

ผลการวิจัย และอภิปราย

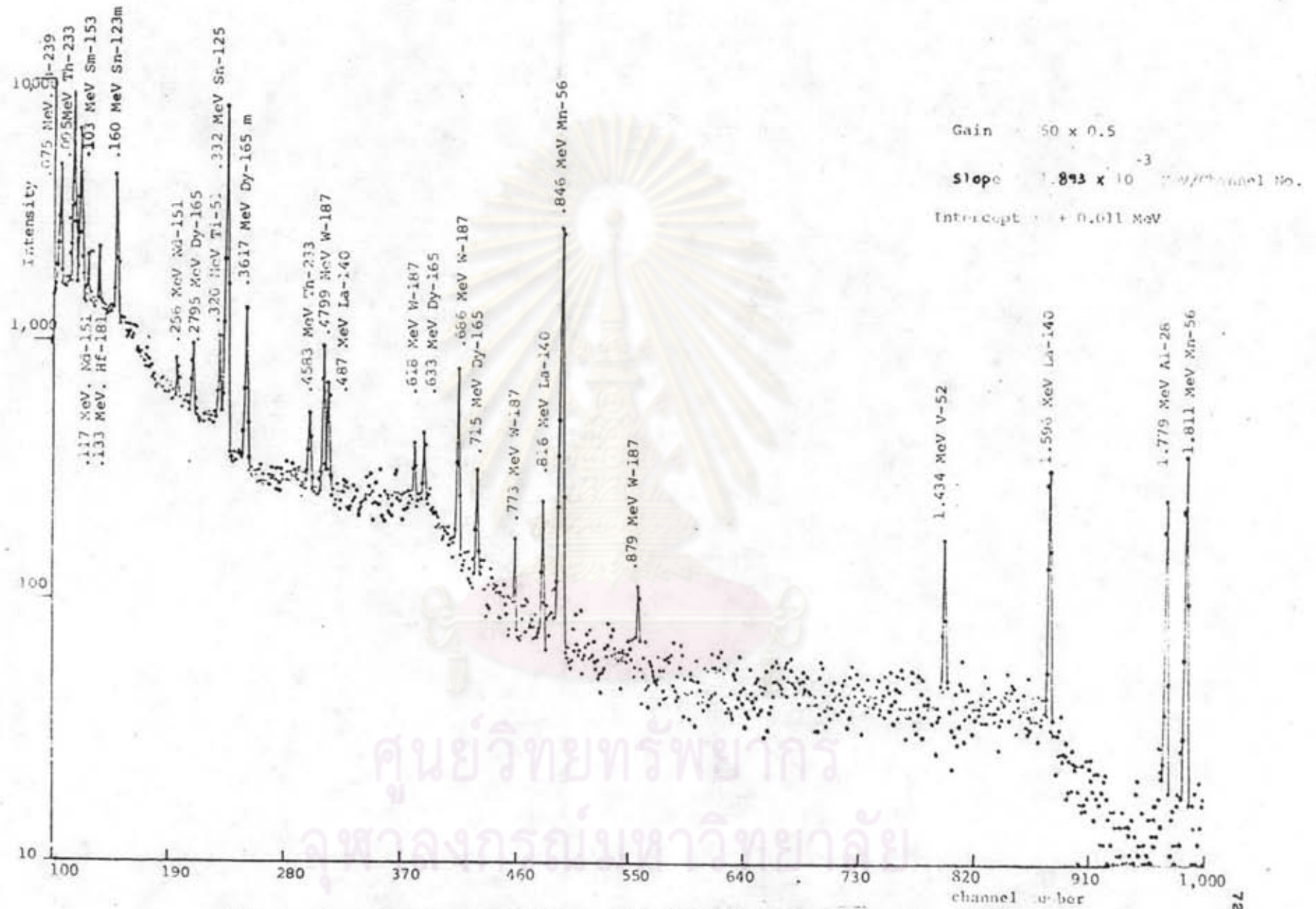
4.1 ผลการวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และปริมาณ ของตัวอย่างแร่เซอร์คอน

จากการทดลอง นำแร่เซอร์คอน ซึ่งได้มาจากจังหวัดระนอง มาวิเคราะห์ทั้งเชิงคุณภาพและปริมาณ โดยวิธีนิวตรอนแอคติเวชัน ดังข้อที่ 3.2.1 ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.1 และรูปที่ 4.1, 4.2 และ 4.3 จะแสดงสเปกตรัมของธาตุต่าง ๆ ที่มีอยู่ในแร่เซอร์คอนนี้ ซึ่งจะเห็นได้ว่า ในแร่เซอร์คอนนี้มีธาตุต่าง ๆ คือ Zr, Sn, Si, W, Ce, Ti, La, Nd, Hf, Al, Th, Pr, Ta, Y, Sm, Mn, U, Dy, Eu, Sc และ V และปริมาณของออกไซด์ของธาตุทั้งหมดที่มีอยู่ในแร่เซอร์คอนนี้รวมทั้งสิ้น 95.51 เปอร์เซ็นต์ โดยน้ำหนัก ซึ่งมีธาตุ Zr, Sn, Si เป็นส่วนประกอบหลัก (main components) ส่วนธาตุอื่น ๆ นั้น มีปริมาณเพียงเล็กน้อย (trace elements) และอัตราส่วนของปริมาณ ZrO_2 ต่อ HfO_2 มีค่าเท่ากับ 36.60 หรือ คิดเป็นอัตราส่วนของปริมาณ Zr ต่อ Hf จะมีค่าเท่ากับ 31.85

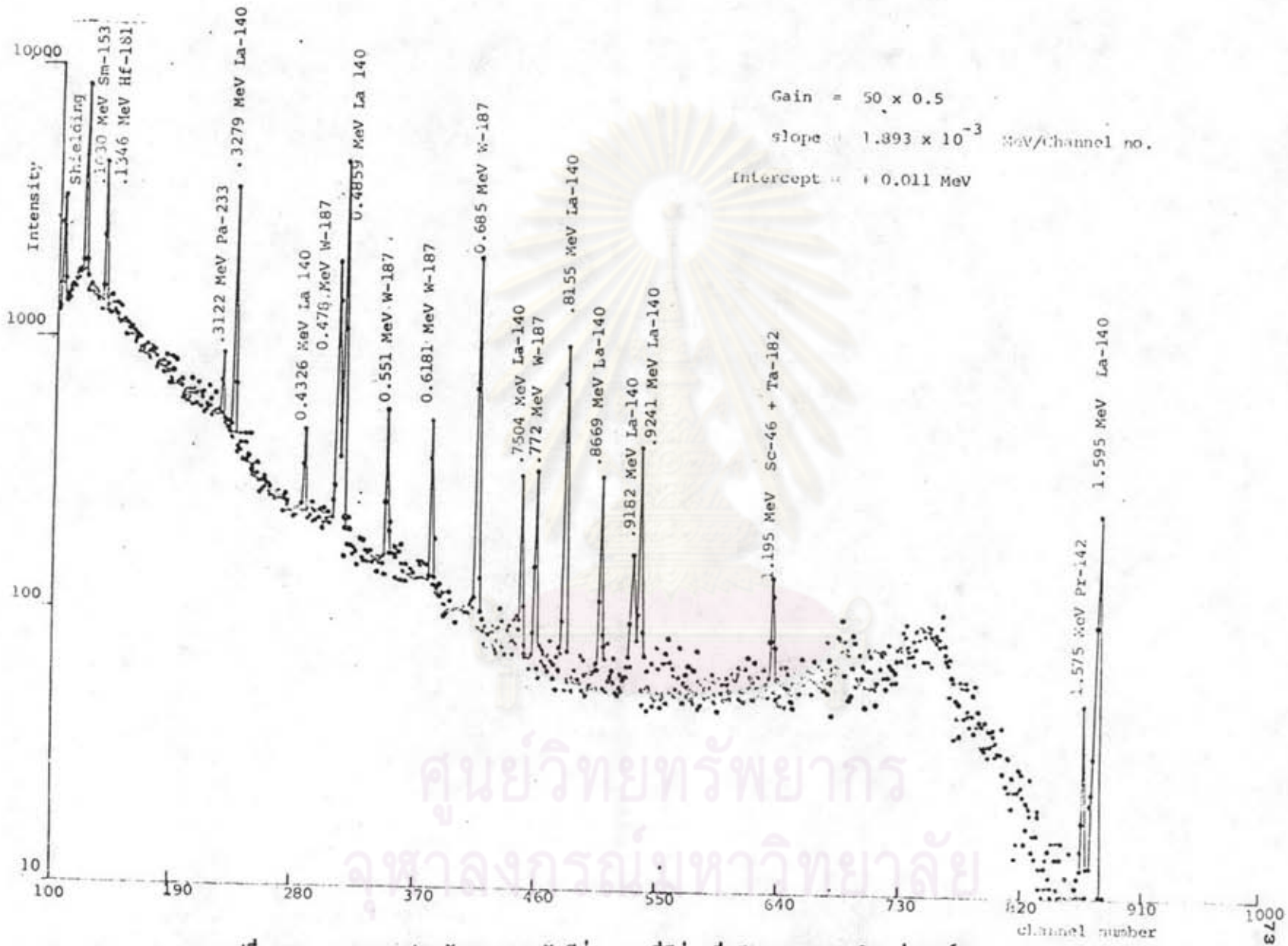
ตารางที่ 4.2 จะแสดงผลการวิเคราะห์ของผลึก $Zr(Hf)OCl_2 \cdot 8H_2O$ ซึ่งได้จากการหลอมเหลวแร่เซอร์คอน กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ เพื่อใช้เตรียมเป็นสารละลาย feed ในกระบวนการสกัดด้วย hexone - thiocyanate process และผลึก $HfOCl_2 \cdot 8H_2O$ ซึ่งได้จากการหลอม HfO_2 (A.R. grade) กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ เช่นเดียวกัน เพื่อใช้เป็นสารละลายมาตรฐานของแอฟเนียม ในการศึกษากระบวนการสกัดแอฟเนียม และเปรียบเทียบอัตราส่วนของเซอร์โคเนียม ต่อแอฟเนียม ในตัวอย่างแร่เซอร์คอน กับผลึก $Zr(Hf)OCl_2 \cdot 8H_2O$ ด้วย

ตารางที่ 4.1 ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในแร่เซอร์คอน

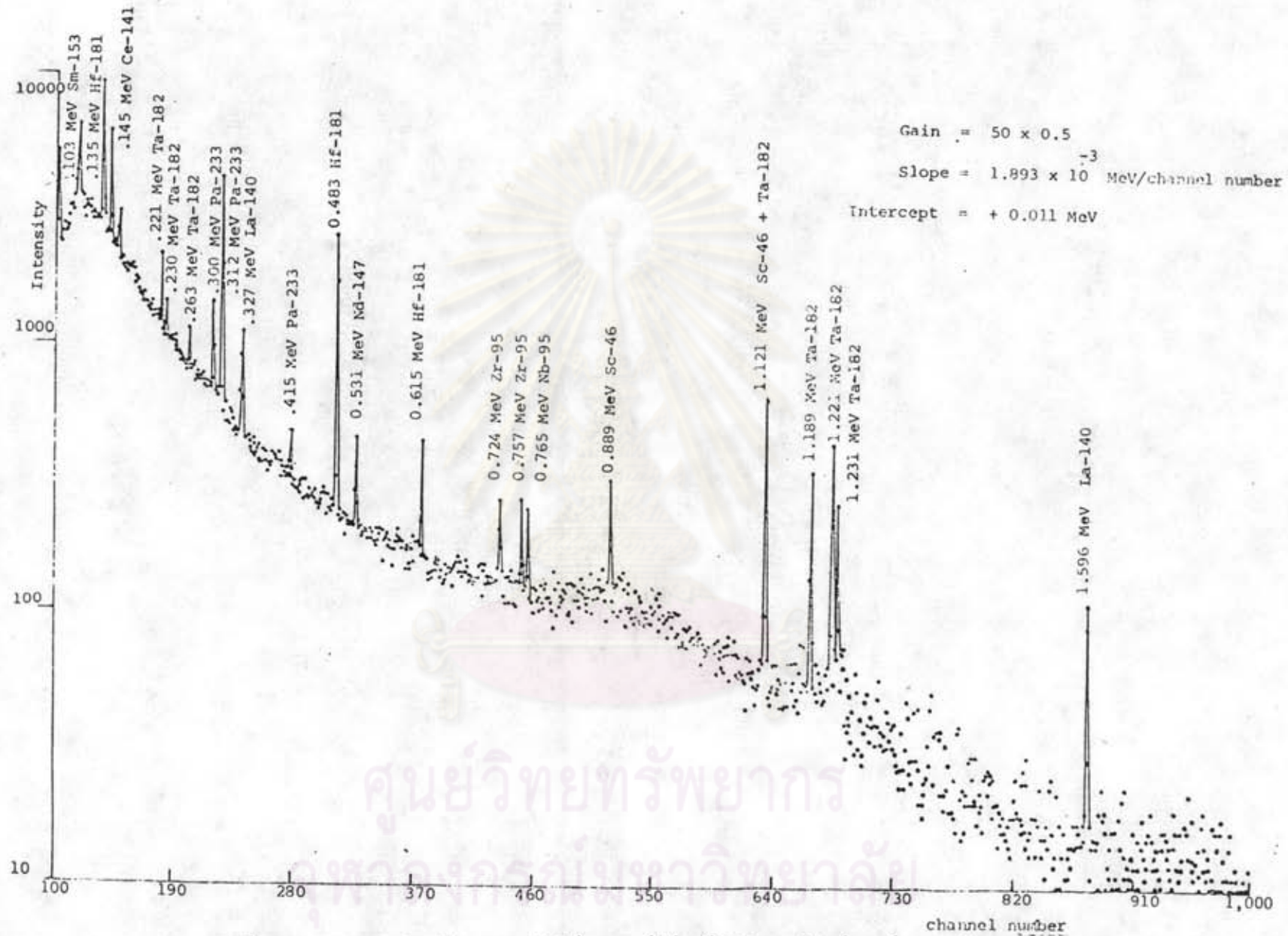
ส่วนประกอบ	ปริมาณออกไซด์ของธาตุ (% โดยน้ำหนัก)
ZrO ₂	31.84
SnO ₂	29.53
SiO ₂	21.44
WO ₃	2.41
CeO ₂	2.31
TiO ₂	1.60
La ₂ O ₃	1.40
Nd ₂ O ₃	1.04
HfO ₂	0.87
Al ₂ O ₃	0.64
ThO ₂	0.61
Pr ₂ O ₃	0.39
Ta ₂ O ₅	0.37
Y ₂ O ₃	0.32
Sm ₂ O ₃	0.32
MnO ₂	0.28
UO ₂	0.06
Dy ₂ O ₃	0.05
Eu ₂ O ₃	0.01
Sc ₂ O ₃	0.01
V ₂ O ₅	0.01



รูปที่ 4.1 แสดงสเปกตรัมของธาตุครึ่งสัต่าง ๆ ที่มีค่าครึ่งชีวิตสั้นในแร่เซอร์คอน หลังอาบรังสีนิวตรอน



รูปที่ 4.2 แสดงสเปกตรัมของธาตุครึ่งสัต่าง ๆ ที่มีค่าครึ่งชีวิตปานกลางในแร่เซอร์คอน หลังอายุรังสีนิวตรอน



รูปที่ 4.3 แสดงสเปกตรัมของธาตุรังสีต่าง ๆ ที่มีค่าครึ่งชีวิตยาวในแร่เซอร์คอน หลังอาบรังสีนิวตรอน

ตารางที่ 4.2 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณเซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม ในผลิตภัณฑ์ออกซิดไรต์ ที่ได้จากการหลอมแร่กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์

ตัวอย่างที่วิเคราะห์	สาร เริ่มต้น	ปริมาณเซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม				อัตราส่วน เซอร์โคเนียม ต่อแฮฟเนียม (Zr/Hf)
		%ZrO ₂	%HfO ₂	%Zr	%Hf	
Zr (Hf) OCl ₂ .8H ₂ O	แร่เซอร์คอน	36.80	1.00	27.23	0.85	32.11
HfOCl ₂ .8H ₂ O	HfO ₂ (A.R.)		51.23		43.44	
ZrOCl ₂ .8H ₂ O	สารเคมีบริสุทธิ์	38.25		28.32		
HfOCl ₂ .8H ₂ O	สารเคมีบริสุทธิ์		51.41		43.59	
แร่เซอร์คอน		31.84	0.87	23.57	0.74	31.85

จากผลการวิเคราะห์ผลิตภัณฑ์ออกซิดไรต์ ที่ได้จากการหลอมแร่กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ นั้น เมื่อเปรียบเทียบกับสารบริสุทธิ์ของออกซิดไรต์ (คิดเป็น 100%) แล้วพบว่า ผลิตภัณฑ์ที่ได้อาจจะบริสุทธิ์ อย่างไรก็ตาม เซอร์โคเนียมและแฮฟเนียมก็แทบ จะไม่มีการแยกออกจากกันเลย แม้ว่าจะผ่านกระบวนการตกผลึกแล้วก็ตาม นั่นคือ จึงจำเป็นต้องมีกระบวนการสกัดธาตุทั้งสองออกจากกันด้วยกระบวนการ Hexone - thiocyanate ต่อไป



ในกรณีที่หลอมแร่เซอร์คอน กับด่างโซเดียม เปอร์ออกไซด์ (Na_2O_2) ผู้ทดลองได้ทำการทดลองศึกษาแล้วพบว่า เมื่อใช้ปริมาณของเซอร์คอน ซึ่งมีขนาด 100 - 200 mesh หนัก 1 - 2 กรัม บรรจุในภาชนะนิกเกิล ครูซิเบิล (Nickel crucible) ซึ่ง lined ด้วย โซเดียม คาร์บอเนต (Na_2CO_3) ประมาณ 3 กรัม ที่อุณหภูมิ 900°C และ lined อีกครั้งด้วยโซเดียม เปอร์ออกไซด์ ประมาณ 3 กรัม ด้วยเตาเบนเสน (Bunsen burner) แล้ว เติมโซเดียม เปอร์ออกไซด์ลงไปอีกประมาณ 8 กรัม หลอมด้วยเตาเบนเสน เป็นเวลาประมาณ 30 นาที จะได้ cake สีน้ำตาล นำไปคัมในน้ำกลั่น จนกระทั่ง cake หลุดออกจากภาชนะหมด แล้วจึงละลาย cake นี้ด้วย กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น ปริมาณคร่าวๆ น้ำกลั่นตามต้องการ พบว่า เมื่อคิดเป็น % digest แล้ว มีค่าเท่ากับ 78.54 % และ % yield มีค่าเท่ากับ 88.88% ซึ่งสูงกว่า กรณีที่หลอมกับโซเดียม ไฮดรอกไซด์ แต่ในทางอุตสาหกรรม นิยมใช้โซเดียม ไฮดรอกไซด์ มากกว่า ทั้งนี้เพราะโซเดียม เปอร์ออกไซด์ มีปฏิกิริยารุนแรงกว่า โซเดียม ไฮดรอกไซด์ มาก และติดไฟง่าย แม้ว่า กรณีที่หลอมกับด่างโซเดียม เปอร์ออกไซด์ จะใช้อุณหภูมิ และเวลาน้อยกว่าก็ตาม อย่างไรก็ตาม ในแง่ของการวิเคราะห์แล้ว จะใช้แร่เซอร์คอนปริมาณน้อย ๆ หลอมกับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ ซึ่งสามารถหลอมแร่เซอร์คอนปริมาณน้อย นี้ได้ % digest มีค่าเท่ากับ 98 - 100 % ซึ่งใช้เวลาและอุณหภูมิต่ำด้วย

4.2 การสกัดด้วยกระบวนการ Hexone - Thiocyanate

ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับเวลาที่ใช้สกัด (extraction time) เวลาที่ใช้ในการ strip (stripping time) ความเข้มข้นของสารละลาย เซอร์โคเนียมเริ่มต้น (feed solution) ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก ที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม ศึกษาการสกัดเซอร์โคเนียม และแอสเฟเนียม การ strip เซอร์โคเนียม หรือการ scrub แอสเฟเนียม ซึ่งศึกษาในแง่ของ

equilibrium curve ส่วนการวิเคราะห์หาปริมาณเซอร์โคเนียม
 ในชั้นของน้ำ (aqueous phase) ทำโดยวิธีการ เรืองรังสีเอกซ์
 ซึ่งกล่าวไว้แล้วในหัวข้อ 3.2.2 และการหาปริมาณของแอสฟเนียมในชั้นของน้ำ
 ทำโดยวิธีนิวตรอน แอคติเวชัน ซึ่งกล่าวไว้ในหัวข้อ 3.2.1

4.2.1 ผลของเวลาที่มีต่อการสกัดเซอร์โคเนียม (extraction time)

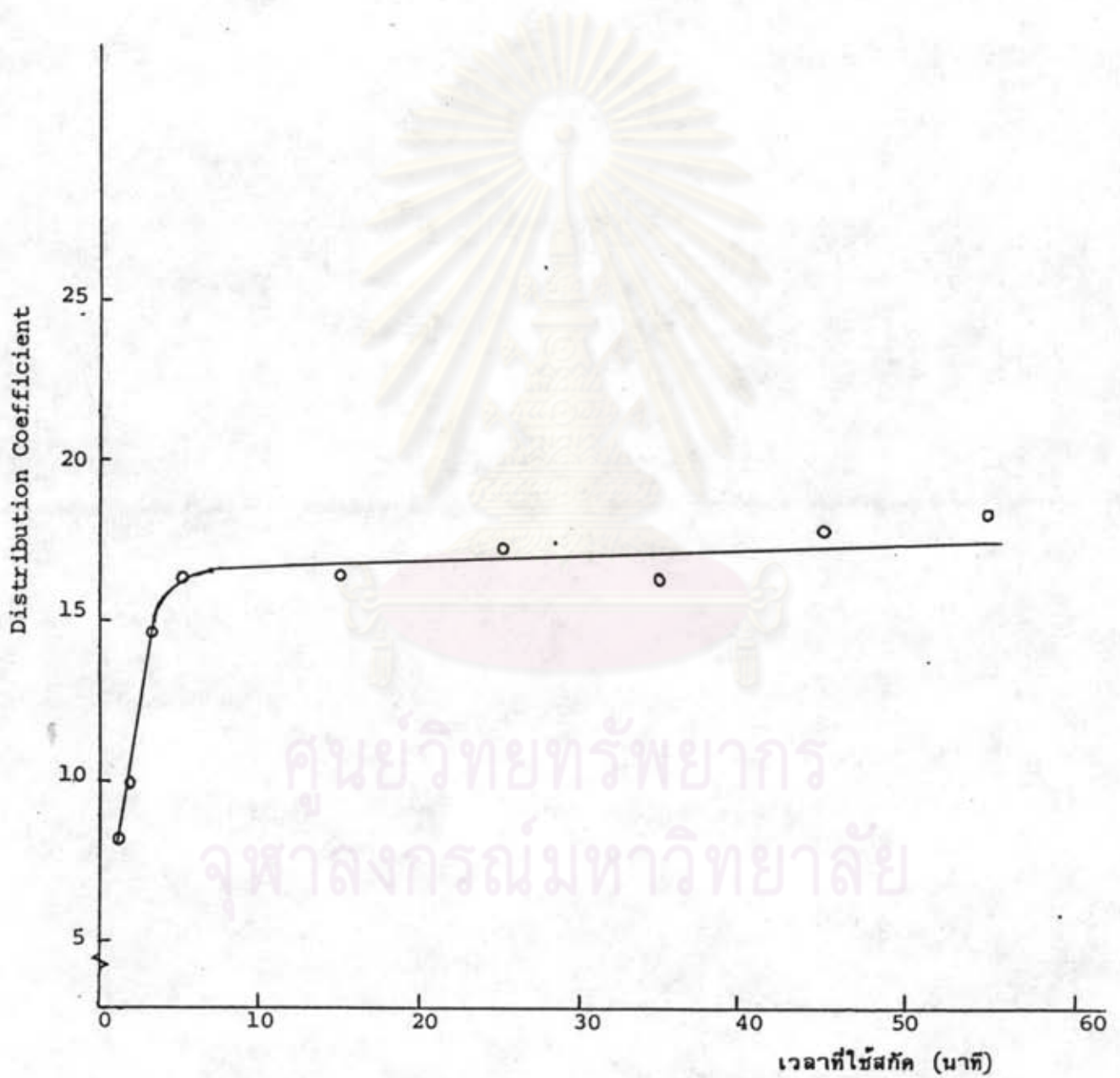
เงื่อนไข : สารละลาย feed 100 Zr g/l, 1 M HCl, 1 M NH_4CNS
 สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH_4CNS ใน Hexone
 ปริมาตรของสารละลาย feed : สารละลายอินทรีย์ = 1:2.5
 เวลาที่ใช้สกัด ศึกษาในช่วง 1 ถึง 55 นาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

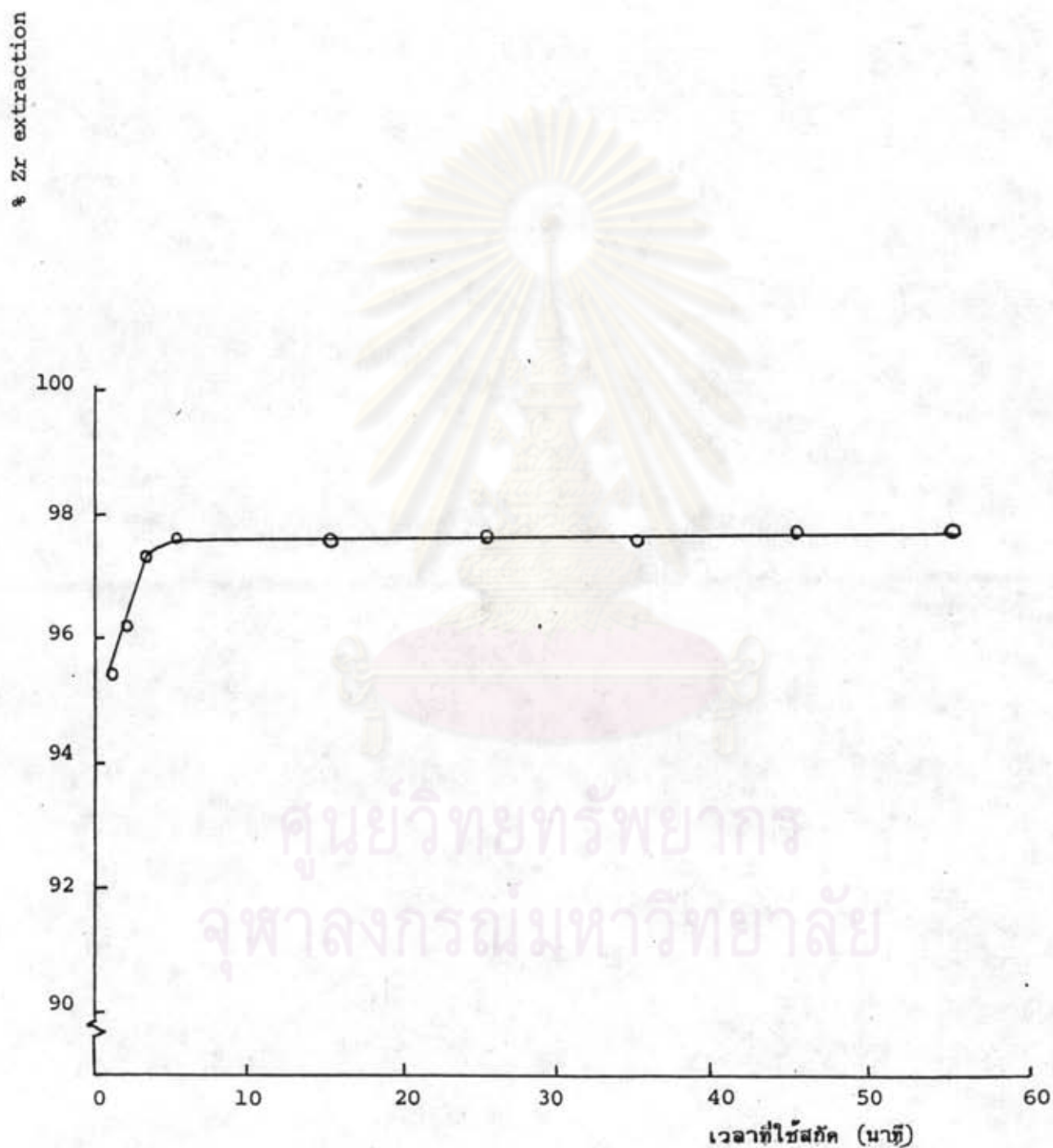
ตารางที่ 4.3 ผลของเวลาที่มีต่อการสกัดเซอร์โคเนียม ด้วย เฮกโซน

เวลา (นาท)	ความเข้มข้นของ เซอร์โคเนียม (g/l)		Distribution coefficient	เปอร์เซ็นต์ ของการสกัด (%E)
	ชั้นของน้ำ	ชั้นของสารละลาย อินทรีย์		
1	4.55	38.18	8.39	95.45
2	3.80	38.48	10.13	96.20
3	2.63	38.95	14.81	97.37
5	2.40	39.04	16.27	97.60
15	2.40	39.04	16.27	97.60
25	2.28	39.09	17.14	97.72
35	2.38	39.05	16.41	97.62
45	2.18	39.13	17.95	97.82
55	2.10	39.16	18.65	97.90

จะเห็นได้ว่า เวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการสกัด เพื่อให้ถึงจุดสมดุล (equilibrium) ก็คือ ตั้งแต่ 5 นาที ขึ้นไป ดังนั้นในการทดลอง จึงทำการสกัดเป็นเวลานาน 10 นาที เวลาที่ใช้ในการสกัด ก่อนข้างมีผลต่อการสกัดน้อย และในกรณีที่ เปอร์เซ็นต์ของการสกัดเซอร์โคเนียมที่ได้ค่อนข้างสูง แม้ได้ทำการสกัดเพียงครั้งเดียวเท่านั้น จากตารางข้างบน สามารถนำไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้สกัด กับค่าความสามารถในการละลายของเซอร์โคเนียม ในชั้นของสารละลายอินทรีย์ หรือ ค่า Distribution Coefficient (K_D) และเปอร์เซ็นต์เซอร์โคเนียมที่ถูกสกัด ดังแสดงในรูปที่ 4.4 และ 4.5 ตามลำดับ



รูปที่ 4.4 ผลของเวลาที่มีต่อการสกัดเซอร์โคเนียม ด้วยเฮกโซน
(ในเทอมของ distribution coefficient)



รูปที่ 4.5 ผลของเวลาที่มีต่อการสกัดเซอร์โคเนียม ด้วยเฮกไซน
(ในเทอมของ % extraction)

4.2.2 ผลของเวลาที่มีต่อการ strip เซอร์โคเนียม

(stripping time)

เงื่อนไข : สารละลาย feed 100 Zr g/l, 1 M HCl, 1 M NH_4CNS

สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH_4CNS ใน Hexone

เวลาที่ใช้สกัด 10 นาที

ความเข้มข้นของกรดเกลือ (HCl) ที่ใช้ strip

เซอร์โคเนียม 3.6 M HCl

ปริมาณของสารละลาย feed : สารละลายอินทรีย์

: 3.6 M, HCl มีค่าเท่ากับ 1 : 2.5 : 0.25

เวลาที่ใช้ strip ศึกษาในช่วง 5 ถึง 40 นาที

ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในชั้นสารละลายอินทรีย์ ก่อน

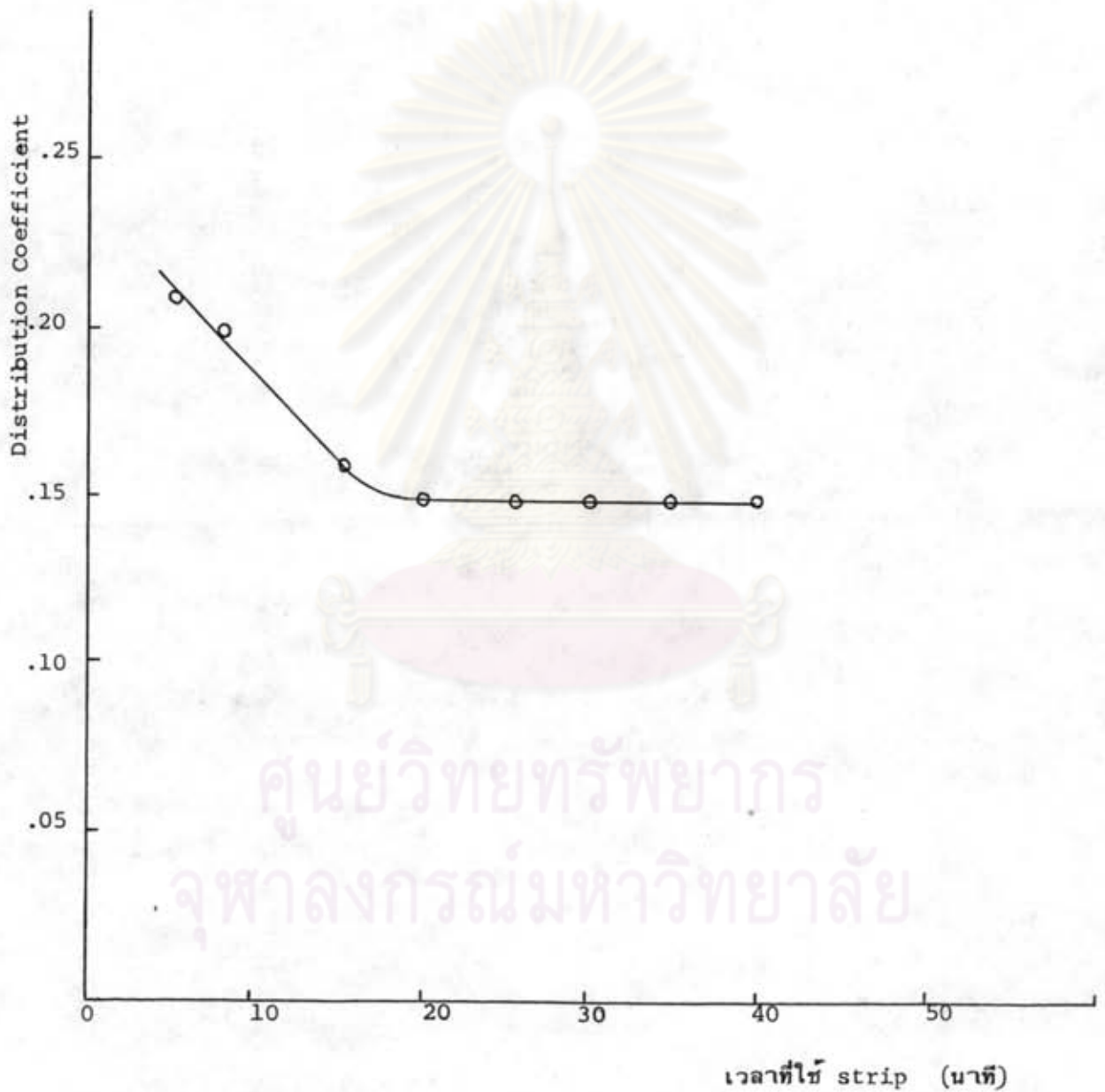
strip (จากตารางที่ 4.3) มีค่าเฉลี่ย 39.09 ± 0.05 Zr g/l

ตารางที่ 4.4 ผลของเวลาที่มีต่อการ strip เซอร์โคเนียมออกจากเฮกโซน

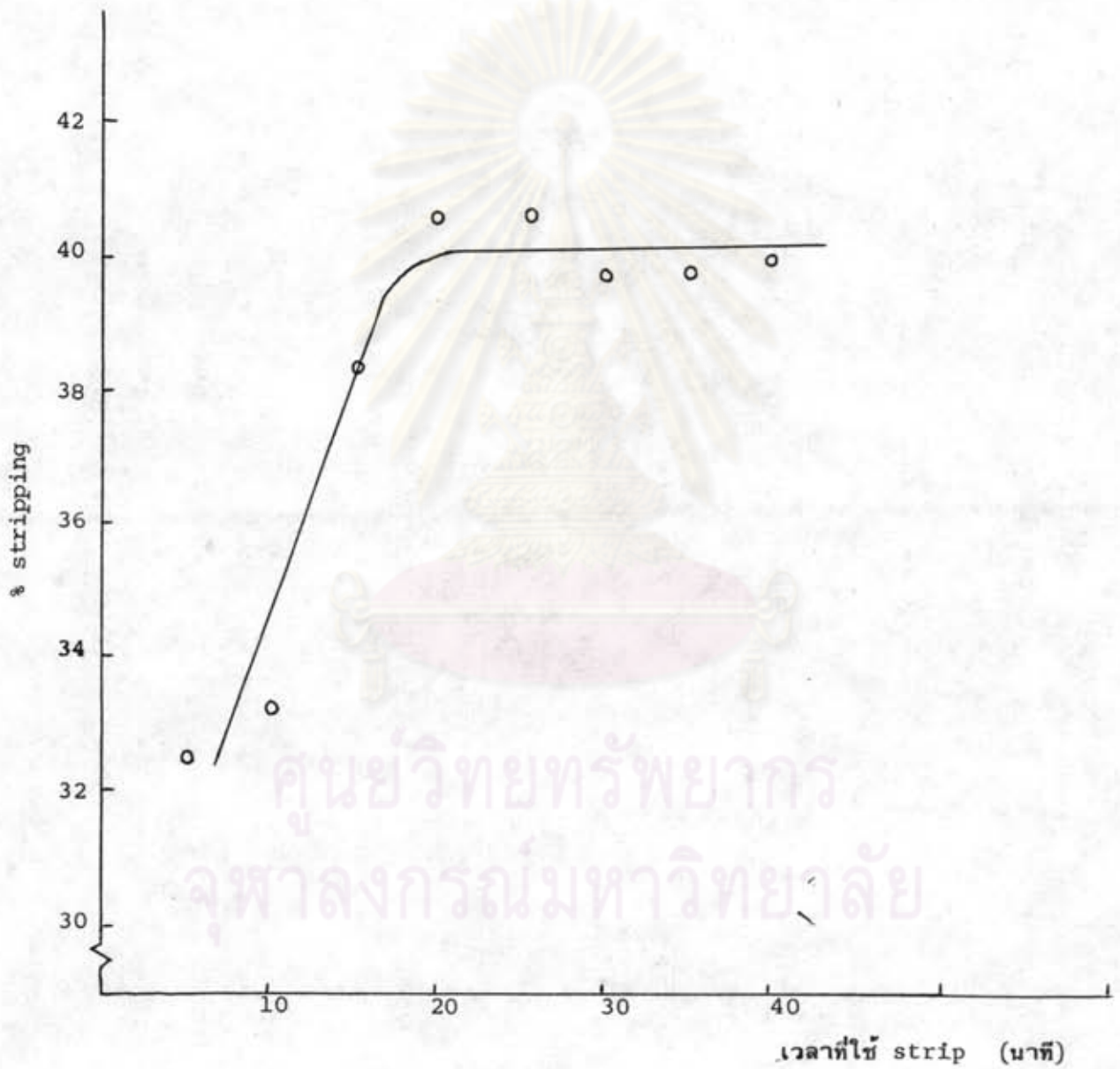
เวลา (นาที)	ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมหลังจาก		Distribution Coefficient	% Stripping of Zr
	ชั้นของน้ำ (Zr g/l)	ชั้นของสารละลาย อินทรีย์ (Zr g/l)		
5	127	26.39	0.21	32.49
10	130	26.09	0.20	33.26
15	150	24.09	0.16	38.37
20	159	23.19	0.15	40.67
25	159	23.19	0.15	40.67
30	155	23.59	0.15	39.65
35	155	23.59	0.15	39.65
40	156	23.49	0.15	39.91

จากการทดลอง พบว่า เวลาที่เหมาะสมที่ใช้ในการ strip เซอร์โคเนียม ก็คือ 20 นาที ขึ้นไป จากตารางที่ 4.4 นำไปเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างเวลาที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม ออกจากสารละลายอินทรีย์ กับค่า Distribution Coefficient และเปอร์เซ็นต์ของการ strip เซอร์โคเนียม ดังรูปที่ 4.6 และ 4.7 ตามลำดับ จะเห็นได้ว่า ตั้งแต่เวลา 20 นาทีขึ้นไป จะสามารถดึงเอาเซอร์โคเนียม ออกจากสารละลายอินทรีย์ได้ดีที่สุด และมีความสามารถที่คงที่ได้ 40 เปอร์เซ็นต์ เท่านั้นในกรณีทำการ strip เพียงครั้งเดียว เมื่อสารละลายเริ่มต้น มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม 100 g/l การทดลองกับตัวอย่างแร่เซอร์คอน จะใช้เวลาในการ strip เซอร์โคเนียม เป็นเวลา 25 นาที

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.6 ผลของเวลาที่มีต่อการ strip เซอร์โคเนียม จากเฮกโซน
(ในเทอมของ distribution coefficient)



รูปที่ 4.7 ผลของเวลาที่มีต่อการ strip เซอร์โคเนียม จากเฮกโซน
(ในเทอมของ % stripping)

4.2.3 ผลของความเข้มข้นของสารละลายเซอร์โคเนียม เริ่มต้น
(feed solution) ที่มีต่อการสกัด

เงื่อนไข : สารละลาย feed มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม ดังนี้ คือ 5, 10, 15, 25, 35, 50, 75, 100, 125 และ 150 Zr g/l โดยแต่ละสารละลาย จะมี 1 M HCl และ 1 M NH_4CNS สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH_4CNS ใน Hexone เวลาที่ใช้สกัด 10 นาที ความเข้มข้นของกรดเกลือที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม 3.6 M HCl ปริมาณของสารละลาย feed : สารละลายอินทรีย์ : 3.6 M HCl มีค่าเท่ากับ 1 : 2.5 : 0.25 ตามลำดับ เวลาใช้ strip 25 นาที

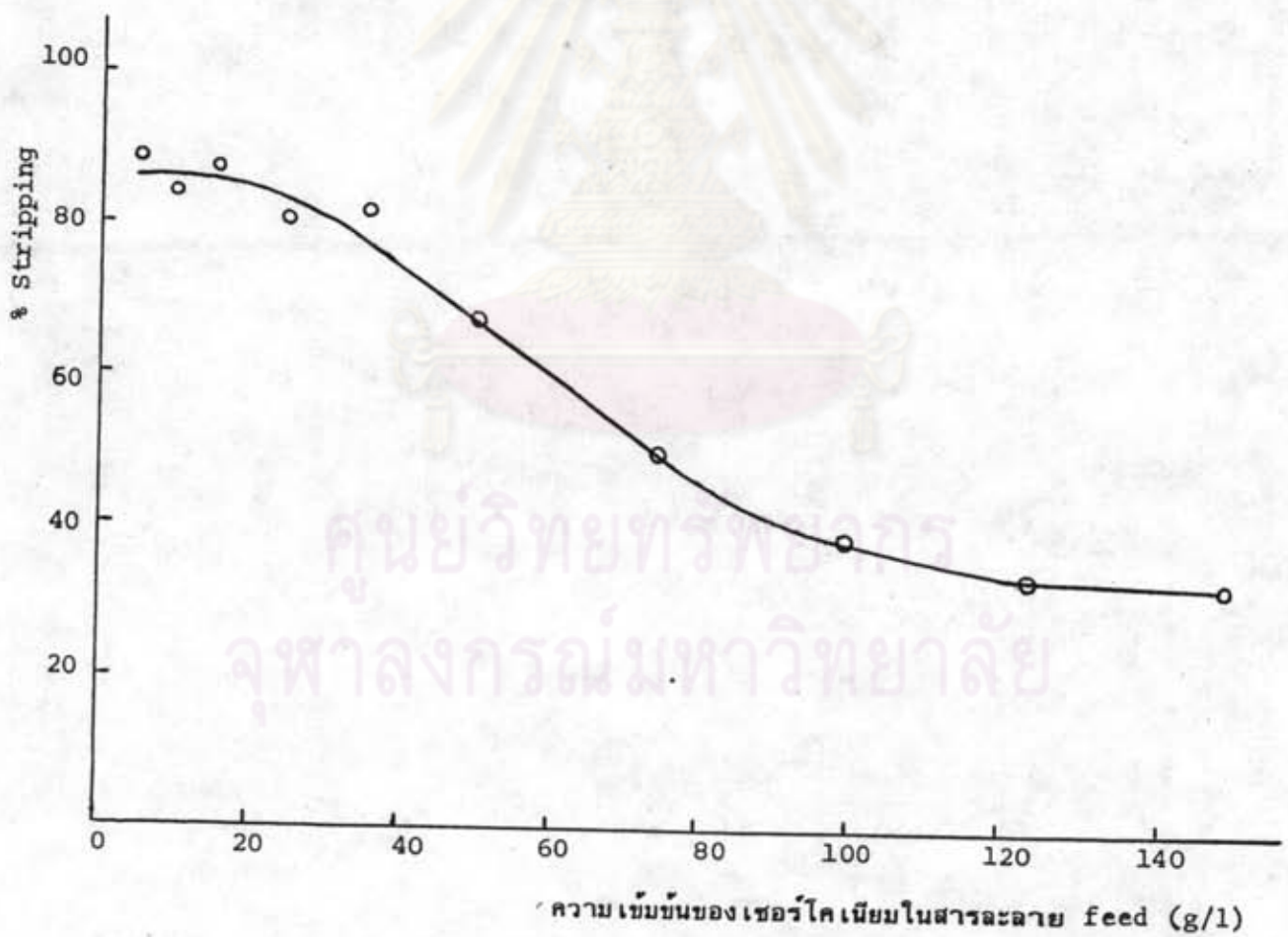
ตารางที่ 4.5 ผลของความเข้มข้นของสารละลาย feed ที่มีต่อขั้นตอนของ stripping

ความเข้มข้นของสารละลาย (Zr g/l) feed	ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม ในชั้นของน้ำหลัง strip (Zr g/l)	% stripping
5	17.7	88.9
10	33.5	83.9
15	52.0	87.1
25	80.1	80.1
35	113.1	81.4
50	132.0	67.0
75	146.5	49.8
100	149.4	38.6
125	157.2	33.4
150	164.7	32.6

จากผลการทดลอง พบว่า เมื่อความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม
ในสารละลาย feed มีค่ามากขึ้น เปอร์เซ็นต์ของการ strip
เซอร์โคเนียม มีค่าลดลงตามลำดับ อย่างไรก็ตาม การทดลองนี้ เป็นการ
สกัด แบบ batch extraction ดังนั้นในกรณีที่มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม
ในสารละลาย feed มากขึ้น และต้องการเปอร์เซ็นต์ stripping มีค่าสูง
ก็อาจทำได้โดยการสกัด แบบ counter current extraction
ผลการทดลอง แสดงไว้ในรูปที่ 4.8



ศูนย์วิจัยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.8 ผลของความเข้มข้นของสารละลาย feed ที่มีต่อการ strip เซอร์โคเนียม จากเชกโซน

4.2.4 ผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่มีต่อการ strip เซอร์โคเนียม

เงื่อนไข : สารละลาย feed 100 Zr g/l ซึ่งมี 1 M HCl และ 1 NH₄CNS
 สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH₄CNS ใน Hexone
 เวลาที่ใช้สกัด 10 นาที
 ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม มีค่าดังนี้ คือ
 1.2 M, 2.4 M, 3.6 M, 4.8 M และ 6.0 M HCl
 เวลาที่ใช้ strip 25 นาที
 ปริมาตรของสารละลาย feed : สารละลายอินทรีย์ : dil. HCl มีค่าเท่ากับ 1 : 2.5 : 0.25 ตามลำดับ

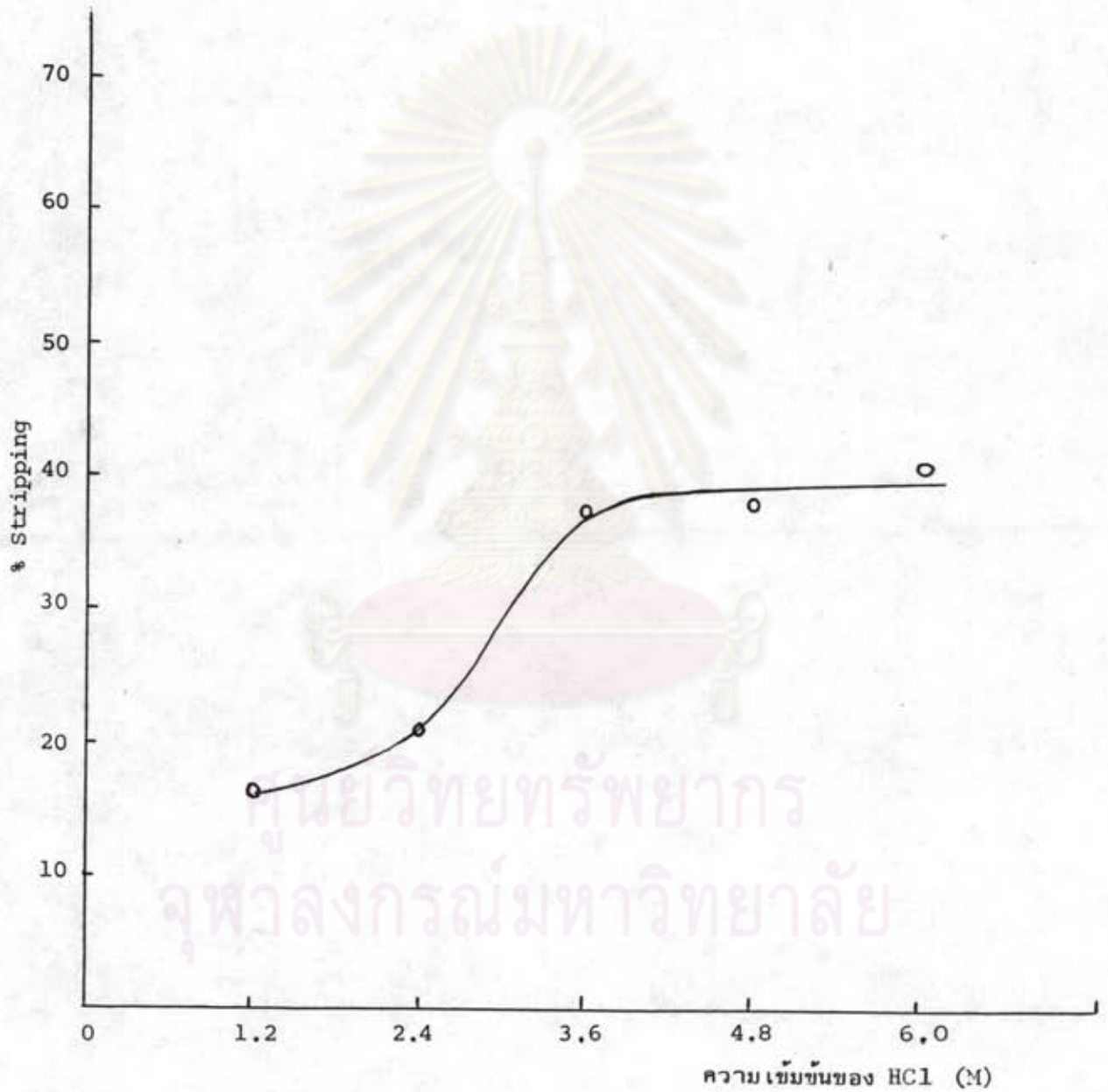
ตารางที่ 4.6 ผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม

ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก (M)	ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม ในชั้นของน้ำ หลัง strip (Zr g/l)	% stripping
1.2	65.0	16.3
2.4	83.8	20.9
3.6	148.5	37.1
4.8	152.5	38.1
6.0	165.0	41.2

ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่เหมาะสมที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม ก็คือ 3.6 M ทั้งนี้ จากกราฟรูปที่ 4.9 จะเห็นได้ว่า กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 3.6 M เป็นความเข้มข้นต่ำสุดที่ให้ค่าเปอร์เซ็นต์ stripping เริ่มคงที่ และให้ค่าสูงที่สุด ซึ่งเป็นการประหยัดต้นทุนการผลิตอีกด้วย นั่นคือ แม้ว่าจะใช้กรดไฮโดรคลอริกที่ความเข้มข้นสูงกว่า 3.6 M ก็ไม่ได้ทำให้เปอร์เซ็นต์ stripping สูงขึ้น



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.9 ผลของความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม

4.2.5 ผลการสกัดเซอร์โคเนียม

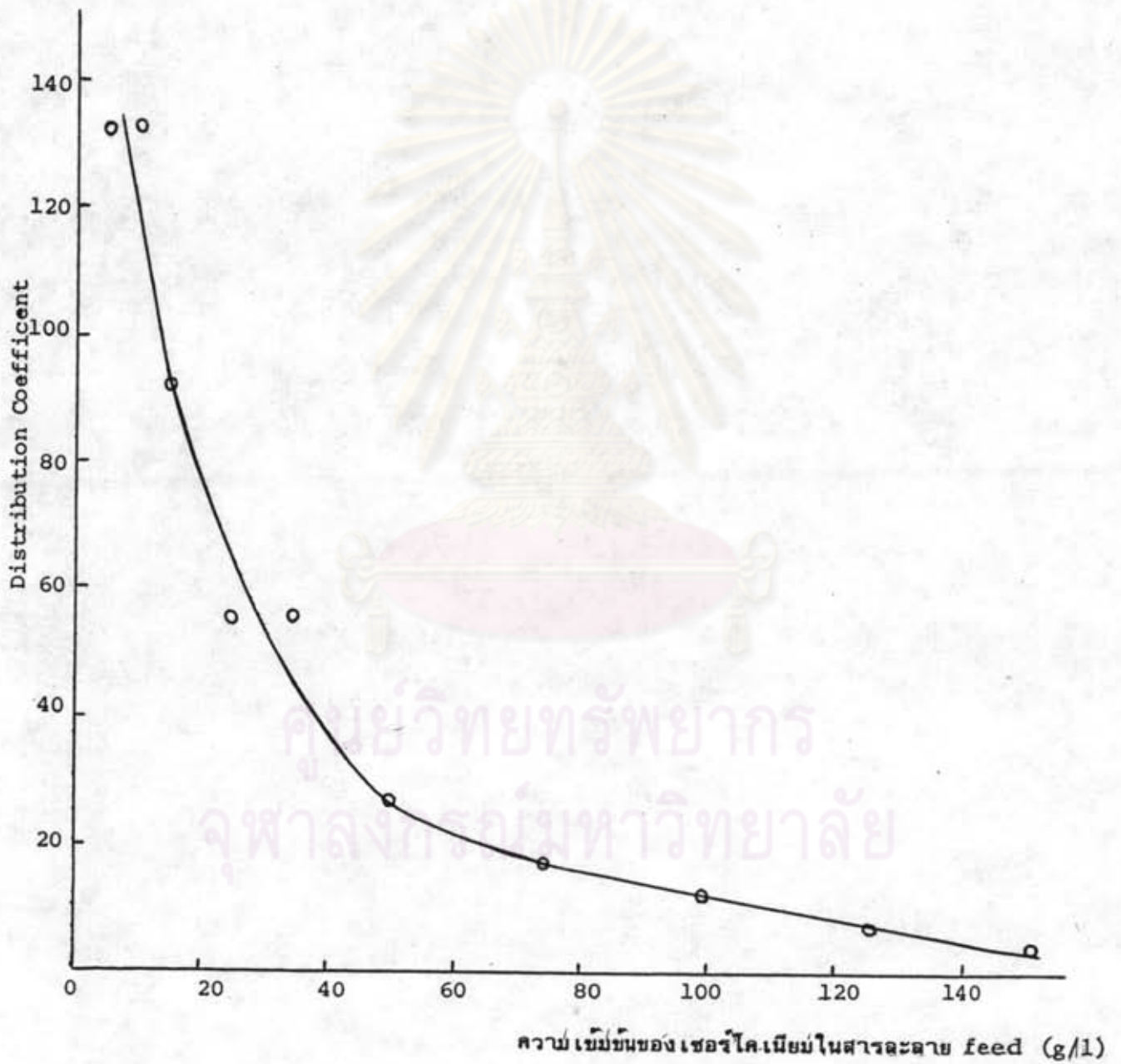
เงื่อนไข : ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed มีค่าต่าง ๆ ดังนี้ คือ 5, 10, 15, 25, 35, 50, 75, 100, 125 และ 150 Zr g/l ซึ่งแต่ละความเข้มข้นมี 1 M HCl และ 1 M NH_4CNS สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH_4CNS ใน Hexone เวลาที่ใช้สกัด 10 นาที ปริมาตรของสารละลาย : สารละลายอินทรีย์ มีค่าเท่ากับ 1:2.5

ตารางที่ 4.7 ผลการทำ Equilibrium Curve ของการสกัดเซอร์โคเนียม

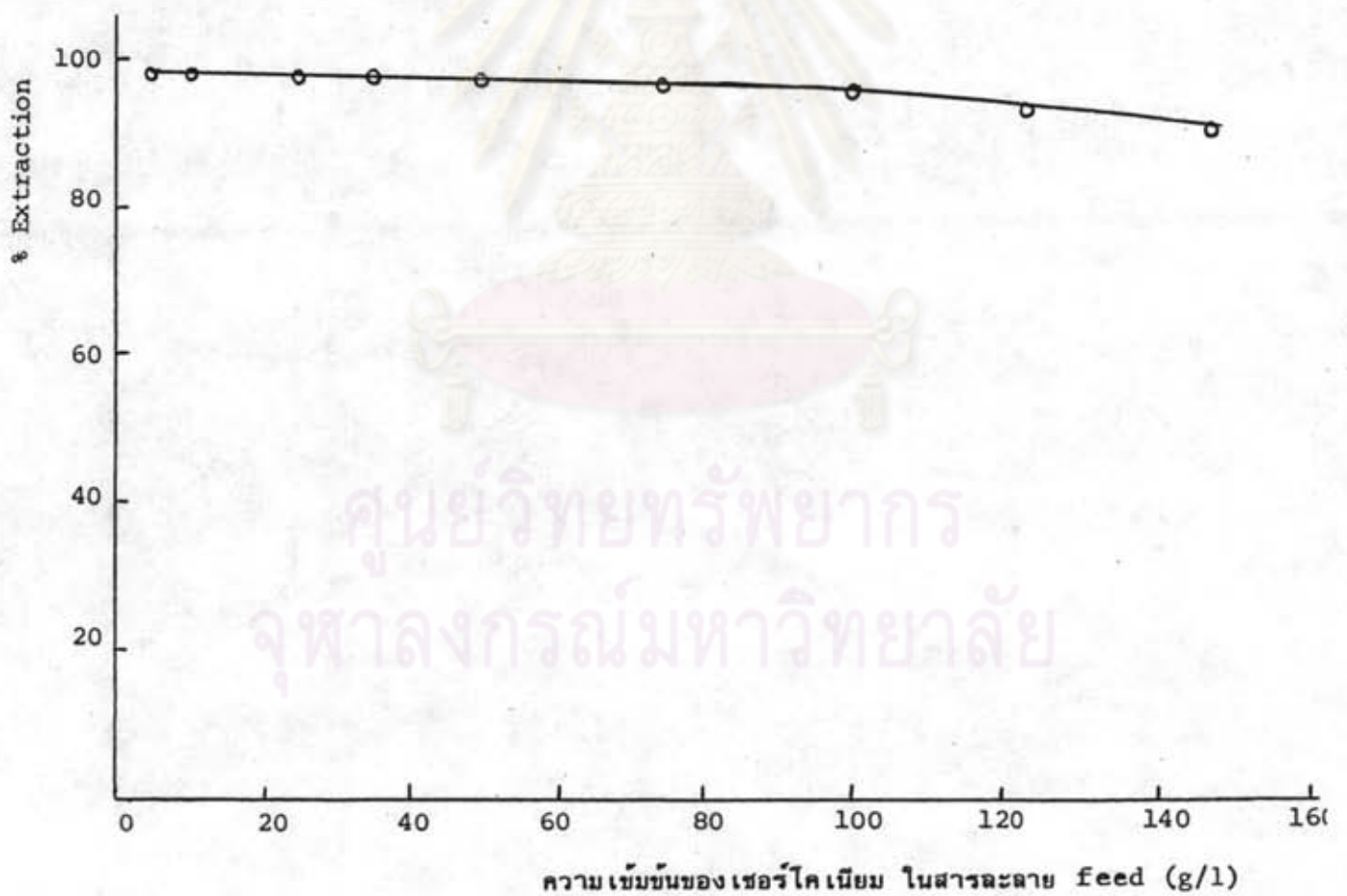
สารละลาย feed	ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม (Zr g/l)		Distribution Coefficient	% Extraction
	ชั้นของน้ำ (หลังสกัด)	ชั้นของสารละลาย อินทรีย์ (หลังสกัด)		
5	0.015	1.99	132.93	99.50
10	0.030	3.99	133.00	99.75
15	0.065	5.97	91.91	99.50
25	0.180	9.93	55.17	99.30
35	0.250	13.90	55.60	99.29
50	0.75	19.70	26.27	98.50
75	1.53	29.39	19.21	97.97
100	2.38	39.05	12.12	97.63
125	7.22	47.11	6.53	94.22
150	14.50	54.20	3.74	90.33

ความสามารถของการสกัดจะเพิ่มขึ้น เมื่อความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed ลดลง ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed กับค่า distribution coefficient และ กับ % Extraction แสดงในรูปที่ 4.10 และ 4.11 ตามลำดับ อย่างไรก็ตาม แม้จะทำการสกัดแบบ batch เพียงครั้งเดียว ก็สามารถสกัดได้เปอร์เซ็นต์ค่อนข้างสูง ส่วนรูป 4.12 แสดง equilibrium curve ของการสกัด เซอร์โคเนียม จะเห็นได้ว่า เมื่อความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed ค่อย ๆ เพิ่มขึ้น การสกัดเซอร์โคเนียมเข้าไปอยู่ในชั้นของสารละลายอินทรีย์ ก็เพิ่มขึ้นด้วย ในขณะเดียวกัน ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในชั้นของน้ำก็มากขึ้นด้วยเช่นกัน เมื่อสารละลาย feed มีความเข้มข้นต่ำกว่า 100 Zr g/l ความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในชั้นของสารละลายอินทรีย์ และชั้นของสารละลายน้ำ มีการเปลี่ยนแปลงอย่างมาก และจะเริ่มมีการเปลี่ยนแปลงน้อยมาก เมื่อความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed มีค่าตั้งแต่ 100 Zr g/l ขึ้นไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

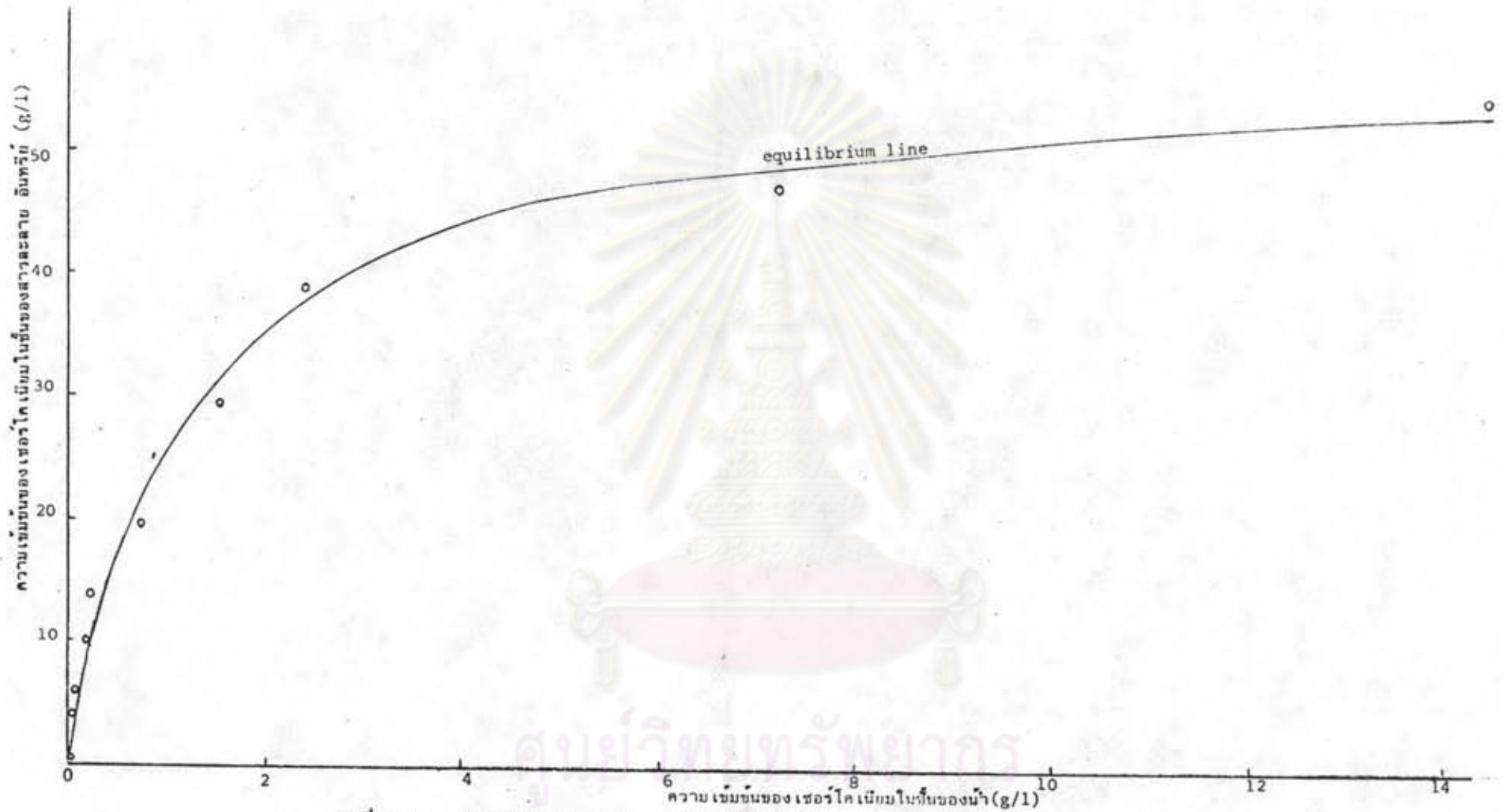


รูปที่ 4.10 ผลของความเข้มข้นของเชอริโคเนียมในสารละลาย feed ที่มีต่อ distribution coefficient



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.11 ผลของความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed ที่มีต่อเปอร์เซ็นต์การสกัด



รูปที่ 4.12 Equilibrium curve ของการสกัดเซอร่าโคเนียม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.6 ผลการ strip เซอร์โคเนียม

เงื่อนไข : สารละลายอินทรีย์ที่ผ่านการสกัดเซอร์โคเนียม (หัวข้อ 4.2.5)

ซึ่งมีเซอร์โคเนียมที่ความเข้มข้นต่าง ๆ ดังนี้ 1.99, 3.99, 5.97, 9.93, 13.90, 19.70, 29.39, 39.05, 47.11, 54.20 Zr g/l

ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริกที่ใช้ strip 3.6 M HCl

ปริมาตรของสารละลายอินทรีย์ : 3.6 M HCl

มีค่าเท่ากับ 10:1

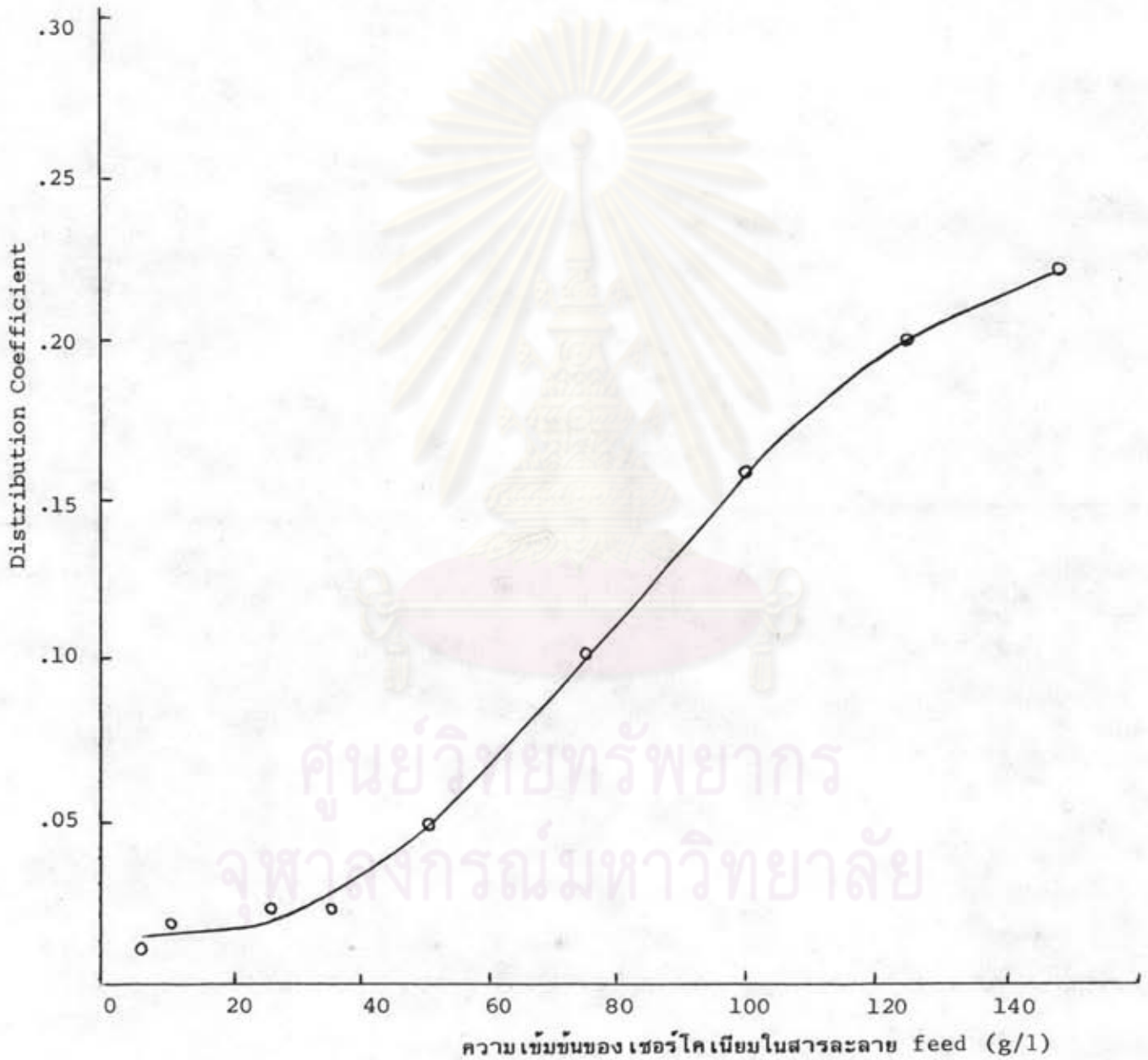
เวลาที่ใช้ stripping 25 นาที

ตารางที่ 4.8 ผลการทำ Equilibrium Curve ของการ strip เซอร์โคเนียม

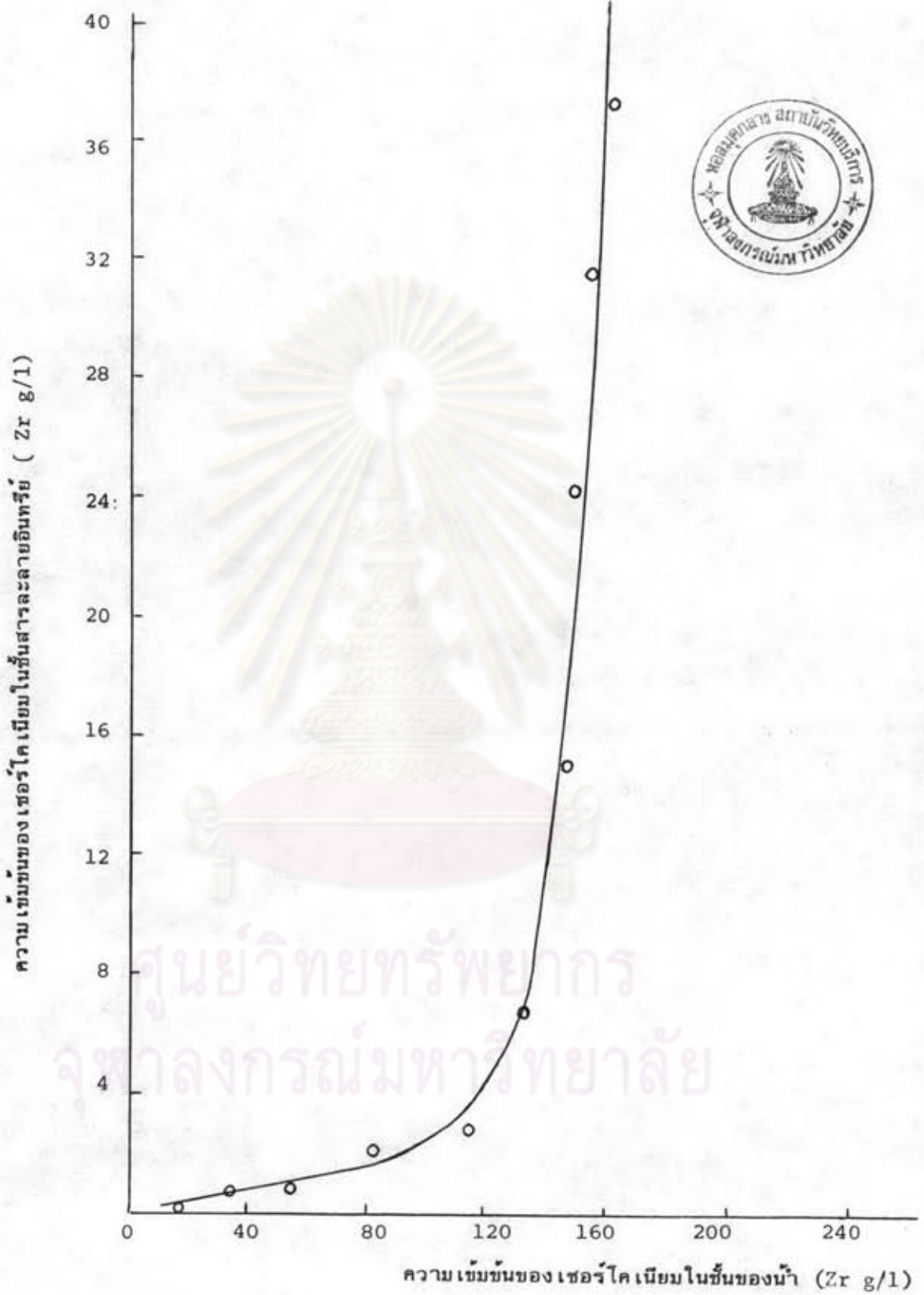
สารละลาย feed	ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม (Zr g/l)			Distribution Coefficient	% strip- ping
	ชั้นของสารละลาย อินทรีย์ (ก่อน strip)	ชั้นของน้ำ (หลัง strip)	ชั้นของสารละลาย อินทรีย์ (หลัง strip)		
5	1.99	17.7	0.22	.012	88.9
10	3.99	33.5	0.64	.019	83.9
15	5.97	52.0	0.77	.015	87.1
25	9.93	80.1	1.92	.023	80.1
35	13.90	113.1	2.59	.023	81.4
50	19.70	132.0	6.50	.049	67.0
75	29.39	146.5	14.74	.101	49.8
100	39.05	149.4	24.11	.161	38.6
125	47.11	157.2	31.39	.199	33.4
150	54.20	164.7	37.73	.229	32.6

รูปที่ 4.13 แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง ความเข้มข้นของสารละลาย feed ของเซอร์โคเนียมต่าง ๆ กับค่า distribution coefficient จะเห็นได้ว่า เมื่อความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลายเพิ่มขึ้น ค่า distribution coefficient จะเพิ่มขึ้นด้วย ค่า distribution coefficient เป็น อัตราส่วนระหว่างความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลายอินทรีย์ ต่อ ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม ในชั้นของน้ำ นั่นคือ ถ้าสารละลาย feed มีความเข้มข้นของ เซอร์โคเนียมสูงจะทำให้การ strip เซอร์โคเนียม ออกจากชั้นของ สารละลายอินทรีย์ได้ไปดี ดังนั้น เพื่อให้ stripping สูง ๆ อาจทำการ สกัดแบบ Counter current ได้ ส่วนรูปที่ 4.14 จะแสดง equilibrium curve ของการ strip เซอร์โคเนียม ซึ่งเป็นกราฟที่แสดงความสัมพันธ์ ระหว่างความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม ในชั้นของน้ำ และในชั้นของสารละลาย อินทรีย์ หลังการ strip เซอร์โคเนียม ออกจากชั้นของสารละลายอินทรีย์ที่ ผ่านการสกัดในข้อที่ 4.2.5 แล้ว ได้ equilibrium curve เป็นเส้นโค้ง ที่มีลักษณะต่างกับการสกัด คือ เมื่อความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed ค่ากว่า 35 Zr g/l แล้ว ความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ เซอร์โคเนียม ในชั้นของสารละลายอินทรีย์ กับ ในชั้นของสารละลายกรดไฮดรอกลอริกเจือจางที่ใช้ strip มีการเปลี่ยนแปลงน้อย และเริ่มมีการเปลี่ยนแปลง ค่อนข้างมาก เมื่อสารละลาย feed มีเซอร์โคเนียม ตั้งแต่ 50 Zr g/l ขึ้นไป นั่นคือ ถ้าสารละลาย feed มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมสูง จะทำให้การ strip เซอร์โคเนียม ได้ไปดีนั่นเอง ดังโคกล่าวแล้วข้างต้น

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.13 ผลของความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมในสารละลาย feed ที่มีต่อการ stripping



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.14 Equilibrium curve ของการ strip เซอร์โคเนียม

4.2.7 ผลการสกัดแซฟเนียม

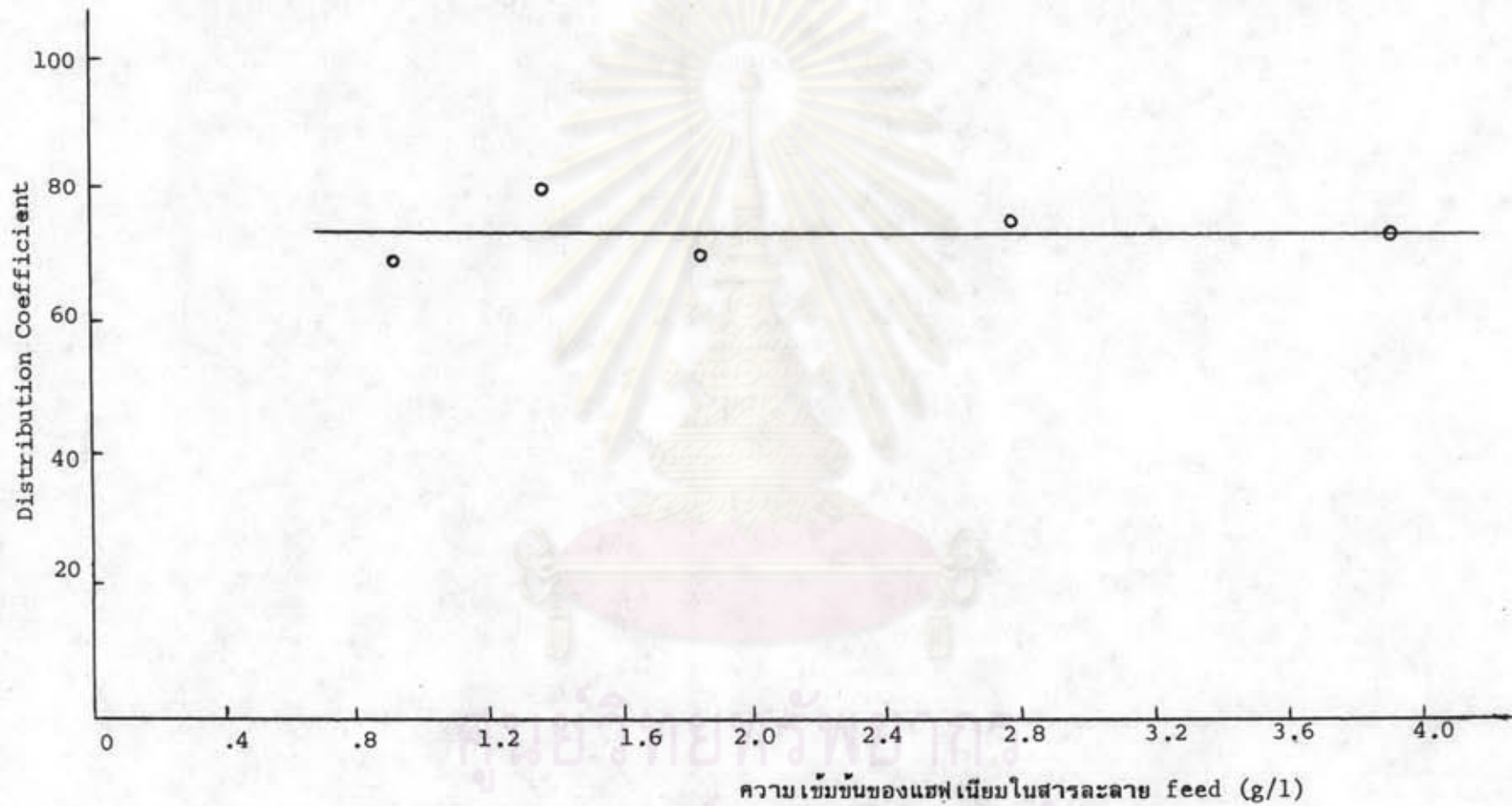
เงื่อนไข : ความเข้มข้นของแซฟเนียม ในสารละลาย feed มีค่าต่าง ๆ ดังนี้
 .9176, 1.3763, 1.8351, 2.7527 และ 3.6702 (Hf g/l)
 ซึ่งแต่ละความเข้มข้น มี 1 M HCl และ 1 M NH_4CNS
 สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH_4CNS ใน Hexone
 เวลาที่ใช้สกัด 10 นาที
 ปริมาตรของสารละลาย feed : สารละลายอินทรีย์ มีค่าเท่ากับ
 1:2.5

ตารางที่ 4.9 ผลการทำ Equilibrium Curve ของการสกัดแซฟเนียม

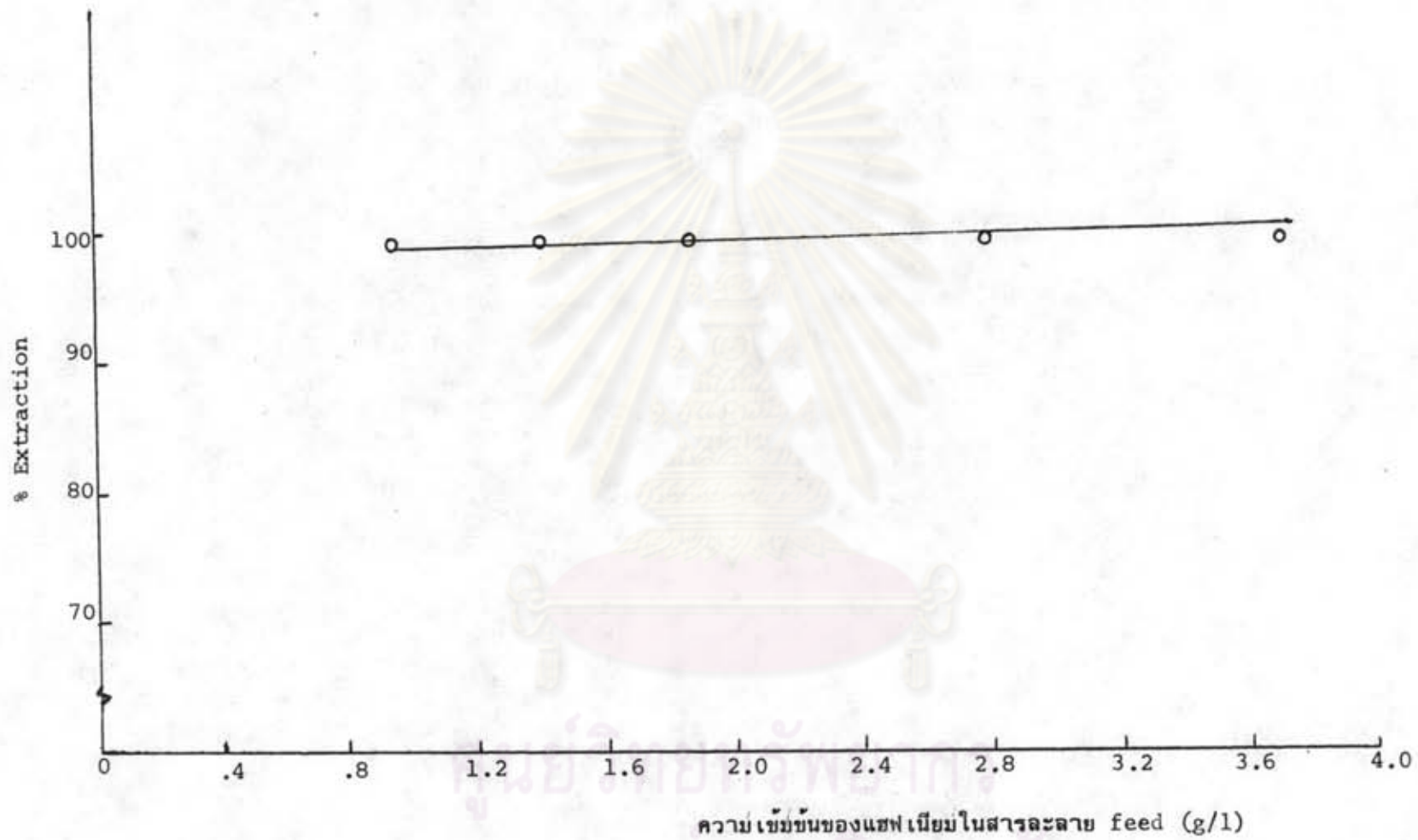
สารละลาย feed	ความเข้มข้นของแซฟเนียม (Hf g/l)		Distribution Coefficient	Extraction %
	ชั้นของน้ำ (หลังสกัด)	ชั้นของสารละลาย อินทรีย์ (หลังสกัด)		
.9176	.0054	.3649	67.57	99.42
1.3763	.0069	.5478	79.39	99.51
1.8351	.0105	.7298	69.50	99.42
2.7527	.0148	1.0952	74.00	99.47
3.6702	.0202	1.4600	72.28	99.45

รูปที่ 4.15 และ 4.16 แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของ แสฟเนียมในสารละลาย feed กับค่า Distribution Coefficient และกับ ค่า % Extraction ตามลำดับ พบว่า ความเข้มข้นของแอสฟเนียมในช่วง 0.8 ถึง 4.0 g/l ความสามารถในการสกัดค่อนข้างคงที่ เนื่องจากช่วงความเข้มข้นของแอสฟเนียม ไม่ต่างกันมาก เหมือนกรณีเซอร์โคเนียม จึงไม่เห็นความแตกต่างของความสามารถในการสกัดแอสฟเนียม การศึกษาความเข้มข้นของ แสฟเนียมในช่วงนี้ เพื่อให้สอดคล้องกับกรณีตัวอย่างแร่เซอร์คอน ซึ่งมีปริมาณของ แสฟเนียมต่ำกว่าเซอร์โคเนียมประมาณ 30 เท่า อย่างไรก็ตาม ความสามารถ ของการสกัดแอสฟเนียมในช่วงนี้ ค่อนข้างสูง แม้ว่าจะสกัดแบบ batch เพียง ครั้งเดียวก็ตาม ส่วนรูปที่ 4.17 แสดง equilibrium curve ของการ สกัดแอสฟเนียม ซึ่งแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของแอสฟเนียมในชั้นของน้ำ และสารละลายอินทรีย์ หลังการสกัด และ curve ที่ได้เป็นเส้นตรง แสดงว่า ความเข้มข้นของแอสฟเนียมในสารละลาย feed ในช่วง 0.8 ถึง 4.0 Hf g/l นี้ จะมีความสามารถในการถูกสกัดด้วยสารละลายอินทรีย์ เฮกไซน ได้เท่า ๆ กัน คือ ปริมาณของแอสฟเนียม ในชั้นของสารละลายอินทรีย์ จะแปรผันตรงกับ ปริมาณแอสฟเนียม ที่เหลืออยู่ในชั้นของน้ำนั่นเอง

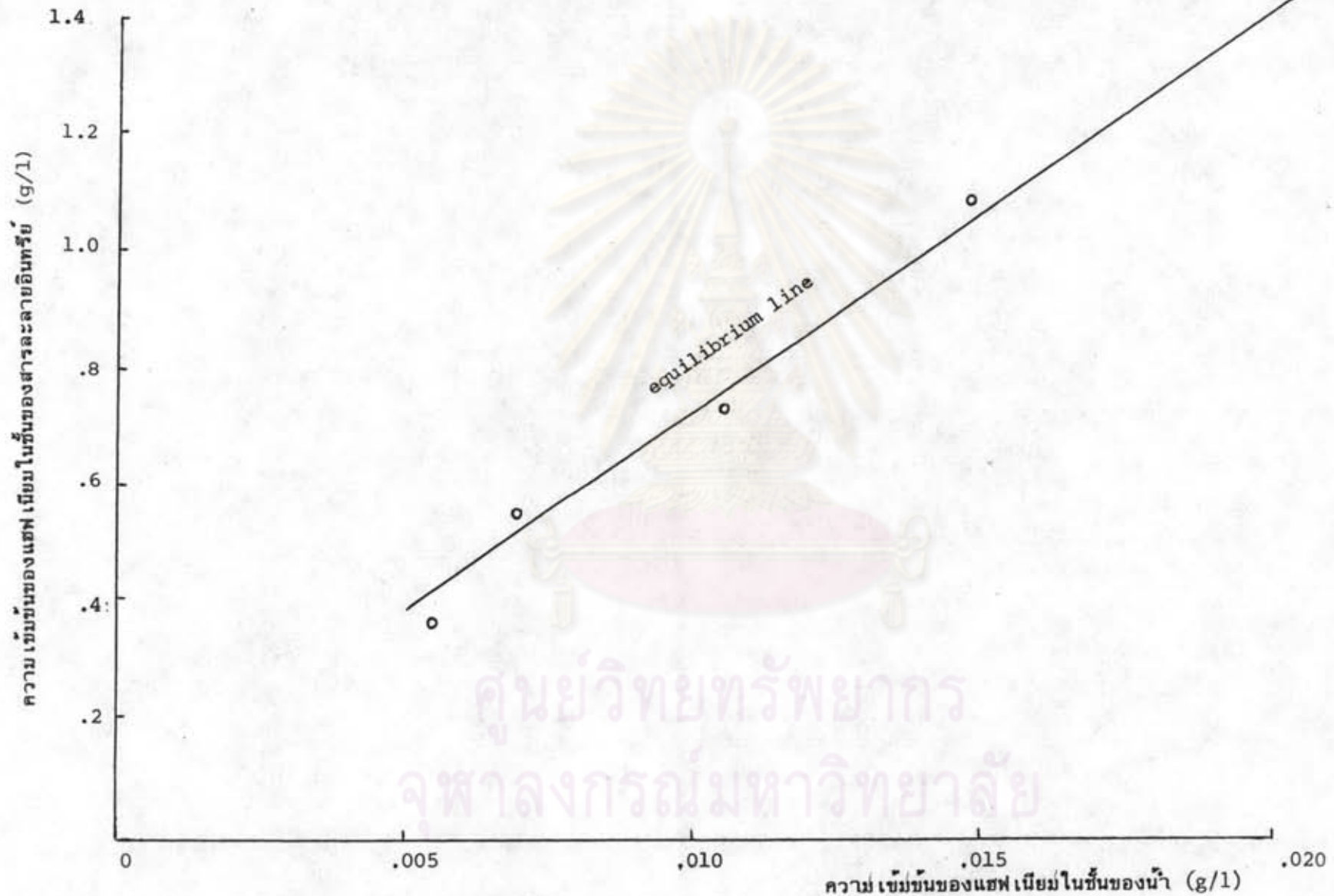
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.15 ผลของความเข้มข้นของแอสฟเนียมในสารละลาย feed ที่มีต่อ distribution coefficient



รูปที่ 4.16 ผลของความเข้มข้นของแซฟเนียมในสารละลาย feed ที่มีต่อ % Extraction



รูปที่ 4.17 Equilibrium curve ของการสกัดแอสฟนิคม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.8 ผลการสกัดเซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม การ strip
เซอร์โคเนียม หรือ scrub แฮฟเนียม

เงื่อนไข : ความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม ในสารละลาย feed
 มีค่าเท่ากับ 118 Zr g/l และ 2.97 Hf g/l
 ซึ่งมี 1 M HCl และ 1 M NH_4 CNS
 สารละลายอินทรีย์ 2.7 M NH_4 CNS ใน Hexone
 เวลาที่ใช้สกัด 10 นาที
 ความเข้มข้นของกรดไฮโดรคลอริก ที่ใช้ strip 3.6M HCl
 ปริมาตรของสารละลาย feed : สารละลายอินทรีย์ : 3.6M HCl
 มีค่าเท่ากับ 1 : 2.5 : 0.25 ตามลำดับ
 เวลาที่ใช้ strip 25 นาที

ตารางที่ 4.10 ผลการสกัด เซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม การ strip
เซอร์โคเนียม หรือ scrub แฮฟเนียม

อัตราส่วนของเซอร์โคเนียมต่อแฮฟเนียม (Zr/Hf)

สารละลาย feed สารละลายน้ำ สารละลายอินทรีย์ สารละลายน้ำ สารละลายอินทรีย์
 (หลังสกัด) (หลังสกัด) (หลัง strip) (หลัง strip)

39.7 57.5 37.9 91.2 11.9

ตารางที่ 4.10 จะแสดงอัตราส่วนของ เซอร์โคเนียมต่อแอสเฟเนียม ใน สารละลายต่าง ๆ ของขั้นตอนการสกัด และ strip เซอร์โคเนียม พบว่าสารละลายอินทรีย์ (หลังสกัด) มีอัตราส่วนของเซอร์โคเนียม ต่อแอสเฟเนียมต่ำกว่า สารละลาย feed เล็กน้อย แสดงว่า การสกัดแอสเฟเนียม เข้าไปอยู่ในชั้น สารละลายอินทรีย์ ได้ดีกว่า เซอร์โคเนียมเล็กน้อย และเมื่อทำการ strip พบว่า สารละลายน้ำ (หลัง strip) มีอัตราส่วนของเซอร์โคเนียมต่อแอสเฟเนียม สูงกว่า สารละลายอินทรีย์ หลัง strip นั่นคือ เซอร์โคเนียมจะถูก strip เข้าไปอยู่ในชั้นของกรดไฮโดรคลอริกเจือจาง ได้ดีกว่าแอสเฟเนียม นั่นเอง



ศูนย์วิทยพักร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.9 ผลการแยกเซอร์โคเนียม ออกจากแฮฟเนียม จากแร่เซอร์คอน
โดยการหลอมแร่กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ และทำการ
สกัดด้วยกระบวนการ Hexone - thiocyanate

การหลอมแร่ กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ ได้กล่าวไว้แล้วในหัวข้อ 3.3 ได้ผลิต $Zr(Hf)OCl_2 \cdot 8H_2O$ แล้วนำมาละลายน้ำเติมกรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม โทไอโซยานาต เป็นสารละลาย feed ตามต้องการ แล้วทำการสกัดวิธีที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 3.4 จนกระทั่งได้ตะกอนของเซอร์โคเนียม ออกไซด์ ในหัวข้อ 3.5

ตารางที่ 4.11 ผลการแยกเซอร์โคเนียม ออกจากแฮฟเนียม จากแร่เซอร์คอน

เงื่อนไขวิธี	ปริมาณเซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม ในตัวอย่างออกไซด์ % ZrO_2	% HfO_2	อัตราส่วนของ ZrO_2/HfO_2
1	96.09	2.18	44.1
2	97.32	1.85	52.6
3	98.00	0.64	153.1
4	93.89	1.59	59.1
5	59.70	0.32	186.6
แร่เซอร์คอน	31.84	0.87	36.6
ผลิต $Zr(Hf)OCl_2 \cdot 8H_2O$	36.80	1.00	36.8

หมายเหตุ

<u>เงื่อนไขวิธี</u>	<u>แบบการสกัด</u>	<u>แบบการ strip</u>	<u>จำนวน cycle</u> <u>ของการสกัด</u> <u>และ strip</u>	<u>การกำจัด CNS⁻</u> <u>ด้วย Pure hexone</u> <u>(Aq:Org=1:1)</u> <u>2 ครั้ง</u>
1	Batch 3 ครั้ง	Batch 3 ครั้ง	1	ไม่ได้กำจัด
2	Batch 3 ครั้ง	Batch 3 ครั้ง	1	กำจัด
3	Batch 3 ครั้ง	Batch 3 ครั้ง	4	กำจัด
4	Counter Current 5 ครั้ง	Counter Current 5 ครั้ง	1	กำจัด
5	Counter Current 5, 3 และ 3 ครั้ง	Counter Current 5, 3 และ 3 ครั้ง	3	ไม่ได้กำจัด

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

จากการทดลอง จะเห็นได้ว่า ในกระบวนการตกตะกอนด้วยวิธีที่กล่าวไว้ในหัวข้อ 3.5 นั้น ถ้าหากมี โทโอโซยานาเนต อีออน มากเกินไป จะทำให้ความบริสุทธิ์ของ เซอร์โคเนียมลดลง (เปรียบเทียบเงื่อนไขวิธี 1 และ 2 ซึ่งทำการสกัด และ strip เหมือนกัน) นั่นคือ อัตราส่วนของ เซอร์โคเนียม ออกไซด์ ต่อแอสฟเนียม ออกไซด์ มีค่าลดลง นอกจากนี้จะได้เปอร์เซ็นต์ของ เซอร์โคเนียม ออกไซด์ ในตะกอนที่เผาแล้วลดลงอีกด้วย ซึ่งสามารถสนับสนุนด้วยการเอาสารละลายน้ำ หลังสกัด ร่วมกับ raffinate หลัง strip ที่ได้จากเงื่อนไขวิธีที่ 5 (สกัดและ strip ด้วยวิธี counter current) ซึ่งในกระบวนการนี้ ไม่ได้กำจัด โทโอโซยานาเนต อีออน หลังการตกตะกอนตามหัวข้อ 3.5 แล้ว พบว่ามี 59.70% ZrO_2 และ 0.32% HfO_2 เท่านั้น ดังนั้น ก่อนทำการตกตะกอน จึงต้องชะล้าง (scrub) เอาโทโอโซยานาเนต อีออน ออกให้หมดเสียก่อน

ในการเพิ่มความบริสุทธิ์ เซอร์โคเนียม โดยการสกัดแบบ batch จำนวน 10 cycle พบว่าสารละลายที่ได้จากการ strip ด้วย 3.6 M HCl ครั้งสุดท้าย คือ Cycle ที่ 10 นั้น เมื่อนำมาชะล้างเอา โทโอโซยานาเนต อีออน ออกไปด้วย เซกโซนบริสุทธิ์ แล้วมาทำการตกตะกอนพบว่า ไม่มีตะกอนเกิดขึ้น แสดงว่า ปริมาณของสารละลาย feed ที่ใช้น้อยเกินไป และในกระบวนการสกัดแต่ละขั้นตอน อาจมีการระเหยให้สารละลายงวดลง เพื่อปรับปริมาตรของสารละลายให้เหมาะสม ในขั้นตอนนี้จะมิตะกอนเกิดขึ้น ซึ่งมีเซอร์โคเนียมปนอยู่ด้วย ทำให้มีการสูญเสีย เซอร์โคเนียมไปค่อนข้างมาก จึงควรทำการสกัดแบบต่อเนื่องมากกว่าแบบ batch ดังนั้น ถ้านำเอา aqueous phase หลังสกัดเท่านั้น มา recycle หลาย ๆ ครั้ง ก็อาจจะได้จุดหมายของ เซอร์โคเนียมที่บริสุทธิ์ขึ้นนิวเคลียร์เกรดได้ แต่ ปริมาณของสารละลาย feed จะต้องมีมากเพียงพอด้วย ซึ่งจะต้องมีปริมาณแอสฟเนียมต่ำกว่า 150 ppm ในออกไซด์ของ เซอร์โคเนียม บริสุทธิ์เกือบ 100% นั่นคือจะต้องมีอัตราส่วนของ เซอร์โคเนียม ออกไซด์ ต่อแอสฟเนียม ออกไซด์ มีค่าประมาณ 6,600

ตารางที่ 4.12 ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในเซอร์โคเนียมออกไซด์ (สกัด 3 ครั้ง และ strip 3 ครั้ง จำนวน 4 cycle)

ส่วนประกอบ	ปริมาณออกไซด์ของธาตุ (% โดยน้ำหนัก)
ZrO ₂	98.00
SnO ₂	0.1500
SiO ₂	0.0360
WO ₃	0.1100
CeO ₂	N.D.
TiO ₂	0.0500
La ₂ O ₃	0.0024
Nd ₂ O ₃	N.D.
HfO ₂	0.6400
Al ₂ O ₃	0.1730
ThO ₂	0.0085
Pr ₂ O ₃	0.0630
Ta ₂ O ₅	0.0003
Y ₂ O ₃	N.D.
Sm ₂ O ₃	0.0026
MnO ₂	0.0170
UO ₂	0.0009
Dy ₂ O ₃	0.0038
Eu ₂ O ₃	0.0035
Sc ₂ O ₃	N.D.
V ₂ O ₅	N.D.

N.D. = not detected

ตารางที่ 4.12 แสดงผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณของธาตุต่าง ๆ ในเซอร์โคเนียม ออกไซด์ ที่ได้จากรั่วเซอร์คอนที่ผ่านกระบวนการทำให้บริสุทธิ์ โดยการสกัดด้วยกระบวนการ hexone - thiocyanate แล้ว ธาตุเจือปนต่าง ๆ นอกจากเซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม ได้นำเอา ออกไซด์ ที่ได้จากหัวข้อ 4.2.9 ในเงื่อนไขวิธี 3 ซึ่งให้เซอร์โคเนียม ออกไซด์ ที่ค่อนข้างบริสุทธิ์ มาทำการวิเคราะห์เชิงปริมาณ โดยวิธี Neutron Activation Analysis เป็นการตรวจสอบประสิทธิภาพของเซอร์โคเนียม ออกไซด์ ที่ได้ นั่นเอง พบว่า ดีบุก และซิลิคอน ซึ่งเป็นธาตุหลักในแร่เซอร์คอนนั้นถูกแยกออกไปได้มาก และธาตุเจือปนอื่น ๆ ก็มีปริมาณลดลงมากเช่นกัน อย่างไรก็ตาม เซอร์โคเนียมที่สกัดได้ยังไม่บริสุทธิ์พอที่จะ เป็นนิวเคลียร์ เกรด ได้



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

4.2.10 ผลการแยก เซอร์โคเนียมออกจากแอฟเนียม โดยวิธีแลกเปลี่ยน

อ็อน

เงื่อนไข : เรซิน - Dowex 50 W-X 8 , 20 - 50 เมช
 ปริมาตรของเรซิน - 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 สารละลายชะล้าง - 6 M HCl
 อุณหภูมิ - อุณหภูมิห้อง
 อัตราการไหล - 2 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที
 เส้นผ่าศูนย์กลางของคอลัมน์ - 2 เซนติเมตร
 สารละลาย feed 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีเซอร์โคเนียม
 2.275 กรัม และแอฟเนียม 0.07410 กรัม
 สารละลายที่เหลือหลังจากทำให้เรซินอิ่มตัวมีเซอร์โคเนียม
 1.000 กรัม และแอฟเนียม 0.03627 กรัม
 เรซินที่อิ่มตัวปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีเซอร์โค-
 นียม 1.275 กรัม และแอฟเนียม 0.03783 กรัม

ปริมาณของ เซอร์โคเนียมและแอฟเนียมในปริมาตรต่าง ๆ (fraction)
 ที่ออกจากคอลัมน์ ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.13 ส่วนกราฟการชะล้างแสดงไว้ในรูปที่
 4.18 และ 4.20 ส่วนรูปที่ 4.19 จะแสดงการเปรียบเทียบอัตราส่วนของ เซอร์โคเนียม
 และแอฟเนียม ในแต่ละส่วนของสารละลายชะล้าง

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 4.13 แสดงปริมาณของ เซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม ในปริมาณต่าง ๆ
ที่ออกจากคอลัมน์จากการแยกด้วยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

fraction	ปริมาณผสม (ลูกบาศก์- เซนติเมตร)	ความเข้มข้น (กรัม / ลิตร)		
		เซอร์โคเนียม	แฮฟเนียม	Zr/Hf
1	12.5	N.D.	N,D	N.D.
2	25.0	0.03	.00108	27.78
3	37.5	1.00	.03997	25.02
4	50.0	1.93	.11760	16.41
5	62.5	1.56	.10330	15.10
6	75.0	1.35	.07133	18.93
7	87.5	1.07	.05882	18.19
8	100.0	0.79	.04913	16.08
9	112.5	0.73	.04535	16.09
10	125.0	0.65	.03727	17.44
11	137.5	0.56	.03132	17.88
12	150.0	0.49	.02683	18.26
13	162.5	0.39	.02501	15.59
14	175.0	0.38	.02166	17.54
15	187.5	0.32	.01895	16.89
16	200.0	0.29	.01697	17.09
17	212.5	0.26	.01758	14.79
18	225.0	0.26	.01621	16.04
19	237.5	0.23	.01480	15.54
20	250.0	0.22	.01351	16.28

ตารางที่ 4.13 (ต่อ) แสดงปริมาณของเซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม ในปริมาณ

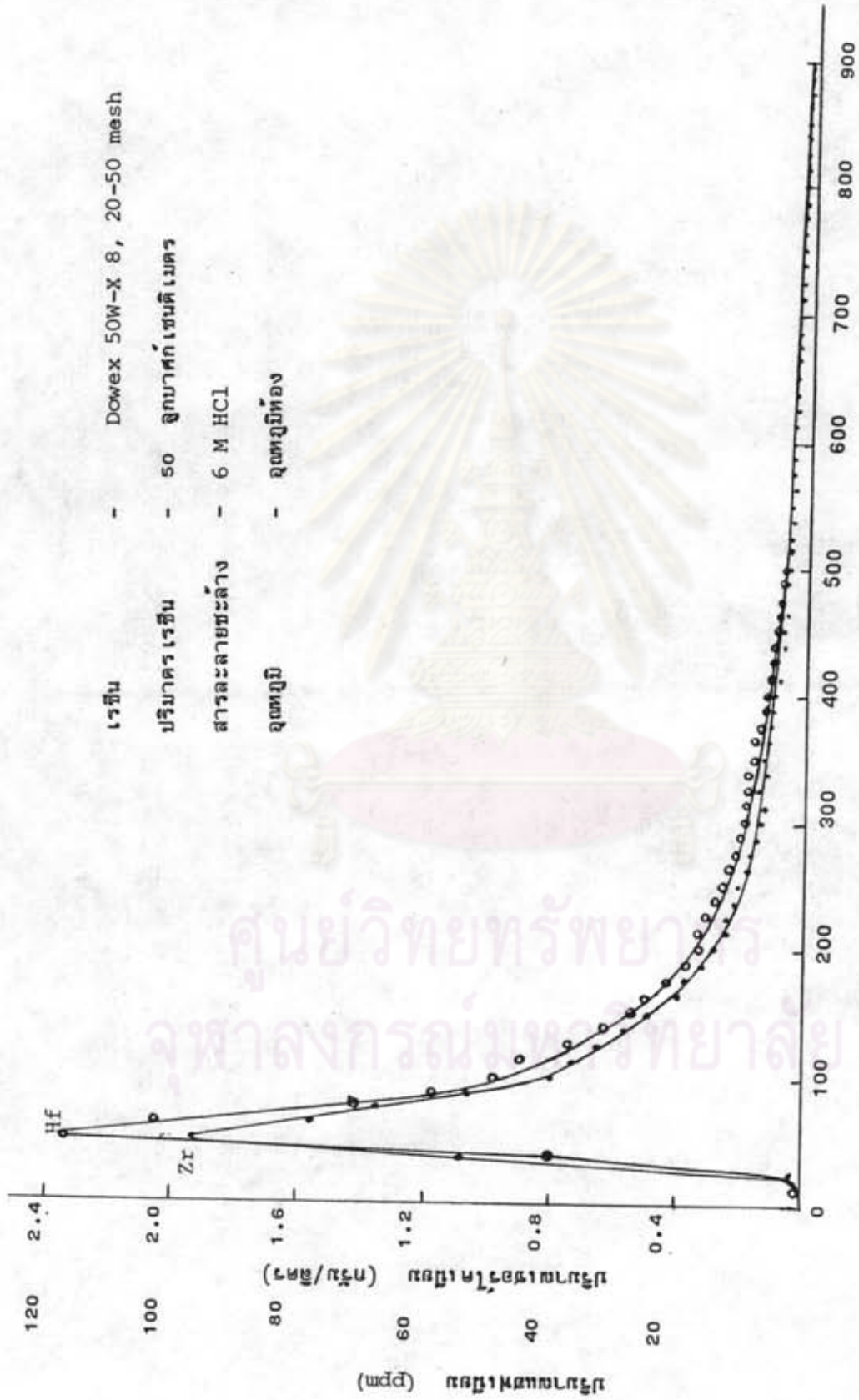
ต่าง ๆ ที่ออกจากคอลัมน์ จากการแยกด้วยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

fraction	ปริมาณสะสม (ลูกบาศก์ - เซนติ เมตร)	ความเข้มข้น (กรัม/ลิตร)		
		เซอร์โคเนียม	แฮฟเนียม	Zr/Hf
21	262.5	0.19	.01289	14.74
22	275.0	0.18	.01171	15.37
23	287.5	0.16	.01049	15.25
24	300.0	0.15	.00981	15.29
25	312.5	0.14	.00972	14.40
26	325.0	0.16	.00957	16.72
27	337.5	0.13	.00926	14.04
28	350.0	0.14	.00865	16.18
29	362.5	0.12	.00834	14.39
30	375.0	0.12	.00801	14.98
31	387.5	0.10	.00692	14.45
32	400.0	0.11	.00637	17.27
33	412.5	0.09	.00604	14.90
34	425.0	0.12	.00571	21.02
35	437.5	0.08	.00543	14.73
36	450.0	0.08	.00509	15.72
37	462.5	0.07	.00501	13.97
38	475.0	0.08	.00473	16.91
39	487.5	0.06	.00429	13.99
40	500.0	0.06	.00396	15.15

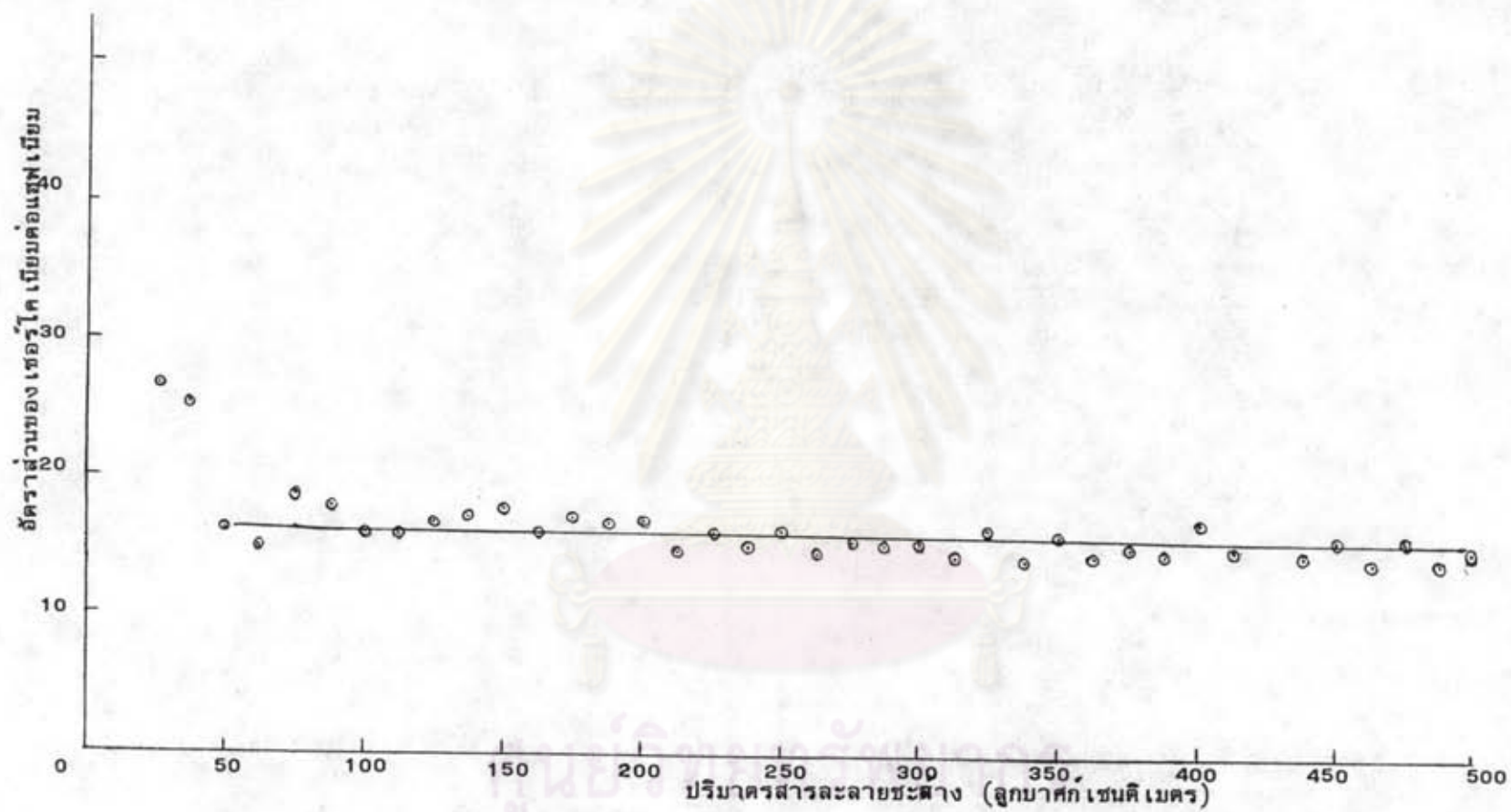
ตารางที่ 4. 13 (ต่อ) แสดงปริมาณของเซอร์โคเนียม ในปริมาณต่าง ๆ ที่ออกจาก
คอลัมน์ จากการแยกด้วยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

fraction	ปริมาตรสะสม (ลูกบาศก์- เซนติ เมตร)	ปริมาณ เซอร์โคเนียม (กรัม/ลิตร)	fraction	ปริมาตรสะสม (ลูกบาศก์- เซนติ เมตร)	ปริมาณ เซอร์โคเนียม (กรัม / ลิตร)
41	512.5	0.06	61	762.5	0.03
42	525.0	0.06	62	775.0	0.03
43	537.5	0.05	63	787.5	0.02
44	550.0	0.06	64	800.0	0.02
45	562.5	0.05	65	812.5	0.03
46	575.0	0.06	66	825.0	0.03
47	587.5	0.05	67	837.5	0.02
48	600.0	0.05	68	850.0	0.02
49	612.5	0.05	69	862.5	0.02
50	625.0	0.04	70	875.0	0.02
51	637.5	0.04	71	887.5	0.02
52	650.0	0.05	72	900.0	0.02
53	662.5	0.04			
54	675.0	0.04			
55	687.5	0.04			
56	700.0	0.04			
57	712.0	0.03			
58	725.0	0.03			
59	737.5	0.03			
60	750.0	0.03			

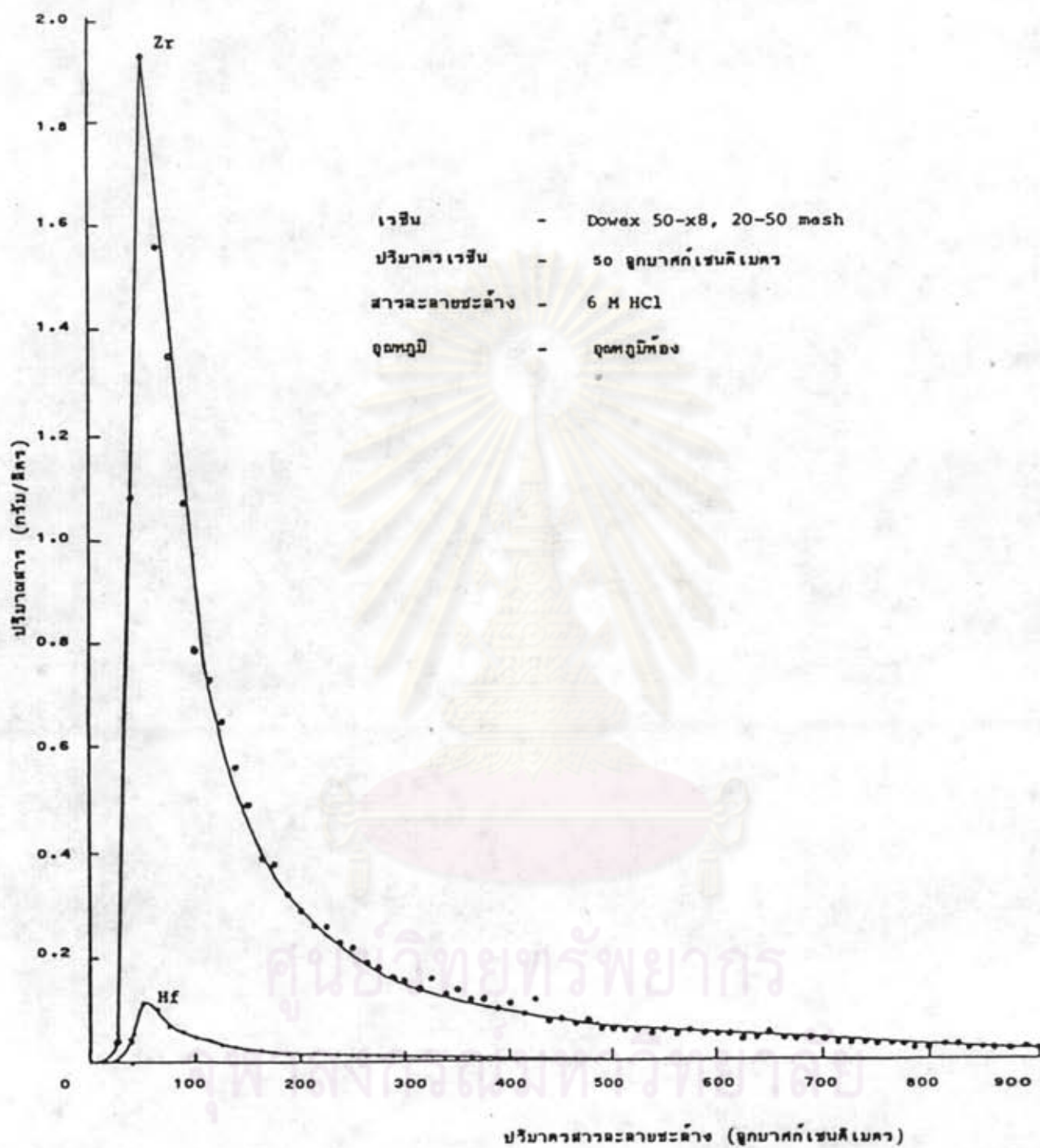
N.D. = not detected



รูปที่ 4.18 กราฟการชะล้างของ เซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม ปริมาตรสารละลายชะล้าง (ลูกบาศก์ เซนติเมตร)



รูปที่ 4. 19 เปรียบเทียบอัตราส่วนของ เซอร์โคเนียมต่อแอสฟเนียมในแต่ละส่วนของสารละลายต่าง



รูปที่ 4.20 การฟกการชะล้างของเซอร์โคเนียมและแฮฟเนียม

ในรูปที่ 4.18 นั้น อันที่จริงแล้วปริมาณแอสเฟนีนน้อยกว่า เซอร์โคเนียมมาก แต่เพื่อความสะดวกในการเขียนกราฟจึงขยายสเกลของปริมาณแอสเฟนีนให้เห็นชัดเจน อย่างไรก็ตาม พบว่า ปริมาณเซอร์โคเนียมและแอสเฟนีนจะมีค่าสูงที่สุด เมื่อใช้ปริมาณของ 6M HCl ในการชะล้างจำนวน 50 ลูกบาศก์ เซนติ เมตร เท่ากัน จากรูปจะเห็นได้ว่า กราฟการชะล้างของทั้ง เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีน มีลักษณะที่ซ้อนกันและคล้ายคลึงกันมาก ยอด peak อยู่ที่เดียวกันแสดงว่า เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีนแยกออกจากกันได้เล็กน้อย สำหรับภาวะการทดลองนี้และในรูปที่ 4.19 ซึ่งเป็นการเปรียบเทียบอัตราส่วนของ เซอร์โคเนียมต่อแอสเฟนีน ในแต่ละส่วนของสารละลายชะล้าง เป็นการสนับสนุนในรูปที่ 4.18 ในแง่ที่ว่า แม้ว่าจะใช้ปริมาณสารละลายชะล้างมากขึ้น โอกาสที่ เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีนที่ออกมา จะมีอัตราส่วนที่เกือบคงที่แสดงว่า ธาตุทั้งสองแยกออกจากกัน โดยเงื่อนไขนี้โดยยาก อาจต้องทำการศึกษารับเงื่อนไขการทดลองนี้อีกมากจึงจะได้การทดลองที่ดีและสมบูรณ์ขึ้น

รูปที่ 4.20 เป็นกราฟการชะล้างของ เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีน เช่นเดียวกับรูปที่ 4.18 แต่รูปที่ 4.20 จะแสดงปริมาณของ เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีนที่มีขนาดสเกลเดียวกัน ซึ่งความเข้มข้นแอสเฟนีนน้อยจึง เปรียบเทียบการแยกไม่ชัดเจนนัก แต่ต้องการให้เห็นความแตกต่างของปริมาณ เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีน ในแต่ละส่วนที่ออกจากคอลัมน์ ถ้าหากการทดลองนี้สามารถแยก เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีนออกจากกันได้ แอสเฟนีนจะเป็นธาตุที่จะถูกชะล้างออกมาจากคอลัมน์ก่อน เซอร์โคเนียม แต่จากกราฟทั้ง เซอร์โคเนียมและแอสเฟนีนจะถูกชะล้างออกมาเกือบพร้อม ๆ กัน จึงแยกธาตุทั้งสองออกจากกันได้โดยยาก