บทที่ 3

การทดลอง

การทดลองนี้มุ่งศึกษาการสกัดยูเรเนียมและทอเรียมจากแร่โมนาไซด์โดยหอสกัดแบบการสกัดของเหลวด้วยของเหลว โดยใช้หอสกัดแบบจานมีรูยึดติดคงที่ และป้อนสารสกัดเป็นช่วงๆ (Pulse sieve plate column) โดยมีแนวทางเพื่อศึกษาประสิทธิภาพของหอสกัดแบบ Pulse Sieve Plate Column และให้สามารถกำหนดภาวะการทำงานที่เหมาะสมของเครื่องมือชนิดนี้ เพื่อใช้สกัดธาตุยูเรเนียมและทอเรียมจากแร่โมนาไซต์ที่ถูกเตรียมให้อยู่ในสถานะสารละลาย

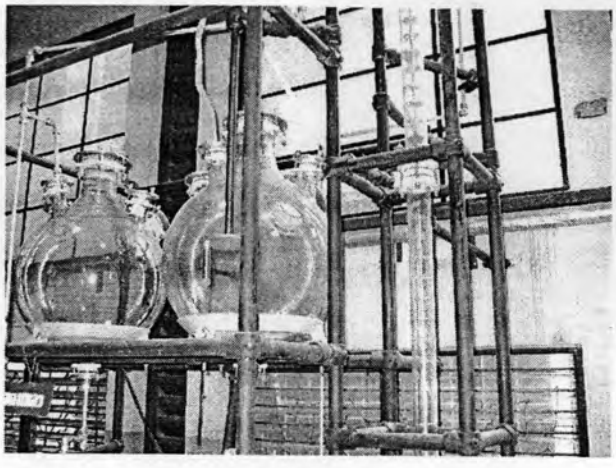
3.1 เครื่องมือวิเคราะห์และอุปกรณ์สำหรับงานวิจัย

3.1.1) หอสกัดแบบจานมีรูยึดติดคงที่ และป้อนสารสกัดเป็นช่วงๆ (pulse sieve plate column) ซึ่งเป็นเครื่องมือของภาควิชาวิศวกรรมเคมี สถาบันเทคโนโลยีปทุมวัน แนวทางการวิจัยเพื่อปรับปรุงเครื่องมือและให้สามารถใช้งานได้อย่างมีประสิทธิภาพเพื่อรองรับการทำงานวิจัยในอนาคต

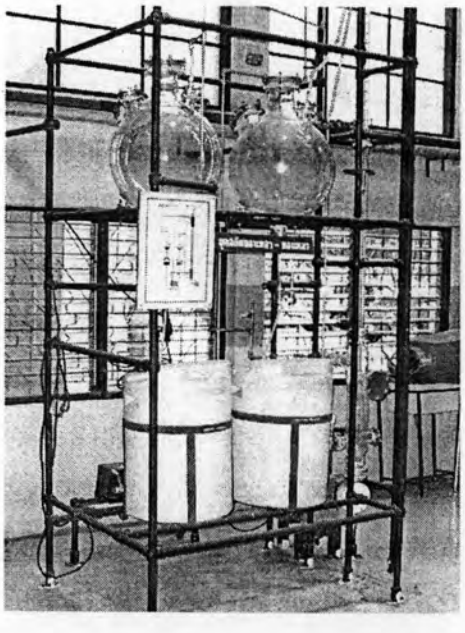
3.1.2) เครื่องวิเคราะห์ความเข้มข้นของธาตุ (Inductively Coupled Plasma Atomic Emission Spectroscopy: ICP-AES)

3.1.3) เครื่องวิเคราะห์รังสีแบบแยกพลังงาน (Multi-channel analysis, MCA) โดยเทคนิคการอาบนิวตรอน (neutron activation analysis, NAA) และโปรแกรมการวิเคราะห์ Maestro เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมและทอเรียม ของสำนักงานปรมาณูเพื่อสันติ บางเขน กรุงเทพฯ

3.1.4) เครื่องไตเตรดแบบอัตโนมัติ เพื่อวิเคราะห์ค่าความเป็นกรด-ด่าง ของสารละลายป้อนของสถาบันเทคโนโลยีปทุมวัน



รูปที่ 3.1 เครื่องสกัดแบบ Pulse Sieve Plate Column



รูปที่ 3.2 หอสกัดแบบ Pulse Sieve Plate Column

เครื่องมือการสกัดของเหลวด้วยของเหลวแบบ Pulse perforated plate column ชนิดไหลสวนทางกันสามารถปรับค่าอัตราการไหลของสายป้อนและสายสารละลายสกัดได้ การสกัดจะเกิดในส่วนของคอลัมพ์ที่มีแผ่นรูปวงกลมเจาะรูบรรจุอยู่ เพื่อให้สารสามารถแตกตัวเข้าผสมกันได้ดี

I 22875293

3.2 สารเคมี

3.2.1) ไตรบิวทิลฟอสเฟต (TBP)	Commercial grade
3.2.2) กรดไนตริก (HNO_3) เข้มข้น 68-70%	Commercial grade
3.2.3) โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)	Analytical grade
3.2.4) น้ำมันก๊าด (Kerosene)	Jet A-1

3.2.5) เค้กสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะจากแร่โมนาไซต์

3.3 วิธีดำเนินการทดลอง

3.3.1 การเตรียมสารละลายสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะจากเค้กสารประกอบของแร่โมนาไซต์ เพื่อใช้เป็นสารละลายป้อนเข้า

1) เค้กสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะจากแร่โมนาไซต์(Hydrous metal oxide cake) โดยเตรียมได้จากการย่อยแร่โมนาไซด์ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น ซึ่งได้รับความอนุเคราะห์จากศูนย์วิจัยและพัฒนาธาตุหายาก เทคโนธานี ปทุมธานี
2) ล้างสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะที่ย่อยแล้วด้วยน้ำกลั่นเพื่อกำจัดสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ที่ยังเหลือออก
3) ย่อยสารประกอบไฮดรอกไซด์ของโลหะด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 70 % ที่อุณหภูมิ 95 องศาเซลเซียส จนละลายหมด จะได้สารละลายของธาตุหายากในรูปสารประกอบไนเตรดของธาตุหายาก
4) กรองสารละลายสารประกอบไนเตรดด้วยกระดาษกรอง เบอร์ 50 เพื่อแยกตะกอนออก นำสารละลายที่ผ่านการกรองแล้ว ไตเตรทกับสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เพื่อหาความเข้มข้นของกรดไนตริกในสารละลายป้อน และปรับความเข้มข้นของกรดไนตริกในสารละลายเป็น 3 โมลาร์
5) เก็บตัวอย่างของสารละลายที่เตรียมได้ วิเคราะห์หาปริมาณของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก โดยเทคนิคการอาบรังสีนิวตรอนหรือใช้เครื่อง ICP
6) สารละลายที่เตรียมได้จะถูกใช้เป็นสายป้อน(feed) โดยปริมาตรที่ใช้สำหรับการทดลองแต่ละครั้งเท่ากับ 15 ลิตร

3.3.2 การเตรียมสารละลายอินทรีย์สำหรับสกัด โดยใช้ไตรบิวทิล ฟอสเฟส(TBP) ละลายในน้ำมันก๊าด

1) สารละลายอินทรีย์สำหรับการสกัด เตรียมโดยนำสารไตรบิวทิล ฟอสเฟต (TBP) ละลายในน้ำมันก๊าด(Kerosene) ตามค่าที่คำนวณได้ โดยความเข้มข้นที่ต้องการคือ 5% โดยปริมาตร

2) ทำสารละลายอินทรีย์ให้อิ่มตัวด้วยกรดไนตริกเข้มข้น 70% ปริมาตรของสารละลายอินทรีย์ที่เตรียมในแต่ละความเข้มข้นประมาณ 15 ลิตร
3) ในการทดลองครั้งต่อๆไปจะเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายอินทรีย์สำหรับการสกัดเป็นความเข้มข้น 10%, 15% และ 20% โดยปริมาตร วิธีการเตรียมเหมือนข้อ 1 และข้อ 2

3.3.3 ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของการปรับจังหวะของการเขย่า (Pulse setting number) 4 ค่าคือ 3, 5, 7 และ 10 ที่มีผลต่อเปอร์เซ็นต์การสกัดยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก โดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายอินทรีย์ 5% เวลาการสกัด 50 นาที การปฏิบัติการแบบการไหลสวนทางกัน

1) เก็บตัวอย่างของสารละลายป้อนเพื่อวิเคราะห์หาความเข้มข้นเริ่มต้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก
2) ป้อนสารละลายของโลหะ (feed) เข้าทางด้านบนของหอสกัด อัตราการไหลเท่ากับ 5 มิลลิลิตรต่อวินาที โดยให้สารละลายของโลหะอยู่ที่ความสูงประมาณ 8 ใน 10 ส่วนของความสูงของหอสกัด
3) เริ่มป้อนสารละลายอินทรีย์ เข้าสู่หอสกัดทางด้านล่างของหอสกัด อัตราการไหลเท่ากับ 5 มิลลิลิตรต่อวินาที และปรับจังหวะของการเขย่า (pulse setting number) ของเครื่องสกัดที่หมายเลข 3
4) เมื่อสารเกิดการผสมกันภายในหอสกัดจะเกิดการแยกชั้นกันบริเวณด้านบนของหอสกัด ปรับตัวปรับสมดุลของระดับ(balance leg) เพื่อให้สารที่ผ่านการสกัดแล้ว (extract phase) ล้นออกทางด้านบนหอสกัด เก็บตัวอย่างสารด้าน extract phase ทุก 5 นาที เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก

5) สารสกัดอีกส่วนหนึ่งที่ผ่านการสกัดแล้วทางด้านล่างของหอสกัด (raffinate) เก็บตัวอย่างทุก 5 นาที เช่นเดียวกัน เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก
6) การสกัดจะดำเนินไปประมาณ 50 นาที หรือจนกว่าระบบจะเข้าสู่สมดุล จึงหยุดการสกัดลง
7) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 ถึง6 โดยปรับเปลี่ยนจังหวะของการเขย่า (pulse setting number) ของเครื่องสกัดในข้อ3 เป็น 5, 7 และ10 ตามลำดับ

3.3.4 ทำการทดลองเพื่อศึกษาผลของการปรับเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายอินทรีย์ 4 ค่า คือ 5%, 10%, 15% และ 20% โดยปริมาตร ที่มีต่อผลต่อการสกัดยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก โดยตั้งค่าจังหวะของการเขย่าเท่ากับ 7 เวลาการสกัด 50 นาที การปฏิบัติการแบบการไหลสวนทางกัน

1) เก็บตัวอย่างของสารละลายป้อนเพื่อวิเคราะห์หาความเข้มข้นเริ่มต้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก
2) ป้อนสารละลายของโลหะ(feed) เข้าทางด้านบนของหอสกัด อัตราการไหลเท่ากับ 5 มิลลิลิตรต่อวินาที โดยให้สารละลายของโลหะอยู่ที่ความสูงประมาณ 8 ใน 10 ส่วน ของความสูงของหอสกัด
3) เริ่มป้อนสารละลายอินทรีย์ความเข้มข้นของTBP ใน kerosene 5% โดยปริมาตร เข้าสู่หอสกัดทางด้านล่างของหอสกัด อัตราการไหลเท่ากับ 5 มิลลิลิตรต่อวินาที เมื่อสารเกิดการผสมกันภายในหอสกัดจะเกิดการแยกชั้นกันบริเวณด้านบนของหอสกัด ปรับตัวปรับสมดุลของระดับ(balance leg) เพื่อให้สารที่ผ่านการสกัดแล้ว(extract phase) ล้นออกทางด้านบนหอสกัด เก็บตัวอย่างทุก 5 นาที เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก
4) สารสกัดอีกส่วนหนึ่งที่ผ่านการสกัดแล้วทางด้านล่างของหอสกัด(raffinate) เก็บตัวอย่างทุก 5 นาที เพื่อวิเคราะห์ความเข้มข้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายาก
5) การสกัดจะดำเนินไปประมาณ 50 นาที หรือจนกว่าระบบจะเข้าสู่สมดุล จึงหยุดการสกัดลง
6) ทำการทดลองซ้ำตั้งแต่ข้อ 1 ถึง 5 โดยเปลี่ยนความเข้มข้นของTBP ใน kerosene เป็น 10%, 15% และ 20% โดยปริมาตร ตามลำดับ

3.3.5 การทดลองเพื่อศึกษาเวลาที่เหมาะสมในการสกัด โดยการวิเคราะห์ข้อมูลจากการทดลองในทุกๆภาวะของการทดลอง อัตราส่วนการไหลของสารละลายป้อนต่อสารละลายอินทรีย์ เท่ากับ 1:1 การปฏิบัติการแบบการไหลสวนทางกัน

1) เก็บข้อมูลเวลาของการสกัดทุกภาวะของการทดลอง
2) นำข้อมูลที่ได้วิเคราะห์เวลาที่เหมาะสมสำหรับการสกัดโดยสังเกตจากความเข้มข้นของยูเรเนียม ทอเรียม และธาตุหายากที่สกัดได้

3.3.4 คำนวณค่าสัมประสิทธิ์การกระจายตัวของสารและประสิทธิภาพการสกัดในทุกภาวะของการทดลอง

(แสดงดังภาคผนวก ง.)