

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 การเตรียมตัวอย่างแร่เซอร์คอน

ตัวอย่างแร่เซอร์คอนถูกบดด้วยเครื่องบดอัตโนมัติ เป็นเวลานาน 1 ชั่วโมง ได้ขนาดของแร่ซึ่งผ่านตะแกรงขนาด 100 mesh เพื่อทำการวิเคราะห์ตัวอย่างแร่ และสำหรับทำการหลอมแร่กับค่าंग เพื่อเตรียมเป็นสารละลายในการสกัดต่อไป

3.2 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพ และปริมาณของธาตุในแร่เซอร์คอน และตัวอย่างสารละลายที่ผ่านขั้นตอนของการสกัด

3.2.1 การวิเคราะห์ด้วยวิธีนิวตรอนแอกติเวชัน (Neutron Activation Analysis)

หลักการของการวิเคราะห์โดยวิธีนี้ ก็คือ เมื่อธาตุต่าง ๆ ถูกยิง (bombard) ด้วยรังสีนิวตรอนแล้ว ทำให้เกิดการเปลี่ยนแปลงภายในนิวเคลียสของอะตอมของธาตุ เกิดเป็นไอโซโทปกับมันครึ่งสัที่มีคุณสมบัติเฉพาะตัวขึ้น แล้วจึงนำเอาไอโซโทปกับมันครึ่งสันั้น ไปวัดปริมาณรังสีและสเปกตรัม แล้วนำไปวิเคราะห์หาปริมาณและคุณภาพของธาตุนั้น ๆ ได้ ปริมาณรังสีที่เกิดขึ้นจะคำนวณได้จากสมการ

$$A = N \sigma \phi (1 - e^{-\lambda t_1}) \quad \text{-----}(1)$$

และ
$$N = \frac{NoWF}{M} \quad \text{-----}(2)$$

จาก (1) และ (2) จะได้ว่า

$$A = \frac{N_0 W f}{M} (1 - e^{-\lambda t_i})$$

- เมื่อ
- A = activity ของไอโซโทปกับมันครึ่งสี่เมื่อสิ้นสุดเวลาการอาบรังสี (dps)
 - N = จำนวนอะตอมทั้งหมดของธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่าง
 - σ = ความสามารถในการจับนิวตรอนของธาตุ (cross section) มีหน่วยเป็น ซม.²
 - ϕ = ปริมาณของนิวตรอน/ซม.²/วินาที หรือค่า neutron flux
 - λ = ค่าคงที่ของการสลายตัวของไอโซโทปที่เกิดขึ้น (decay constant) = $\frac{0.693}{t_{1/2}}$
 - $t_{1/2}$ = ค่าครึ่งชีวิตของไอโซโทปที่เกิดขึ้น (วินาที)
 - t_i = เวลาที่ใช้อาบรังสี (วินาที)
 - N_0 = Avogadro's number = 6.023×10^{23}
 - W = น้ำหนักของธาตุ (กรัม)
 - f = สัดส่วนของไอโซโทปเสถียรของธาตุนั้นในธรรมชาติ (% abundance)
 - M = มวลอะตอมของธาตุ (atomic mass)

จากความแรงรังสีที่เกิดขึ้น (activity) สามารถคำนวณปริมาณธาตุที่มีอยู่ในสารตัวอย่างได้ ในทางปฏิบัตินิยมอาบรังสีสารตัวอย่าง และสารมาตรฐานพร้อมกัน เพื่อจัดปัญหาเกี่ยวกับการเปลี่ยนแปลงของปริมาณนิวตรอน ระยะเวลาที่อาบรังสี และตำแหน่งของการอาบรังสี ดังนั้น เมื่อนำสารตัวอย่างมาเปรียบเทียบกับสารมาตรฐาน จะได้ความสัมพันธ์ ดังนี้ คือ

$$\frac{\text{น้ำหนักของธาตุในสารตัวอย่าง}}{\text{น้ำหนักของธาตุในสารมาตรฐาน}} = \frac{\text{ความแรงรังสีของสารตัวอย่าง}}{\text{ความแรงรังสีของสารมาตรฐาน}}$$

การจำแนกนิวตรอนตามขนาดของพลังงาน อาจจำแนกออกได้เป็น
2 พวก คือ

ก. เทอร์มัลนิวตรอน (thermal neutron) หมายถึง อนุภาคนิวตรอน
ที่มีพลังงานค่า 0.025 อิเล็กตรอนโวลต์ (eV) ซึ่งใช้ทำให้เกิดปฏิกิริยา (n, γ)
กับธาตุได้แทบทุกชนิด

ข. นิวตรอนเร็ว (fast neutron) หมายถึงอนุภาคนิวตรอนที่มีพลังงาน
มากกว่า 1 ล้านอิเล็กตรอนโวลต์ (1 MeV) ซึ่งสามารถทำให้เกิดปฏิกิริยานิวเคลียร์
แบบ (n, p), (n, α), ($n, 2n$), (n, f) ได้ นอกจากนี้ยังมีนิวตรอนอีกชนิดหนึ่ง
ซึ่งมีระดับพลังงานต่ำกว่านิวตรอนเร็วเล็กน้อย เรียกว่า อีพิเทอร์มัลนิวตรอน
(epithermal neutron)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

- ก. vial ขนาด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ข. เครื่องมือสำหรับ seal พวก พลาสติก
- ค. เครื่องวัดรังสีแกมมา

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องวัดรังสีแกมมา มีดังนี้

1. หัววัดรังสีแบบกึ่งตัวนำ (Semiconductor Detector)

Gamma - x - rays High - Purity
Germanium Detector ของ ORTEC model
GMX - 18200

2. High Voltage Supply ของ ORTEC model 459

3. Amplifier ของ ORTEC model 472
4. Multichannel Pulse Height Analyzer ของ
CANBERRA model 8100/e
5. Scope Display
6. Printer
7. Plotter

การจัดเครื่องวัดรังสีเป็นไปดังแผนภาพรูปที่ 3.3

สารเคมี อะลูมิเนียม ออกไซด์, ซิลิคอน ออกไซด์, สแกนเดียม ออกไซด์
ไทเทเนียม ออกไซด์, วาเนเดียม ออกไซด์, แมงกานีส -
ออกไซด์, อิตเทรียม ออกไซด์, เซอร์โคเนียม ออกไซด์,
ดีบุก ออกไซด์, แลนทานัม ออกไซด์, ซีเรียม ออกไซด์,
เพอร์ซีโอติเนียม ออกไซด์, นีโอติเนียม ออกไซด์,
ยูโรเพียม ออกไซด์, ซาแมเรียม ออกไซด์, ดิสโพรเซียม-
ออกไซด์, แอสเฟเนียม ออกไซด์, เทนทาลัม ออกไซด์,
รูลเฟรม ออกไซด์, ทอเรียม ออกไซด์, และ ยูเรเนียม-
ออกไซด์ (สารเคมีทุกตัว เป็น Spectroscopic
Pure Grade, Koch - Light Laboratories, Ltd.)

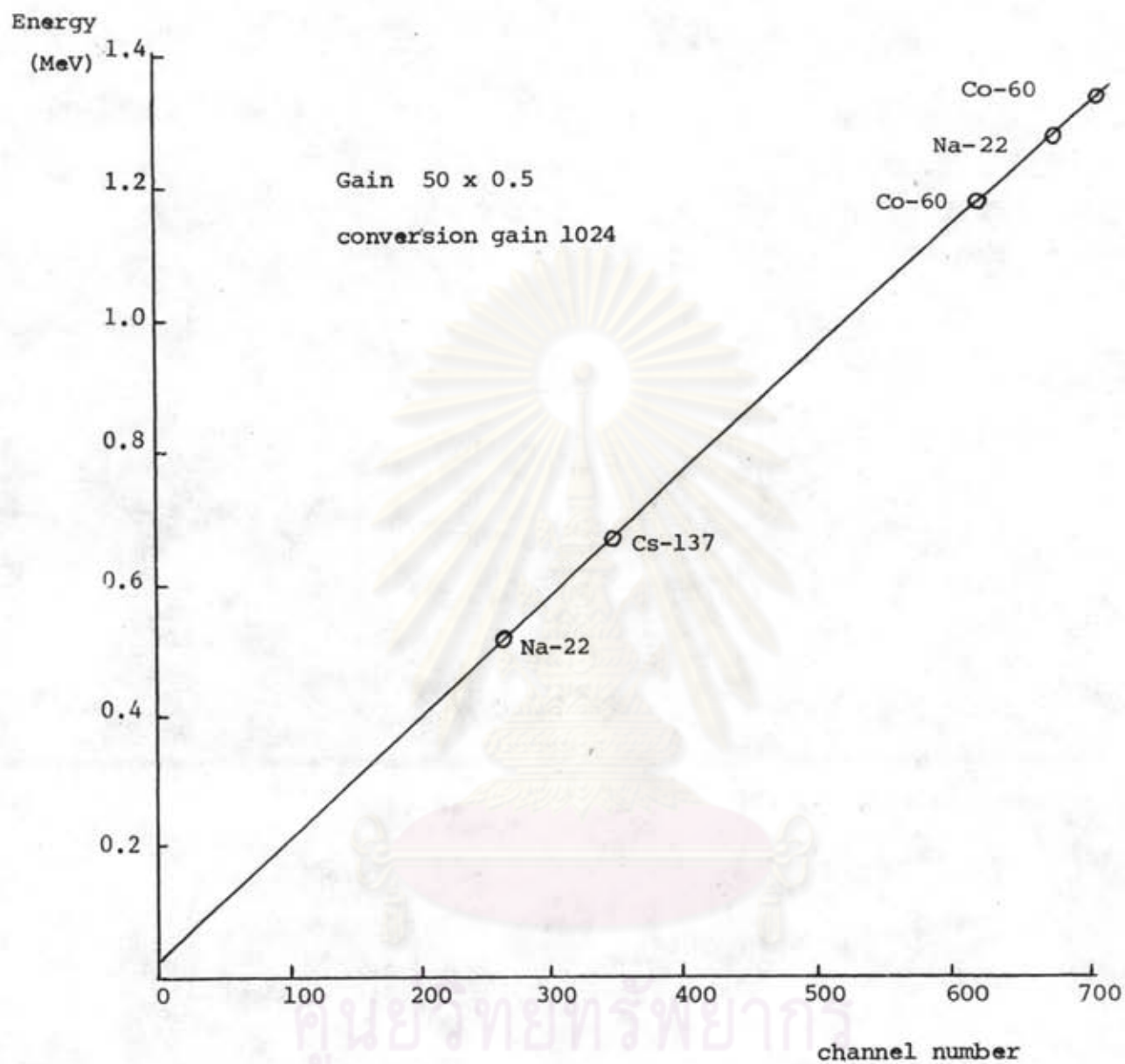
การทำ Calibration Curve ของ Detector

ก่อนทำการวิเคราะห์ตัวอย่าง จะต้องทำการ calibrate
detector ด้วยต้นกำเนิดรังสีแกมมา คือ Na - 22, Co - 60 และ Cs - 137
ได้กราฟมาตรฐาน plot ระหว่างพลังงานแกมมา และ channel number
ซึ่งแสดงไว้ในแผนภาพรูปที่ 3.1

<u>ต้นกำเนิดรังสีแกมมา</u>	<u>พลังงานแกมมา (MeV)</u>
Na - 22	0.511, 1.2745
Co - 60	1.173, 1.332
Cs - 137	0.6616



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.1 กราฟมาตรฐานของการวิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพโดยวิธี Neutron Activation Analysis ด้วยหัววัด Hp Ge

วิธีทดลอง

3.2.1.1 การวิเคราะห์เชิงคุณภาพในแร่เซอร์คอน

บรรจุตัวอย่างแร่เซอร์คอนที่บดละเอียดแล้ว ลงใน polyethylene vial ขนาด 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดฝาแล้วซีลให้สนิท นำไป อบรังสีนิวตรอนด้วยเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย ปวว 1/1 ณ สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ บางเขน กรุงเทพฯ ซึ่งมีค่า นิวตรอน ฟลักซ์ ใน core ประมาณ 10^{13} n/cm²/sec

ท่อต่าง ๆ ที่ใช้ในการอบรังสีนิวตรอน แบ่งเป็น

ก. ท่อที่ใช้สำหรับอบเฉพาะเทอร์มัล นิวตรอน เพื่อป้องกันการเกิดปฏิกิริยา (n,p) คือ ท่อเทอร์มัล คอลัมน์ (thermal column, TC) มีค่านิวตรอน ฟลักซ์ ประมาณ 0.05×10^{12} n/cm²/sec

ข. ท่อที่ใช้อบนิวตรอนทั่วไป ซึ่งมีทั้ง thermal neutron และ fast neutron ดังนั้นจะเกิดปฏิกิริยา (n,α), (n,p), (n, 2n), และ (n,n') แต่จะเกิดปฏิกิริยา (n,α) มากที่สุด ท่อเหล่านี้ได้แก่ท่อ pneumatic ที่ไม่หุ้ม Cd จะมีค่านิวตรอน ฟลักซ์ ประมาณ 0.34×10^{12} n/cm²/sec , ท่อ A - 1 มีค่านิวตรอน ฟลักซ์ ประมาณ 0.16×10^{12} n/cm²/sec, ท่อ A - 4 มีค่านิวตรอน ฟลักซ์ ประมาณ 0.176×10^{12} n/cm²/sec , ท่อ A - 5 มีค่านิวตรอน ฟลักซ์ ประมาณ 0.0097×10^{12} n/cm²/sec ท่อ L.S. 1 - 41 ซึ่งค่านิวตรอน ฟลักซ์ ของท่อที่มีเบอร์สูง จะสูงกว่า นิวตรอน ฟลักซ์ ของท่อที่มีเบอร์ต่ำ ๆ และนิวตรอน ฟลักซ์ สูงสุด มีค่าประมาณ 0.5×10^{12} n/cm²/sec



ค. ท่อที่ใช้แอม epithermal neutron ท่อนี้ควรใช้ในกรณี
 ค่า integral cross section สูงกว่า ค่า thermal cross
 section มาก ๆ หรือต้องการให้เกิดปฏิกิริยา (n,p), (n, 2n)
 หรือ (n,n') มากกว่าเกิดปฏิกิริยา (n,γ) ท่อเหล่านี้ได้แก่ท่อ pneumatic
 ที่หุ้ม Cd, CA - 2 และ CA - 3 ซึ่งมีค่า นิวตรอน พลักซ์ ลดลงตามลำดับ

ทำการบันทึกสเปกตรัม แล้วดูค่าพลังงานแกมมาที่เกิดขึ้น โดย
 เปรียบเทียบค่า channel number กับ ค่าพลังงาน จากกราฟมาตรฐาน
 ของหัววัดรังสี และติดตาม activity ของสารรังสีที่ลดลงไป เพื่อหาค่า
 ครึ่งชีวิต (half - life) ของ peak นั้น ๆ จากค่าพลังงานรังสีแกมมา
 ที่เกิดขึ้น และค่าครึ่งชีวิต จะทำให้สามารถบอกได้ว่า มีธาตุอะไรบ้างใน
 ตัวอย่างแร่นี้ ค่าครึ่งชีวิต สามารถหาได้จากความสัมพันธ์ ดังนี้⁽¹¹⁾

$$\frac{N}{N_0} = \frac{A}{A_0} = \frac{R}{R_0} = e^{-\lambda t} \quad \text{-----(1)}$$

$$\text{หรือ } \ln \frac{N_0}{N} = \ln \frac{A_0}{A} = \ln \frac{R_0}{R} = \lambda t \quad \text{-----(2)}$$

เมื่อ N_0 = จำนวนอะตอมเริ่มแรก

N = จำนวนอะตอมที่เหลือหลังจากผ่านไปเวลา t

A_0 = activity เริ่มแรก มีหน่วยเป็น curies,
 millicuries, disintegrations per second
 (dps) หรือ disintegrations per minute
 (dpm)

A = activity หลังจากผ่านไปเวลา t

R_0 = relative activity มีหน่วยเป็น counts per
 second (cps) หรือ counts per minute (cpm)

R = relative activity หลังจากผ่านไปเวลา t

λ = decay constant

$$= \frac{0,693}{t_{1/2}}$$

$t_{1/2}$ = ค่าครึ่งชีวิต (half - life)

เมื่อบันทึกค่า R_0 , R , t แล้ว จะคำนวณหาค่า $t_{1/2}$ ได้



ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

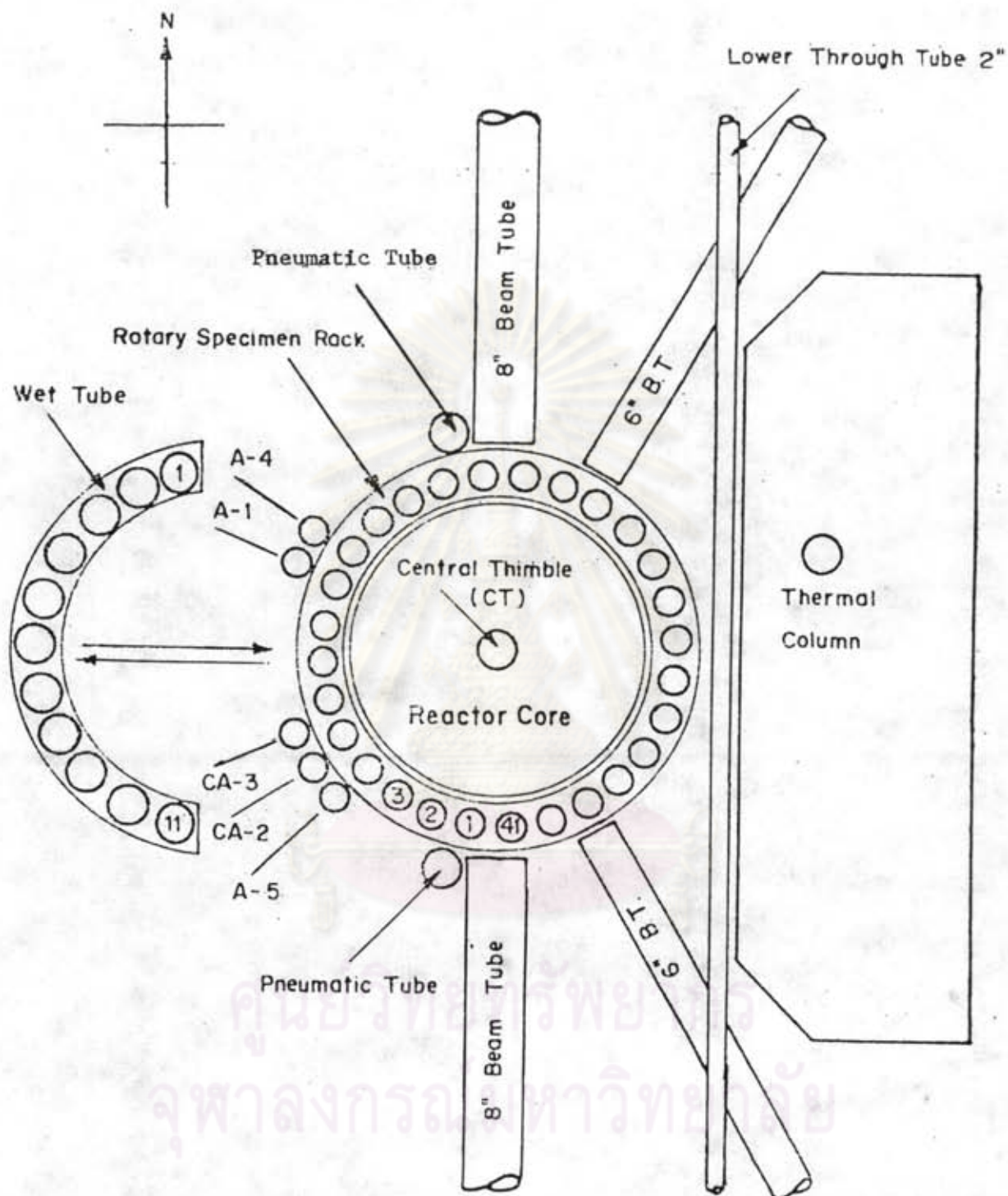
3.2.1.2 การวิเคราะห์เชิงปริมาณในแร่เซอร์คอน

ในการวิเคราะห์ตัวอย่างแร่เซอร์คอนนี้ จะใช้ ออกไซด์ ของธาตุต่าง ๆ เป็นสารมาตรฐาน ปริมาณของตัวอย่างแร่ และสารมาตรฐานนี้ จะมีค่าประมาณ 0.1 และ 0.005 กรัม ตามลำดับ บรรจุใน polyethylene vial ขนาด 1 ลูกบาศก์ เซนติเมตร ปิดฝาและซีลให้สนิท นำไปอบรังสีนิวตรอนด้วย เครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย ปรว 1/1 เงื่อนไขต่าง ๆ ที่ใช้ในการวิเคราะห์ธาตุ ต่าง ๆ ในตัวอย่าง แสดงไว้ในตารางที่ 3.1

ส่วนรูปที่ 3.2 จะแสดงแผนผังของตำแหน่งท่ออบนิวตรอน ต่าง ๆ ของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณูวิจัย ปรว 1/1 เมื่อแกนเครื่องปฏิกรณ์อยู่ที่ ตำแหน่ง "เทอร์มัล คอลัมน์" (12)



ศูนย์วิทยุทางการแพทย์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.2 ภาพแผนผังของตำแหน่งท่อขานิวตรอนต่าง ๆ ของเครื่องปฏิกรณ์ปรมาณู
วิจัย 1/1 เมื่อแกนเครื่องปฏิกรณ์อยู่ที่ตำแหน่ง "เทอร์มัล คอลัมน์" (12)

ตารางที่ ๓.๑ แสดงค่า abundance, cross section, half - life, irradiation position, irradiation time, decay time, gamma energies และ radioactive nuclides

Isotope Element	Abundance (%)	Thermal cross section (barn)	Integral cross section (barn)	Radioisotope produced	$T_{1/2}$	Irradiation position	Irradiation time	Decay time	Counting time(sec)	Gamma energies (Mev)
Al-27	100	0.23	0.17	Al-28	2.31 m.	TC	3-4 m.	2-10 m.	200-300	1.779
Si-28	92.23	0.16	0.08	Al-28	2.31 m.	with Cd	3-4 m.	2-10 m.	200-300	1.779
Sc-45	100	17.0	12.0	Sc-46	83.9 d.	A-1	6 h.	1 week	1000-2000	0.889
Ti-50	5.2	0.18	0.11	Ti-51	5.79 m.	TC	3-4 m.	2-10 m.	200-300	0.320
V-51	99.75	4.91	2.7	V-52	3.75 m.	TC	3-4 m.	2-10 m.	200-300	1.434
Mn-55	100	13.3	14.2	Mn-56	2.576 h.	(with Cd) PTS	20 m.	1-5 h.	500-1000	1.811
Y-89	100	1.0mb + 1.23	1.0	Y-89m	16.1 s.	(with Cd) PTS	1 m. (Sat.)	30-45 s.	80	0.909
Zr-94	17.4	0.05	0.30	Zr-95	65.6 d.	(with Cd or without) PTS	3-6 h.	2 weeks	600-2000	0.757, 0.724
Zr-96	2.8	0.02	6.1	Nb-96 (D)	3.81 d.	(with Cd)	3-6 h.	6.5h - 2d.	500-1000	0.743
				Zr-97	17.0 h.					0.858
				Nb-97	72.0 m.					0.832
Sn-124	5.6	0.13	7.0	Sn-125	9.7 m.	TC	3-4 m.	2-20 m.	200-300	0.332
La-139	99.91	8.94	11.4	La-140	40.27 h.	A-1	3-6 h.	5.5 h-2d.	500-2000	1.596
Ce-140	88.48	0.58	0.48	Ce-141	32.38 d.	A-1	3-6 h.	1 week	1000-2000	0.145

ศูนย์วิทยุทางการแพทย์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ ๑.๑ (ต่อ) แสดงค่า abundance, cross section, half - life, irradiation position, irradiation time, decay time, gamma energies และ radioactive nuclides

Isotope Element	Abundance (%)	Thermal cross section (barn)	Integral cross section (barn)	Radioisotope Produced	$T_{1/2}$	Irradiation position	Irradiation time	Decay time	Counting time(sec)	Gamma energies (MeV)
Pr-141	100	7.6	14.1	Pr-142	19.2h.	A-1	3-6h.	5.5h.-2d.	500-1000.	1.576
Nd-146	17.2	1.3	2.8	Nd-147	10.06d.	A-1	3-6h.	5.5h.-2d.	1000-2000	0.091, 0.531
Nd-148	5.7	2.6	17.0	Nd-149	1.8h.	PTS (with Cd)	20m-3h.	2h.	1000-2000	0.211
Eu-151	47.9	32×10^2	33×10^2	Eu-152	9.3h.	PTS (with Cd)	3-6h.	5.5h.	1000-2000	0.983
Sm-152	26.7	208	30×10^2	Sm-153	46.8h.	PTS (with Cd)	20m.	1-5h.	1000-2000	0.108
Dy-164	28.1	17×10^2	340	Dy-165 m	1.26m.	TC	3-4m.	2-5m.	200-300	0.518
		10×10^2	340	Dy-165	2.33h.	A-1	3-6h.	1-5h.	500-1000	0.0947
Hf-178	27.1	50	19×10^2	Hf-179	25.1d.	A-1 PTS	3-6h.	1 week	1000-2000	0.454, 0.362
		40	19×10^2	Hf-179m.	18.7s.	(with Cd) PTS	1m.(sat)	30-45 s.	80	0.218
Hf-179	13.7	0.43	600	Hf-180	5.5h.	(with Cd)	3-6h.	5.5h.	500-1000	0.332
Hf-180	35.2	13	94	Hf-181	42.4d.	A-1	3-6h.	1 week	1000-2000	0.462, 0.133
Ta-181	99.99	21.5	7×10^2	Ta-182	115d.	A-1	6h.	1 week	1000-2000	1.189, 1.224, 1.232
W -186	28.6	88	5×10^2	W -187	24h.	A-1	6h.	1-3d.	1000-2000	0.588
Th-232	100	7.4	86	Th-233	22.2m.	PTS (with Cd)	20m.	10m.	200-300	0.292
U -238	99.275	2.7	270	U -239	23.54m.	PTS (with Cd)	20m.	10m.	200-300	0.75

TC = Thermal Column

A-1 = Aluminum Column

PTS = Pneumatic Transferring system.

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณเซอร์โคเนียม โดยใช้เทคนิค
การเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence
 analysis)

สำหรับการทดลองนี้จะใช้เทคนิคการเรืองรังสีเอกซ์
 (XRF) ในการหาปริมาณเซอร์โคเนียมในตัวอย่างสารละลายที่เตรียมขึ้น เพื่อ
 ศึกษาภาวะที่เหมาะสมที่ใช้ในการสกัดเซอร์โคเนียมให้บริสุทธิ์ บางครั้งอาจใช้
 เทคนิคทางนิวตรอนแอคติเวชัน (NAA) ในการหาปริมาณเซอร์โคเนียม และ
 แชนเนียม ในตัวอย่างสารละลายได้ด้วย โดยใช้เงื่อนไขที่ใช้ในการวิเคราะห์
 ดังตารางที่ 3.1 ดังโลกสว่างไว้แล้วข้างต้น

หลักการของการวิเคราะห์วิธีนี้ ก็คือ ถ้าทำให้อิเล็กตรอน
 ในอะตอมหลุดออกจากวงโคจร (orbital) โดยวิธีใดก็ตามแล้ว จะ
 ทำให้เกิดการเคลื่อนย้ายของอิเล็กตรอนจากชั้นนอก ๆ เข้ามาแทนที่ หรือมี ๆ
 กับมีการปล่อยพลังงานส่วนเกินออกมาในรูปของรังสีเอกซ์ ที่มีพลังงาน และ
 ความยาวคลื่นต่าง ๆ กัน ซึ่งมีคุณสมบัติเฉพาะตัวของธาตุแต่ละธาตุ เรียกว่า
 การเรืองรังสีเอกซ์ ซึ่งมีปริมาณความเข้มของรังสีเอกซ์เฉพาะตัวที่ได้
 จากแหล่งกระตุ้นเดียวกับของธาตุต่าง ๆ จะเป็นปฏิภาคกับจำนวนอะตอมของ
 ธาตุนั้น ๆ

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

ก. ต้นกำเนิดรังสี

ต้นกำเนิดรังสีที่ใช้ในการทดลองคือ แคดเมียม-109
 (Cd - 109) ซึ่งเป็นไอโซโทปรังสีที่สลายตัวแบบ อิเล็กตรอน แคปเจอร์
 (electron capture) ให้รังสีเอกซ์เฉพาะตัวของเงิน (Ag) คือ
 Ag $K_{\alpha 1}$ (22.1 KeV) ซึ่งเหมาะสมในการกระตุ้น K - เอกซเรย์ของ
 เซอร์โคเนียม ($K_{ab} = 17.998 \text{ KeV}$) ซึ่งให้ $K_{\alpha 1} = 15.774 \text{ KeV}$

แคดเมียม - 109 ที่ใช้มีความแรงรังสี 10 mCi เมื่อเดือนสิงหาคม
2520 มีค่าครึ่งชีวิต (half - life) 453 วัน เป็นต้นกำเนิดแบบ
วงกลม (annular source) เส้นผ่าศูนย์กลางวงนอก 3.8 ซม.
วงใน 2.2 ซม. มีความหนา 0.60 ซม.

ข. เครื่องวัดรังสี

ส่วนประกอบที่สำคัญของเครื่องวัดรังสีเอกซ์ คือ

1. Si (Li) Detector ของ Ortec 7000 Series

ซึ่งประกอบด้วย

1.1 Lithium Drifted Silicon Diode

6 m.m. x 5.15 m.m.

1.2 Low noise Cryogenic Preamplifier

1.3 Liquid Nitrogen Reservoir Dewar

2. High Voltage Supply ของ Ortec model 459

3. Amplifier ของ Ortec model 716 A

4. Multichannel Pulse Height Analyzer

ของ Nuclear Data System 2200

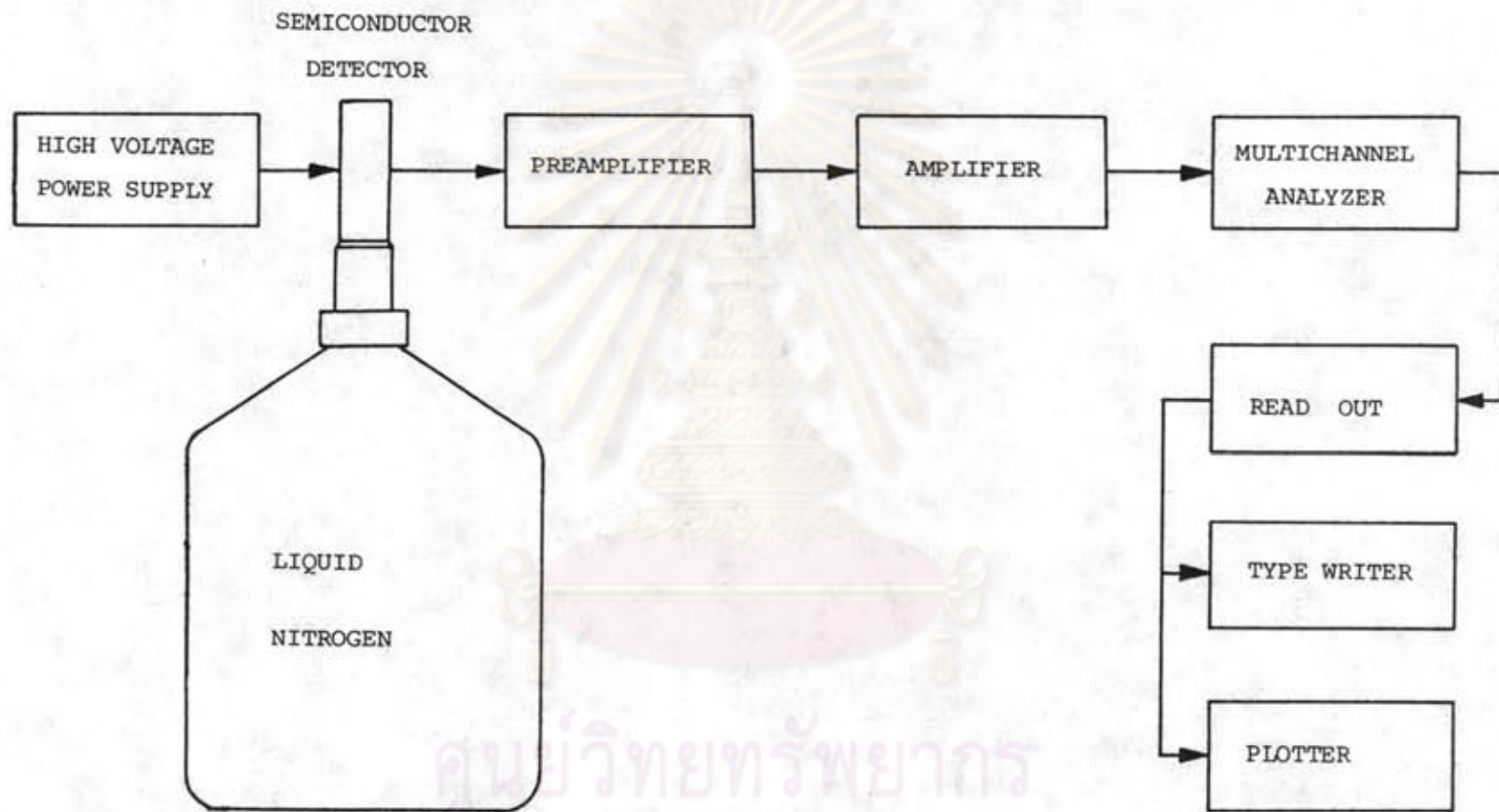
5. Scope Display ของ Textronix model RM 503

6. IBM Electric Typewriter or Printer

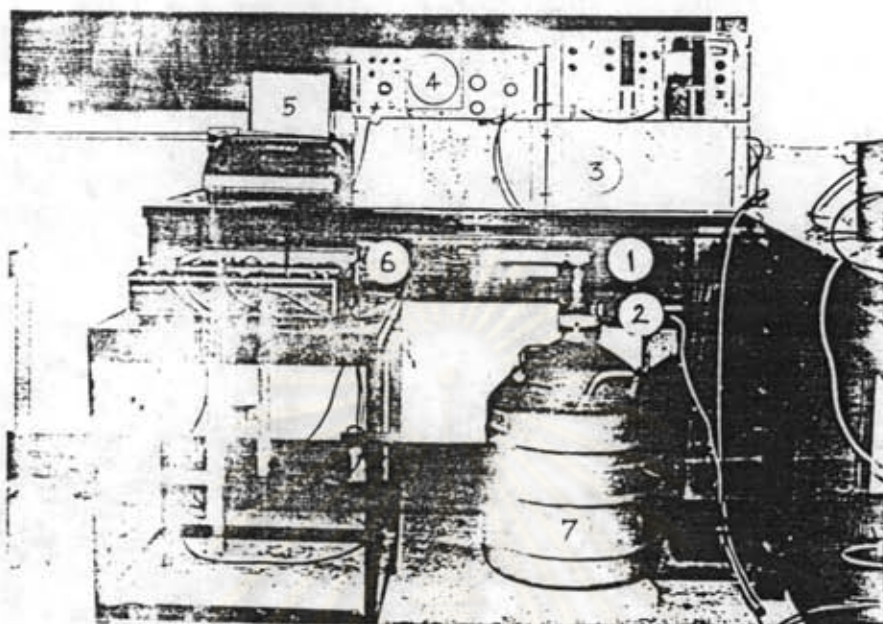
การจัดเครื่องวัดรังสีทั้งการใช้ x - ray และ γ - ray
spectrophotometer แสดงไว้ในรูปที่ 3.4

สารเคมี เซอร์โคเนียม คลอไรด์ ($ZrOCl_2 \cdot 6 H_2O$)
 Lab. grade, Fluka AG แอมโมเนียม
 ไทโอไซยาเนต (NH_4CNS) Lab. grade,
 May & Baker ไฮโดรคลอริก แอซิด (HCl)
 A.R. grade, Merck เมทิล ไอโซบิวทิล คีโตน
 (MIBK หรือ Hexone) A.R. grade, Fluka -
 Garantie

ศูนย์วิทยทรัพยากร
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.3 แผนภาพระบบการวัดรังสีโดยใช้หัววัดรังสี HpGe



รูปที่ 3.4 ภาพเครื่องมือที่ใช้ในการวัดรังสี

1. Sample
2. Detector
3. Multichannel Analyzer
4. Scope Display
5. Printer
6. Plotter
7. Liquid Nitrogen Dewar

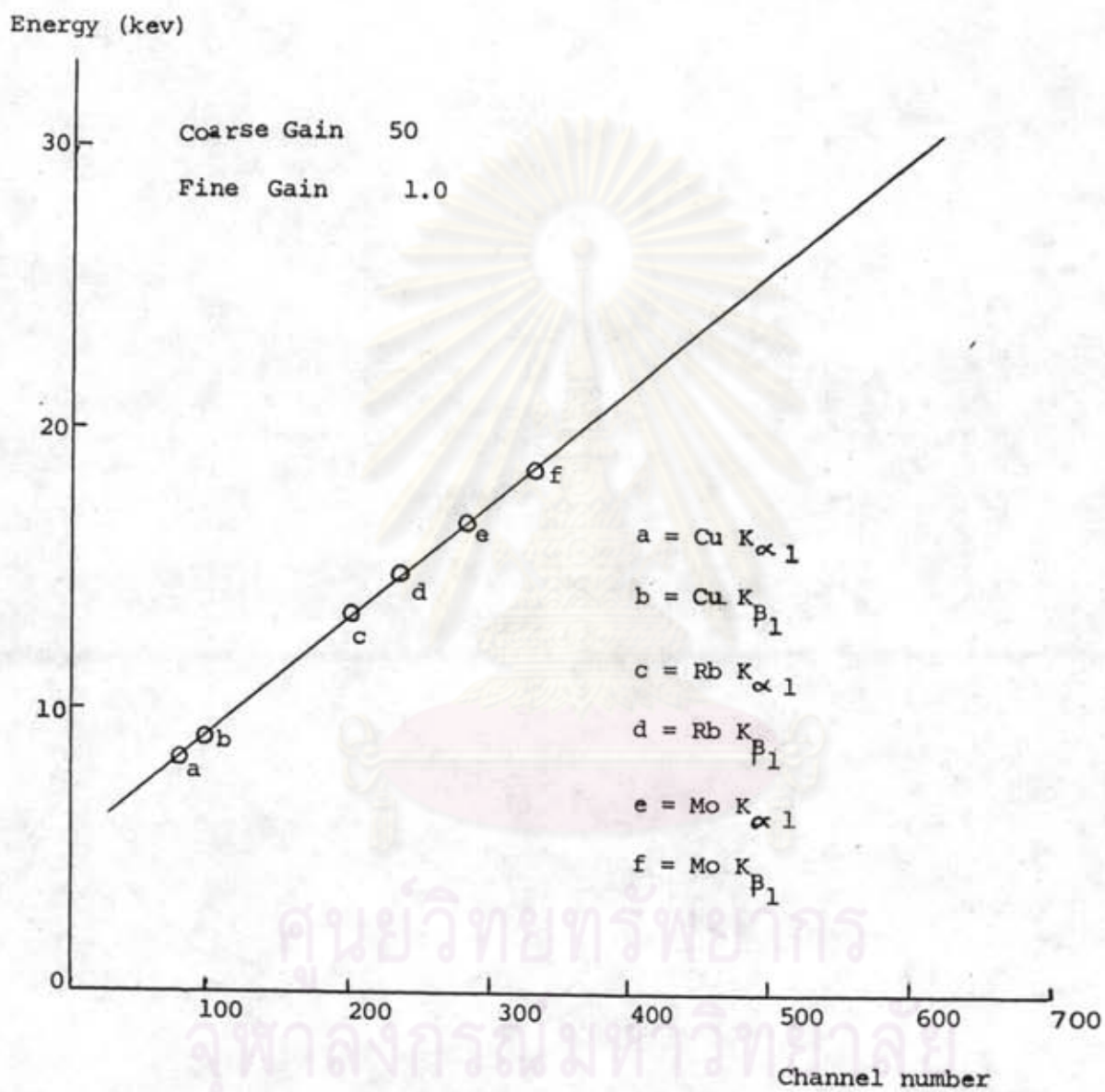
การทำกราฟมาตรฐานของหัววัดรังสี

กราฟมาตรฐาน (calibration curve) ของหัววัดรังสี (detector) นี้จะแสดงความสัมพันธ์ระหว่าง พลังงานกับหมายเลขช่อง (channel number) โดยวัดรังสีเอกซ์จาก ต้นกำเนิดรังสีเอกซ์ มาตรฐานของ $\text{Cu K}\alpha_1$, $\text{Cu K}\beta_1$, $\text{Rb K}\alpha_1$, $\text{Rb K}\beta_1$, $\text{Mo K}\alpha_1$, $\text{Mo K}\beta_1$

<u>รังสีเอกซ์</u>	<u>พลังงาน (kev)</u>
$\text{Cu K}\alpha_1$	8.047
$\text{Cu K}\beta_1$	8.904
$\text{Rb K}\alpha_1$	13.394
$\text{Rb K}\beta_1$	14,960
$\text{Mo K}\alpha_1$	17.478
$\text{Mo K}\beta_1$	19.607

กราฟมาตรฐานชุดนี้ ได้จากการใช้ coarse gain 50 fine gain 1.0 และ conversion gain 1024 ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.5

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.5 กราฟมาตรฐานของภาววิเคราะห์ธาตุเชิงคุณภาพ โดยวิธี
เครื่องรังสีเอกซ์ ด้วยหัววัดรังสี Si(Li)

วิธีทดลอง

ทำกราฟมาตรฐาน (standard curve) แสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน เซอร์โคเนียมที่ทราบค่าแน่นอนต่าง ๆ กับ ความเข้มของรังสีเอกซ์ ดังแสดงไว้ในรูปที่ 3.6

ปริมาตรของสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างจะต้องเท่ากันด้วย บรรจุสารละลายในกล่องพลาสติกที่มีขนาดเดียวกัน เมื่อนำไปวัดหาความเข้มของรังสีเอกซ์ ของสารละลายตัวอย่างแล้ว ก็สามารถหาปริมาณเซอร์โคเนียม จากกราฟมาตรฐานที่กล่าวไว้ข้างบน

ในการทดลอง จะบันทึกอัตราการนับของทั้งสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างไว้ แล้วนำไปคำนวณหาปริมาณความเข้มของรังสีเอกซ์ที่นับได้โดยใช้สูตรการคำนวณของโคเวลล์ (Covell's formular of total peak area) ดังนี้

$$A = \sum_{i=h}^{i=r} a_i - (a_h + a_r) (r - h + 1)/2$$

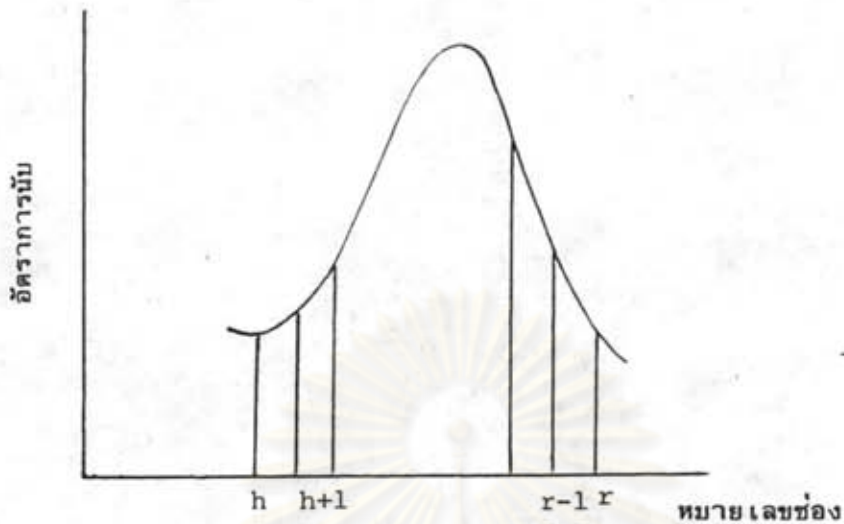
เมื่อ A = พื้นที่ใต้พีค (peak) ที่ต้องการซึ่งแสดงผลรวมของอัตราการนับจริงแต่ละช่อง ตั้งแต่ช่อง h ถึง r

a_i = อัตราการนับที่ช่องหมายเลข i

a_h = อัตราการนับที่ช่องหมายเลข h

a_r = อัตราการนับที่ช่องหมายเลข r

i, h, r = หมายเลขช่องที่ i, h และ r ตามลำดับ



เมื่อกำหนดหาพื้นที่ใต้พีคของธาตุที่ต้องการทั้งสารละลายมาตรฐาน และสารละลายตัวอย่างแล้ว ในกรณีที่เปรียบเทียบกับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน เพียงความเข้มข้นเดียว ก็สามารถคำนวณหาปริมาณความเข้มข้นของธาตุในสารละลายตัวอย่างได้จากสมการ

$$W = W_s \cdot \frac{A}{A_s}$$

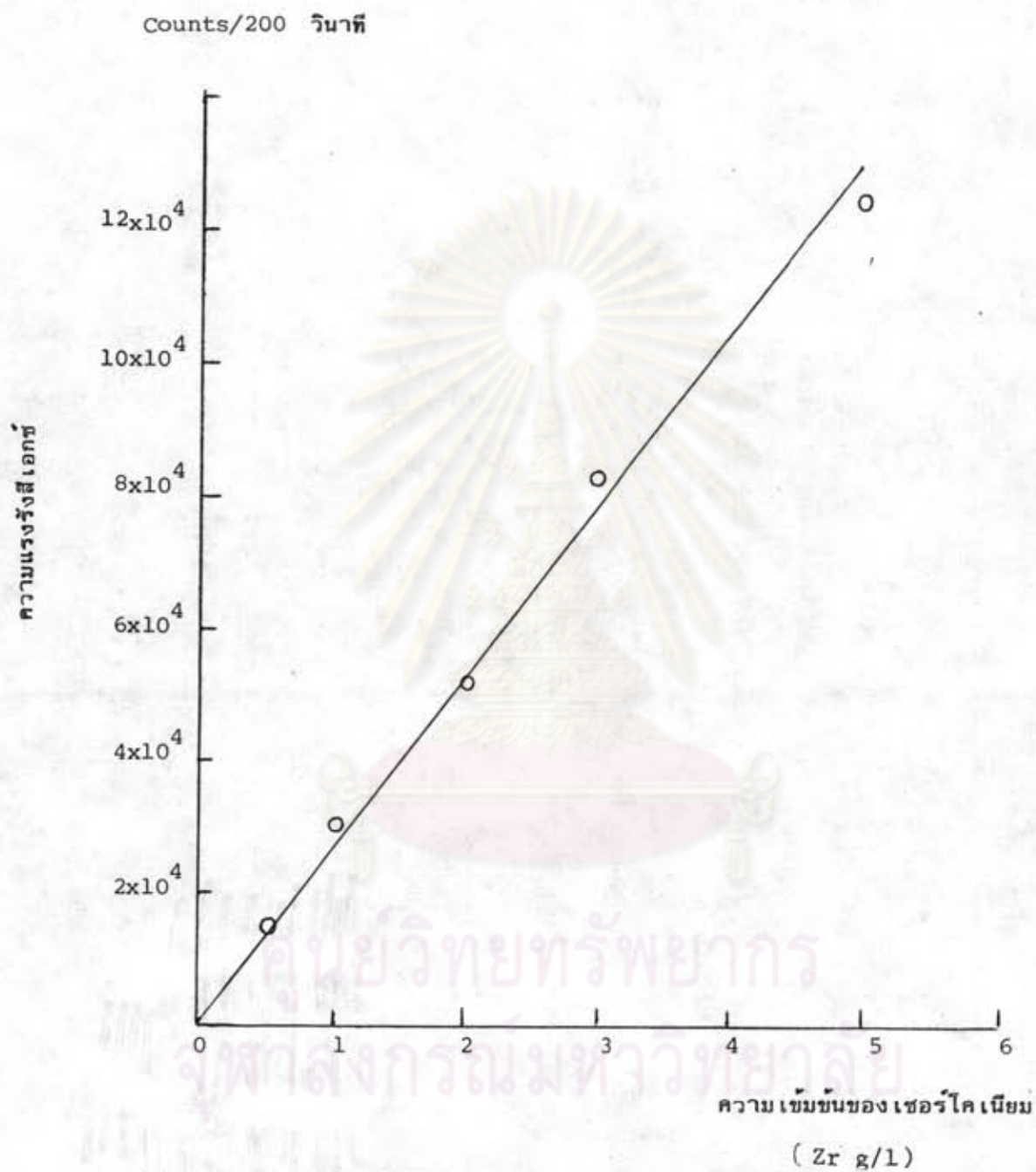
เมื่อ W = ความเข้มข้นของธาตุในสารตัวอย่าง

W_s = ความเข้มข้นของธาตุในสารมาตรฐาน

A = พื้นที่ใต้พีคของธาตุในสารตัวอย่าง

A_s = พื้นที่ใต้พีคของธาตุในสารมาตรฐาน

อย่างไรก็ตาม การทำกราฟมาตรฐาน แสดงความเข้มข้นของธาตุในสารมาตรฐานที่ความเข้มข้นต่าง ๆ กับความแรงรังสีเอกซ์ จะทำให้ค่าที่ได้จากการวิเคราะห์ ดังกล่าวถูกต้องยิ่งขึ้น



รูปที่ 3.6 กราฟมาตรฐานแสดงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม กับ ความเข้มของรังสีเอกซ์

3.3 การหลอมแร่เซอร์คอนกับด่าง

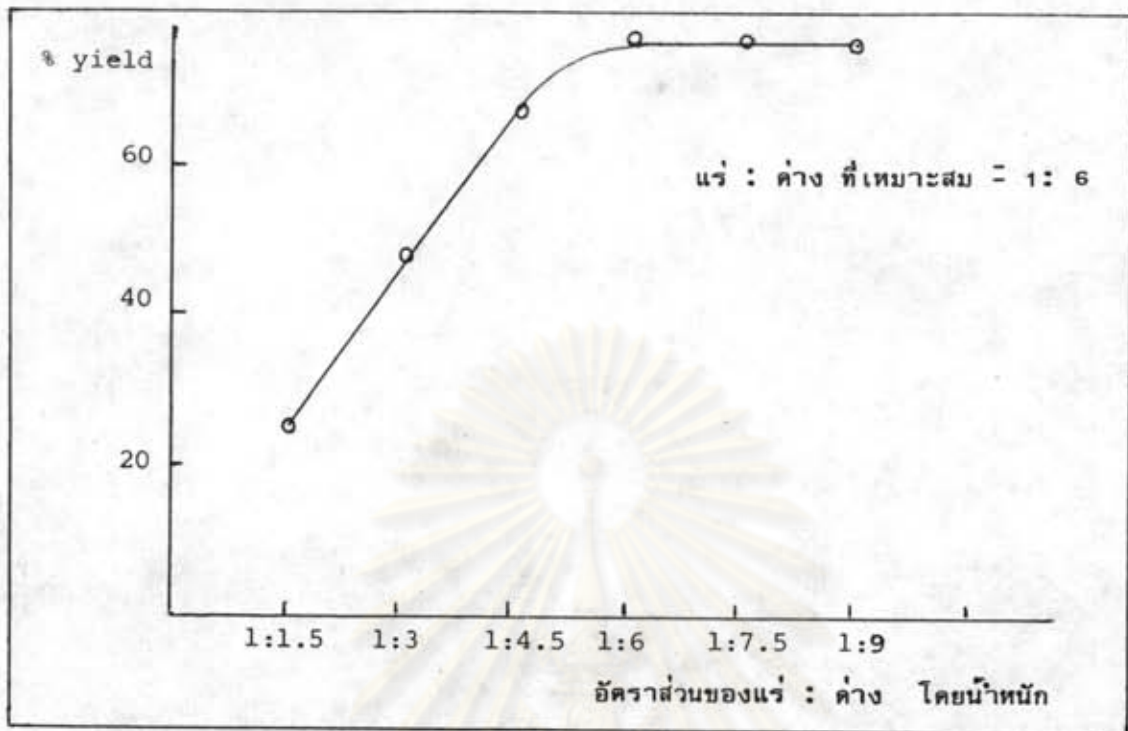
สำหรับการเตรียมเป็นสารละลาย feed ที่เหมาะสมในการสกัดด้วยกระบวนการ Hexone - Thiocyanate นั้น จะต้องเตรียมให้อยู่ในรูปของเซอร์โคเนีย คลอไรด์ ($ZrOCl_2$) โดยเตรียมได้จากการละลายเซอร์โคเนียมเตตระคลอไรด์ ($ZrCl_4$) ที่บริสุทธิ์ในน้ำ การนำแร่เซอร์คอนมาทำปฏิกิริยา Chlorination จึงจะได้เซอร์โคเนียมเตตระคลอไรด์ออกมา⁽²⁾ ซึ่งมีการบริโภคที่เตรียมค่อนข้างจะยุ่งยาก ต้องใช้อุณหภูมิสูง จำเป็นต้องมีเครื่องมือที่เหมาะสมในการเตรียม และเพื่อเป็นการประหยัดค่าใช้จ่ายในการผลิต ดังนั้นจึงได้พิจารณาถึงการหลอมแร่เซอร์คอน กับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ ($NaOH$) ซึ่งคุณศราวณีย์ จิตรกร ได้ศึกษาไว้ และเป็นส่วนหนึ่งของวิทยานิพนธ์ของการศึกษาคามหลักสูตรปริญญาวิทยาศาสตรบัณฑิต ภาควิชาเคมี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย ประจำปี พ.ศ.2522 การบริโภคดังกล่าวสามารถเตรียมสารละลาย feed ให้อยู่ในรูปของเซอร์โคเนีย คลอไรด์ ได้เช่นเดียวกัน

นอกจากนี้ การหลอมแร่กับด่างโซเดียม เปอร์ออกไซด์ (Na_2O_2) ก็สามารถหลอมแร่เซอร์คอนได้รวดเร็ว และใช้อุณหภูมิต่ำกว่า แต่ไม่เหมาะสมที่จะใช้ในโรงงานอุตสาหกรรม ทั้งนี้เพราะ โซเดียม เปอร์ออกไซด์ ติดไฟง่าย และมีราคาแพงกว่า โซเดียม ไฮดรอกไซด์ อีกด้วย

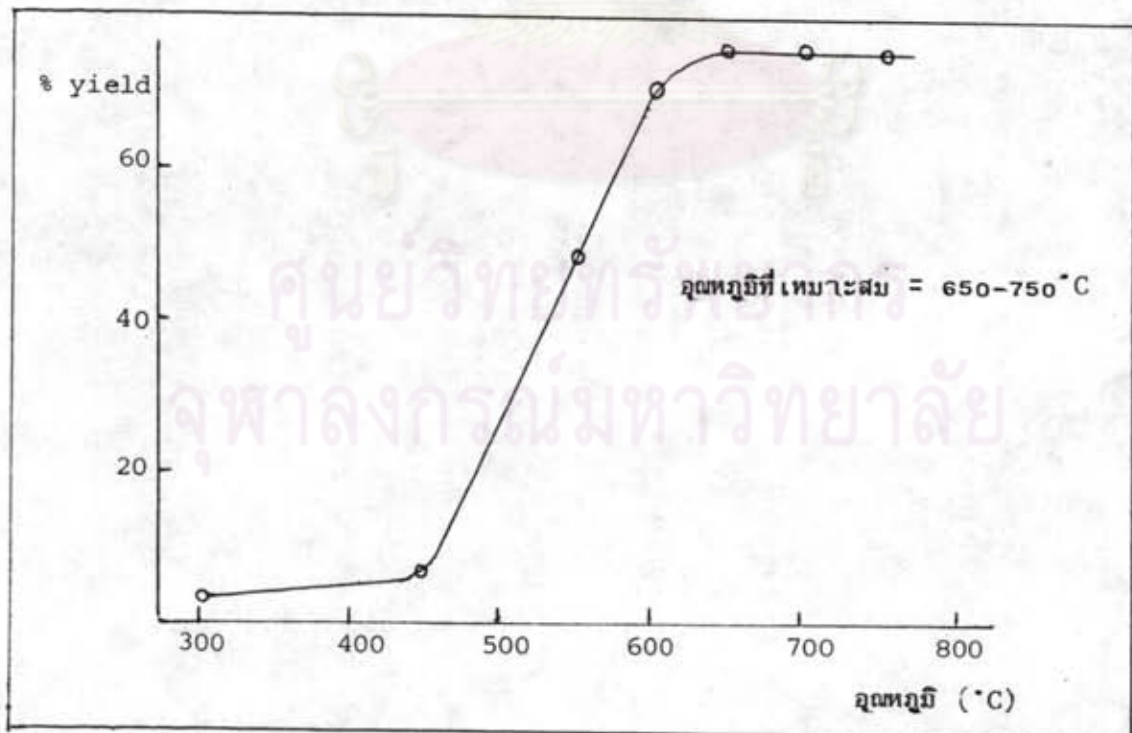
เงื่อนไขต่าง ๆ ที่เหมาะสม ที่ใช้ในการหลอมแร่เซอร์คอนกับด่างโซเดียม ไฮดรอกไซด์ นี้ ซึ่งคุณศราวณีย์ จิตรกร ได้ทำการศึกษาไว้พอสรุปได้ดังนี้ โดยที่⁽¹³⁾

$$\% \text{ yield ของการหลอมแร่} = \frac{100 \times \text{น้ำหนัก } ZrOCl_2 \cdot 8 \cdot H_2O \text{ จากการหลอม} \times M.W. ZrO_2}{\text{น้ำหนักแร่} \times \% ZrO_2 \text{ ในแร่} \times M.W. ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O}$$

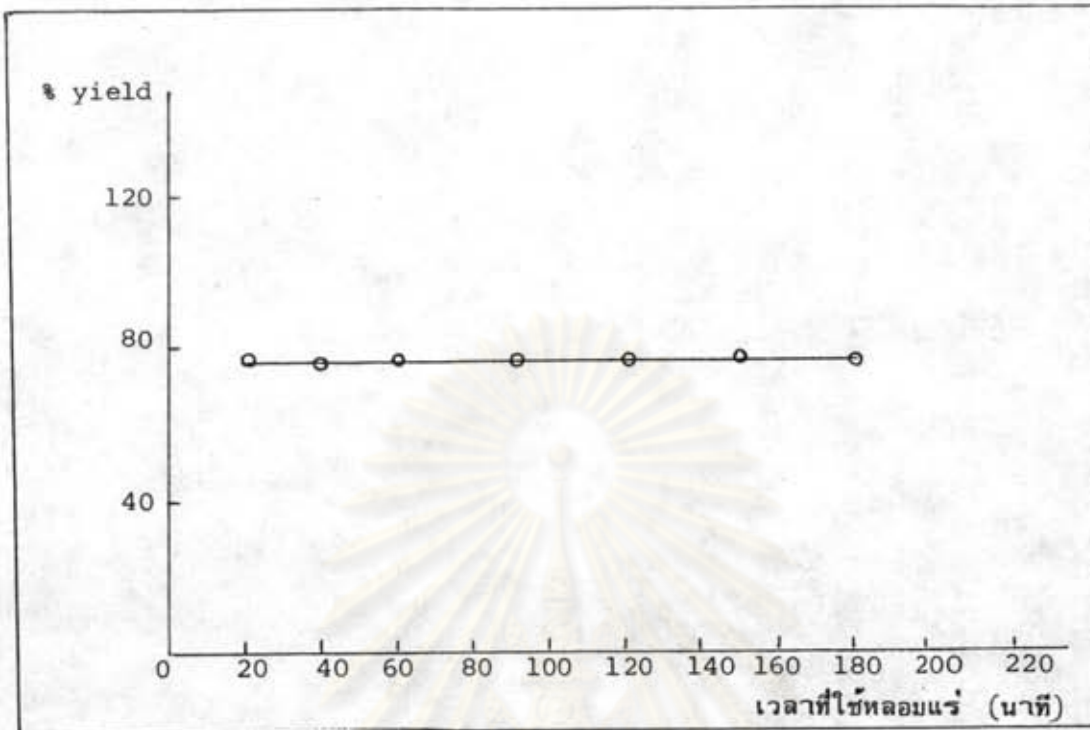
3.3.1 ศึกษาอัตราส่วนของแร่ต่อค้างที่ใช้ในการหลอมแร่



3.3.2 ศึกษาอุณหภูมิที่ใช้ในการหลอมแร่

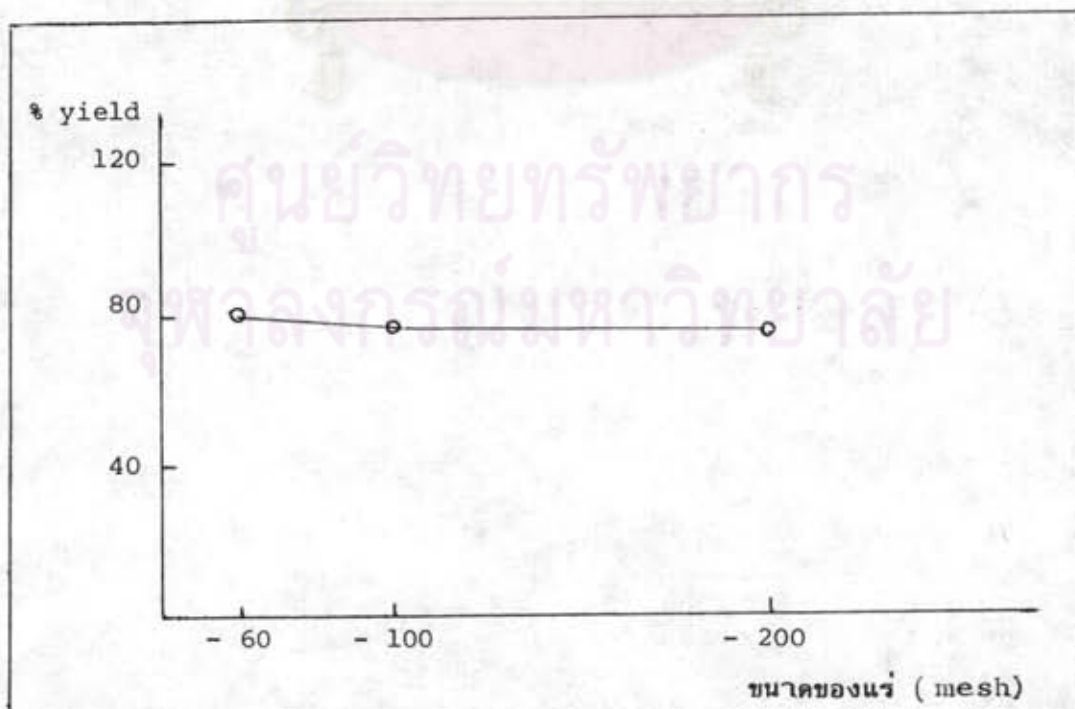


3.3.3 ศึกษาเวลาที่ใช้ในการหลอมแร่



เวลาที่ใช้ในการหลอมแร่ ตั้งแต่ 20 ถึง 180 นาที ให้ % yield เท่ากัน แต่การทดลองจะใช้ 60 นาที

3.3.4 ศึกษาขนาดของแร่ที่ใช้ในการหลอม



ขนาดของแร่ 60 ถึง 200 mesh ให้ % yield เท่ากัน แต่การทดลองจะใช้แร่ขนาด 60 mesh ในการหลอม

เมื่อทำการหลอมแร่เซอร์คอน กับโซเดียม ไฮดรอกไซด์ 7 ครั้ง โดยใช้น้ำหนักแร่ 3 กรัม อัตราส่วนของแร่ : ด่าง คือ 1:6 โดยน้ำหนัก อุณหภูมิที่ใช้หลอม 700°C เวลาที่ใช้นาน 1 ชั่วโมง และขนาดของแร่ - 60 เมช พบว่าให้ % yield โดยเฉลี่ย 78.86% ค่าเบี่ยงเบนมาตรฐาน (Standard deviation) 2.79 และเปอร์เซ็นต์ผิดพลาด (percentage error) 3.54%

อุปกรณ์ที่ใช้ทดลอง

1. เตาเผา (furnace)
2. สแตนเลส บีกเกอร์ (stainless beaker)
ขนาด 100 ลูกบาศก์ เซนติเมตร
3. กรวยกรอง (suction funnel) กระดาษกรอง
(fiber glass filter paper) และ suction flask
4. บีกเกอร์ขนาดต่าง ๆ
5. เตาอบ
6. เครื่องชั่ง

สารเคมี โซเดียม ไฮดรอกไซด์ (NaOH) A.R. grade, Merck
กรดไฮโดร คลอริก (HCl) A.R. grade, Merck
และ เจลลาติน (gelatin)

วิธีทดลอง

บรรจุแร่ และด่าง (อัตราส่วน 1:6 โดยน้ำหนัก) ลงใน สแตนเลส บีกเกอร์ ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร หลอมในเตาเผาที่ 300°C นาน 1 ชั่วโมง แล้วนำไปหลอมต่อในเตาเผาที่อุณหภูมิ 700°C อีก 1 ชั่วโมง จะได้ cake ออกมา ล้าง cake ด้วยน้ำร้อน เพื่อกำจัดด่างที่มากเกินไป และโซเดียม ซิลิเกต (Na_2SiO_3) ซึ่งละลายน้ำได้ ออกไป นำ cake ที่ล้างน้ำแล้วไปอบให้แห้ง ที่อุณหภูมิ 110°C นำ cake มาบดให้ละเอียด

แล้วละลาย cake ด้วย กรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น ที่อุณหภูมิ 80 - 95°C โดยมีการคนสารละลายตลอดเวลาเป็นเวลา 20 นาที เติม gelatin ลงไปเล็กน้อย (ประมาณ 0.8 กรัม ต่อสารละลาย 1 ลิตร) จะได้กรดซิลิซิก (Silicic acid) ตกตะกอนลงมา (coagulated) แล้วจึงทำการกรองเอากรดซิลิซิก และส่วนที่ไม่ละลาย (undigested ore) ออกไปจากสารละลาย เมื่อสารละลายเย็นตัวลงที่อุณหภูมิต่ำ จะได้ผลึก เซอร์โคเนียม คลอไรด์ ออกตาไฮเดรต ($ZrOCl_2 \cdot 8 H_2O$) ตกลงมา กรองเอาผลึกไว้ แล้วนำไปอบให้แห้งที่ 85°C⁽¹³⁾ เซอร์โคเนียม คลอไรด์ นี้ สามารถละลายน้ำได้ ซึ่งใช้เตรียมเป็นสารละลาย feed ในการสกัดเซอร์โคเนียมด้วยกระบวนการ Hexon - Thiocyanate ต่อไป ก่อนที่จะนำผลึก เซอร์โคเนียม คลอไรด์ นี้มาเตรียมเป็นสารละลาย feed ได้นำมาทำการวิเคราะห์หาเปอร์เซ็นต์ของเซอร์โคเนียม และแอสเฟเนียม ในผลึกนี้ ด้วยวิธีนิวตรอน แอกติเวชัน (NAA)

3.4 การสกัด เซอร์โคเนียมด้วยกระบวนการ Hexone - Thiocyanate

ก่อนที่ทำการสกัด เซอร์โคเนียมจากแร่เซอร์คอน ด้วยกระบวนการ hexone - thiocyanate นี้ จะต้องศึกษาหาภาวะที่เหมาะสมของการสกัดระบบนี้เสียก่อน โดยเตรียมสารละลายมาตรฐาน เซอร์โคเนียม และแอสเฟเนียม ขึ้น ทำการสกัด ศึกษา equilibrium time ของการสกัดและ strip เซอร์โคเนียม (extraction time และ stripping time) ศึกษาความเข้มข้นของ เซอร์โคเนียมที่ใช้เป็นสารละลาย feed ศึกษาความเข้มข้นของ กรดไฮโดรคลอริกเจือจาง (dil. HCl) ที่ใช้ strip เซอร์โคเนียม ศึกษา equilibrium curve ของการสกัด และ strip เซอร์โคเนียม และศึกษา equilibrium curve ของการสกัด และ scrub แอสเฟเนียม สารละลายมาตรฐาน เซอร์โคเนียม หรือแอสเฟเนียม ที่ละลายอยู่ในกรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม ไทโอไซยาเนต ที่เข้มข้นอย่างละ 1 M ทำการสกัดด้วยเฮกโซน

ซึ่งมี แอมโมเนียม ไทโอไซยาเนต เข้มข้น 2.7 M ละลายอยู่ โดยใช้อัตราส่วน สารละลาย feed คือ สารละลาย อินทรีย์ เป็น 1:2.5 โดยปริมาตร ส่วนการ strip เซอร์โคเนียม หรือ scrub แสฟเนียม นั้น โดยนำ สารละลายอินทรีย์ที่ผ่านการสกัด (extraction) แล้วมาเขย่ากับกรดไฮโดร-คลอริก เจือจาง เข้มข้น 3.6 M โดยใช้อัตราส่วนของสารละลายอินทรีย์ ต่อ กรดไฮโดรคลอริก เป็น 10:1 โดยปริมาตร สารละลายมาตรฐาน เซอร์โคเนียม และแอสฟเนียม ที่ใช้ศึกษา ได้จากการเตรียมจาก เซอร์โคเนียม คลอไรด์ ($ZrOCl_2 \cdot 6 H_2O$) และแอสฟเนียม ออกไซด์ (HfO_2) ให้เป็นสารละลาย การวิเคราะห์หาความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม และแอสฟเนียมในชั้นของน้ำ (aqueous phase) และสารละลายอินทรีย์ (organic phase) ใช้วิธี นิวตรอนแอคทีเวชัน (NAA) และการเรืองรังสีเอกซ์ (XRF)

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. เครื่องเขย่าแบบอัตโนมัติ
2. Separatory funnel
3. ขวดแก้ว
4. Volumetric flask

สารเคมี แอมโมเนียม ไทโอไซยาเนต (NH_4CNS) Lab grade, May & Baker เฮกโซน (Hexone) A.R. grade, Fluka - Garantie กรดไฮโดรคลอริก (HCl) A.R. grade, Merck เซอร์โคเนียม คลอไรด์ ($ZrOCl_2 \cdot 6 H_2O$) Lab grade, Fluka AG แอสฟเนียม ออกไซด์ (HfO_2) A.R. grade, Fluka AG.



การเตรียมสารละลายมาตรฐานเซอร์โคเนียม

ได้จากการละลาย $ZrOCl_2 \cdot 6H_2O$ ด้วยน้ำกลั่น โดยมีการใช้ ปริมาณของ $ZrOCl_2 \cdot 6H_2O$ ที่เหมาะสมกับการเจือจางด้วยน้ำกลั่น ซึ่ง เตรียมให้มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียมต่าง ๆ กัน คือ 5, 10, 15, 25, 35, 50, 75, 100, 125 และ 150 g/l และมีการเติมกรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม โทไอโซยานาต ให้มีความเข้มข้นในสารละลาย เป็น 1 M เท่ากัน

การเตรียมสารละลายมาตรฐานแฮฟเนียม

ได้จากการนำแฮฟเนียม ออกไซด์ (HfO_2) มาหลอมกับด่าง โซเดียม ไฮดรอกไซด์ เช่นเดียวกับวิธีที่ทำการหลอมตัวอย่างแร่เซอร์คอน จะได้ผลึกของแฮฟเนิล คลอไรด์ นำผลึกนี้ไปอบให้แห้ง แล้วทำการวิเคราะห์ ผลึกนี้ด้วยวิธีนิวตรอน แอคติเวชัน (NAA) หาปริมาณแฮฟเนียมในผลึกนี้ แล้วจึงนำผลึกนี้มาละลายด้วยน้ำกลั่น โดยใช้ปริมาณแฮฟเนิล คลอไรด์ ที่เหมาะสม กับการเจือจางด้วยน้ำกลั่น เตรียมสารละลายให้มีความเข้มข้นของแฮฟเนียม ต่าง ๆ กัน คือ .9176, 1.3763, 1.8351, 2.7527 และ 3.6702 g/l และมีการเติม กรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม โทไอโซยานาต ให้มีความเข้มข้นในสารละลาย เป็น 1 M

วิธีทดลอง

การศึกษาเงื่อนไขต่าง ๆ ของการสกัดที่ได้กล่าวไว้แล้วข้างต้น จะมีรายละเอียดของเงื่อนไขที่ใช้ในหัวข้อ 4.2

จากเงื่อนไขที่เหมาะสม จะนำมาทดลองทำการสกัดผลึกเซอร์โคเนิล คลอไรด์ ที่ได้จากรแร่เซอร์คอน คือ นำผลึกเซอร์โคเนิล คลอไรด์ ที่เตรียมได้ใน

หัวข้อ 3.3 มาละลายน้ำกลั่น และมีการเติม กรดไฮโดรคลอริก และแอมโมเนียม โทไอโซยานेट ให้มีความเข้มข้นในสารละลาย เป็น 1 M เท่ากัน ซึ่งจะใช้เป็น สารละลาย feed ที่มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม 80 - 150 g/l และ แสฟเนียม 2.4 - 4.7 g/l นำมาสกัดกับสารละลายอินทรีย์ เฮกโซน ซึ่งมี แอมโมเนียม โทไอโซยานेट เข้มข้น 2.7 M โดยให้อัตราส่วนของสารละลาย feed คือสารละลายอินทรีย์ เป็น 1:2.5 หรือ 2:5 โดยปริมาตร ทำการ สกัดแบบ batch 3 ครั้ง และหรือแบบ counter current 5 ครั้ง แล้ว นำชั้นของสารละลายอินทรีย์มา strip เซอร์โคเนียม ออกด้วย กรดไฮโดร- คลอริก เข้มข้น 3.6 M แบบ batch 3 ครั้ง และหรือแบบ counter current 5 ครั้ง โดยให้อัตราส่วนของสารละลายอินทรีย์ คือ กรดไฮโดร- คลอริก เป็น 10:1 โดยปริมาตร และอาจมีการสกัดซ้ำเป็น recycle อีกครั้ง เพื่อเปรียบเทียบความบริสุทธิ์ของเซอร์โคเนียม จากนั้นจึงนำชั้นของน้ำมาทำการ ขะล้าง (scrubbing) เอากรดโทไอโซยานิก (HCNS) ออก ด้วย เฮกโซน บริสุทธิ์ แบบ batch extraction 2 ครั้ง ๆ ละ 10 นาที โดยให้อัตราส่วนของชั้นของน้ำ คือ เฮกโซน บริสุทธิ์ เป็น 1:1 โดยปริมาตร นำชั้นของน้ำมาทำการตกตะกอนต่อไป

แผนผังการสกัด แบบ counter current ในห้องทดลอง ได้แสดง ไว้ในรูปที่ 3.7

3.5 การตกตะกอน (Precipitation)

นำสารละลายซึ่งเป็นชั้นของน้ำ จากหัวข้อ 3.4 มาตกตะกอน เซอร์โคเนียม ด้วยกรดซัลฟูริก โดยการเติม กรดซัลฟูริก เข้มข้นลงไปให้มีกรดซัลฟูริก ในสารละลายเข้มข้น 10% แล้วปรับ pH ของสารละลายนี้ด้วย แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 28% จนกระทั่งได้ pH อยู่ในช่วง 1.8 ถึง 2.0 จะได้ ตะกอนวุ้นสีขาวตกลงมา ทำการกรอง แล้วนำตะกอนไปเผาในเตาเผาที่อุณหภูมิ

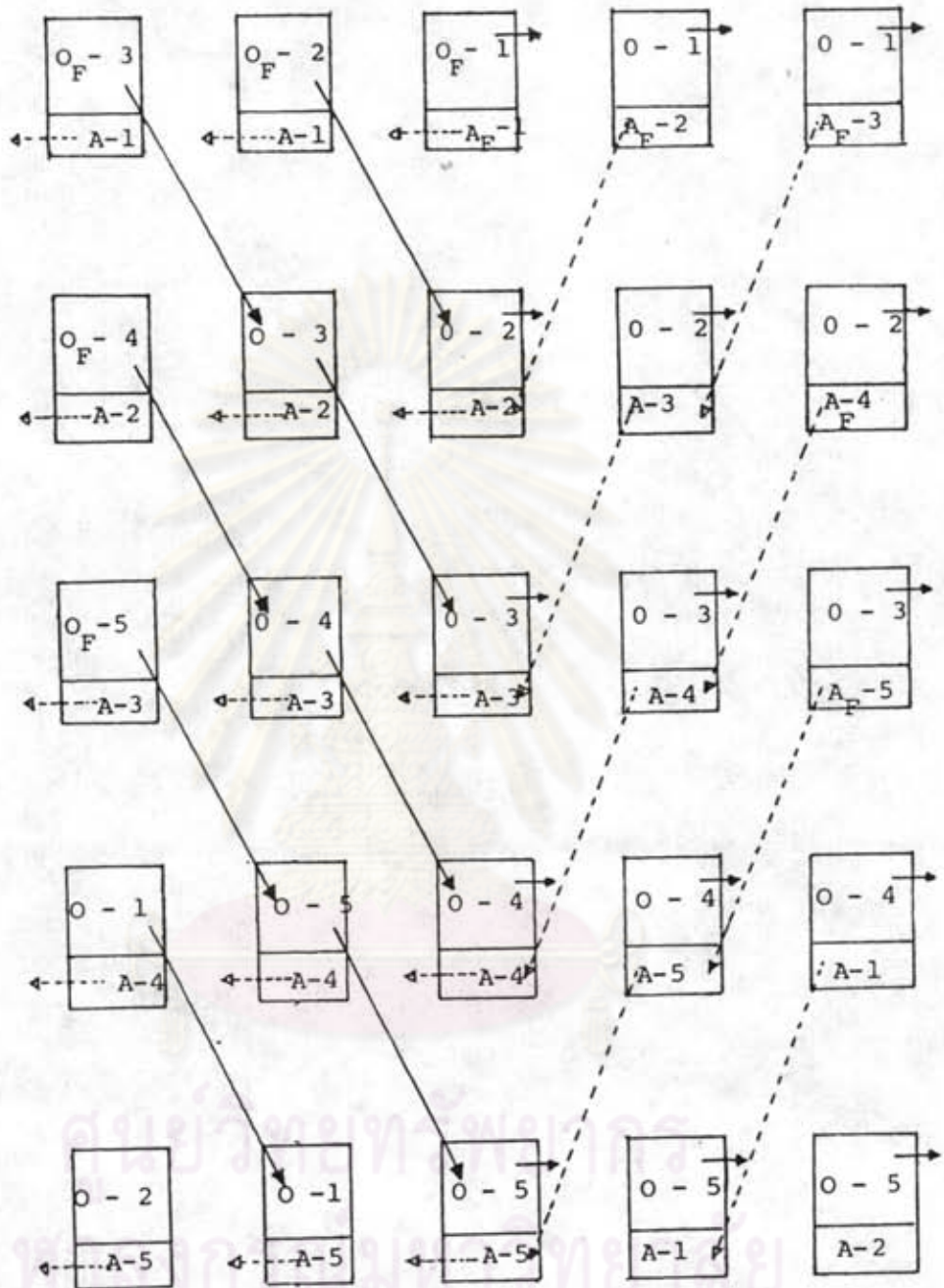
700° C เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ได้ตะกอนสีขาวขุ่น ซึ่งส่วนใหญ่เป็นออกไซด์ของเซอร์โคเนียม

แผนผังของกระบวนการหลอมแร่เซอร์คอน และการทำให้เซอร์โคเนียมบริสุทธิ์ แสดงไว้ในรูปที่ 3.8 ซึ่งเป็นแผนภาพที่สรุปการทดลองโดยย่อของกระบวนการทำให้เซอร์โคเนียมบริสุทธิ์

3.6 การตรวจสอบประสิทธิภาพของการผลิตเซอร์โคเนียม

นำตะกอนที่ผ่านการเผาเป็นออกไซด์ แล้วในข้อ 3.5 มาทำการวิเคราะห์หาปริมาณธาตุเซอร์โคเนียม แสฟเนียม และธาตุเจือปนอื่น ๆ ด้วยวิธีนิวตรอนแอกติเวชัน เช่นเดียวกับหัวข้อ 3.2.1.2 ดังได้กล่าวแล้วข้างต้น

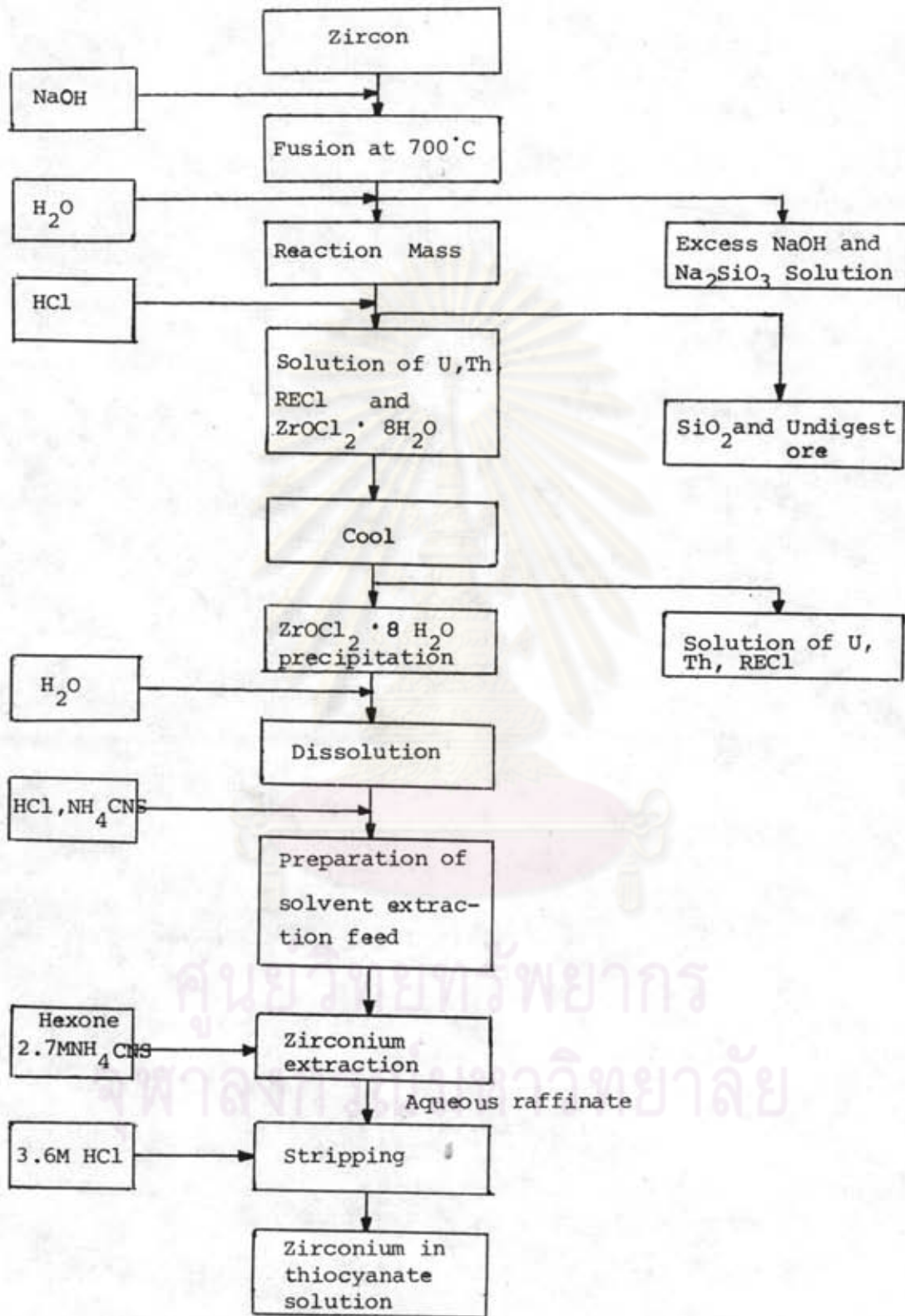
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



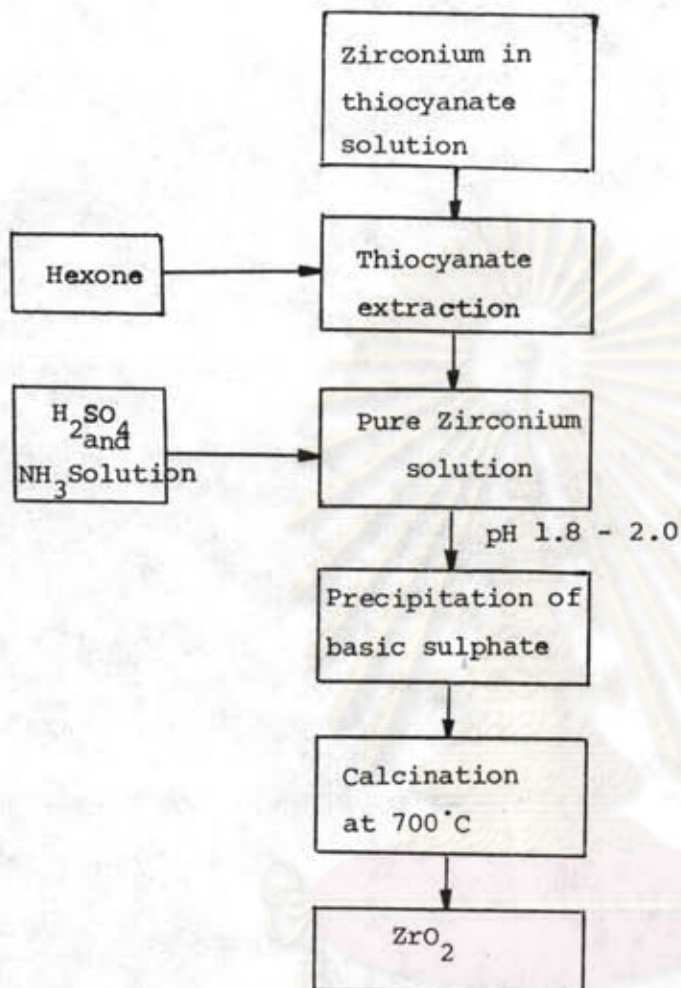
รูปที่ 3.7 แผนภาพแสดงการสั้คแบบ counter current 5 ครั้ง ในห้องทดลอง

(O_F = fresh organic phase, A_F = fresh aqueous phase,

O = organic phase, A = aqueous phase)



รูปที่ 3.8 Simplified flow diagram of alkali fusion of zircon and purification of zirconium



รูปที่ 3.8 (ต่อ) Simplified flow diagram of alkali fusion of zircon and purification of zirconium

3.7 การแยกเซอร์โคเนียมออกจากแซฟเนียม โดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน

เนื่องจากการทดลองการแยกเซอร์โคเนียมออกจากแซฟเนียม โดยวิธีการสกัดด้วย hexone - thiocyanate process ดังที่ได้ทำการทดลองแล้วในหัวข้อ 3.1 ถึง 3.6 นั้น ได้ผลไม่ดีเท่าที่ควร จึงทำการทดลองหาวิธีแยกธาตุทั้งสองใหม่ โดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออน เพื่อทดสอบกระบวนการทดลองดังที่จะกล่าวต่อไป ว่า การแยกธาตุทั้งสองออกจากกันดีหรือไม่ โดยศึกษากับสารละลายมาตรฐานของเซอร์โคเนียม และแซฟเนียมที่ปนกันอยู่

อุปกรณ์ที่ใช้ในการทดลอง

1. คอลัมน์ (column) ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 2 เซนติเมตร และยาว 26 เซนติเมตร
2. ขวดแก้ว ใช้เก็บสารละลายที่ออกมาจากคอลัมน์ ขนาด 50 ลูกบาศก์ เซนติเมตร
3. Beaker ขนาดต่าง ๆ
4. magnetic stirrer

สารเคมี

1. เซอร์โคเนียม_คลอไรด์ ($ZrOCl_2 \cdot 6H_2O$), tech. grade, ซึ่งมี $Zr/Hf = 30.674$ และปริมาณ $Hf = 3.07 \%$
2. เรซิน (Dowex 50W - x8) ขนาด 20-50 U.S. mesh (H) , BDH
3. 2 M สารละลายกรดเปอร์คลอริก
4. 3 M สารละลายแอมโมเนีย
5. 6 M สารละลายกรดไฮโดรคลอริก

วิธีทดลอง

3.7.1 การเตรียมสารละลายมาตรฐานของ เซอร์โคเนียมซึ่งมีแฮฟเนียมปน

ใช้เป็นสารละลาย feed โดยชั่งเซอร์โคเนียม คลอไรด์ มา 16.66 กรัม แล้วละลายด้วยน้ำกลั่น ปริมาตรให้ได้ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลาย feed ที่มีความเข้มข้นของเซอร์โคเนียม 45.50 g/l และแฮฟเนียม 1.483 g/l

3.7.2 การเตรียมคอลัมน์ (6)

คอลัมน์ที่ใช้ทำด้วยแก้ว ปลายข้างหนึ่งที่ตีบกว่า จุกด้วยใยแก้ว (glass wool) ให้แข็งแรงพอ ซึ่งทดสอบได้ โดยใช้ น้ำผ่านลงไป ในคอลัมน์ เรซินที่ใช้บรรจุในคอลัมน์ จะต้องล้างสิ่งเจือปนต่าง ๆ เช่น ฟูน คอลลอยด์ (colloid) สารอินทรีย์ และอนินทรีย์ ที่ติดมากับเรซิน โดยล้างน้ำหลาย ๆ ครั้ง หลังจากล้างสะอาดแล้ว เรซินจะถูกเปลี่ยนให้อยู่ในรูป NH_4^+ โดยแช่เรซินใน 3M สารละลายแอมโมเนีย ไว้ประมาณ 8 ชั่วโมง ซึ่งใช้อัตราส่วนของปริมาณ เรซิน (wet volume) ต่อปริมาณ 3M สารละลายแอมโมเนีย มีค่าเท่ากับ 1:4 แล้วทำการล้างเรซินด้วยน้ำกลั่นหลาย ๆ ครั้ง จนหมดค่าง จากนั้นนำปริมาณเรซินมาประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร (wet volume) เดิม 2M สารละลายกรดเปอร์คลอริก จำนวน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้ทั่วด้วย magnetic stirrer เป็นเวลา $\frac{1}{2}$ ชั่วโมง จากนั้นค่อย ๆ เติมสารละลายเซอร์โคเนียม คลอไรด์ ที่มีแฮฟเนียมปน ซึ่งมีเซอร์โคเนียมประมาณ 50 g/l จำนวน 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วคนต่อเป็นเวลา 1 ชั่วโมง กระทั่งเรซินอิ่มตัวด้วย Zr^{+4} ส่วนที่เป็นสารละลายแยกเก็บไว้ แล้วล้างเรซิน (Zr^{+4} , Hf^{+4}) ด้วยน้ำกลั่น 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร เทเรซินที่แห้งหมาด ๆ (1 ปริมาตรของเรซิน : 2 ปริมาตรของน้ำ) ลงในคอลัมน์ที่เตรียมไว้แล้ว ซึ่งมีน้ำอยู่ประมาณครึ่งหนึ่งในคอลัมน์ หลังจากเติมเรซินจนหมดแล้ว จะได้เรซินซึ่งมีปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วปรับอัตรา

การไหลของน้ำให้ได้ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (ข้อควรระวัง คือ อย่าให้น้ำในคอลัมน์แห้ง จะทำให้เรซินมีฟองอากาศ ซึ่งจะต้องทำการบรรจุใหม่) จุกโยแก้ว อีกครั้งเหมือนระดับ เรซินเล็กน้อย และปล่อยให้เรซินคงตัวในคอลัมน์ ซึ่งพร้อมที่จะทำการชะล้างด้วย 6 M สารละลายกรดไฮโดรคลอริก ต่อไป

3.7.3 การชะล้าง เซอร์โคเนียม และแฮฟเนียม

ทำการชะล้างด้วย 6 M สารละลายกรดไฮโดรคลอริก ด้วยอัตราการไหล 2 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที เก็บสารละลายเป็นส่วนๆ (fraction) โดยเก็บส่วนละ 12.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร จนกระทั่งเซอร์โคเนียมถูกชะล้างออกมาเกือบหมด นำสารละลายที่เก็บได้มาทำการวิเคราะห์ปริมาณเซอร์โคเนียมด้วยวิธี XRF และแฮฟเนียม ด้วยวิธี ICPS (Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer, SHIMADZU ICPS - 50) ที่ศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย