บทที่ 4

การทดลองและผลของการทดลอง

4.1 <u>การทดลองเพื่อหาเงื่อนไขที่เหมาะสมของผง UO_2</u> จะแบ่งเป็น 3 ขั้นตอน ดังนี้คือ

4.1.1 <u>การเตรียมผงของ ADU</u> จะมี 4 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้คือ

4.1.1.1 <u>การเตรียมตะกอนของ ADU</u>

โดยใช้สารละลายยูเรนิลไนเตรต ($UO_2(NO_3)_2$) ทำปฏิกิริยากับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) ดังสมการเคมีต่อไปนี้

$$2UO_2(NO_3)_2 + 6NH_4OH \longrightarrow (NH_4)_2U_2O_7 + 4NH_4NO_3 + H_2O$$

80-150 g U/l 27% by wt. (ADU)

$50^{\circ}C$; pH = 7.5 - 8.0

4.1.1.1.1 <u>อุปกรณ์</u> ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.1 และรูปที่ 3.1

4.1.1.1.2 <u>วิธีทำการทดลอง</u>

การเตรียมตะกอนของ ADU จากการตกตะกอนของสารละลายยูเรนิลไนเตรต ($UO_2(NO_3)_2$) ทำปฏิกิริยากับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) โดยจะทำการทดลองที่เงื่อนไขต่าง ๆ ด้วยการเปรเปลี่ยนความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิลไนเตรต กับค่าความเป็นกรดเป็นด่าง และช่วงเวลา (Residence time) ในขณะทำปฏิกิริยากัน ส่วนความเข้มข้นของสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ที่ใช้ในการทำปฏิกิริยาและอุณหภูมิ จะถูกควบคุมให้คงที่เสมอ ซึ่งจะมีวิธีการทำดังนี้คือ

(1) ค่อย ๆ ปล่อยให้สารละลายยูเรนิลไนเตรต(ที่เปรเปลี่ยนความเข้มข้น 80, 100, 120, 150 กรัมยูเรเนียม/ลิตร) กับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 27% เข้าทำปฏิกิริยากันอย่างต่อเนื่องใน Precipitator โดยควบคุมอุณหภูมิจากเครื่องชิ้งน้ำร้อน 50 องศาเซลเซียส ตลอดเวลา

(2) ทำการเปรเปลี่ยนค่าความเป็นกรดเป็นด่าง (7.5, 8.0) ในขณะตกตะกอน ADU จากข้างต้น โดยใช้กระดาษทดสอบความเป็นกรดเป็นด่าง จากนั้นทำ

การเปรเปลี่ยนเวลาในขณะทำปฏิกิริยากัน (15, 20, 25 นาที) ซึ่งจะได้ตะกอนของ ADU มีลักษณะเป็น Slurry

4.1.1.2 การเตรียมผงของ ADU

4.1.1.2.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.2 และรูปที่ 3.2

4.1.1.2.2 วิธีทำการทดลอง

(1) นำเอาตะกอนของ ADU ซึ่งมีลักษณะเป็น Slurry ที่ได้มาจากข้างต้นมาล้างด้วยน้ำกลั่น

(2) แล้วนำเอา ตะกอนของ ADU ที่ล้างน้ำแล้วมากรองด้วยระบบ Suction จะได้ตะกอนของ ADU อย่างหมาด ๆ

(3) จากนั้นนำเอาตะกอนของ ADU ที่ได้จากข้างต้นมาอบในเตาอบ (oven) ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 36 ชั่วโมง จะได้ผงของ ADU ที่แห้งสนิท

4.1.1.3 การหาความหนาแน่น (Density) ของผงของ ADU

4.1.1.3.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.7 และรูปที่ 3.7

4.1.1.3.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักของสาร}}{\text{ปริมาตรของสาร}}$$

ชั่งน้ำหนักของสาร (ผง ADU) หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก ส่วนปริมาตรของสาร (ผง ADU) หาได้จากการแทนที่ของเหลวที่ไม่ละลาย ADU (ในที่นี้ใช้ Ethylene glycol โดยใช้ขวดพิกโนมิเตอร์ (Pycnometer) เป็นตัวช่วยในการหา แล้วจึงนำไปแทนลงในสูตรก็จะหาความหนาแน่นของผง ADU ได้ตามความต้องการ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ก.)

4.1.1.4 การหาขนาดของอนุภาค (Particle size) ของผงของ ADU

4.1.1.4.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.9 และรูปที่ 3.9

4.1.1.4.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{ร้อยละของขนาดของอนุภาคแต่ละช่วงของขนาด} = \frac{\text{น้ำหนักของผงของสารแต่ละช่วงของขนาด} \times 100}{\text{น้ำหนักของผงของสารที่ใช้ทั้งหมด}}$$

ชั่งน้ำหนักของผง ADU ที่ใช้ทั้งหมด หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก ส่วนน้ำหนักของผง ADU แต่ละช่วงของขนาดนั้นหาได้จากการใช้ตะแกรงร่อนผงของ ADU ที่มีช่วงขนาดของอนุภาคต่าง ๆ กันเสีย จึงนำมาชั่งหาน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก จากนั้นจึงนำไปแทนลงในสูตร ก็จะหาร้อยละของอนุภาคของ ADU ได้ตามต้องการ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ค.) จะได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.1

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.1 แสดงลักษณะสมบัติของผง ADU ที่ได้จากการทดลอง

No.of sample	$UO_2(NO_3)_2$ (gm U/l)	NH_4OH (% by wt.)	Temp. (°C)	pH	residence time(min.)	ADU colour	density (gm/c.c.)	% particle size (μ)								mean particle size (μ)
								< 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-355	355-500	> 500	
1	80	27	50	7.5	15	เหลือง	3.67	73	6	13.5	2.4	2.5	1.9	0.4	0.3	46
2	*(48)	(2.8)			20	เหลือง	5.49	78	7	8	2	1	1.8	2.2	-	47
3					25	เหลือง	4.00	74	10.5	5.5	5	2	2	0.8	0.2	46
4	80	27	50	8.0	15	เหลือง	4.80	77.5	9.8	4.9	4.1	2.5	1.1	0.1	-	40
5	(48)	(3.2)			20	เหลือง	3.47	79	6	7	6.3	1.1	0.4	0.2	-	39
6					25	เหลือง	5.11	78	8.5	7.5	4	1.4	0.3	0.3	-	38
7	100	27	50	7.5	15	เหลือง	5.36	76	10	8.1	0.9	3.3	0.7	1	-	43
8	(48)	(4.8)			20	เหลือง	5.18	76	7	10.2	3.7	1	0.6	0.7	0.8	45
9					25	เหลือง	5.78	74.7	10.9	9.5	1.7	1.5	0.9	0.8	-	41
10	100	27	50	8.0	15	เหลือง	5.98	80	5	8.3	4.2	1	0.5	1	-	39
11	(48)	(5.3)			20	เหลือง	5.43	75.2	10.9	8.3	4.1	0.5	0.7	0.3	-	39
12					25	เหลือง	4.51	77	7.5	10.9	2.1	1.2	0.5	0.8	-	40
13	120	27	50	7.5	15	เหลือง	3.60	79	6.3	4.3	2.7	3.1	2.2	2	0.4	32
14	(48)	(6.7)			20	เหลือง	3.69	78	9	7.7	1.4	2.3	1.6	-	-	39
15					25	เหลือง	3.86	76.2	9.3	7.4	3.3	2.1	1.3	0.4	-	42
16	120	27	50	8.0	15	เหลือง	4.14	80	10	4	2	2.4	1.6	-	-	38
17	(48)	(7.1)			20	เหลือง	5.90	76.5	12.2	7.3	1.7	1.5	0.8	-	-	37
18					25	เหลือง	4.61	80	8	8	0.8	2.1	1.1	-	-	37
19	150	27	50	7.5	15	เหลือง	4.38	73	12.4	7	3.2	2.1	1.5	0.8	-	44
20	(48)	(9.5)			20	เหลือง	5.35	76	9.1	6.9	5.8	0.1	1	1	0.1	43
21					25	เหลือง	5.42	79	10.1	3.9	2	2.7	1.2	0.7	0.4	43
22	150	27	50	8.0	15	เหลือง	6.99	72	13.5	7.6	2.7	2	2.2	-	-	43
23	(48)	(10.1)			20	เหลือง	5.36	76	12	8.3	0.2	1	2	-	-	38
24					25	เหลือง	4.58	78	14.3	4.1	0.9	1.2	0.5	1	-	37

(หมายเหตุ * = ตัวเลขในวงเล็บ = อัตราการไหลของสารละลายในขณะทำปฏิกิริยากัน ซึ่งมีหน่วยเป็น cm^3/min)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.1.2 การเตรียมผงของ UO_3 จะมี 3 ขั้นตอนดังต่อไปนี้คือ

4.1.2.1 การเตรียมผงของ UO_3

โดยใช้การเผาในที่อุณหภูมิสูง (Calcination) จากผง ADU ที่ได้จากข้อ 4.1.1 ข้างต้น ดังสมการเคมีต่อไปนี้

$$(NH_4)_2U_2O_7 \xrightarrow[\text{in air}]{\Delta} 2UO_3 + 2NH_3 + H_2O$$

(ADU) $300 - 400^{o}C$; 8 hr.

4.1.2.1.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.3 และรูปที่ 3.3

4.1.2.1.2 วิธีทำการทดลอง

นำเอาผง ADU จากข้างต้นมาใส่ลงใน Crucible หรือ Porcelain basin (พยายามทำให้มีพื้นที่ผิวของผง ADU ให้มากที่สุด) แล้วนำไปเผาในเตาเผา (Furnace) (โดยทำการเปรเปลี่ยนอุณหภูมิขณะเผา 300, 350, 400 องศาเซลเซียส) ก็จะได้ผงของ UO_3

4.1.2.2 การหาความหนาแน่น (Density) ของผงของ UO_3

4.1.2.2.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.7 และรูปที่ 3.7

4.1.2.2.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักของสาร}}{\text{ปริมาตรของสาร}}$$

ชั่งน้ำหนักของสาร (ผง UO_3) หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก ส่วนปริมาตรของสาร (ผง UO_3) หาได้จากการแทนที่ของเหลวที่ไม่ละลาย UO_3 (ในที่นี้ใช้ Ethylene glycol) โดยใช้ขวดพิกโนมิเตอร์ (Pycnometer) เป็นตัวช่วยในการหา แล้วจึงนำไปแทนลงในสูตร ก็จะหาความหนาแน่นของผง UO_3 ได้ตามต้องการ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ก.)

4.1.2.3 การหาขนาดของอนุภาค (Particle size) ของผงของ UO_3

4.1.2.3.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.9 และรูปที่ 3.9

4.1.2.3.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{ร้อยละของขนาดของอนุภาคแต่ละช่วงของขนาด} = \frac{\text{น้ำหนักของผงของสารแต่ละช่วงของขนาด} \times 100}{\text{น้ำหนักของผงของสารที่ใช้ทั้งหมด}}$$

ชั่งน้ำหนักของผง UO_3 ที่ใช้ทั้งหมด หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก ส่วนน้ำหนักของผง UO_3 แต่ละช่วงของขนาดนั้น หาได้จากการใช้ตะแกรงร่อนผงของ UO_3 ที่มีช่วงขนาดของอนุภาคต่าง ๆ กันแล้ว จึงนำมาชั่งหาน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก จากนั้นจึงนำไปแทนลงในสูตร ก็จะหาร้อยละของอนุภาคของ UO_3 ได้ตามต้องการ (รายละเอียด ดูได้จากภาคผนวก ค.) จะได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.2

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.2 แสดงลักษณะ สมบัติของผง UO_3 ที่ได้จากการทดลอง

No.of Sample	Temp.(°C) (heat in air)	UO_3 colour	density (gm/c.c.)	% particle size (μ)								mean particle size (μ)
				< 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-335	355-500	> 500	
1.1	300	ส้ม	6.29	75	8.2	11.3	2.2	1	2.1	0.2	-	42
1 1.2	350	ส้ม	6.74	76	9.1	9.7	2.5	1.7	0.7	0.3	-	39
1.3	400	ส้มแดง	7.12	80	4.7	8.7	3	2.7	0.5	0.4	-	40
2.1	300	ส้มเหลือง	6.69	81.9	8.2	5.9	2	1	1	-	-	35
2 2.2	350	ส้ม	6.91	80	9	7.2	2.7	0.3	0.2	0.6	-	35
2.3	400	ส้ม	6.98	81	6	7.1	2.1	1.2	1.1	1.5	-	42
3.1	300	ส้ม	7.72	79	8.1	5.1	4.8	2.2	0.6	0.2	-	39
3 3.2	350	ส้ม	6.92	83	6	7.1	2.7	0.3	0.4	0.5	-	35
3.3	400	ส้ม	7.03	80.1	5.5	7.3	3.3	2.1	1.5	0.2	-	40
4.1	300	ส้ม	6.84	80.6	7	10.7	1	0.6	0.1	-	-	33
4 4.2	350	ส้ม	6.73	79.8	12.2	6.9	0.8	0.3	-	-	-	31
4.3	400	ส้มแดง	6.95	79.1	13.3	6.3	0.9	0.4	-	-	-	31
5.1	300	ส้ม	5.81	83	11	3.7	1.2	0.7	0.3	0.1	-	31
5 5.2	350	ส้ม	6.12	89.3	5.3	4.3	0.7	0.3	0.1	-	-	28
5.3	400	ส้ม	6.73	79	10.6	5.3	3.5	1.3	0.3	-	-	35
6.1	300	ส้ม	7.31	85	5.5	4.7	3.2	1.2	0.3	0.1	-	33
6 6.2	350	ส้ม	6.93	79.5	9.3	7.8	2.8	0.3	0.2	0.1	-	34
6.3	400	ส้ม	6.99	81	7.5	7.5	3.1	0.4	0.4	0.1	-	34
7.1	300	ส้มเหลือง	8.24	81	7.8	6.2	3.5	0.6	0.2	0.7	-	36
7 7.2	350	ส้ม	6.89	82	7	5.7	2.3	2.3	0.4	0.3	-	37
7.3	400	ส้ม	6.97	77.3	10.1	8.5	1.1	2.6	0.3	0.1	-	37
8.1	300	ส้ม	7.59	80	7.2	8.1	2.5	1.2	0.6	0.4	-	37
8 8.2	350	ส้มเหลือง	7.71	80	7.3	10.2	1	1.2	0.1	0.2	-	35
8.3	400	ส้ม	7.67	78	6.7	9.7	3.8	1.5	0.2	0.1	-	37
9.1	300	ส้ม	7.01	77.5	9.7	9.2	1.2	1.3	0.7	0.4	-	38
9 9.2	350	ส้ม	7.87	76.2	11.3	8.7	1.5	1.2	0.8	0.3	-	38
9.3	400	ส้มแดง	7.75	75.5	11	9.3	1.7	1.5	0.6	0.4	-	39
10.1	300	ส้มเหลือง	8.14	80	7.5	10.1	1.5	0.4	0.3	0.2	-	34
10 10.2	350	ส้ม	8.46	80.2	5.9	11.1	0.8	1.6	0.2	0.2	-	36
10.3	400	ส้ม	8.34	78	9.2	8.9	3.2	0.5	0.2	-	-	35
11.1	300	ส้ม	7.54	78	9.1	9.7	2.7	0.3	0.1	0.1	-	35
11 11.2	350	ส้ม	8.19	79	9.3	9.1	1.7	0.4	0.3	0.2	-	34
11.3	400	ส้ม	8.02	79	8.7	8.2	3.1	0.5	0.4	0.1	-	35
12.1	300	ส้มเหลือง	7.28	78	8.7	9.2	2.7	1.1	0.2	0.1	-	36
12 12.1	350	ส้มเหลือง	6.47	79.1	10.2	7.3	2.2	0.7	0.3	0.2	-	35
12.3	400	ส้ม	7.39	79.5	6.1	10.2	2.3	1.1	0.5	0.3	-	37

ตารางที่ 4.2 (ต่อ)

No. of sample	Temp. (°C) (heat in air)	UO_3 colour	density (gm/c.c)	% particle size (μ)								mean particle size (μ)
				< 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-355	355-500	> 500	
13.1	300	ส้ม	6.55	81.5	5.1	6.2	1.7	2.5	1.5	1.5	-	44
13 13.2	350	ส้ม	7.47	82	4.7	5.7	2.5	2.3	1.6	1.2	-	43
13.3	400	ส้ม	7.35	80	6	6.1	2	2.9	1.9	1.1	-	45
14.1	300	ส้มเหลือง	5.53	81	9.6	7.2	1.3	0.7	0.2	-	-	32
14 14.2	350	ส้ม	7.16	81	10.2	6.7	1.2	0.4	0.5	-	-	32
14.3	400	ส้มแดง	7.37	79	8.3	11.2	1	0.3	0.2	-	-	33
15.1	300	ส้ม	6.67	83	9.2	5.1	1.7	0.5	0.4	0.1	-	32
15 15.2	350	ส้ม	6.94	82	8.5	7.2	1.5	0.4	0.3	0.1	-	32
15.3	400	ส้ม	7.07	80	9.7	6.7	2	0.7	0.5	0.4	-	35
16.1	300	ส้มเหลือง	6.77	82.5	9.7	2.5	2.4	1.7	1.2	-	-	35
16 16.2	350	ส้มเหลือง	6.78	83	10.1	3.7	2.3	0.5	0.4	-	-	32
16.3	400	ส้มเหลือง	7.68	81	10.6	3.2	1.7	2	1.5	-	-	37
17.1	300	ส้ม	6.46	92.9	3.1	3.4	0.3	0.2	0.1	-	-	26
17 17.2	350	ส้ม	8.87	95.1	1.7	2.6	0.4	0.2	-	-	-	25
17.3	400	ส้ม	8.09	89.6	5.1	4.3	0.7	0.2	0.1	-	-	28
18.1	300	ส้มเหลือง	7.22	83	11	3.5	1.1	0.9	0.5	-	-	32
18 18.2	350	ส้มเหลือง	8.83	84	9.5	3.7	2.1	0.4	0.3	-	-	31
18.3	400	ส้ม	8.35	82	8	7.5	1.6	0.7	0.2	-	-	32
19.1	300	ส้ม	6.38	79.2	9.3	7.5	2.1	1.3	0.4	0.2	-	36
19 19.2	350	ส้ม	8.01	78	10	6.3	2.8	1.9	0.5	0.5	-	39
19.3	400	ส้ม	7.98	75	11.1	8.3	3.2	1.1	0.9	0.4	-	40
20.1	300	ส้ม	6.60	80	9.1	5.5	3.5	0.7	0.6	0.6	-	37
20 20.2	350	ส้ม	7.48	80.7	8	9.3	1.1	0.6	0.3	-	-	33
20.3	400	ส้มเหลือง	7.87	79	10.1	7.2	1.7	1.5	0.5	-	-	35
21.1	300	ส้มเหลือง	6.32	80.5	8.7	6.3	1.5	2.2	0.5	0.3	-	37
21 21.2	350	ส้ม	8.25	79.3	10.4	6.8	2.5	0.6	0.2	0.2	-	34
21.3	400	ส้ม	7.93	80	9.5	5.8	2.1	2.3	0.2	0.1	-	36
22.1	300	ส้มเหลือง	7.13	81.5	8	9	1.1	0.3	0.1	-	-	32
22 22.2	350	ส้มเหลือง	8.41	82	7	7.2	2.4	1.1	0.3	-	-	34
22.3	400	ส้ม	8.05	83	6	7.1	2.3	0.9	0.7	-	-	34
23.1	300	ส้ม	7.36	80	10.1	7.5	1.2	0.5	0.7	-	-	34
23 23.2	350	ส้มเหลือง	8.04	78	17.5	3.9	0.6	-	-	-	-	30
23.3	400	ส้มเหลือง	7.97	81	9.3	8	0.5	0.9	0.3	-	-	33
24.1	300	ส้ม	6.40	84	9	5	0.5	0.5	1	-	-	32
24 24.2	350	ส้มเหลือง	7.06	83	10	3.5	3.1	0.4	-	-	-	31
24.3	400	ส้ม	7.84	82	10.8	4.1	1.7	0.7	0.7	-	-	33

4.1.3 <u>การเตรียมผงของ UO_2</u> จะมี 4 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้คือ

4.1.3.1 <u>การเตรียมผงของ UO_2</u>

โดยใช้การเผาแบบรีดักชัน (Reduction) จากผง UO_3 ที่ได้จากข้อ 4.1.2 ข้างต้นด้วยก๊าซ H_2 ดังสมการเคมีดังต่อไปนี้

$$UO_3 + H_2 \xrightarrow{\Delta} UO_2 + H_2O \ (Steam)$$

$T=630^{\circ}C$ 20 hr

30 % H_2 + 70 % Ar

4.1.3.1.1 <u>อุปกรณ์</u> ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.4 และรูปที่ 3.4

4.1.3.1.2 <u>วิธีทำการทดลอง</u>

(1) นำเอาผง UO_3 จากข้างต้นมาใส่ลงใน Ceramic boat แล้วบรรจุในท่อ Mullite ซึ่งอยู่ในเตาเผาแบบท่อ (Tube furnace)

(2) ผ่านก๊าซอาร์กอน (Ar) ในอัตราการไหลอย่างต่ำ ๆ พร้อมกับค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิในเตาเผาแบบท่อนั้นจนถึงอุณหภูมิ 630 องศาเซลเซียส แล้วจึงค่อยผ่านก๊าซไฮโดรเจน (H_2) และก๊าซอาร์กอน (Ar) ในอัตราส่วน 30% และ 70% โดยปริมาตร ตามลำดับด้วยอัตราการไหล 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที นาน 20 ชั่วโมง

(3) จากนั้นค่อย ๆ ลดอุณหภูมิในเตาเผาแบบท่อจาก 630 องศาเซลเซียส มาเป็น 500 องศาเซลเซียส ในเวลา 1 ชั่วโมง (ซึ่งในขณะลดอุณหภูมินี้ยังคงต้องผ่านทั้งก๊าซไฮโดรเจนและก๊าซอาร์กอนในอัตราส่วน และอัตราการไหลของก๊าซยังเท่าเดิมอยู่) หลังจากนั้นแล้วจึงปิดเครื่องให้อุณหภูมิในเตาเผาแบบท่อค่อย ๆ ลดอุณหภูมิจนถึงอุณหภูมิห้อง (Stabilize) (ซึ่งในขณะที่ให้อุณหภูมิค่อย ๆ ลดลงนี้ยังต้องผ่านเฉพาะก๊าซอาร์กอนเพียงอย่างเดียวในอัตราการไหลอย่างต่ำ ๆ อยู่) ซึ่งจะต้องใช้เวลาประมาณ 10 ชั่วโมง จึงจะได้ผงของ UO_2

4.1.3.2 <u>การหาความหนาแน่น (Density) ของผงของ UO_2</u>

4.1.3.2.1 <u>อุปกรณ์</u> ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.7 และรูปที่ 3.7

4.1.3.2.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักของสาร}}{\text{ปริมาตรของสาร}}$$

ชั่งน้ำหนักของสาร (ผง UO_2) หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก ส่วนปริมาตรของสาร (ผง UO_2) หาได้จากการแทนที่ของของเหลวที่ไม่ละลาย UO_2 (ในที่นี้ใช้ Ethylene glycol) โดยใช้ขวดพิกโนมิเตอร์ (Pycnometer) เป็นตัวช่วยในการหา แล้วจึงนำไปแทนลงในสูตร ก็จะหาความหนาแน่นของผง UO_2 ได้ตามต้องการ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ก.)

