บทที่ 4

วิธีดำเนินการวิจัย

4.1 อุปกรณ์และเคมีภัณฑ์ที่ใช้ในการวิจัย

4.1.1 เครื่องมือและอุปกรณ์

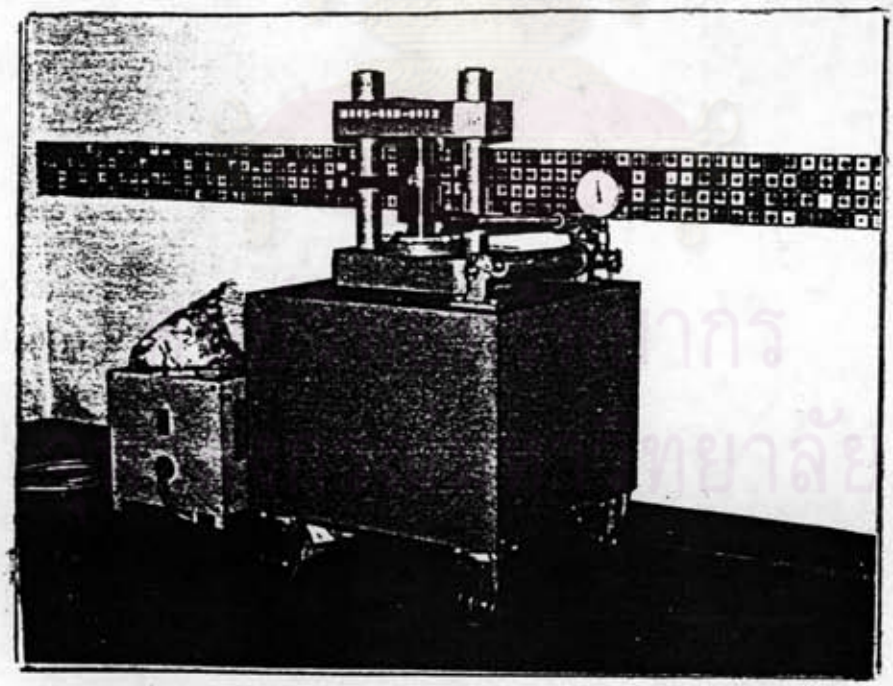
- เครื่องชั่ง ของ Mettler รุ่น H54 AR
- เครื่องผสม (Specimen Mixer mill) ของ JEOL รุ่น Sx-NMA
- เครื่องอัด (Manual Moulding Press) ของ JEOL รุ่น Sx-HP 30M รูปที่ 4.1
- เครื่องบดแร่ (rod Mill) รูปที่ 4.2 และ 4.3
- เครื่องสั่นสะเทือน (Vibrator) ของ Retsch
- ตะแกรง (Sieve) Type ASTM ขนาด 0.212, 0.137, 0.106, 0.075 มิลลิเมตรของ Prufsieb
- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer ของ JEOL รุ่น JSX-60 รูปที่ 4.4
- เครื่องวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอ็กซ์ระบบ EDX ประกอบด้วย HPGe (Hyperpure Germanium) ของ ORTEC รุ่น GLP-06165 และเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่วงของ Canberra รูปที่ 4.5
- เครื่อง γ-spectrometer รูปที่ 4.6 และรูปที่ 4.7
- เตาร้อนพร้อมเครื่องกวนแม่เหล็ก (Hot-plate Stirrer)
- แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- เครื่องเหวี่ยง (Centrifuge) ของ Trittlinger รุ่น D-7200
- วงแหวนอะลูมิเนียม (Aluminium ring)
- บีคเกอร์ (Beaker) ขนาด 100, 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ปิเปต (pipette) ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เทอร์โมมิเตอร์ 0-100° ซ, 0-300° ซ
- ตู้ควัน (Fume hood)

- กระบอกตวง (cylinder) ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ลูกยาง (Bubble rubber)
- หลอดแก้ว
- จุกยาง
- แท่งแก้วคน (Glass Stirrer)
- หลอดหยด (Dropper)
- ขวดรูปชมพู่ ขนาด 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- Micro pipette 0-1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ขวดพลาสติกขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- กระดาษกรองแบบ Ashless เบอร์ 42
- กรวยกรองแบบบุคเนอร์ (Buchner funnel) เส้นผ่าศูนย์กลาง 9.5 เซนติเมตร
- เครื่องปั๊มสูญญากาศ (Vacuum pump)
- Bullet ขนาด 0-50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ขาตั้งและมือจับ (Stand, clamb)
- ช้อนตัก (Spoon)
- ขวดน้ำกลั่น

4.1.2 <u>สารเคมี</u>

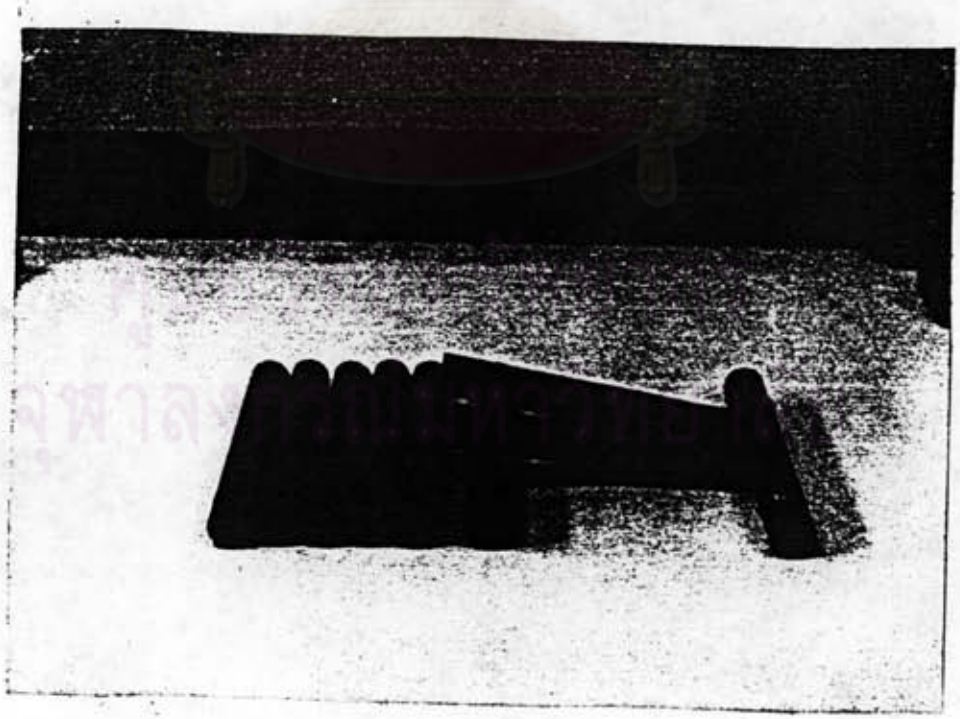
- กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) 98% A.R.
- แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) 85%
- กรดบอริก (H_3BO_3) 99.5%
- โซเดียมไฮดรอกไซด์ (NaOH)
- แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) 32% NH_3 A.R.
- Phenolpthalene
- น้ำกลั่น
- เรซิน (Amberlite IRA-400(Cl^-)AR ของ BDH

- กรดไนตริก (HNO_3) 65% R.G. ของ Riedel-seelze
- แอมโมเนียมไนเตรต (NH_4NO_3) 99% AR ของ E.Merek



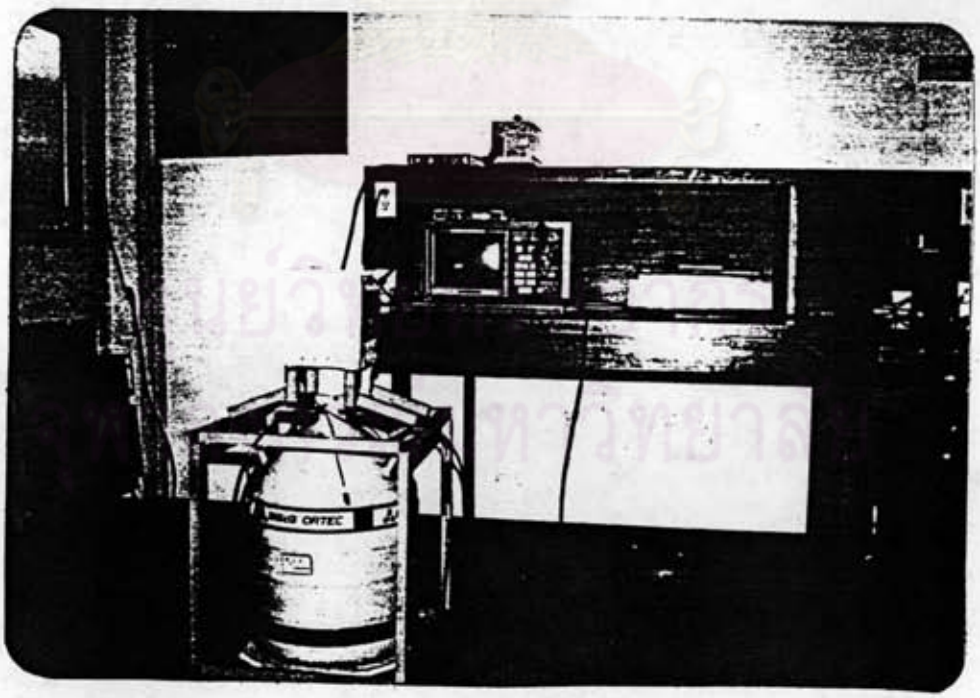
รูปที่ 4.1 แสดงลักษณะทั่วไปของเครื่องอัดไฮดรอลิก

รูปที่ 4.2 แสดงลักษณะของตัวหม้อบดชนิดแท่งกระบอก

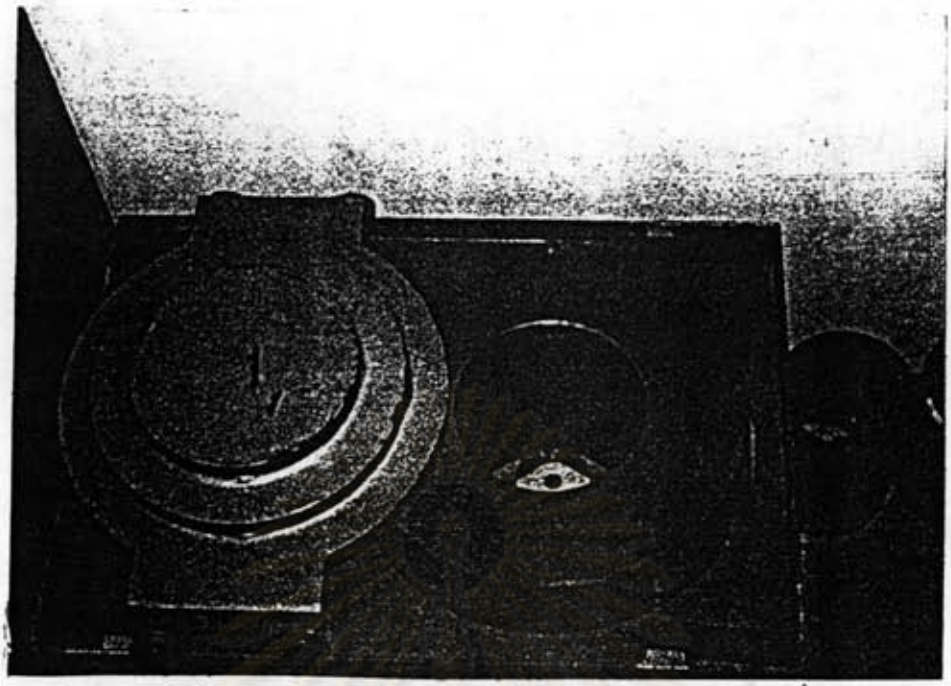


รูปที่ 4.3 แสดงลักษณะแท่งบดชนิดทรงกระบอก

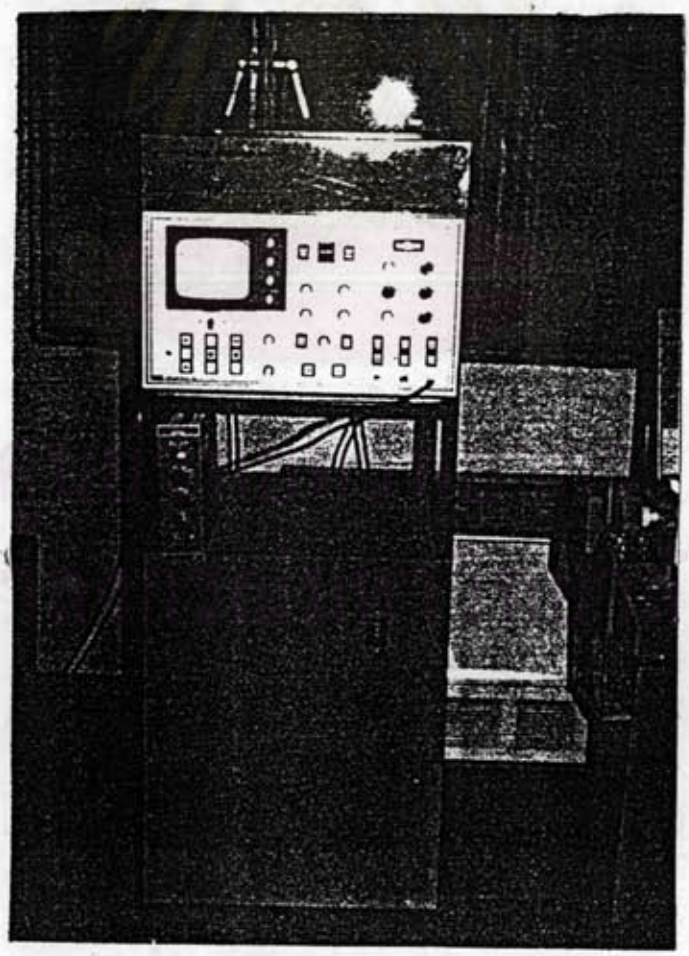
รูปที่ 4.4 เครื่องวิเคราะห์ระบบ WDX ของ JEOL model JSX-60 PA



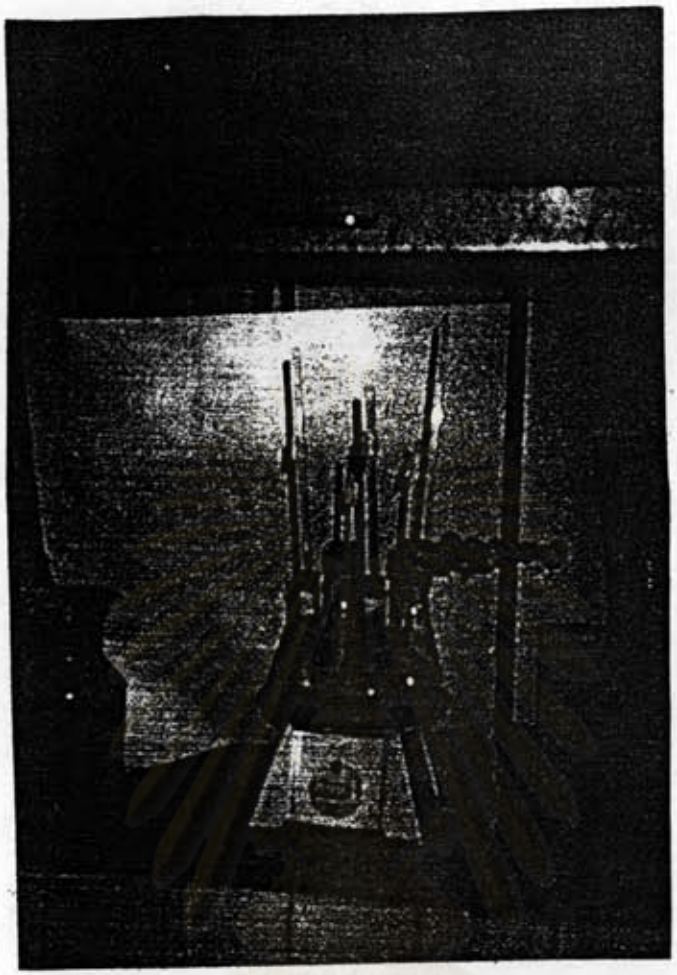
รูปที่ 4.5 เครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX แบบใช้หัววัด HPGe



รูปที่ 4.6 หัววัด NaI (Tl) แบบหลุม



รูปที่ 4.7 เครื่อง γ-spectrometer



หอสมุดกลาง สถาบันวิทยบริการ จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.8 ชุดเครื่องมือย่อยแร่

4.2 <u>การเตรียมแร่</u>

นำแร่ยูซีไนต์ใส่ลงในเครื่องบดแร่ ดังรูปที่4.2และรูปที่4.3โดยใช้เวลาในการบด 10 นาที แล้วนำแร่ที่บดแล้วมาใส่ตะแกรงที่มีขนาด -50, -100, -150, -200 เมช ตามลำดับ นำชุดตะแกรงนี้ไปวางบนเครื่องสั่น ตั้งเวลาร่อนเป็นเวลา 20 นาที นำแร่ที่ร่อนแยกขนาดแล้วไปเก็บในขวด 4 ขวด ๆ ละขนาดของเม็ดแร่

4.3 <u>การหาปริมาณยูเรเนียมในแร่</u>

นำแร่ขนาดต่างๆ ที่เตรียมจากข้อ 4.2 ไปชั่งให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน แล้วใส่ในหลอดพลาสติก เส้นผ่าศูนย์กลาง 1.0 ซ.ม. ความยาวหลอด 5.5 ซ.ม. นำไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม โดยใช้หัววัดแบบหลุมของ NaI(Tl) ดังรูปที่4.6และรูปที่4.7โดยวัดเทียบกับสาร

มาตรฐานยูเรเนียม จะได้ผลการทดลองในตารางที่ 5.1 และตารางที่ 5.2 แสดงองค์ประกอบของแร่

4.4 การวิเคราะห์ปริมาณธาตุต่าง ๆ ในแร่

วิเคราะห์โดยเติมสารมาตรฐานลงไป

4.4.1 ชั่งแร่ขนาด -200 เมช 1 กรัม ให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน ใส่กรดบอริกลงไป 2 กรัม ให้น้ำหนักรวมกันทั้งหมดเป็น 3 กรัม

4.4.2 ชั่งแร่ขนาด -200 เมช 1 กรัม เติมสารมาตรฐานของธาตุที่สนใจจะวิเคราะห์ในแร่ประมาณ 0.02 กรัม โดยให้ทราบน้ำหนักที่แน่นอน แล้วเติมกรดบอริกให้มีน้ำหนักรวมทั้งหมดเป็น 3 กรัม

4.4.3 ทำเหมือนข้อ 4.4.2 แต่เปลี่ยนเป็นเติมสารมาตรฐานชนิดเดียวกับ 4.4.2 เป็น 0.03, 0.04 กรัม

4.4.4 นำตัวอย่างแร่ที่เตรียมจากข้อ 4.4.1-4.4.3 ไปอัดด้วยเครื่องอัดไฮดรอลิก ดังรูปที่ 4.1 จากนั้นก็นำไปวิเคราะห์หาปริมาณธาตุโดยใช้เครื่องวิเคราะห์ระบบ EDX แบบใช้หัววัด HPGe ดังรูปที่ 4.5

4.5 การสกัดแร่

4.5.1 การย่อยแร่

จัดชุดเครื่องมือที่ใช้ในการย่อยดังรูป 4.8 แล้วนำแร่ยูรินต์ที่ผ่านการบดและแยกขนาดแล้วมาทำการย่อย เพื่อศึกษาตามเงื่อนไขดังต่อไปนี้

4.5.1.1 การทดลองเพื่อหาขนาดเม็ดแร่ที่เหมาะสมในการย่อยแร่

ใช้แร่ขนาด -50, -100, -150, -200 เมช 100% 10 กรัม ใส่ขวดปริมาตรขนาด 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร 4 ใบ ในขั้นพักกิ่งเติมกรดซัลฟูริกเข้มข้น 98% ลงไปประมาณ 21.73 ลูกบาศก์เซนติเมตร (สัดส่วนของแร่ในกรดเป็น 20%) เขย่าให้เข้ากันประมาณ 30 นาที แล้วปิดจุกยางและมีท่อแก้วนำวิกาช พร้อมทั้งเทอร์โมมิเตอร์ในขั้นเดียวกันนำไปให้ความร้อนบนเตาร้อน ดังรูป 4.8 จะทำการย่อยด้วยอุณหภูมิประมาณ 320° ซ ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่คงที่ภายหลังจากการเริ่มย่อยประมาณ 30 นาที ทำการย่อยโดยใช้เวลา 4 ชั่วโมง ซึ่งจะได้เป็นของเหลวข้นหนืดสีเหลืองเทา ในขั้นทำให้ละลาย นำเอาของเหลวหนืด

สีเหลืองเทาที่ได้จากการย่อยมาเจือจางด้วยน้ำ 500 มิลลิลิตร และกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็กที่อุณหภูมิห้อง จากนั้นทิ้งสารละลายไว้ 15 ชั่วโมง จึงนำมาแยกเอาตะกอนของแร่ออกจากของเหลว แล้วนำของเหลวไปวิเคราะห์ โดยหยดลงในกระดาษกรอง แล้ววิเคราะห์โดยใช้เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer ระบบ WDX โดยใช้สารตัวอย่างสารละลายมาตรฐานยูเรนิลซัลเฟตที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังรูปที่ 1 เพื่อใช้ปรับเทียบกับสารละลายภายหลังย่อย จะได้ผลดังตารางที่ 3

4.5.1.2 <u>การทดลองเพื่อหาเวลาในขั้นเดียวริง</u>

ใช้ขนาดแร่ซึ่งเลือกมาจากข้อ 4.5.1.1 วิธีการทดลองทำเหมือนข้อ 4.5.1.1 จะต่างที่ใช้เวลาในขั้นเดียวริง 6 แบบ คือจะใช้เวลาในการย่อยเป็น 1, 1.30, 2. 3, 5, 6 ชั่วโมง ตามลำดับ ผลในตารางที่ 5.5

4.5.1.3 <u>การทดลองเพื่อหาอุณหภูมิในขั้นเดียวริง</u>

ใช้หลักการเช่นเดียวกับข้อ 4.5.1.1 แต่ใช้ขนาดแร่ที่เลือกจากข้อ 4.5.1.1 เวลาในการย่อยในขั้นเดียวริงเลือกจากข้อ 4.5.1.2 แต่จะเปลี่ยนอุณหภูมิในการย่อยต่าง ๆ กันดังนี้ คือ 50, 80, 100, 150, 200, 320 ซ ตามลำดับ ผลในตารางที่ 5.6

4.5.1.4 <u>การทดลองเพื่อหาสัดส่วนของแร่ในกรด</u>

ใช้ขนาดแร่ซึ่งเลือกจากข้อ 4.5.1.1 แต่ใช้สัดส่วนเปอร์เซนต์แร่ต่อกรดดังนี้ คือ 10, 20, 30, 40 % แร่ต่อกรด ส่วนเวลาและอุณหภูมิในการย่อยขั้นเดียวริงเลือกจากข้อ 4.5.1.2, 4.5.1.3 วิธีการทดลองทำเช่นเดียวกับข้อ 4.5.1.1 จะได้ผลในตารางที่ 5.7

4.5.1.5 <u>การทดลองเพื่อหาความเข้มข้นของกรด</u>

ใช้ขนาดแร่ เวลา และอุณหภูมิ ในขั้นเดียวริงที่เลือกแล้วจากข้อ 4.5.1.1, 4.5.1.2, 4.5.1.3 และสัดส่วนของแร่ในกรดจากข้อ 4.5.1.4 ตามลำดับ ส่วนในขั้นการทำให้ละลายนำมาเจือจางด้วยน้ำด้วยปริมาตร 200, 300, 400, 500 มิลลิลิตร ซึ่งจะมีความเข้มข้นเป็น 3.9, 2.6, 1.95, 1.56 ตามลำดับ ซึ่งจะให้ผลดังในตารางที่ 5.8

4.5.1.6 การทดลองเพื่อหาอุณหภูมิในขั้นการทำละลาย

ใช้ขนาดแร่ที่เลือกจากข้อที่ 4.5.1.1 แต่เปลี่ยนมาใช้แร่ร้อยละ 30 ในกรด ในขั้นเดียวริงเลือกอุณหภูมิ เวลาจากข้อ 4.5.1.3, 4.5.1.2 ส่วนในขั้นการทำให้ละลายจะเจือจางด้วยน้ำ 200 มิลลิลิตร กวนตลอดเวลา 30 นาที โดยใช้อุณหภูมิต่าง ๆ กันดังนี้คือ 32, 50, 80, 100 ซ จะให้ผลในตารางที่ 5.9

4.5.1.7 การทดลองเพื่อหาเวลาในขั้นทำละลาย

ใช้ขนาดแร่ที่เลือกแล้วจากข้อ 4.5.1.1 ใช้แร่ร้อยละ 30 ในกรด เวลาและอุณหภูมิที่ใช้ย่อยในขั้นเดียวริงเลือกมาจาก 4.5.1.2, 4.5.1.3 ส่วนในขั้นการทำให้ละลายเจือจางด้วยน้ำ 200 มิลลิลิตร อุณหภูมิในขั้นการทำให้ละลายเลือกมาจากข้อ 4.5.1.6 โดยใช้เวลาในขณะที่กวนต่าง ๆ กันดังนี้ คือ 1, 2, 5, 8 ชั่วโมง จะให้ผลในตารางที่ 5.10

4.5.1.8 การทดลองเพื่อหาการเพิ่มสัดส่วนของแร่ในกรด

ใช้ขนาดแร่ที่เลือกจากข้อ 4.5.1.1 และเปลี่ยนสัดส่วนของแร่ในกรดเป็น 22, 27, 32, 35% แร่ต่อกรด ในขั้นเดียวริงใช้เวลาและอุณหภูมิที่เลือกจากข้อ 4.5.1.2, 4.5.1.3 ส่วนในขั้นการทำละลายจะเจือจางด้วยน้ำ 100 มิลลิลิตร ใช้อุณหภูมิและเวลาในกวนที่เลือกมาแล้วจากข้อ 4.5.1.6 และ 4.5.1.7 จากนั้นแยกเอาสารละลายออกด้วยการใช้เครื่องเหวี่ยงแล้วนำเอาตะกอนมาล้างด้วยน้ำ 5 ครั้ง ด้วยปริมาตร 100 มิลลิลิตร จะให้ผลในตารางที่ 5.11

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.5.1.9 <u>การทดลองเพื่อหาปริมาณกรดที่ใช้ในขั้นเคียวริง</u>

การทดลองในขั้นพักกิง, เคียวริง เหมือนกับข้อ 4.5.1.8 ส่วนในขั้นการทำละลายจะเจือจางด้วยน้ำที่ปริมาตรต่างกัน ซึ่งจะให้ความเข้มข้นที่ต่างกัน และความเข้มข้นของกรดก่อนเจือจางด้วยน้ำและหลังเจือจางด้วยน้ำจะต่างกัน ในการทดลองนี้จะใช้แร่ร้อยละ 32 ในกรด ซึ่งมีความเข้มข้นกรด 2.07 หลังเคียวริงทำการเจือจางด้วยน้ำ 200 มิลลิลิตร จะหาความเข้มข้นได้จากการไตรเตรดค่าหนึ่ง และนำค่าที่ได้นี้มาคำนวณหาปริมาณกรดที่ใช้ไปในขั้นเคียวริง ดังผลในตารางที่ 5.12

4.5.1.10 <u>การทดลองเพื่อดูปริมาณกรดที่ใช้ในขั้นการทำละลาย</u>

วิธีการทดลองเหมือนในข้อ 4.5.1.9 จะต่างตรงขั้นทำการละลาย ในขั้นนี้จะดูว่าปริมาณกรดจะถูกใช้ไปในขั้นการทำละลายหรือไม่ โดยทำการเจือจางด้วยน้ำที่ปริมาตรต่าง ๆ กัน ทำการติเตรทหาความเข้มข้นของกรดไว้ หลังจากนั้นทำการกวนที่เวลาและอุณหภูมิที่เลือกมาจาก ข้อ 4.5.1.6, 4.5.1.7 นำมาทำให้ปริมาตรเท่าเดิมก่อนกวนแล้วทำการติเตรดหาความเข้มข้นใหม่ จากนั้นนำมาคำนวณดูปริมาณกรดดูว่าถูกใช้ไปเท่าไรซึ่งจะแสดงผลในตารางที่ 5.13

4.6 <u>การทำให้บริสุทธิ์ โดยกระบวนการแลกเปลี่ยนอิออน</u>

4.6.1 <u>การเตรียมสารละลายที่ได้จากการย่อยแร่</u>

ก่อนผ่านกระบวนการแลกเปลี่ยนอิออน นำสารละลายที่ได้จากการย่อยแร่ (ในข้อ 4.5) รวมทั้งน้ำล้างตะกอนมาปรับ pH เป็น 1.4 ด้วยสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทอเรียมจกตกตะกอนแยกออกมาที่ pH 1.1 แยกตะกอนทอเรียมออกพร้อมทั้งล้างตะกอนด้วยกรดซัลฟูริก pH 1.4, 1-2 ครั้ง

4.6.2 <u>การเตรียมคอลัมน์</u>

นำเอาเรซิน Amberite IRA-400 (Cl^-) มาทำการล้างสิ่งเจือปนต่าง ๆ เช่น ฝุ่น คอลลอยด์ สารอินทรีย์ ที่ติดมากับเรซิน โดยล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง หลังจากสะอาดแล้วนำเรซินนี้ไปแช่ในสารละลาย 10% กรดซัลฟูริกเป็นเวลาประมาณ 1 คืน เพื่อเปลี่ยนเรซินจากรูปคลอไรด์ให้เป็นซัลเฟต จากนั้นนำเรซินไปใส่ในคอลัมน์แก้วที่มีใยแก้ว (Glass wool) รองรับอยู่ เมื่อได้เรซินในคอลัมน์สูงตามต้องการแล้ว ให้จุกใยแก้วเหนือระดับเรซินนี้

4.6.3 <u>การแลกเปลี่ยนอิออน</u>

ก. นำคอลัมน์ที่เตรียมจากข้อ 4.6.2 มาผ่านด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH เป็น 1.4 ประมาณ 3 ปริมาตรของเบด

ข. ผ่านสารละลายที่เตรียมจากข้อ 4.6.1 ลงในคอลัมน์ โดยมีอัตราการไหล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

ค. ล้างเรซินด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH 1.4 ประมาณ 3 ปริมาตรของเบด

ง. ทำการอีลูชันด้วยสารละลายไนเตรตอีลูแอนต์ โดยใช้ 0.9 N NH_4NO_3 +0.1N HNO_3 ประมาณ 7 ปริมาตรของเบด

จ. ล้างเรซินในคอลัมน์ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH 1.4 ประมาณ 4 ปริมาตรของเบด

สารละลายอีลูเอตที่ได้จากข้อ จ. จะมียูเรเนียมที่บริสุทธิ์พร้อมที่จะนำไปตกตะกอน

4.6.4 <u>การตกตะกอนแอมโมเนียม ไดยูเรเนต</u>

ก. ตวงสารละลายอีลูเอตใส่ในบีคเกอร์ขนาด500 มิลลิลิตร

ข. เติมสารละลาย 25% แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์จากกรวยแยกลงไปปรับ pH 9.25

ค. ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก แล้วปล่อยทิ้งไว้

ง. นำมากรองด้วยกรวยกรองแบบบุคเนอร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.7 การเตรียมเค้กเหลือง

นำตะกอนแอมโมเนียมไดยูเรเนตที่กรองได้มาทำให้แห้งโดยนำไปเผา อุณหภูมิประมาณ 700° ซ เป็นเวลา 45 นาที จะได้เป็นเค้กเหลืองตามต้องการ

4.8 การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของเค้กเหลือง

นำเค้กเหลืองไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม ว่ามีอยู่ร้อยละเท่าใดของตะกอนทั้งหมด และวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุ V, Mo, B, As ที่มีปนอยู่ว่าเป็นร้อยละเท่าใดของธาตุยูเรเนียม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย