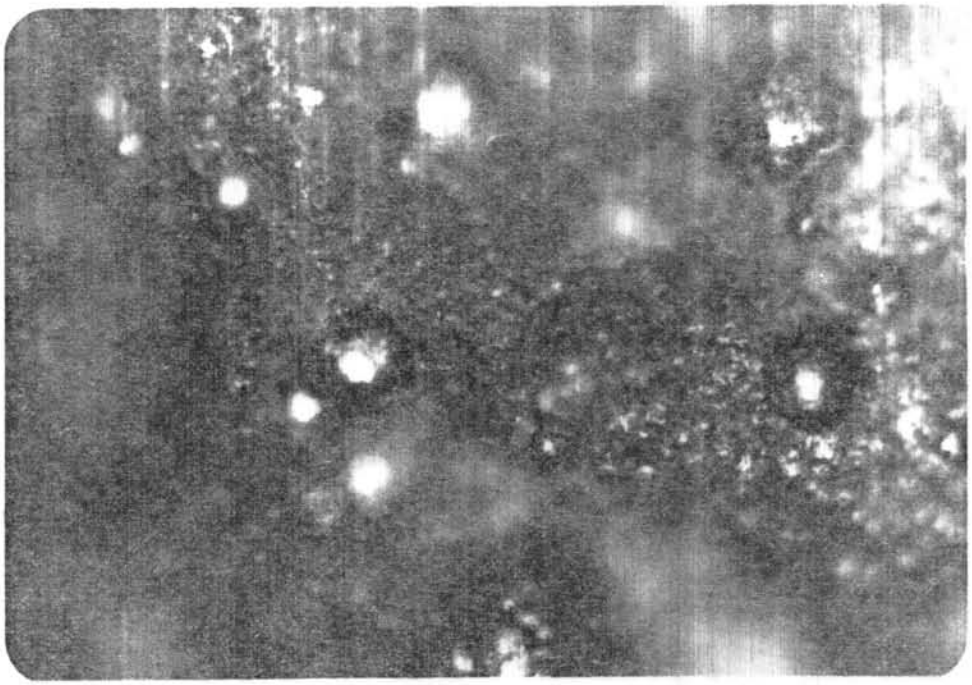


รูป 5.8 ก้อนอัด (biquette) ของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ และ แคลเซียม



รูป 5.9 โลหะธาตุยูเรเนียม (ภาพขยาย 100 เท่า)

5.10 โลหะธาตุยูเรเนียมที่ได้จากการรีดักชัน และ ที่หลอมใหม่ด้วยลำพลาสม่า



5.11 โลหะธาตุยูเรเนียมที่เกิดเป็นผง (powder) (รูปขยาย 100 เท่า)

ผลวิเคราะห์มียูเรเนียมร้อยละ 97.91

ค. แบบเป็นโลหะพรุน (Sponge) (รูป 5.12) โดยโลหะธาตุยูเรเนียมเกิดแทรกอยู่ในระหว่างผลึกของตะกรันแคลเซี่ยมฟลูออไรด์.. สามารถแยกออกมาได้ 15.153 กรัม ผลวิเคราะห์พบว่ามียูเรเนียมร้อยละ 37.63 แคลเซี่ยมฟลูออไรด์ร้อยละ 20.21 หรือได้โลหะยูเรเนียม 5.70 กรัม ส่วนนี้ไม่สามารถแยกโลหะออกมาได้โดยการบด

โดยสรุปแล้ว ปริมาณของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่ป้อน 70.66789 กรัมนั้น ปริมาณโลหะที่ควรจะได้จากการคำนวนเท่ากับ 54.26234 กรัม แต่ปริมาณที่ได้จากการรีดักชันครั้งนี้รวมกันเท่ากับ 10.43 กรัมหรือร้อยละ 19.22

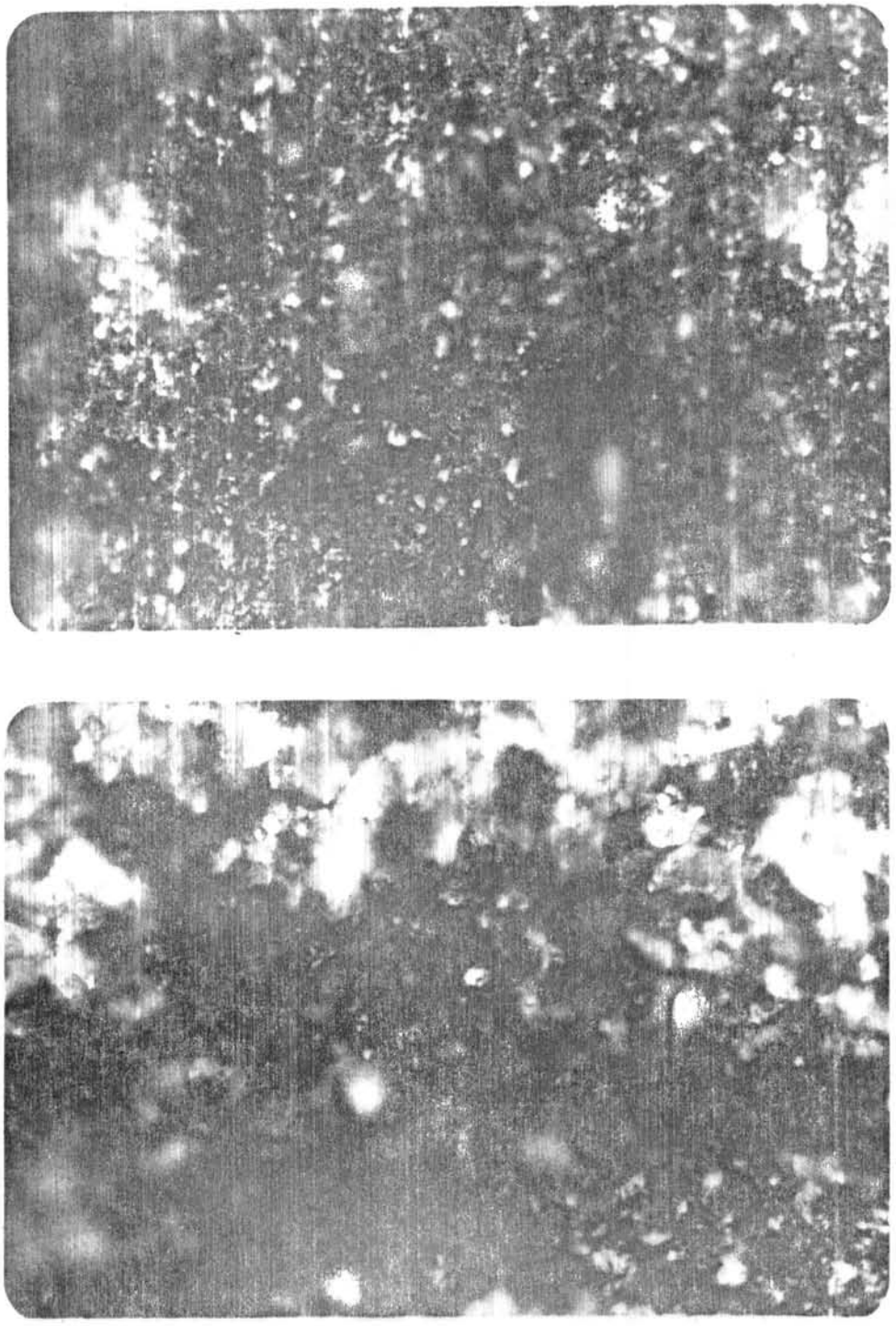
5.7 ผลวิเคราะห์สิ่งเจือปนอื่น ๆ

5.7.1 ผลวิเคราะห์ปริมาณเหล็ก

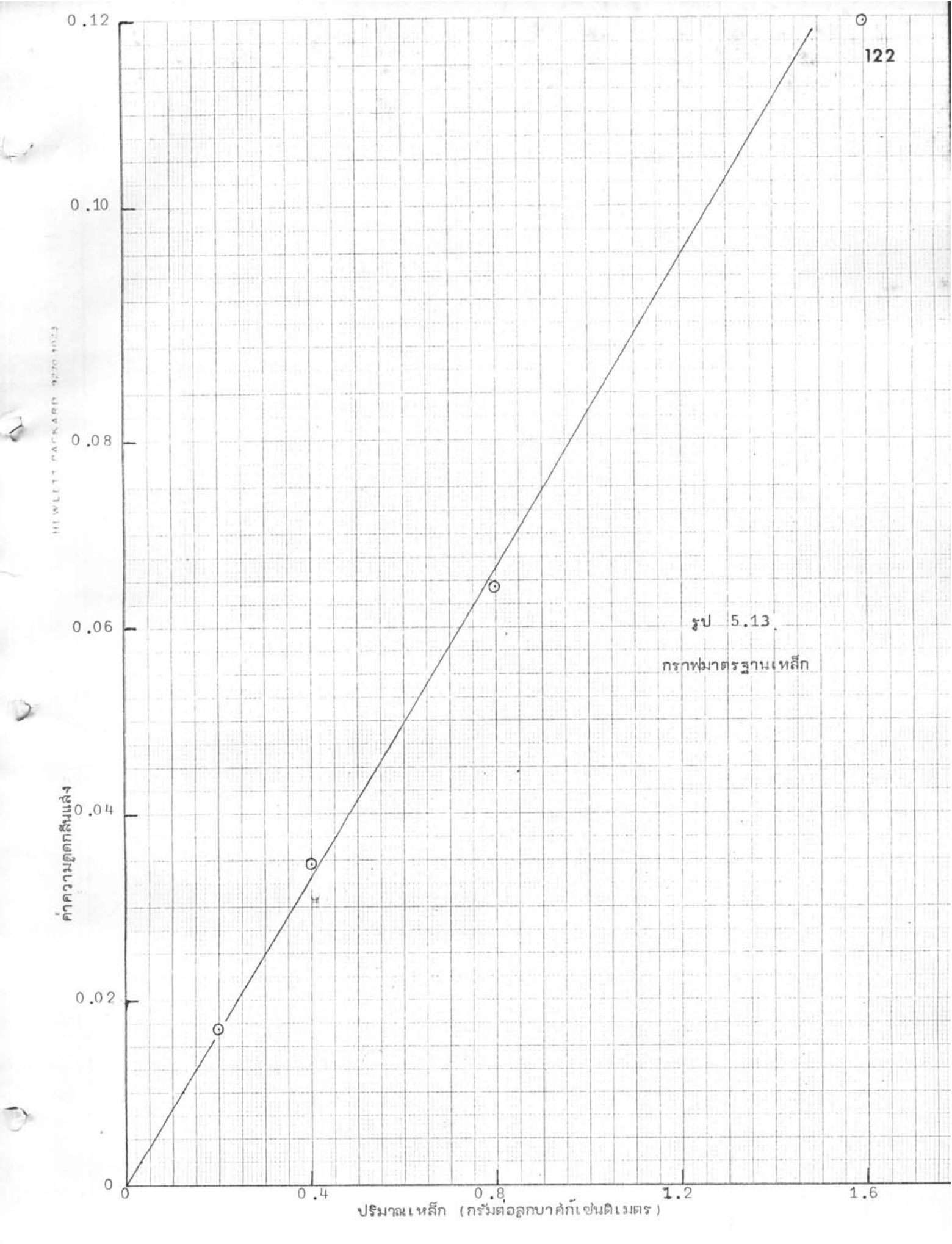
ตาราง 5.18 แสดงค่าความดูดกลืนแสงที่ 510 นาโนเมตรของสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ความเข้มข้นต่าง ๆ นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟมาตรฐาน (รูป 5.13)

ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน (ลูกบาศก์เซ็นติเมตร)	ปริมาณเหล็ก (กรัมต่อลูกบาศก์เซ็นติเมตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
1	0.2	0.0143
2	0.4	0.0346
3	0.8	0.0464
4	1.6	0.1195

ตาราง 5.18 ค่าความดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานเหล็กที่ 510 นาโนเมตร



รูป 5.12 โลหะธาตุยูเรเนียมที่เกิดเป็นแบบโลหะพรุน (Sponge) (ภาพขยาย 100 เท่า)



รูป 5.13

กราฟมาตรฐานเหล็ก

ตารางที่ 5.19 แสดงผลวิเคราะห์ปริมาณเหล็กในโลหะธาตุยูเรเนียม และ ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ โดยนำค่าความดูดกลืนแสงไปอ่านค่าจากกราฟมาตรฐานเหล็ก (รูป 5.13)

สารละลาย	ค่าความดูดกลืนแสง	ปริมาณของเหล็ก (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ปริมาณของเหล็กทั้งหมด (ร้อยละ)
โลหะธาตุยูเรเนียม	0.0098	1.2×10^{-4}	0.00914
ยูเรเนียมเตตรฟลูออไรด์	0.0023	3×10^{-5}	0.00149

ตาราง 5.19 ปริมาณเหล็กในโลหะธาตุยูเรเนียม และ ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

5.7.2 ผลวิเคราะห์ปริมาณปรอท

ตาราง 5.20 แสดงค่าความดูดกลืนแสงที่ 495 นาโนเมตร ของสารละลายมาตรฐานปรอทที่ความเข้มข้นต่าง ๆ นำค่าที่ได้ไปเขียนกราฟมาตรฐาน (รูป 5.14)

ปริมาณปรอท (มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)	ค่าความดูดกลืนแสง
0.001	0.0806
0.002	0.0812
0.003	0.0819
0.004	0.0824

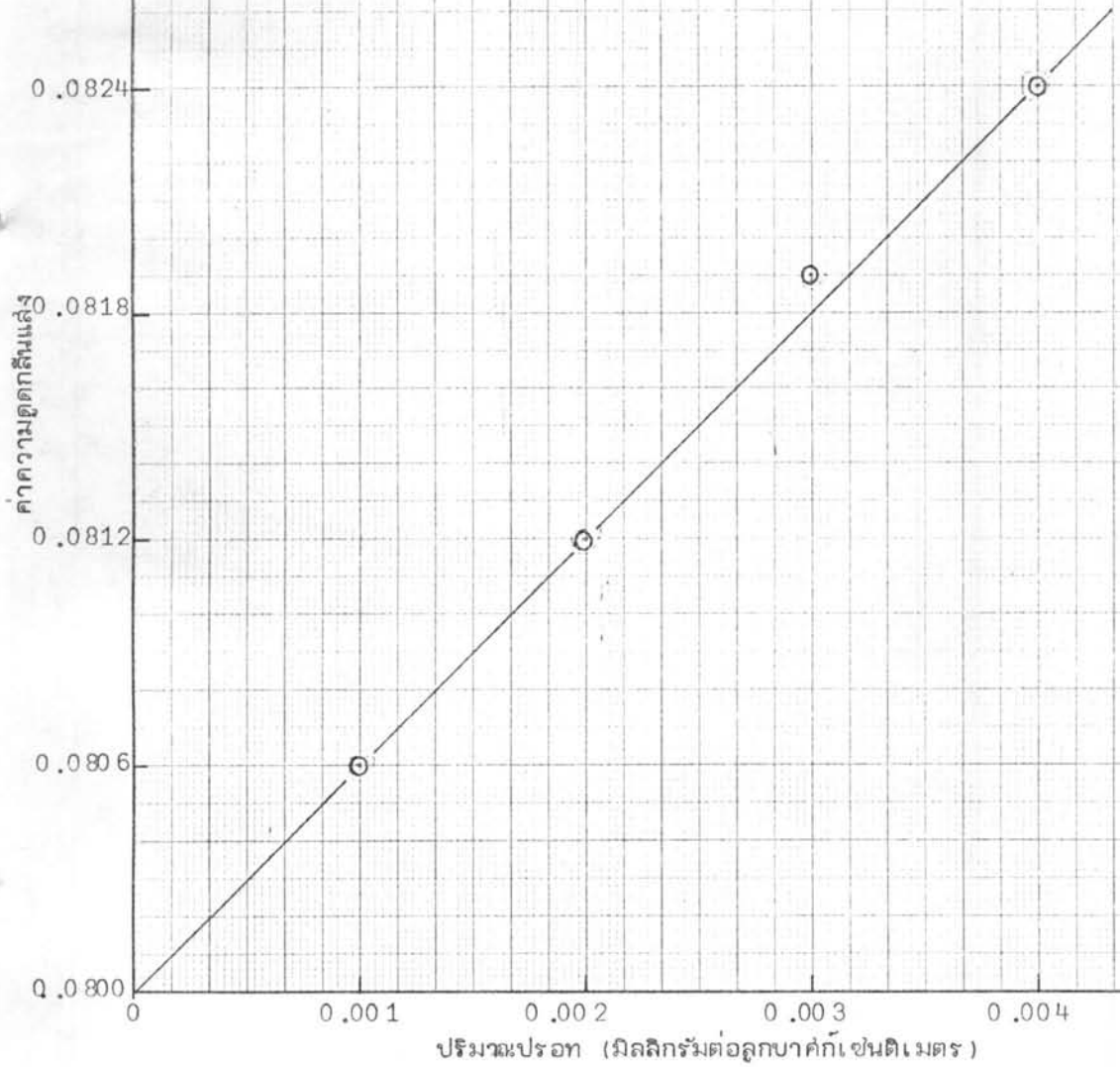
ตาราง 9.20 ค่าความดูดกลืนแสงของสารละลายมาตรฐานปรอทที่ 495 นาโนเมตร

ค่าความดูดกลืนแสงของโลหะธาตุยูเรเนียมเท่ากับ 0.0023 และยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์เท่ากับ 0.0290 จะเห็นได้ว่าความดูดกลืนทั้งสองน้อยกว่าค่าต่ำสุดของปรอทมาตรฐาน วิธีหาปริมาตรคือหาสมการเส้นตรงที่มีความสัมพันธ์ระหว่างค่าความดูดกลืนแสง และค่าความเข้มข้นของปรอท โดยวิธี least square ได้สมการเส้นตรงดังนี้

ห้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูป 5.14

กราฟมาตรฐานปรอท



$$y = 6.1x + 0.08$$

โดย y เป็นค่าความดูดกลืนแสง

x เป็นค่าความเข้มข้นของปรอท

จากสมการจะพบว่า เมื่อ $x = 0$, y มีค่าเท่ากับ 0.08 ซึ่งค่านี้ยังมากกว่าค่าความดูดกลืนแสงของสารละลายโลหะธาตุยูเรเนียม และยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ จึงพอจะสรุปได้ว่าปริมาณปรอทในสารละลายทั้งสองมีค่าน้อยมาก