4.1.3.3 การหาขนาดของอนุภาค (Particle size) ของผงของ UO_2

4.1.3.3.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.9 และรูปที่ 3.9

4.1.3.3.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{ร้อยละของขนาดของอนุภาคแต่ละช่วงของขนาด} = \frac{\text{น้ำหนักของผงของสารแต่ละช่วงของขนาด} \times 100}{\text{น้ำหนักของผงของสารที่ใช้ทั้งหมด}}$$

ชั่งน้ำหนักของผง UO_2 ที่ใช้ทั้งหมด หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก ส่วนน้ำหนักของผง UO_2 แต่ละช่วงของขนาดนั้น หาได้จากการใช้ตะแกรงร่อนผงของ UO_2 ที่มีช่วงขนาดของอนุภาคต่าง ๆ กันแล้ว จึงนำมาชั่งหาน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก จากนั้นจึงนำไปแทนลงในสูตรก็จะหาร้อยละของอนุภาคของ UO_2 ได้ตามต้องการ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ค.)

4.1.3.4 การหาอัตราส่วนของออกซิเจนต่อยูเรเนียม (O/U ratio) ของผง UO_2 ที่เตรียมได้ (UO_{2+x})

4.1.3.4.1 อุปกรณ์ ดูในบทที่ 3 หัวข้อ 3.1.8 และรูปที่ 3.8

4.1.3.4.2 วิธีทำการทดลอง

โดยใช้สูตรที่ว่า

$$\text{Atomic ratio of O/U} = \frac{17.5417a}{b} - 14.875$$

a =น้ำหนักของผง UO_2 ที่เตรียมได้ (UO_{2+x}) ก่อนเผา (กรัม)

b = น้ำหนักของผง UO_2 ที่เตรียมได้ (UO_{2+x}) หลังเผา (กรัม)

ชั่งน้ำหนักของผง UO_2 ที่เตรียมได้ (UO_{2+x}) ก่อนเผา หาได้จากการชั่งด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก แล้วนำเอาผง UO_2 นั้นไปใส่ลงในหลอดควอร์ตซ (Quartz) ซึ่งวางอยู่บน Ceramic boat จากนั้นนำไปเผาที่อุณหภูมิ 1,000 องศาเซลเซียส นาน 8 ชั่วโมง ในเตาเผา (Furnace) ในบรรยากาศ แล้วปล่อยให้เย็นจนถึงอุณหภูมิห้องแล้วจึงนำเอาผง UO_2 ที่เผาได้นี้ไปชั่งหาน้ำหนัก จะเป็นน้ำหนักของผง UO_2 หลังเผา เมื่อนำค่าต่าง ๆ แทนลงในสูตรก็จะได้อัตราส่วนของออกซิเจนต่อยูเรเนียม (O/U ratio) ของ UO_2 ที่เตรียมได้ (UO_{2+x}) ตามต้องการ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ข.)

จะได้ผลการทดลองดังตารางที่ 4.3

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.3 แสดงลักษณะสมบัติของผง UO_2 ที่ได้จากการทดลอง

no. of sample	Reduction time (hr)	Temp. (°C)	UO_2 colour	Density (gm/c.c)	O/U ratio	% particle size (μ)								mean particle size (μ)
						< 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-355	355-500	>500	
1.1	20	630	น้ำตาล	8.83	2.13	80	6.7	8.2	3.2	1.7	0.2	-	-	36
1 1.2	20	630	น้ำตาล	8.59	2.09	83	7	7.1	2.5	0.3	0.1	-	-	32
1.3	20	630	น้ำตาล	8.93	2.15	81	5.1	7.8	3.8	1.5	0.8	-	-	37
2.1	20	630	น้ำตาล	8.62	2.09	88	4.3	5.1	1.7	0.6	0.3	-	-	30
2 2.2	20	630	น้ำตาล	8.91	2.10	82.5	11	4.8	0.9	0.6	0.2	-	-	31
2.3	20	630	น้ำตาลดำ	11.32	2.53	83	7.2	6.5	1.2	1.5	0.6	-	-	34
3.1	20	630	น้ำตาลดำ	12.48	2.59	82	6.9	6.3	2.8	1.6	0.4	-	-	35
3 3.2	20	630	น้ำตาล	8.53	2.08	85	5	7.5	2	0.3	0.2	-	-	31
3.3	20	630	น้ำตาล	12.37	2.58	81	5.9	8.1	3.1	1.5	0.4	-	-	36
4.1	20	630	น้ำตาล	8.60	2.08	83	9.5	6.9	0.4	0.2	-	-	-	30
4 4.2	20	630	น้ำตาล	8.68	2.09	87	5.1	7	0.7	0.2	-	-	-	29
4.3	20	630	น้ำตาล	8.91	2.11	85	8	5.9	0.9	0.2	-	-	-	29
5.1	20	630	น้ำตาล	8.63	2.09	85	10	4.7	0.3	-	-	-	-	28
5 5.2	20	630	น้ำตาล	9.16	2.17	92	4.6	2.7	0.5	0.2	-	-	-	26
5.3	20	630	น้ำตาลดำ	10.04	2.20	83	8	7.9	0.7	0.3	0.1	-	-	31
6.1	20	630	น้ำตาล	9.25	2.18	88	4.3	5.7	1.2	0.5	0.3	-	-	30
6 6.2	20	630	น้ำตาลดำ	10.63	2.29	83	5.3	9.2	2.1	0.3	0.1	-	-	32
6.3	20	630	น้ำตาล	9.20	2.15	85	6.1	7.6	0.7	0.3	0.3	-	-	31
7.1	20	630	น้ำตาลดำ	11.38	2.23	84	5.5	5.7	3.1	1.5	0.2	-	-	34
7 7.2	20	630	น้ำตาลดำ	10.52	2.28	89	3.1	4.2	1.7	1.6	0.4	-	-	32
7.3	20	630	น้ำตาลดำ	11.25	2.35	82	6.1	8.8	1.8	0.9	0.4	-	-	34
8.1	20	630	น้ำตาลดำ	10.47	2.25	81	10.1	7.3	1.1	0.2	0.3	-	-	32
8 8.2	20	630	น้ำตาล	8.85	2.10	83	7.9	8.1	0.6	0.3	0.1	-	-	31
8.3	20	630	น้ำตาล	9.37	2.19	83	7.1	7.3	1.7	0.6	0.3	-	-	32
9.1	20	630	น้ำตาล	9.14	2.17	83	7.7	8.1	0.9	0.2	0.1	-	-	31
9 9.2	20	630	น้ำตาล	8.97	2.15	85	6.5	7.7	0.6	0.1	0.1	-	-	30
9.3	20	630	น้ำตาลดำ	10.38	2.23	80	8	9.7	1.9	0.3	0.1	-	-	33
10.1	20	630	น้ำตาล	9.41	2.19	87	5.4	5.6	1.2	0.3	0.5	-	-	30
10 10.2	20	630	น้ำตาล	9.47	2.21	89	3.3	5.2	1.4	0.8	0.3	-	-	30
10.3	20	630	น้ำตาลดำ	11.38	2.32	86	2.8	7.5	3.1	0.4	0.2	-	-	32

ตารางที่ 4.3 (ต่อ)

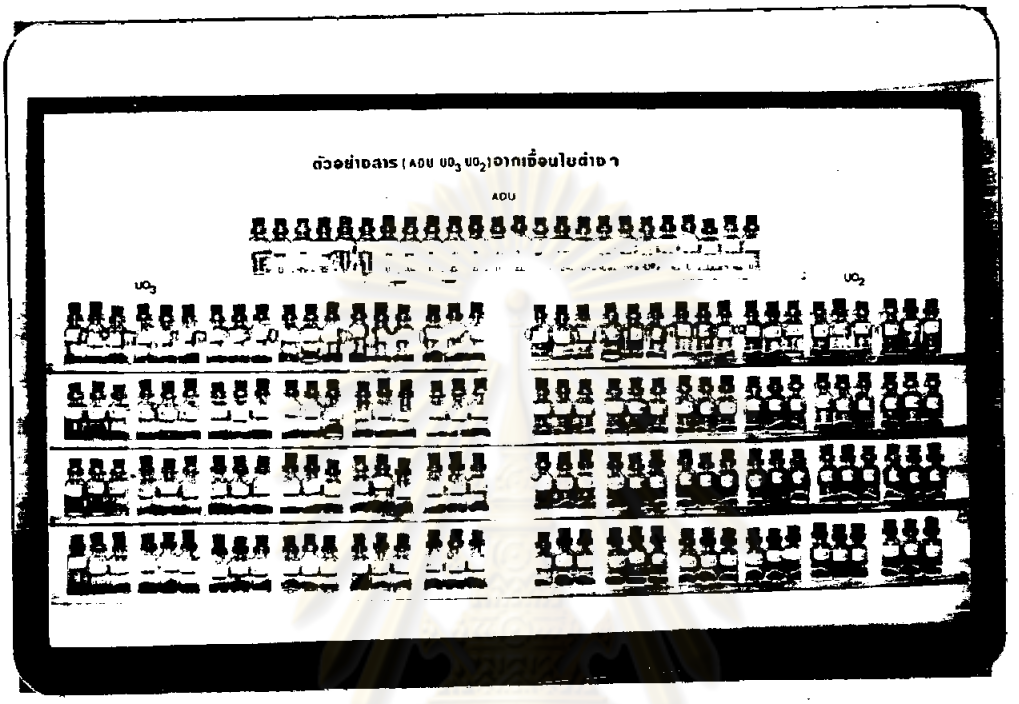
no. of sample	Reduction time (hr)	Temp. (°C)	UO_2 colour	Density (gm/c.c)	O/U ratio	% particle size (μ)								mean particle size (μ)
						< 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-355	355-500	>500	
11.1	20	630	น้ำตาล	9.39	2.18	85	5.3	8.7	0.6	0.3	0.1	-	-	30
11 11.2	20	630	น้ำตาล	8.99	2.13	87	6.2	5.9	0.5	0.2	0.2	-	-	29
11.3	20	630	น้ำตาลดำ	9.63	2.20	84	6.9	8.5	0.3	0.2	0.1	-	-	30
12.1	20	630	น้ำตาล	9.33	2.17	85	9	5.3	0.4	0.2	0.1	-	-	29
12 12.2	20	630	น้ำตาล	8.40	2.07	89	6.5	3.7	0.5	0.1	0.2	-	-	28
12.3	20	630	น้ำตาลดำ	10.49	2.29	86	5.3	6.2	1.2	0.7	0.6	-	-	32
13.1	20	630	น้ำตาลดำ	11.17	2.31	83	7.2	5.9	2.7	1	0.2	-	-	33
13 13.2	20	630	น้ำตาลดำ	11.29	2.33	85	5	6.1	3.1	0.6	0.2	-	-	32
13.3	20	630	น้ำตาลดำ	11.83	2.50	81	6.7	7	2.9	1.5	0.9	-	-	37
14.1	20	630	น้ำตาล	9.17	2.16	87	3.6	7.4	1.4	0.4	0.2	-	-	30
14 14.2	20	630	น้ำตาล	9.03	2.15	85	11.1	2.9	0.4	0.3	0.3	-	-	29
14/3	20	630	น้ำตาล	9.32	2.17	86	7.5	5.2	0.9	0.2	0.2	-	-	29
15.1	20	630	น้ำตาล	10.01	2.19	87	7.2	3.3	1.8	0.5	0.2	-	-	30
15 15.2	20	630	น้ำตาล	9.30	2.17	89	6.8	3.1	0.6	0.3	0.2	-	-	28
15.3	20	630	น้ำตาลดำ	10.45	2.21	85	9.1	2.7	2	0.9	0.3	-	-	31
16.1	20	630	น้ำตาลดำ	10.65	2.27	85	7.7	4.3	1.7	1	0.3	-	-	31
16 16.2	20	630	น้ำตาลดำ	10.35	2.22	86	8.2	3.2	1.5	0.8	0.3	-	-	30
16.3	20	630	น้ำตาลดำ	11.17	2.31	84	9.1	2.5	2.9	1.1	0.4	-	-	33
17.1	20	630	น้ำตาล	8.76	2.12	94	2.9	2.7	0.2	0.2	-	-	-	25
17 17.2	20	630	น้ำตาล	8.38	2.07	96	2	1.5	0.3	0.2	-	-	-	25
17.3	20	630	น้ำตาล	8.82	2.12	92	4.7	2.7	0.5	0.1	-	-	-	26
18.1	20	630	น้ำตาล	8.57	2.08	89	5.1	4	0.6	1.1	0.2	-	-	29
18 18.2	20	630	น้ำตาล	8.49	2.09	91	4.9	3.8	0.1	0.2	-	-	-	26
18.3	20	630	น้ำตาล	8.84	2.11	89	5.1	4.2	0.9	0.6	0.2	-	-	29
19.1	20	630	น้ำตาล	9.13	2.14	83	7.9	8.5	0.3	0.2	0.1	-	-	30
19 19.2	20	630	น้ำตาล	8.95	2.10	85	8.3	5.1	1.1	0.5	-	-	-	30
19.3	20	630	น้ำตาลดำ	9.93	2.19	81	9.4	7.1	1.7	0.4	0.4	-	-	33
20.1	20	630	น้ำตาล	8.88	2.12	84	10	3.3	2.1	0.4	0.2	-	-	31
20 20.2	20	630	น้ำตาล	8.97	2.15	84	7.5	6.9	1.1	0.3	0.2	-	-	31
20.3	20	630	น้ำตาลดำ	12.47	2.50	81	8.3	8.0	0.9	1.4	0.4	-	-	34

ตารางที่ 4.3 (ต่อ)

no. of sample	Reduction time (hr)	Temp. (^{o}C)	UO_2 colour	Density (gm/c.c)	O/U ratio	% particle size (μ)								mean particle size (μ)
						< 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-355	355-500	>500	
21.1	20	630	น้ำตาล	9.98	2.22	83	10.1	3.2	1.5	2	0.2	-	-	33
21 21.2	20	630	น้ำตาล	10.13	2.25	82	7.9	8	1.4	0.4	0.3	-	-	32
21.3	20	630	น้ำตาล	9.83	2.18	84	6.3	5.7	2.5	1.3	0.2	-	-	33
22.1	20	630	น้ำตาล	8.66	2.09	86	9	3.9	0.8	0.1	0.2	-	-	29
22 22.2	20	630	น้ำตาล	8.41	2.08	88	5.5	4.7	0.7	1	0.1	-	-	29
22.3	20	630	น้ำตาล	8.73	2.10	87	4.3	7.5	0.5	0.4	0.3	-	-	30
23.1	20	630	น้ำตาล	9.11	2.13	85	10	3.1	1.7	0.1	0.1	-	-	29
23 23.2	20	630	น้ำตาล	8.15	2.08	88	9.3	2.5	0.2	-	-	-	-	27
23.3	20	630	น้ำตาล	8.86	2.18	83	11.5	3.9	0.2	1.2	0.2	-	-	31
24.1	20	630	น้ำตาล	8.35	2.07	90	5.2	3.1	0.4	0.8	0.5	-	-	29
24 24.2	20	630	น้ำตาล	8.47	2.09	88	5.7	5.1	1.1	0.1	-	-	-	28
24.3	20	630	น้ำตาล	8.93	2.12	90	3.5	4.2	1.3	0.6	0.4	-	-	29

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารประกอบของยูเรเนียมที่เตรียมได้จากเงื่อนไขต่าง ๆ จะมีลักษณะดังรูปที่ 4.1



รูปที่ 4.1 แสดงสีของผง ADU, UO_3, UO_2 ที่เตรียมได้จากเงื่อนไขต่าง ๆ

4.2 สรุปการหาเงื่อนไขที่เหมาะสมในการผลิตเม็ดเชื้อเพลิง UO_2

4.2.1 การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียมตะกอนของ ADU

จากผลการทดลองที่แสดงในตารางที่ 4.1 จะเห็นได้ว่าการตกตะกอนโดยใช้ค่าความเป็นกรดเป็นด่างเท่ากับ 8.0 นั้น ทำให้ได้ขนาดของอนุภาคของ ADU เฉลี่ยต่ำกว่าการตกตะกอนโดยใช้ความเป็นกรดเป็นด่างเท่ากับ 7.5 โดยให้ตัวแปรอื่น ๆ (ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิลไนเตรต และ Residence time ของการตกตะกอน) คงที่ ส่วนการตกตะกอนโดยใช้ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิลไนเตรตเท่ากับ 120 กรัมยูเรเนียมต่อลิตร โดยมี Residence time เท่ากับ 20 นาที ก็ทำให้ได้ขนาดของอนุภาคของ ADU เฉลี่ยเล็กที่สุด จากผลการทดลองที่แสดงในตารางที่ 4.1, 4.2 และ 4.3 จะสังเกตได้ว่าขนาดของ

อนุภาคของผง UO_2 จะขึ้นอยู่กับขนาดของอนุภาคของผง ADU ที่ใช้เป็นสารตั้งต้นด้วย กล่าวคือ ถ้าผง ADU มีขนาดเล็ก และมีพื้นที่ผิวจำเพาะ (Specific Surface Area) มาก ก็จะได้ผง UO_2 ที่มีขนาดเล็กและมีพื้นที่ผิวจำเพาะมากตามไปด้วย ซึ่งลักษณะเช่นนี้เป็นสิ่งที่ต้องการ เพราะจะช่วยให้การเผาประสาน (Sintering) เป็นไปได้ดี เนื่องจากการเผาประสานขึ้นอยู่กับปฏิกิริยาที่ผิวหรือการเคลื่อนไหวแพร่กระจายในลักษณะต่าง ๆ ของอิออนหรือโมเลกุลตามผิวด้วยประการหนึ่งนั่นเอง

จากการเปรียบเทียบลักษณะของตะกอนของ ADU ที่เตรียมได้ โดยใช้ค่าความเป็นกรดเป็นด่างเท่ากับ 7.5 และ 8.0 พบว่า ตะกอนของ ADU ที่เตรียมโดยใช้ค่าความเป็นกรดเป็นด่างเท่ากับ 8.0 นั้น ละเอียดกว่าและกรองได้ยากกว่าเล็กน้อย อย่างไรก็ตามเมื่อคำนึงถึงผลดีในแง่ที่จะทำให้ได้ผง UO_2 ที่เผาประสานได้ง่าย และได้ความหนาแน่นสูงกว่าแล้ว การตกตะกอนของ ADU โดยใช้ค่าความเป็นกรดเป็นด่างเท่ากับ 8.0 นับว่าเหมาะสมกว่า

ดังนั้นเงื่อนไขที่เหมาะสมที่สุดในการเตรียมตะกอนของ ADU ก็คือใช้สารละลายยูเรนิลไนเตรตเข้มข้น 120 กรัมยูเรเนียมต่อลิตร ทำปฏิกิริยากับสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 27 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก ที่อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส โดยให้ความเป็นกรดเป็นด่างของปฏิกิริยาเท่ากับ 8.0 และควบคุมให้ปฏิกิริยาดำเนินไปแบบต่อเนื่อง โดยปล่อยสารละลายยูเรนิลไนเตรตในอัตราการไหลประมาณ 48 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ประมาณ 7.1 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และให้มี Residence time ระหว่างการตกตะกอนนาน 20 นาที

4.2.2 <u>การหาเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการเตรียม UO_3</u>

โดยการนำเอาตะกอนของ ADU ที่เตรียมได้มาอบให้แห้งที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส นาน 36 ชั่วโมง แล้วนำมาเผาในบรรยากาศที่อุณหภูมิ 300, 350 และ 400 องศาเซลเซียส นั้น ผลการทดลองดังแสดงในตารางที่ 4.2 แสดงให้เห็นว่าในตัวอย่างส่วนใหญ่การเผาผง ADU ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส จะให้ผง UO_3 ที่มีขนาดเล็กกว่าการเผาผง ADU ที่ 300 และ 400 องศาเซลเซียส และจากตารางที่ 12 ก็แสดงให้เห็นเช่นเดียวกันว่า ผง UO_2 ที่เตรียมได้จากผง UO_3 ที่ได้มาโดยการเผาผง ADU ที่ 350 องศาเซลเซียสนั้นมีความหนาแน่นสูงกว่า และมีขนาดของอนุภาคเล็กกว่าที่เงื่อนไขอื่น ๆ

4.2.3 เงื่อนไขที่ใช้ในการเตรียมผง UO_2 การอัดเย็น และการเผาประสานให้ได้เม็ดเชื้อเพลิง UO_2

นำเอาผง UO_3 ที่เตรียมได้มาทำการรีดิวซ์ในบรรยากาศของ H_2/Ar ที่อุณหภูมิ 630 องศาเซลเซียส นาน 20 ชั่วโมง จากนั้นจึงนำเอาผง UO_2 ที่ได้ไปอัดเย็น (Cold press) ที่ความดัน 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร โดยผสมด้วย Nb_2O_5 (Binder) และ Stearic acid (Lubricant) 0.3 และ 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก จะได้ Compact UO_2 ที่มีความหนาแน่นประมาณ 50 เปอร์เซ็นต์ของค่าความหนาแน่นทางทฤษฎี จากนั้นจึงนำไปเผาประสานแบบรีดักชันในบรรยากาศของ $H_2/Ar/CO_2$ ที่อุณหภูมิ 1,200 องศาเซลเซียส นาน 20 ชั่วโมง จะได้เม็ดเชื้อเพลิง UO_2 ที่มีความหนาแน่นสูง

4.3 การทดลองในการเตรียมเม็ดยูเรเนียมไดออกไซด์ โดยวิธีโลหะวิทยาแบบผงอัด มี 5 ขั้นตอน ดังต่อไปนี้คือ

4.3.1 การเตรียมผงของ ADU (จากเงื่อนไขที่เหมาะสมในหัวข้อ 4.2.1)

โดยใช้สารละลาย $UO_2(NO_3)_2$ ที่เข้มข้น 120 กรัมยูเรเนียมต่อลิตร ทำปฏิกิริยากับสารละลาย NH_4OH ที่เข้มข้น 27 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนักที่ค่าความเป็นกรดเป็นด่างเท่ากับ 8.0 อุณหภูมิ 50 องศาเซลเซียส และใช้เวลาในการตกตะกอนของ ADU เท่ากับ 20 นาที (อุปกรณ์ที่ใช้ ดังรูปที่ 3.1) จะได้ตะกอนสีเหลืองของ ADU ดังสมการเคมีต่อไปนี้

$$2UO_2(NO_3)_2 + 6NH_4OH \longrightarrow (NH_4)_2U_2O_7 + 4\ NH_4NO_3 + H_2O$$

จากนั้นนำเอาตะกอนของ ADU มาล้างด้วยน้ำกลั่นจนสะอาดแล้วจึงนำไปกรองแบบ Suction (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.2) และนำเอาตะกอนของ ADU ที่ได้ (อยู่ในรูปของ slurry) ไปอบให้แห้งในเตาอบ (Oven) (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.2)ที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 36 ชั่วโมง จะได้ผงของ ADU ที่แห้งสนิท

แล้วจึงแบ่งเอาผงของ ADU ที่เตรียมได้นี้ไปหาความหนาแน่น (อุปกรณ์ที่ใช้ ดังรูปที่ 3.7) กับหาขนาดของอนุภาค (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.9)

4.3.2 การเตรียมผงของ UO_3 (จากเงื่อนไขที่เหมาะสมในหัวข้อ 4.2.3)

โดยนำเอาผงของ ADU ที่ได้จากข้อ 4.3.1 มาใส่ใน Porclain basin แล้วนำไปเผาในบรรยากาศ ในเตาเผาอุณหภูมิสูง (Furnace) (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.3) ที่อุณหภูมิ 350 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 8 ชั่วโมง จะได้ผงสีส้มของ UO_3 ดังสมการเคมีต่อไปนี้

$$\underset{\text{ADU}}{(NH_4)_2U_2O_7} \longrightarrow 2UO_3 + 2NH_3 + H_2O \quad \text{(Steam)}$$

จากนั้นจึงแบ่งเอาผงของ UO_3 ที่เตรียมได้นั้นไปหาความหนาแน่น (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.7) กับหาขนาดของอนุภาค (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.9)

4.3.3 การเตรียมผงของ UO_2 (จากเงื่อนไขที่เหมาะสมในหัวข้อ 4.2.3)

ทำการรีดิวซ์ UO_3 โดยการนำเอาผงของ UO_3 ที่ได้จากข้อ 4.3.2 มาใส่ลงในภาชนะควอร์ตซ์ (Quartz) หรือ ceramic boat แล้วบรรจุลงในท่อ mullite ซึ่งอยู่ในเตาเผาแบบท่อ (tube furnace) (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.4) จากนั้นผ่านก๊าซอาร์กอน (Ar) ในอัตราการไหล (flow rate) ต่ำ ๆ พร้อม ๆ กับค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิจนถึง 630 องศาเซลเซียส แล้วจึงผ่านก๊าซไฮโดรเจน (H_2) ผสมกับก๊าซอาร์กอน (Ar) ในอัตราส่วน 30 ต่อ 70 เปอร์เซ็นต์ โดยปริมาตร ในอัตราการไหล (flow rate) ของก๊าซผสมนั้นเท่ากับ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เป็นเวลา 20 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการ Stabilization โดยค่อย ๆ ลดอุณหภูมิลงจาก 630 องศาเซลเซียส ถึง 500 องศาเซลเซียส ในเวลา 1 ชั่วโมง โดยที่ยังผ่านก๊าซผสมระหว่างก๊าซไฮโดรเจน และก๊าซอาร์กอนอยู่ พอถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียสแล้วจึงผ่านเฉพาะก๊าซอาร์กอนเพียงอย่างเดียวในอัตราการไหล (flow rate) ต่ำ ๆ จนอุณหภูมิในเตาเผานี้ลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จะได้ผงสีน้ำตาลของ UO_2 ดังสมการเคมีต่อไปนี้

$$UO_3 + H_2 \longrightarrow UO_2 + H_2O \quad \text{(Steam)}$$

จากนั้นจึงแบ่งเอาผงของ UO_2 ที่เตรียมได้นั้นไปหาความหนาแน่น (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.7) กับหาขนาดของอนุภาค (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.9)

4.3.4 การอัดเม็ด UO_2 (Compact UO_2)

นำเอาผงของ UO_2 ที่ได้จากข้อ 4.3.3 มาใส่ลงในเครื่องผสม จากนั้นเติมผง Nb_2O_5 0.3 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ทำหน้าที่เป็นตัวประสาน : binder) แล้วเติมน้ำกลั่น 5 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก อย่างช้า ๆ จนกระทั่งทั่วและจับเป็นก้อน ๆ (granulated) แล้วนำเอาส่วนผสมนี้ไปทำให้แห้งที่อุณหภูมิต่ำในบรรยากาศของอาร์กอน (Ar) ต่อจากนั้นจึงเติมน้ำกลั่นและตัวประสานอีกเล็กน้อย จะทำให้ UO_2 granules ที่ไม่ติดกันและมีตัวประสานเคลือบอยู่บนผิวของแต่ละ granul จากนั้นจึงเติม Stearic acid 0.2 เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก (ทำหน้าที่เป็นสารหล่อลื่น : lubricant) แล้วนำเอา granules ของ UO_2 ที่ได้นี้ไปอัดในเครื่องอัดไฮดรอลิก (Hydraulic press) (อุปกรณ์ที่ใช้ ดังรูปที่ 3.5) โดยใช้ความดันเท่ากับ 5 ตันต่อตารางเซนติเมตร เครื่องอัดไฮดรอลิกจะอัดทั้งบนและล่างด้วยแรงที่เท่ากัน จะได้เม็ดของ UO_2

จากนั้นจึงนำเอาเม็ด UO_2 ที่ได้นี้มาหาความหนาแน่น โดยนำเอาเม็ด UO_2 นั้นมาชั่งหาน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก แล้ววัดปริมาตรของเม็ด UO_2 จาก Micrometer (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.10) แล้วนำมาคำนวณหาความหนาแน่นจากสูตร $D = \frac{M}{V}$ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ง.)

4.3.5 การเผาประสาน (Sintering) ของเม็ด UO_2

ก่อนการเผาประสานที่อุณหภูมิสูงของเม็ด UO_2 นั้นต้องทำการเผาไล่ Stearic acid (ตัวหล่อลื่น) ออกจากเม็ด UO_2 เสียก่อน โดยนำเอาเม็ด UO_2 (Compact UO_2) ที่ได้จากข้อ 4.3.4 มาเผาในเตาเผาแบบท่อ (Tube furnace) ในบรรยากาศของ CO_2 ในอัตราการไหลของก๊าซ CO_2 เท่ากับ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 800 องศาเซลเซียส นาน 2 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการเผาประสาน (Sintering) ของเม็ด UO_2 นั้น ในเตาเผาแบบท่อนี้ต่อไป โดยผ่านก๊าซอาร์กอน (Ar) ในอัตราการไหลอย่างต่ำๆ พร้อม ๆ กับเพิ่มอุณหภูมิจนถึง 1,200 องศาเซลเซียส แล้วจึงผ่านก๊าซผสมระหว่างก๊าซไฮโดรเจน (H_2) กับก๊าซอาร์กอน (Ar) ในอัตราส่วน 30 เปอร์เซ็นต์ต่อ 70 เปอร์เซ็นต์โดยปริมาตร ตามลำดับ ในอัตราการไหลของก๊าซผสมนี้เท่ากับ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.6) เป็นเวลานาน 20 ชั่วโมง จากนั้นจึงทำการ Stabilization

โดยค่อย ๆ ลดอุณหภูมิลงจาก 1,200 องศาเซลเซียส ถึง 500 องศาเซลเซียส ในเวลา 7 ชั่วโมง โดยที่ยังผ่านก๊าซผสมระหว่างก๊าซไฮโดรเจน และก๊าซอาร์กอนอยู่ พอถึงอุณหภูมิ 500 องศาเซลเซียส แล้วจึงผ่านเฉพาะก๊าซอาร์กอนเพียงอย่างเดียว ในอัตราการไหลของก๊าซอย่างต่ำ ๆ จนอุณหภูมิในเตาเผานี้ลดลงจนถึงอุณหภูมิห้อง จะได้เม็ดของ UO_2 ที่เผาประสานเรียบร้อยแล้ว

จากนั้นจึงนำเอาเม็ด UO_2 ที่เผาประสานแล้วมาหาความหนาแน่น โดยนำเอาเม็ด UO_2 ที่เผาประสานแล้วมาชั่งหาน้ำหนักด้วยเครื่องชั่งน้ำหนัก แล้ววัดปริมาตรของเม็ด UO_2 จาก Micrometer (อุปกรณ์ที่ใช้ดังรูปที่ 3.10) แล้วนำมาคำนวณหาความหนาแน่นจากสูตร $D = \frac{M}{V}$ (รายละเอียดดูได้จากภาคผนวก ง.)

ผลการทดลองทั้ง 5 ขั้นตอน สรุปได้ดังตารางที่ 4.4

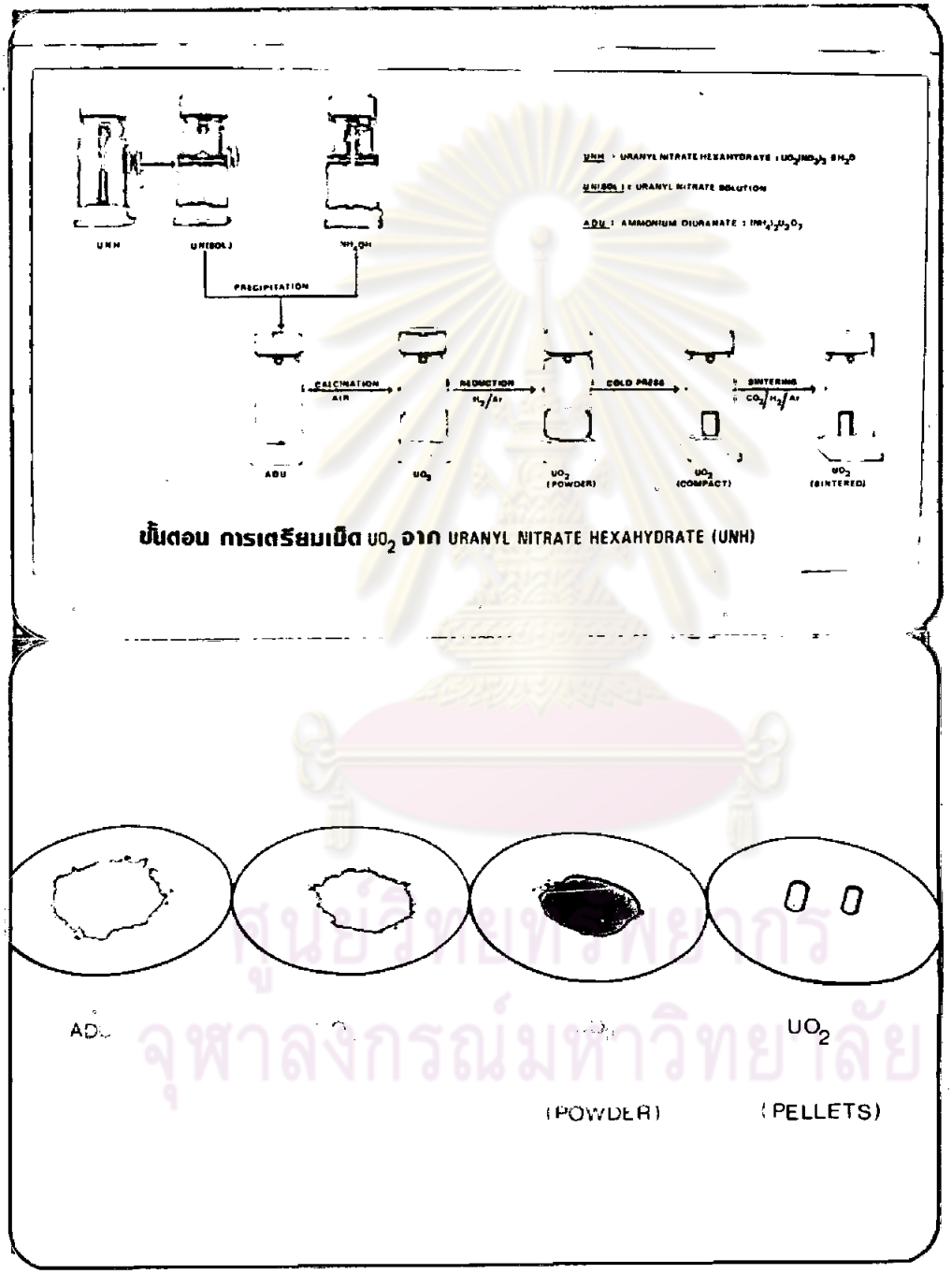
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.4 แสดงลักษณะสมบัติของผง ADU, UO_3, UO_2, เม็ด UO_2 ก่อนและหลังเผาประสาน

ขั้นตอนที่	สารประกอบของยูเรเนียมที่เตรียมได้	เตรียมได้เทียบกับค่าทฤษฎีจากสมการเคมี (เปอร์เซ็นต์)	สีของสารประกอบ	ความหนาแน่น (กรัม/ลบ.ซม.)	ความหนาแน่น เทียบกับค่าทฤษฎี (%)	อัตราส่วนของ O/U	ขนาดของอนุภาค (μ) (เปอร์เซ็นต์) < 45	45-53	53-106	106-150	150-250	250-355	355-500	> 500	ตัวกลางของขนาดของอนุภาค (μ)
4.3.1	ADU	80.5	เหลือง	5.86	-	-	85	7.4	3.1	1.2	2.3	0.7	0.3	-	35
4.3.2	UO_3	99.6	ส้ม	7.07	-	-	87	7.8	2.5	1.9	0.6	0.2	-	-	29
4.3.3	UO_2 (Powder)	99.8	น้ำตาล	9.35	-	2.07	92	6.1	1.1	0.6	0.1	0.1	-	-	26
4.3.4	UO_2 (Compact)	-	น้ำตาลเข้ม	5.87	-	2.07	-	-	-	-	-	-	-	-	-
4.3.5	UO_2 (Sintered)	-	น้ำตาลดำ	9.87	90.05	2.03	-	-	-	-	-	-	-	-	-

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

สารประกอบของยูเรเนียมที่เตรียมได้จะมีลักษณะดังรูปที่ 4.2



รูปที่ 4.2 แสดงขั้นตอนการเตรียมและลักษณะสีของผง ADU, UO_3, UO_2 เมื่อ UO_2 ก่อนและหลังเผาประสานตามลำดับ

หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย