หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

บทที่ 5

การดำเนินการทดลอง

5.1 การเตรียมโซล

เตรียมสารละลายยูเรนิล ไนเตรทเข้มข้น 0.7 โมลาร์ เมทอซิล 10 กรัมต่อลิตร เททระไฮโดรเฟอร์เฟอริล แอลกอฮอล์ 30% v/v และกรดไนทริก 1 โมลาร์ ปริมาตรของสารละลาย 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ดังนี้

เตรียมยูเรนิล ไนเตรทเข้มข้น 0.7 โมลาร์ ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ยูเรนิล ไนเตรท ($UO_2(NO_3)_2.6H_2O$) มีน้ำหนักโมเลกุล 502.13 กรัม จะต้องใช้ยูเรนิล ไนเตรท $0.7 \times 502.13 \times \frac{100}{1000} = 35.15$ กรัม

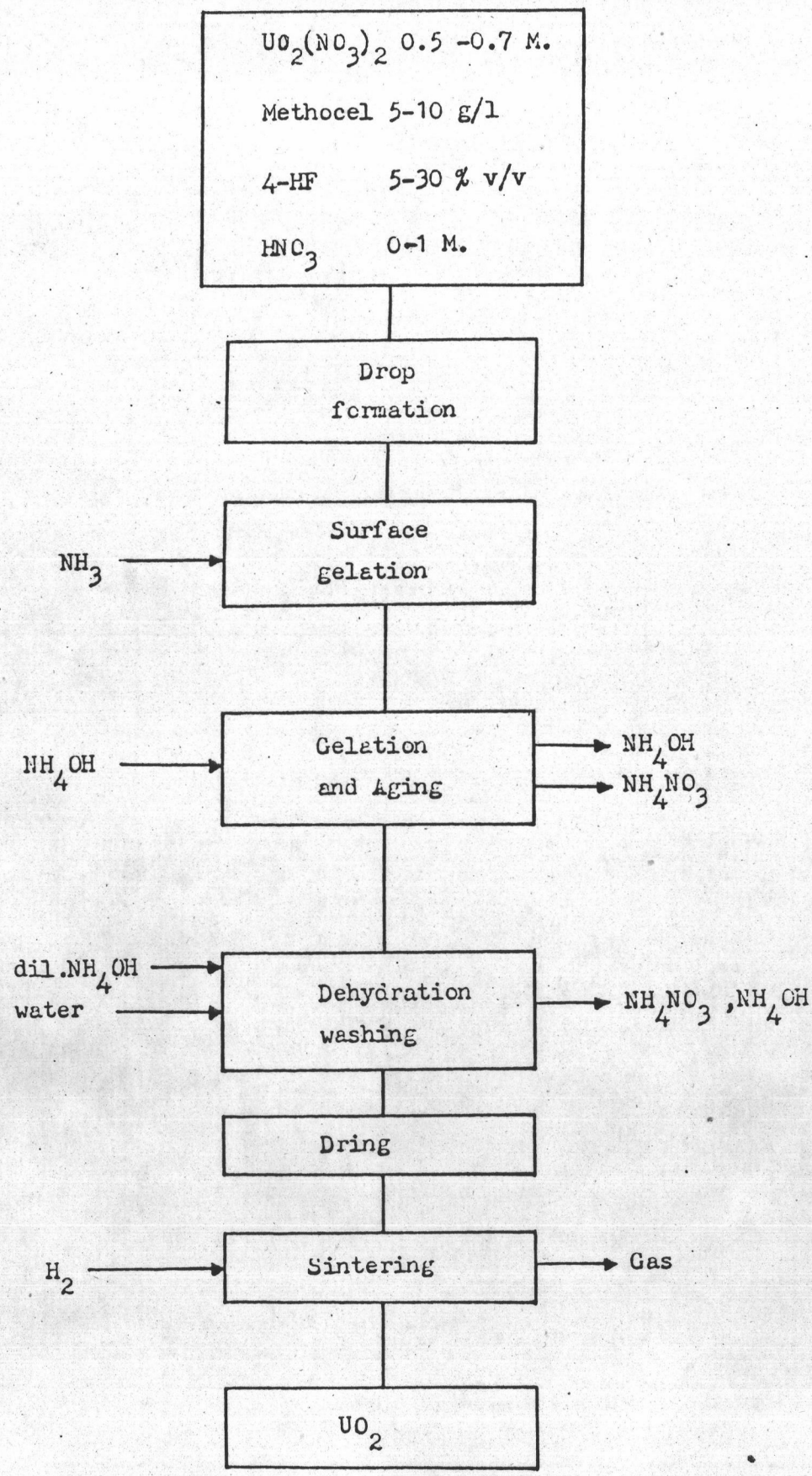
เตรียมเมทอเซล 10 กรัมต่อลิตร ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะต้องใช้เมทอเซล $10 \times \frac{100}{1000} = 1$ กรัม

เตรียมเททระไฮโดรเฟอร์เฟอริล แอลกอฮอล์ 30% v/v ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะต้องใช้ $30 \times \frac{100}{100} = 30$ ลูกบาศก์เซนติเมตร

เตรียมกรดไนทริก 1 โมลาร์ ปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดไนทริกมีความเข้มข้น 65% เท่ากับ 14.42 โมลาร์ จะต้องใช้กรดไนทริก $\frac{1 \times 100}{14.42} = 6.9$ ลูกบาศก์เซนติเมตร

5.2 การทำให้เกิดหยด

นำโซลที่เตรียมได้จากหัวข้อ 5.1 มาทำให้เป็นหยดโดยใช้ ทู-ฟลูอิด นอซซัล (two-fluid nozzle) โดยหยดลงในสารละลายแอมโมเนียเข้มข้น ใช้คอลัมน์ยาว 1 เมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร โซลที่ใช้หยดจะอยู่ห่างจากผิวหน้าสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ประมาณ 2 เซนติเมตร รูเล็กที่ใช้มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 0.6, 0.7, 0.8, 0.9 และ 1.0 มิลลิเมตร



รูป 5.11 แผนผังขั้นตอนกระบวนการเอกซ์เทอร์นัล เจเลชัน

5.3 การล้าง

นำไมโครสเฟียร์ที่ได้มาล้างสารอินทรีย์ที่ยังเหลืออยู่ออก โดยวิธีแช่ไมโครสเฟียร์ในน้ำเป็นเวลา 15 นาที ควบคุม PH ให้อยู่ในช่วง 8.0 - 8.5

5.4 การทำให้แห้ง

นำไมโครสเฟียร์ที่ได้จากการล้างมาทำให้แห้ง ดังนี้

ก) นำสเฟียร์มาเกลี่ยเป็นชั้นเดียวทิ้งไว้ในอากาศที่อุณหภูมิห้องหรือให้อากาศไหลผ่านเป็นเวลา 3 - 5 ชั่วโมง

ข) จากนั้นนำไปให้ความร้อนในตู้อบที่อุณหภูมิ 10 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ทิ้งไว้ค้างคืนแล้วจึงค่อยลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้อง

5.5 การเผาที่อุณหภูมิสูง

นำไมโครสเฟียร์ที่แห้งแล้วมาทำการ เผา เพื่อไล่สารที่ระเหยได้ออกจากไมโครสเฟียร์จากนั้นรีดิวซ์ที่อุณหภูมิสูง เพื่อให้มีความหนาแน่นสูง โดยมีขั้นตอน ดังนี้

ก) นำไมโครสเฟียร์ไปเผาในเตาเผาแบบท่อ (tube furnace) โดยให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง จนกระทั่งเตาเผามีอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส

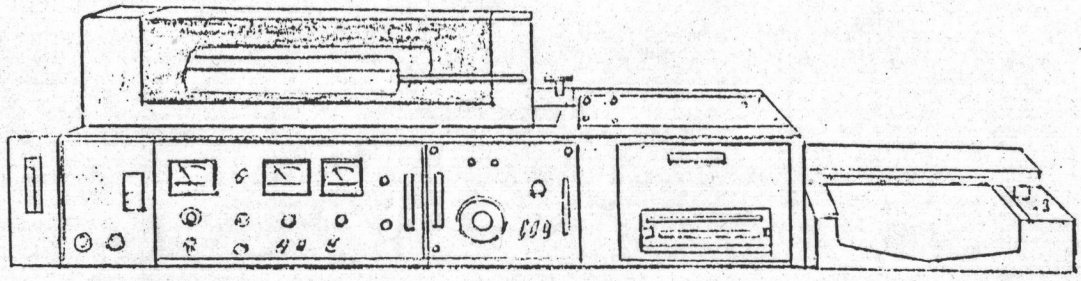
ข) ผ่านก๊าซผสมระหว่างอาร์กอนกับ 4 เปอร์เซ็นต์ ไฮโดรเจน (Ar - 4% H_2) โดยให้อัตราการเพิ่มอุณหภูมิเป็น 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงจนถึงอุณหภูมิ 1200 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 4 ชั่วโมง

ค) ลดอุณหภูมิอย่างช้า ๆ โดยให้อัตราการลดอุณหภูมิเป็น 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมงจนกระทั่งถึงอุณหภูมิห้อง

ง) นำไมโครสเฟียร์ที่ได้ไปวัดขนาด และหาความหนาแน่น

5.6 การวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอนในไมโครสเฟียร์

ได้ใช้เครื่องมือวิเคราะห์หาปริมาณคาร์บอน แบบ C.N. Corder, Model MT-500 ดังรูป 5.1 จากศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูป 5.1 เครื่องมือวิเคราะห์ปริมาณคาร์บอน

5.7 การวิเคราะห์หาความหนาแน่นของไมโครสเฟียร์

อุปกรณ์ 1. ขวดพิกโนมิเตอร์ (pycnometer)

2. เครื่องชั่งไฟฟ้า

3. เตาความร้อน (hot plate)

วิธีทดลอง

เป็นการหาความหนาแน่นโดยใช้การแทนที่ของไมโครสเฟียร์ในน้ำ ซึ่งทำได้ดังนี้

1. ใส่น้ำกลั่นลงในพิกโนมิเตอร์จนเต็ม ปรับอุณหภูมิให้ได้ 20 องศาเซลเซียส แล้วนำมาเช็ดให้แห้ง ทิ้งไว้จนกระทั่งอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง นำไปชั่งหาน้ำหนัก

2. ชั่งน้ำหนักของยูเรเนียม ไดออกไซด์ไมโครสเฟียร์

3. นำไมโครสเฟียร์ที่ทราบน้ำหนักนี้เทลงในขวดพิกโนมิเตอร์เติมน้ำลงไป จากนั้นนำไปต้มเพื่อไล่ฟองอากาศออก และนำไปทำให้มีอุณหภูมิเป็น 20 องศาเซลเซียส ปิดจุก เช็ดให้แห้งทิ้งไว้จนกระทั่งอุณหภูมิเท่ากับอุณหภูมิห้อง นำไปชั่งหาน้ำหนัก

คำนวณหาความหนาแน่นของไมโครสเฟียร์จาก

$$D = \frac{ZD_1}{Y - (X - Z)}$$

เมื่อ D = ความหนาแน่นของไมโครสเฟียร์ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

Z = น้ำหนักของไมโครสเฟียร์ (กรัม)

D_1 = ความหนาแน่นของน้ำ (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

Y = น้ำหนักของฟิกโนมิเตอร์และน้ำ (กรัม)

X = น้ำหนักของฟิกโนมิเตอร์ น้ำ และไมโครสเฟียร์ (กรัม)

ตัวอย่างการคำนวณหาความหนาแน่น

Z คือ น้ำหนักของไมโครสเฟียร์ = 1.36201 กรัม

D_1 คือ ความหนาแน่นของน้ำ = 1 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

Y คือ น้ำหนักของฟิกโนมิเตอร์และน้ำ = 70.03568 กรัม

X คือ น้ำหนักของฟิกโนมิเตอร์ น้ำ และไมโครสเฟียร์ = 71.25253 กรัม

$$D = \frac{1.36201}{70.03568 - (71.25253 - 1.36201)}$$

= 9.38 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ความหนาแน่นตามทฤษฎี = 10.96 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

$$\text{ความหนาแน่นของไมโครสเฟียร์} = \frac{9.38 \times 100}{10.96}$$

= 85.58 % ของค่าตามทฤษฎี

5.8 <u>การวิเคราะห์หาความเข้มข้นของยูเรเนียมในโซล</u> (20)

สารเคมีที่ใช้

ก) กรดซัลฟามิก (Sulphamic acid) มีความเข้มข้น 1.5 โมลาร์ เตรียมได้โดยการละลายกรดซัลฟามิก 150 กรัม ในน้ำเย็น 1 ลิตร

ข) กรดออโทฟอสฟอริกเข้มข้น (concentrated orthophosphoric acid) ซึ่งมีความถ่วงจำเพาะ 1.75 และมีเนื้อสารร้อยละ 90

ค) สารละลายเฟอร์รัส ซัลเฟต (ferrous sulphate solution) มีความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ เตรียมได้โดยการเติมกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในน้ำ 750 ลูกบาศก์เซนติเมตร กวน และเติมเฟอร์รัส ซัลเฟต ($FeSO_4.7H_2O$) 280 กรัมลงในสารละลายที่กำลังร้อน ทำให้เย็นแล้วทำให้สารละลายเจือจาง โดยเติมน้ำจนมีปริมาตร 1 ลิตร

ง) สารละลายผสมระหว่างกรดไนทริก 4 โมลาร์ และกรดซัลฟามิก 0.1 โมลาร์ เตรียมโดยเจือจางกรดไนทริกเข้มข้น 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้มีปริมาตร 930 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายซัลฟามิก 1.5 โมลาร์ลงไป 70 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วกวน

จ) สารละลายแอมโมเนียม โมลิบเดทเข้มข้น ร้อยละ 1 เตรียมโดยการชั่งแอมโมเนียม โมลิบเดท 1 กรัม ทำให้เจือจางจนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ฉ) กรดซัลฟิวริก 9 โมลาร์ เตรียมโดยเจือจางกรดซัลฟิวริกเข้มข้น 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้มีปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ช) สารละลายโพแทสเซียม ไดโครเมต ($K_2Cr_2O_7$) เข้มข้น 0.050 นอร์มอล เตรียมโดยนำโพแทสเซียม ไดโครเมต ที่อบแล้ว 1 ชั่วโมง มา 2.452 กรัม ทำให้เจือจางจนมีปริมาตร 1 ลิตร

ซ) สารละลายวาเนดิล ซัลเฟต ($VOSO_4.5H_2O$) เข้มข้น 0.05 โมลาร์ เตรียมโดยชั่งวาเนเดียม ซัลเฟต 4.2 กรัม มาทำให้เจือจางจนมีปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ฌ) สารละลายแบเรียม ไดฟินิลลามีน ซัลโฟเนต (barium diphenylamine sulphonate solution) เข้มข้น 0.04 เปอร์เซ็นต์ เตรียมโดยชั่งแบเรียม ไดฟินิลลามีน ซัลโฟเนต 0.1 กรัม ในน้ำเดือด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทิ้งไว้ให้เย็น แล้วเติมน้ำจนมีปริมาตร 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร

<u>วิธีทดลอง</u>

นำโซลมา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนทริกเข้มข้น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

1. ดูดสารละลายมา 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนทริกเข้มข้นอีก 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2. เติมกรดซัลฟามิก 1.5 โมลาร์ ลงไป 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดฟอสฟอริกเข้มข้น 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายเฟอรัส ซัลเฟต 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร (ควรมีสีเขียว) ผสมแล้วทิ้งไว้ 30 นาที

3. เติมสารละลายผสมของกรดไนทริก 4 โมลาร์กับกรดซัลฟามิก 0.10 โมลาร์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสารละลายแอมโมเนียมโมลิบเดทซึ่งมีเนื้อสารร้อยละ 1 ลงไป 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าทุกครั้งที่เติมสารละลายแต่ละตัว

4. ทิ้งไว้ให้สีน้ำตาลหายไป (ประมาณ 3 นาที) แล้วตั้งทิ้งไว้อีก 3 นาที

5. เติมกรดซัลฟิวริก 9 โมลาร์ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร (เติมทีละครึ่ง) แล้วล้างด้วยน้ำเย็นปริมาตร 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมอินดิเคเตอร์ แบเรียม ไดฟินิลลามีน ซัลโฟเนต เข้มข้น 0.04 โมลาร์ ปริมาตร 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร

6. ไตเตรทด้วยโพแทสเซียม ไดโครเมต ซึ่งมีความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ จะได้สารละลายเป็นสีม่วง (ภายใน 1 นาที)

7. เติมวาเนดิล ซัลเฟต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วไตเตรทต่อทันที จนกระทั่งเกิดสีม่วงอีกครั้ง

คำนวณหาปริมาณยูเรเนียมได้จาก

$$U = \frac{C(A - B)}{V}$$

เมื่อ U = ปริมาณยูเรเนียม (มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

A = ปริมาตรของโพแทสเซียม ไดโครเมต

B = ปริมาตรของโพแทสเซียม ไดโครเมต ของสารเปรียบเทียบ (ไม่ควรเกิน 0.2 ลูกบาศก์เซนติเมตร)

C = ปริมาณยูเรเนียมที่ทำปฏิกิริยาพอดีกับ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรของโพแทสเซียม ไดโครเมต (5.951)

V = ปริมาตรของสารละลายยูเรเนียม

<u>สมการที่เกี่ยวข้อง</u>

1) กรดไนตรัสในสารละลายโดยกรดซัลฟามิก ดังสมการ

$$HNO_2 + NH_2SO_3H \longrightarrow H_2SO_4 + N_2 + H_2O$$

การที่ไล่กรดไนตรัสออกเป็นการป้องกันออกซิเดชันของเหล็ก (+2) และยูเรเนียม (+4)

2) ยูเรเนียม (+6) จะถูกรีดิวซ์ไปเป็นยูเรเนียม (+4) โดยเหล็ก (+2) ที่มากเกินพอดังสมการ

$$U(VI) + 2Fe\ (II) \longrightarrow U(IV) + 2Fe\ (III)$$

ซึ่งปฏิกิริยานี้จะดำเนินได้ดีในสภาวะที่มีความเข้มข้นของกรดฟอสฟอริกสูง

3) เหล็ก (+2) มีมากเกินพอจะถูกออกซิเดชันโดยกรดไนทริก ซึ่งมีโมลิบดินัมเป็นตัวเร่งปฏิกิริยา ดังสมการ

$$2Fe(II) + HNO_3 + 2H^+ \xrightarrow{Mo} 2Fe(III) + HNO_2 + H_2O$$

$$HNO_2 + NH_2SO_3H \longrightarrow N_2 + H_2SO_4 + H_2O$$

4) สมการที่ (2) จะเกิดปฏิกิริยากลับเมื่อกรดฟอสฟอริกถูกทำให้เจือจาง ดังสมการ

$$2Fe(III) + U(IV) \longrightarrow 2Fe(II) + U(VI)$$

5) เหล็ก (+2) และยูเรเนียม (+4) จะถูกออกซิไดซ์โดยโครเมียม (+6) ดังสมการ

$$3Fe(II) + Cr(VI) \longrightarrow 3Fe(III) + Cr(III)$$

$$3U(IV) + 2Cr(VI) \longrightarrow 3U(VI) + 2Cr(III)$$

<u>ตัวอย่างการวิเคราะห์ความเข้มข้นของยูเรเนียมในโซล</u>

จากการทดลองได้ผลดังนี้

A = 3.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

B = 0.05 ลูกบาศก์เซนติเมตร

C = 5.951

V = 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

จาก $U = \frac{C(A - B)}{V}$

$= \frac{5.951(3.5 - 0.05)}{10}$

$= 2.05$ มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ประมาณยูเรเนียม = 2.05 กรัมต่อลิตร

แต่สารละลายนี้ถูกทำให้เจือจาง 100 เท่า

จะมีปริมาณยูเรเนียม $2.05 \times 100 = 205$ กรัมต่อลิตร

โซลมีความเข้มข้น $\frac{205}{238} = 0.8613$ โมลต่อลิตร

5.9 <u>การคำนวณหา เส้นผ่าศูนย์กลางโดยเฉลี่ยของหยดโซล</u> (21)

การหาขนาด เส้นผ่าศูนย์กลางของหยดโซล ได้อาศัยความสัมพันธ์ตามวิธีของ R.G. Wymer 1965 โดยใช้ยู-ฟลูอิค นอซซัล การคำนวณนี้ใช้เส้นผ่าศูนย์กลางของ UO_2 เมื่อเผาที่อุณหภูมิสูงมาใช้ในการคำนวณ

<u>ตัวอย่างการคำนวณ</u>

เส้นผ่าศูนย์กลาง UO_2 เผาที่อุณหภูมิสูง = 600 ไมโครเมตร

ความเข้มข้นของโซล = 0.8613 โมลต่อลิตร

ความหนาแน่นของ UO_2 เผาที่อุณหภูมิสูง = 8.62 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

ความเข้มข้นของ UO_2 ที่เผาแล้ว $\frac{8.62 \times 1000}{270}$ = 31.9259 โมลต่อลิตร

การหดตัวของโซลเมื่อเผา $\sqrt[3]{\frac{31.9259}{0.8613}} = \sqrt[3]{37.0671}$

= 3.3342

ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของหยดโซล 600(3.3342)

= 2001 ไมโครเมตร

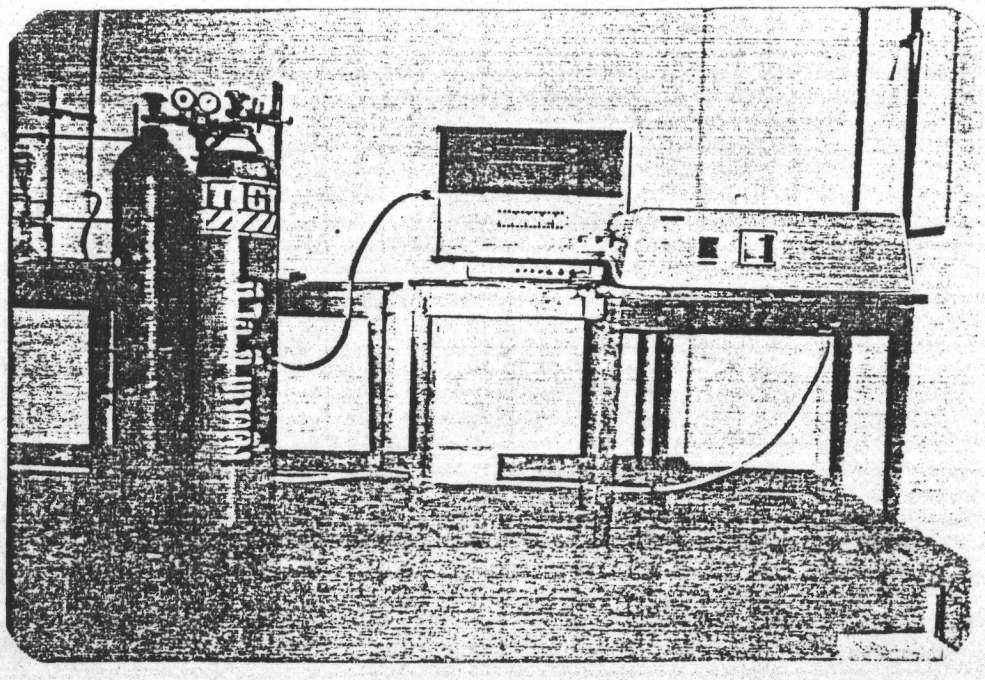
5.10 <u>การวิเคราะห์อัตราส่วนออกซิเจนและยูเรเนียม</u> (O/U ratio)

วิธีการคือ ชั่งสารตัวอย่างที่ต้องการวิเคราะห์ประมาณ 1 กรัมลงในหลอดควอตซ์ (quartz) นำไปเผาในอากาศที่อุณหภูมิ 1000 องศาเซลเซียส จนน้ำหนักไม่เปลี่ยนแปลง เพื่อออกซิไดซ์ยูเรเนียม ไดออกไซด์ เป็น U_3O_8 ดังสมการ

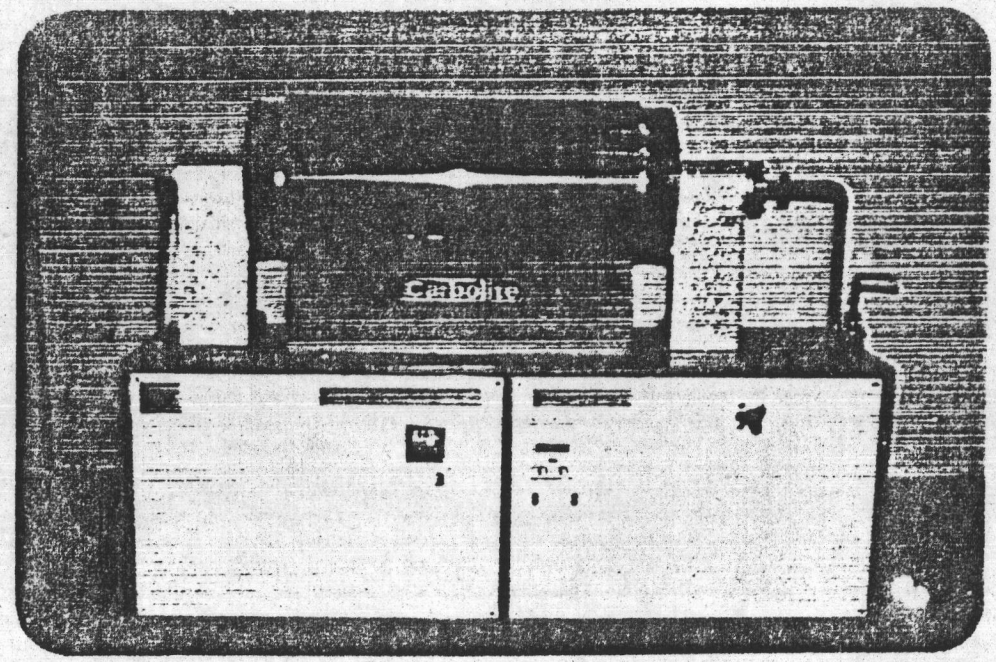
$$UO_{2+x} \xrightarrow[O_2]{1000^\circ c} U_3O_8$$

หลังจากออกซิไดซ์แล้ว 1 วัน นำสารตัวอย่างมาชั่งหาน้ำหนักคำนวณหาอัตราส่วน O/U

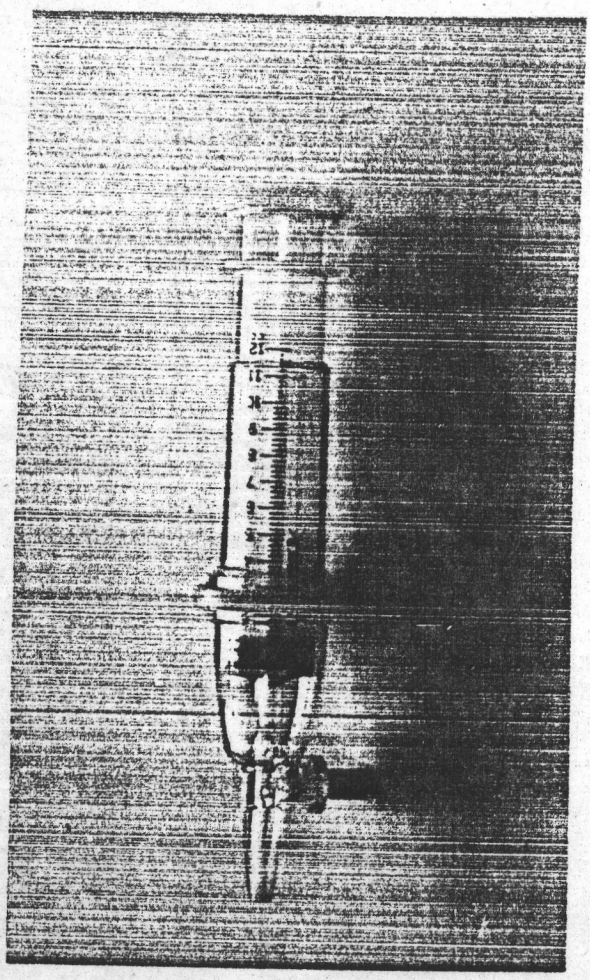
หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



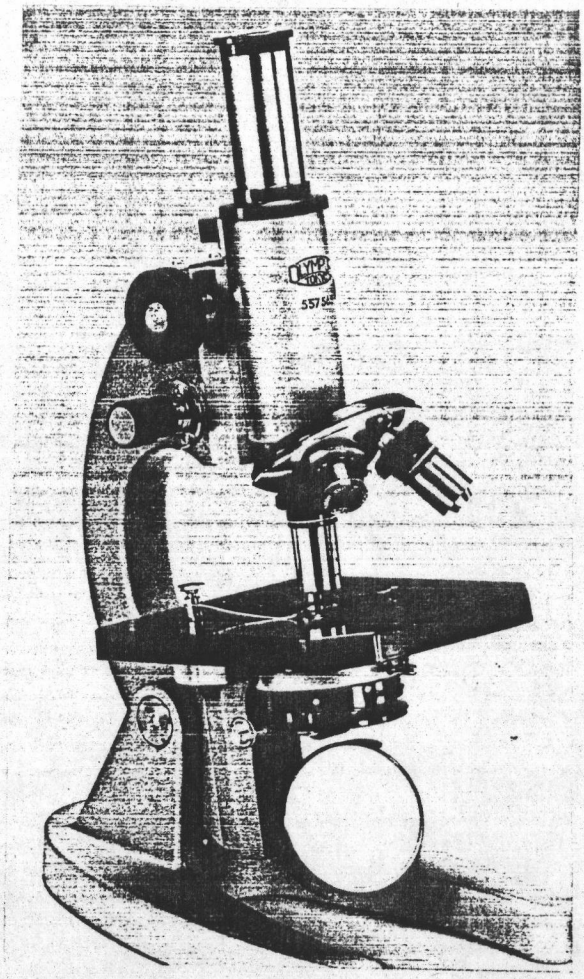
รูป 5.2 เตาเผาไมโครสเฟียร์ในบรรยากาศของ Ar-4% H_2



รูป 5.3 เตาเผาประสานไมโครสเฟียร์เพื่อเพิ่มความหนาแน่น



รูป 5.4 เครื่องมือที่ใช้หยดโซล



รูป 5.5 กล้องจุลทรรศน์