

บทที่ 5

ผลการทดลอง

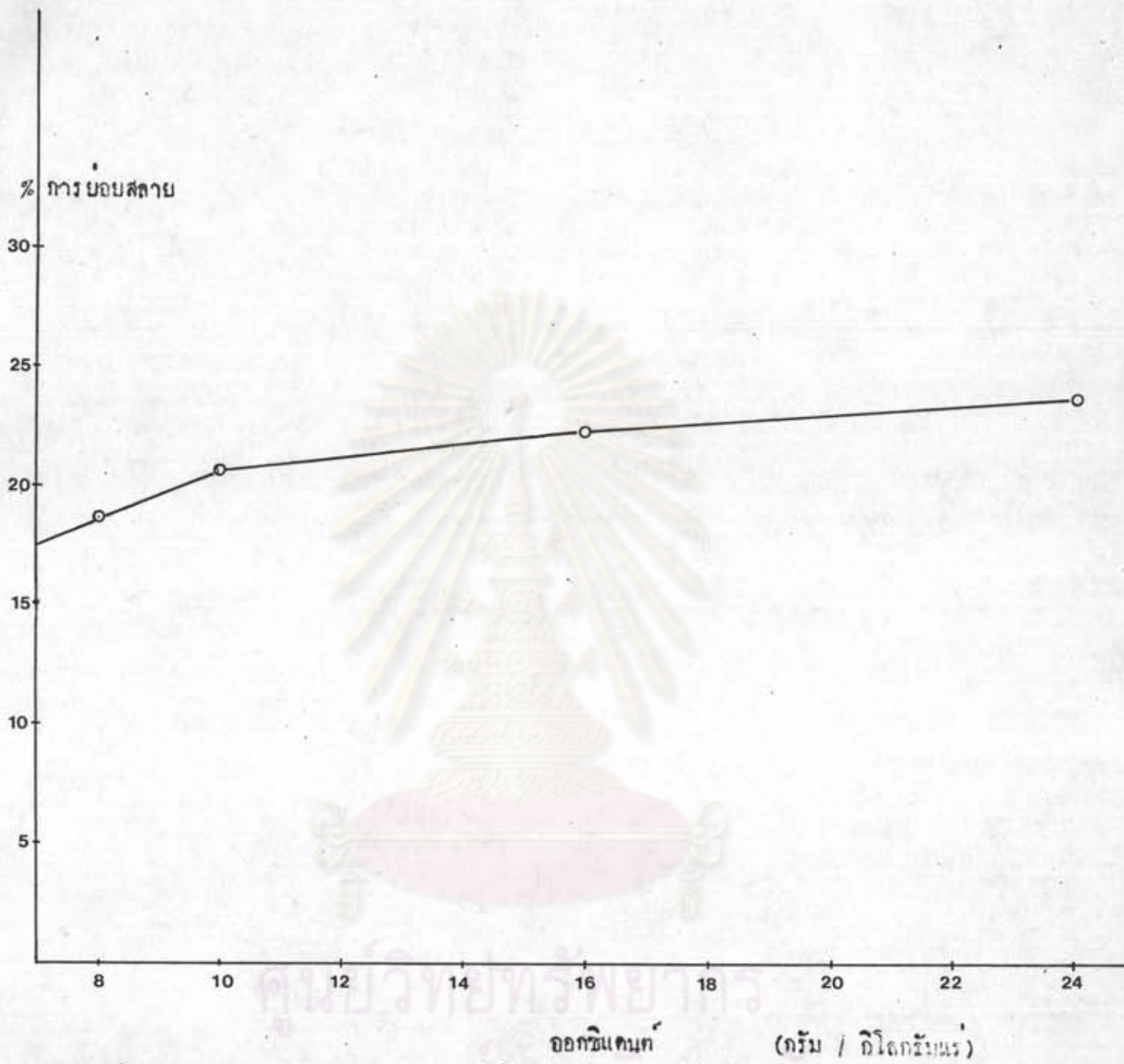
5.1 ผลการทดลองเกี่ยวกับเงื่อนไขในการย่อยแร่ โคลัมไบต์ - แทนทาไลต์ ด้วยกรด

1. ผลการทดลองหาปริมาณออกซิเจนที่เหมาะสมในการย่อยแร่

เงื่อนไข	ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริก	5 %	โดยน้ำหนัก / ปริมาตร
	ปริมาณของกรดซัลฟูริก	250	ลูกบาศก์เซนติเมตร
	ปริมาณแร่	50 กรัม (-200 เมช 50 %)	
	อุณหภูมิ	80 ± 1	องศาเซลเซียส
	เวลาที่ใช้	63	ชั่วโมง
	ความเร็วของใบพัดที่ใช้กวน	400 - 500 รอบ / นาที	

ตารางที่ 5.1 ผลการทดลองหาปริมาณออกซิเจนที่เหมาะสมในการย่อยสลายแร่

ปริมาณออกซิเจน MnO ₂ (กรัม / กิโลกรัมแร่)	% การย่อยสลาย (Leaching)
8	18.79
10	20.79
16	22.15
24	23.60



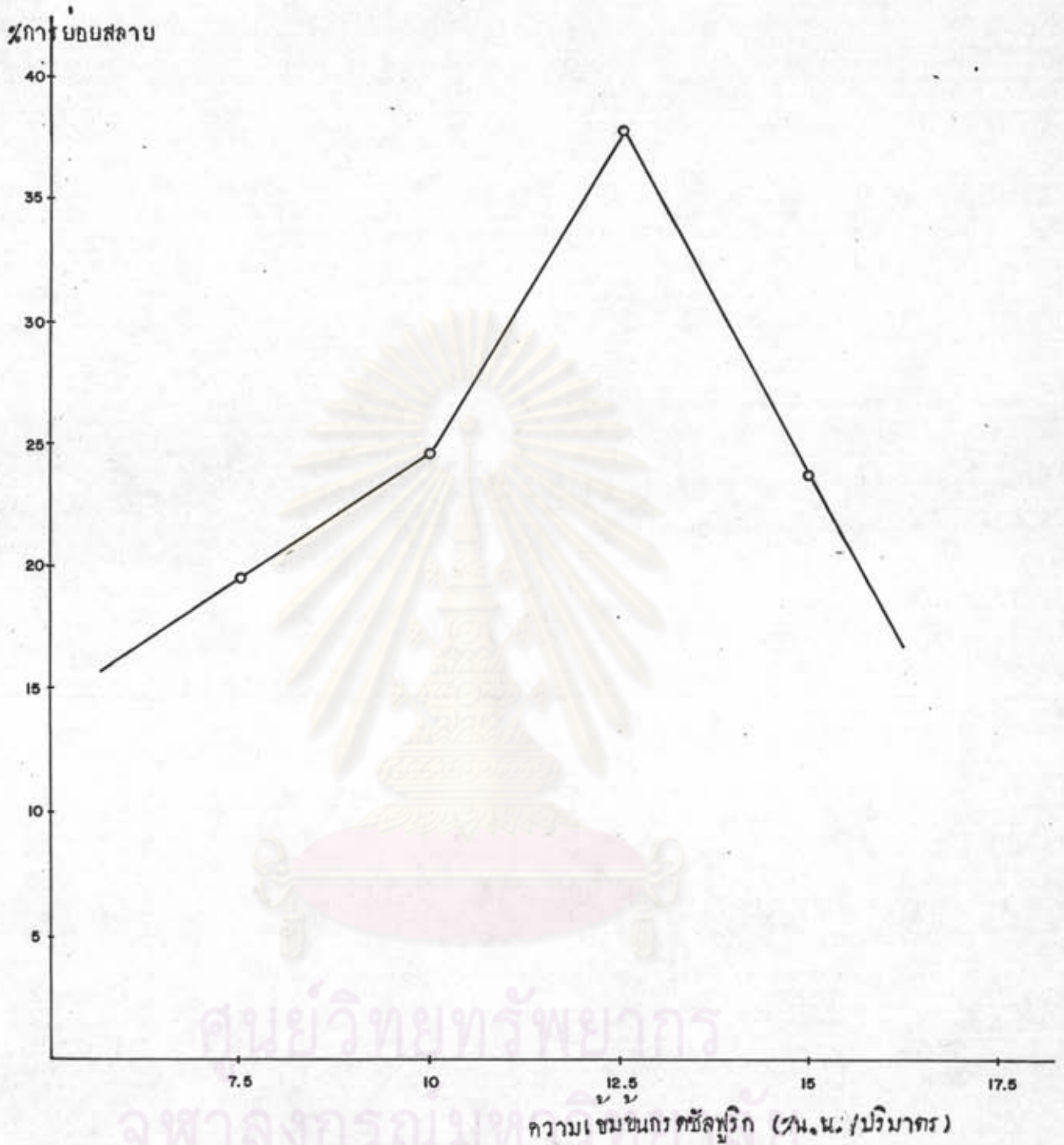
รูปที่ 5.2 แสดงปริมาณของออกซิเจนคาร์ทที่ใช้ในการ บ่มบสลายแร่

2. ผลการทดลองหาความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกที่เหมาะสม
- เงื่อนไข : ปริมาณแร่ 50 กรัม (-200เมช 50 %)
 ปริมาณกรดซัลฟูริก 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 ปริมาณออกซิเจน 0.8 กรัม
 อุณหภูมิ 80 ± 1 องศาเซลเซียส
 ความเร็วของใบพัด 400 - 500 รอบ / นาที

ตารางที่ 5.2 ผลการทดลองหาความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกที่เหมาะสม

ปริมาณกรดซัลฟูริก (H_2SO_4 % น้ำหนัก / ปริมาตร)	% การย่อยสลาย (Leaching)
7.5	19.67
10	24.92
12.5	37.84
15	23.91

3. ผลการทดลองเพื่อหาข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะการ เติมออกซิเจนต์
- จากผลการทดลอง 1,2 ได้ผลคล้ายกัน คือการย่อยสลาย (% Leaching) จะคงที่หลังจากการย่อยมาถึงชั่วโมงที่ 7 แล้วที่เป็นเช่นนี้ อาจจะเป็นเพราะตัวออกซิเจนต์ (MnO_2) ที่เติมลงไปถูกใช้หมดไปในช่วงเวลานั้นแล้ว จึงทำให้การย่อยสลายในช่วงเวลาดังกล่าวหลังจากชั่วโมงที่ 7 แล้ว ไม่เพิ่มขึ้น จึงได้ทำการทดลองเพิ่มตัวออกซิเจนต์ (MnO_2) ลงไปอีก 0.8 กรัมในชั่วโมงที่ 50



รูปที่ 5.2 แสดงความเข้มข้นของกรดัลฟูริกที่ใช้ในการย่อยแร่

ตารางที่ 5.3 ผลการทดลองเพื่อหาข้อมูลเกี่ยวกับการ เติมออกซิเจน

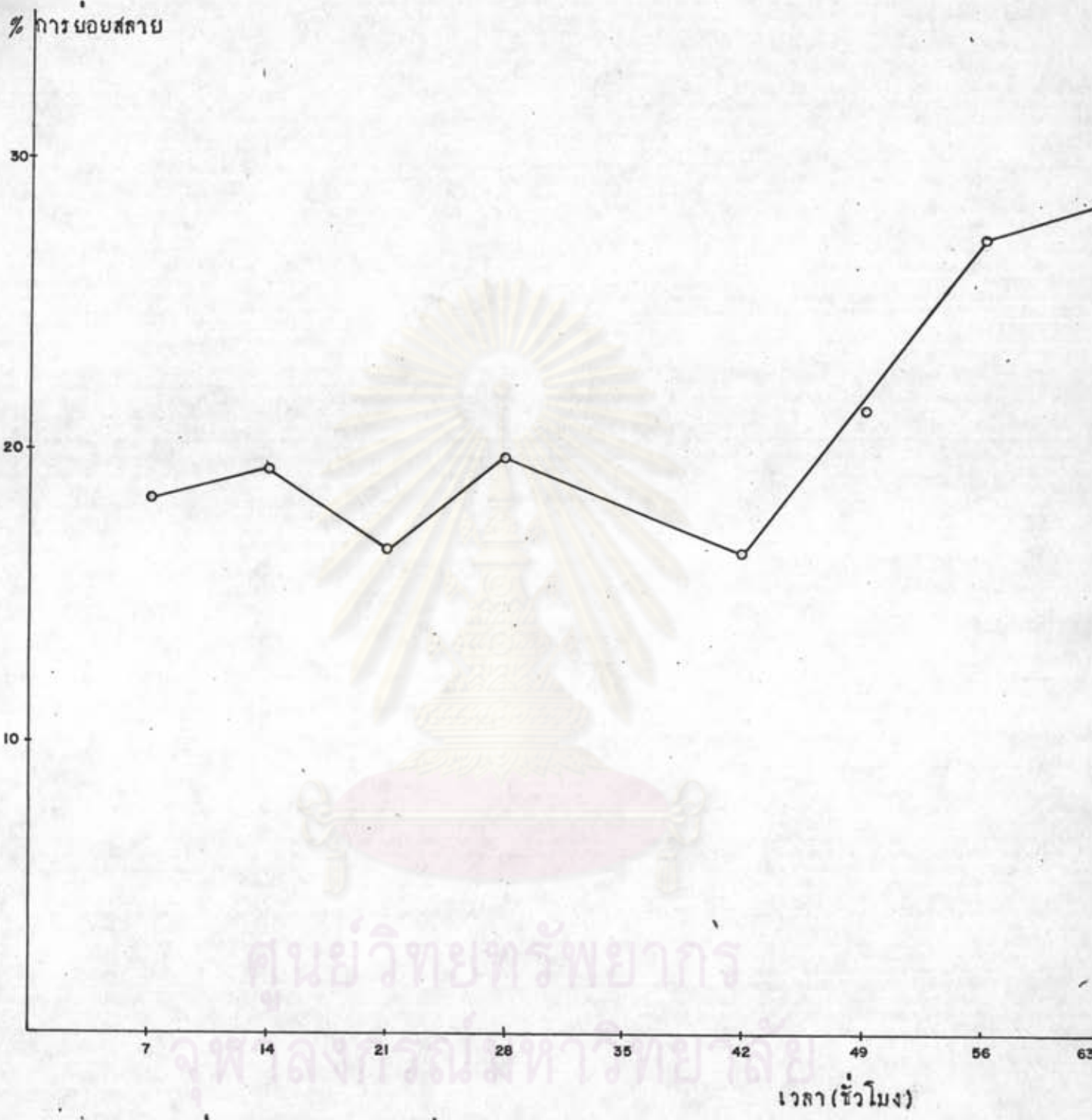
เวลา (ชั่วโมง)	% การย่อยสลาย
7	18.38
14	19.49
21	16.79
28	19.73
35	25.07
42	16.70
49	21.53
56	27.49
63	28.65

จากการศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมในการย่อยสลายแร่ โคคัมไบท์ - แพนทาไลต์ (Leaching Condition) พบว่าแร่นี้เป็นแร่ที่ย่อยสลายยาก เนื่องจากมีธาตุที่ไม่ละลายในกรดซัลฟูริก เจือจางปนอยู่มาก

5.2 ผลการทำยูเรเนียมให้บริสุทธิ์

5.2.1 โดยวิธีแลกเปลี่ยนไอออน

5.2.1.1 ผลการทดลองหาประสิทธิภาพของตัวชะล้างยูเรเนียมออกจากเรซิน (Efficiency of Eluate)



รูปที่ 5.3 แสดงการเพิ่มตัวของออกซิเจน

วิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม โดยใช้เครื่อง Energy Dispersive XRF

Source Cd^{109} 5 mCi H.V. 1870 Volts.

Coarse gain 32 Fine gain min.

เวลา 10 นาที

1. ใช้ H_2SO_4 1 โมลาร์ เป็นตัวชะล้าง
ตารางที่ 5.4 ผลการชะล้างยูเรเนียมออกจากเรซิน โดยใช้กรวดลวกริก 1.0 โมลาร์

Bed Volume	Counts/10 min	Background	Netcounts (y)	% Eluate $150y \times 100 / 900x$
1	2050	2038	12	0.16
2	2788		750	9.71
3	3301		1263	16.36
4	3193		1155	14.96
5	2947		909	11.77
6	2735		697	9.03
7	2563		525	6.80
8	2775		737	9.54
9	2853		815	10.55
10				
11	2581		543	7.03
12	2446		408	5.28
13	2342		304	3.94
14				
15	2324		286	3.70
0 ก่อนผ่านเรซิน	3325	2038	1287(x)	

II. ไซ้ที่วาง คือ 1.0 นอร์มอล NaCl ผสมกับ 0.1 นอร์มอล HCl

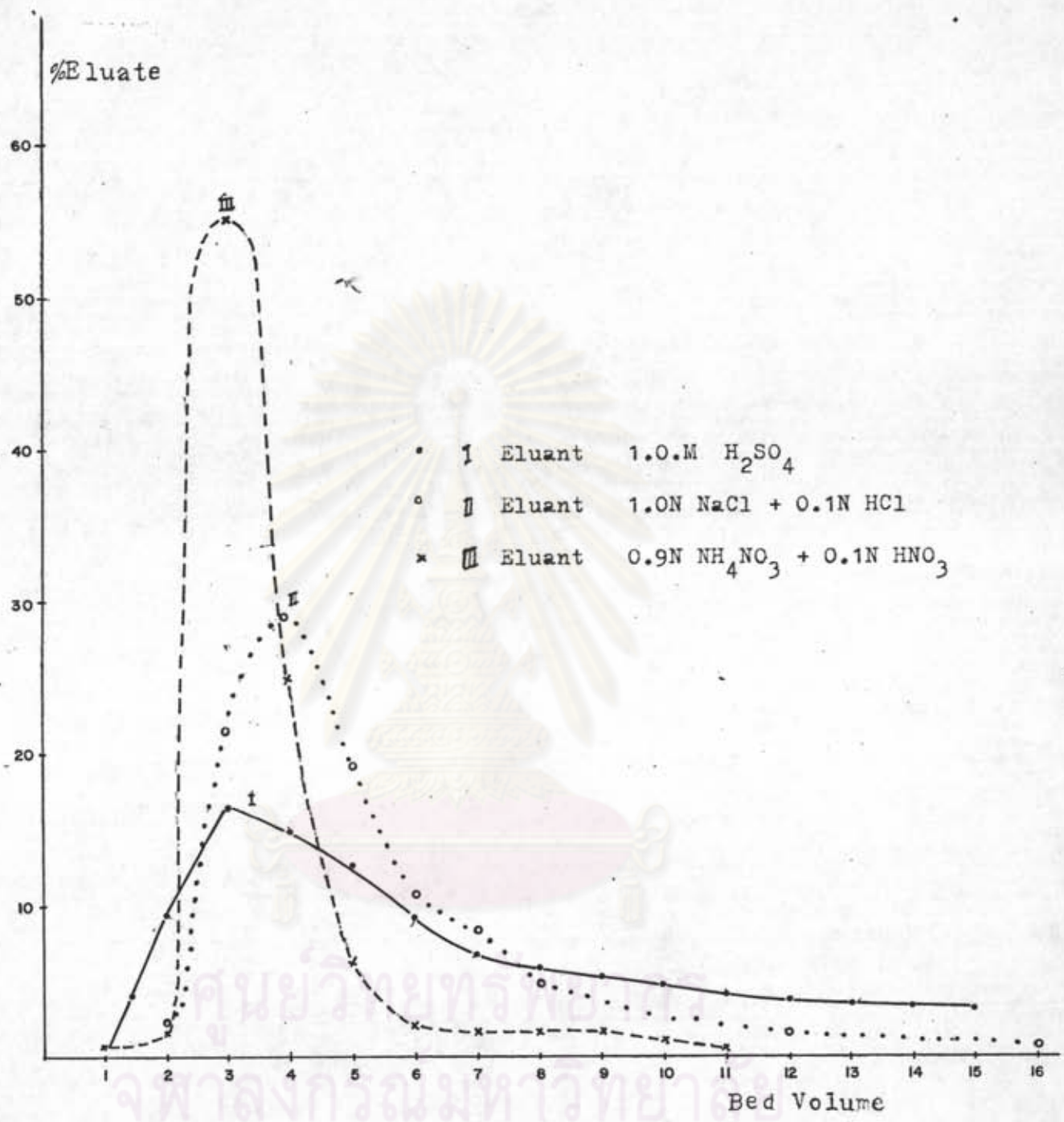
ตารางที่ 5.5 การชะล้างยูเรเนียมโดยใช้ 1.0 นอร์มอล NaCl ผสมกับ 0.1 นอร์มอล HCl

Bed Volume	Counts/10 min	Background	Netcounts (y)	% Eluate
1	2357	2019	338	4.25
2	2190		171	2.15
3	3711		1692	21.30
4	4386		2367	29.80
5	3535		1516	19.08
6	2884		865	10.89
7	2691		672	8.46
8	2421		402	5.06
9				
10	2401		382	4.81
11				
12	2174		155	1.95
13				
14				
15				
16	2086		67	0.84
• 0. ก่อนผ่านเรซิน	3343	2019	1324(x)	

III ใช้ตัวชะล้าง คือ 0.9 นอร์มอล NH_4NO_3 ผสมกับ 0.1 นอร์มอล HNO_3
 ตารางที่ 5.6 การชะล้างยูเรเนียมโดยใช้ 0.9 นอร์มอล NH_4NO_3 ผสมกับ 0.1 นอร์มอล HNO_3

Bed Volume	counts/10 min	Background	Netcounts	% Eluate
1	2075	2033	42	0.63
2	2232	2033	119	1.79
3	5795	2136	3659	55.14
4	3784	2136	1648	24.83
5	2505, 2592	2136	412.5	6.22
6	2283	2136	147.0	2.22
7	2192	2003	189	2.85
8	2139	2003	136	2.05
9	2244	2098	146	2.20
10	2182, 2152	2098	69	1.04
11	2114	2098	16	0.24
0 ก่อนผ่านเรซิน	3226, 3272	2145	1106(x)	

ศูนย์วิทยาศาสตร์การ
 จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 5.4 แสดงประสิทธิภาพของกัวอะล้างยูเรเนียมออกจากเรซิน

5.2.1.2 ผลการทดลองเงื่อนไขที่เหมาะสมที่เรซินดูดซับเหล็กน้อยที่สุด

วิเคราะห์ปริมาณเหล็กโดยใช้เครื่อง X-ray fluorescence

ตารางที่ 5.7 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก

pH	Relative factor	Concentration mg/l
0.5	0.1562323	156.23
1.0	0.1531508	153.15
1.4	0.1281392	128.14
1.8	0.1992707	199.27
2.3	0.2439525	243.95

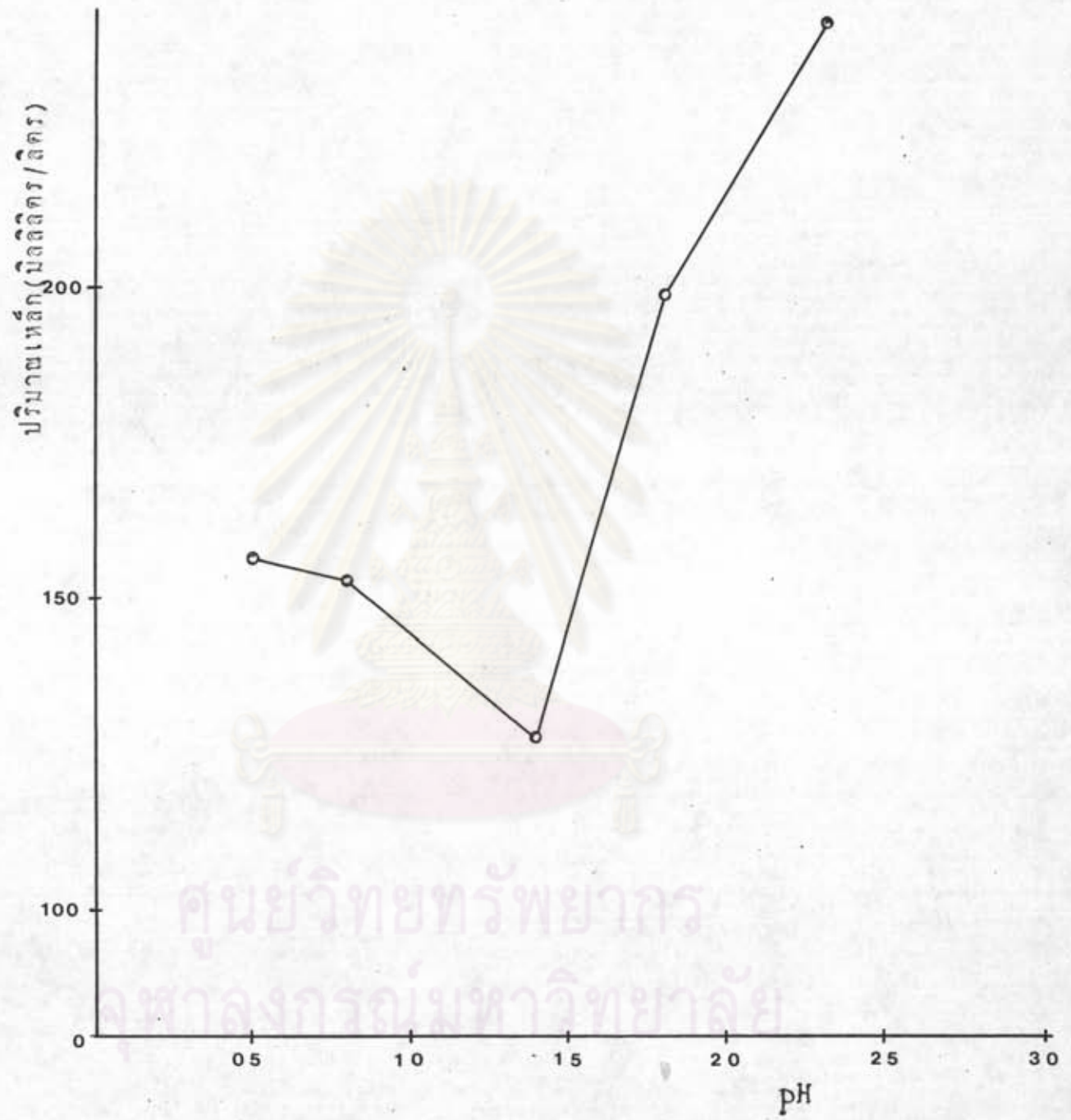
5.2.2 ผลการสกัดกวนกัวทำละลาย (Solvent Extraction)

5.2.2.1 ผลการทดลองหาเวลาที่สมบูรณ์

ผลการวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม โดยใช้เครื่อง Energy disper-
sive XRF, Source Cd^{109} -5 mCi H.V. 1870 Volts

Coarse gain 32 Fine gain minimum

Time 5 นาที



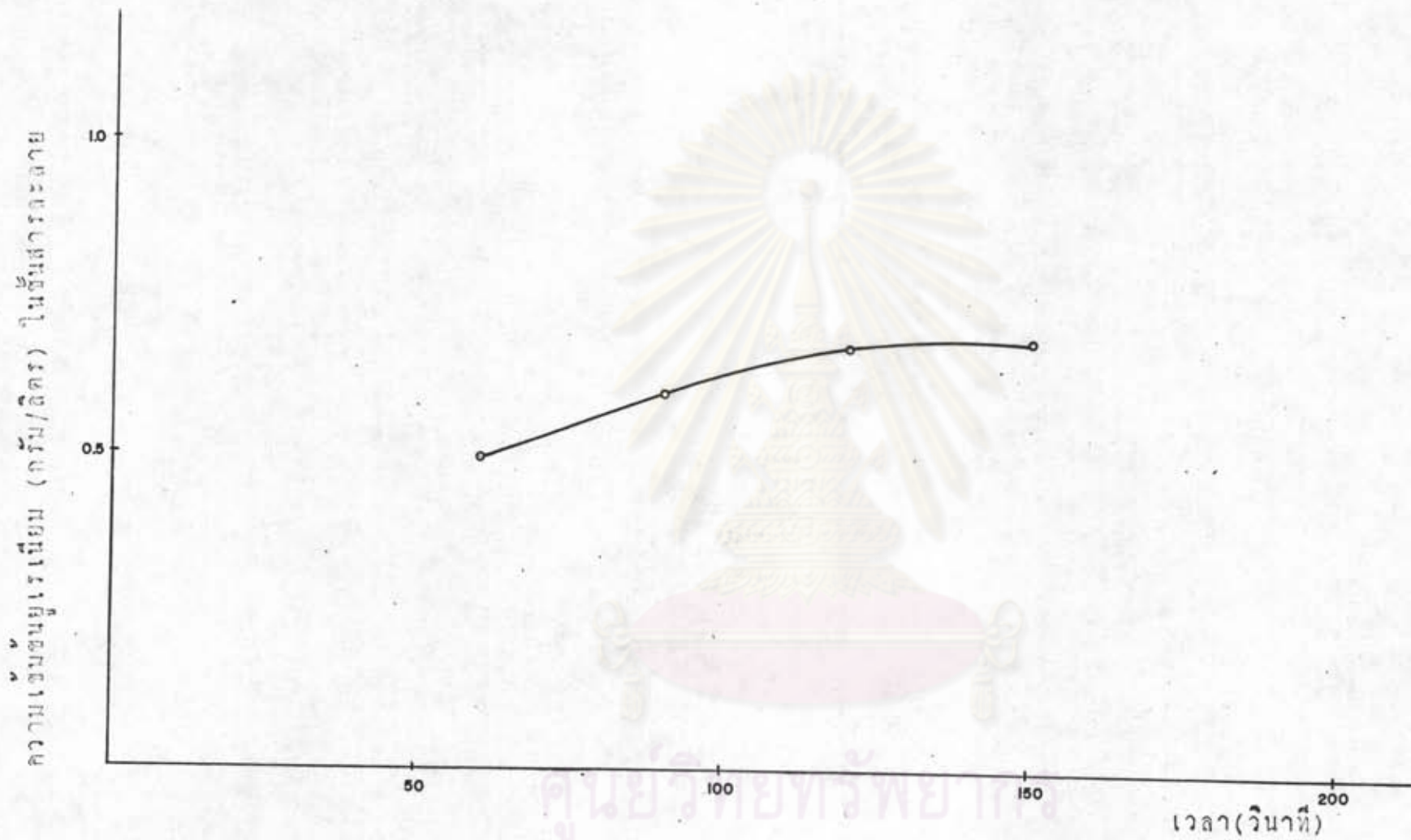
รูปที่ 5.5 แสดงเงื่อนไขที่เหมาะสมที่เรซินดูดซับเหล็กน้อที่ดีที่สุด

I ใช้สารละลาย ความเข้มข้น 5 กรัม ยูเรเนียมทริออกไซด์

ตารางที่ 5.8 ผลการหาเวลาที่จุดสมมูลย์ในการสกัดยูเรเนียม

Time (sec)	Counts/5min	Background	Netcounts	Conc. U (g /l)
Standard	2893	968	1925	5.0
60	1159	968	191	0.50
90	1200	968	232	0.60
120	1231	968	263	0.68
150	1234	968	266	0.69

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



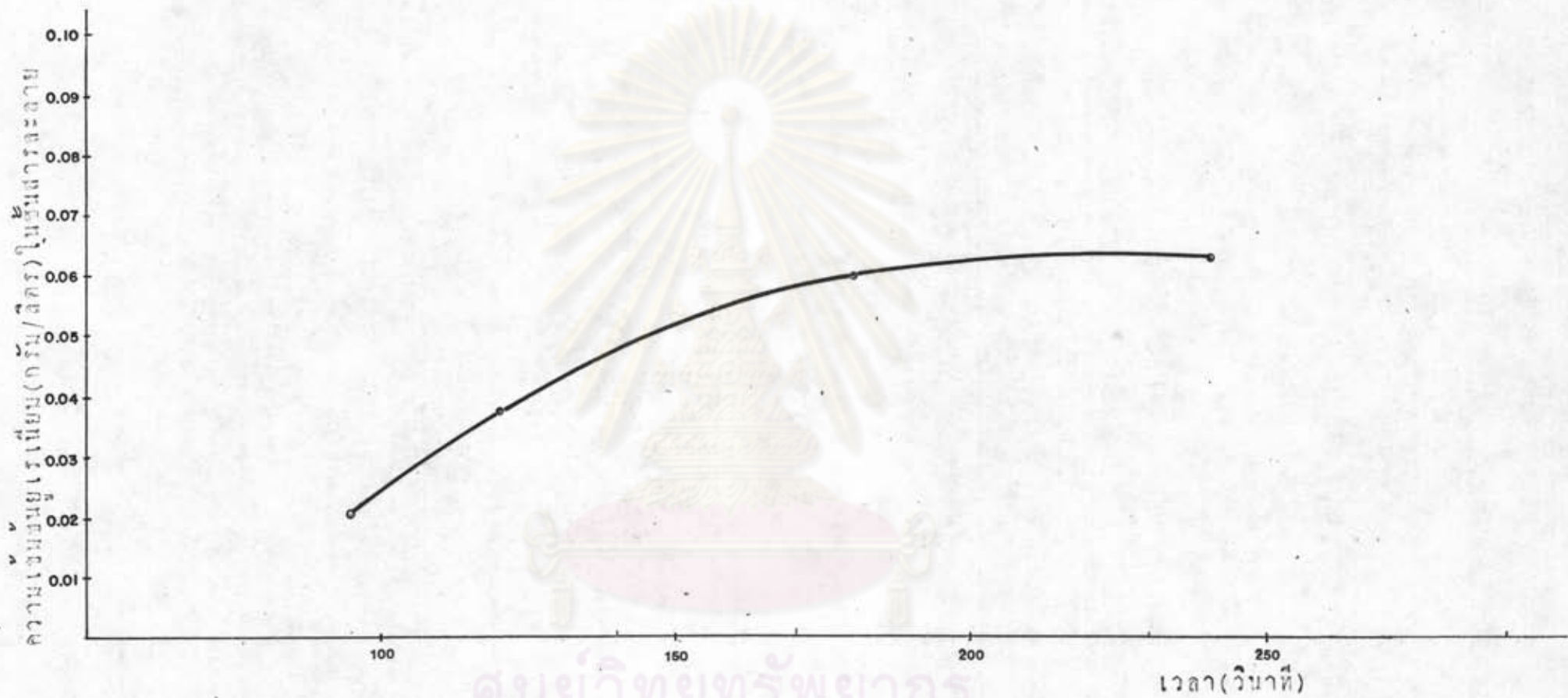
รูปที่ 5.6 แสดง เวลาที่จุดสมดุล (Equilibrium Time) ในการสกัดยูเรเนียม ด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ เมื่อความเข้มข้นของสารละลาย 5 กรัมยูเรเนียม/ลิตร

II ใช้สารละลายยูเรเนียมไดออกไซด์ ความเข้มข้น 1.25 กรัมยูเรเนียมต่อลิตร

ตารางที่ 5.9 ผลการทดลองหาเวลาที่จุดสมดุลในการสกัดยูเรเนียม

Time (Sec)	Counts/5min	Background	Net counts	Conc. U g/l
Standard	2206	1037	1169	1.25
90	1056	1037	19	0.020
120	1040, 1101	1037	33.5	0.036
180	1080, 1099	1037	56	0.060
240	1095	1037	58	0.062

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 5.7 แสดง เวลาที่จุดสมดุล (Equilibrium Time) ในการสกัดยูเรเนียนด้วยตัวทำละลาย เมื่อความเข้มข้นของสารละลาย 1.25 กรัมยูเรเนียน/ลิตร

5.2.2.2 ผลการทดลองหา Equilibrium Curve

วิเคราะห์หาปริมาณ ยูเรเนียม โดยใช้เครื่อง Energy Dispersive XRF
 Sources Cd^{109} 5mCi H.V. 1870 Volts
 Coarse gain 32 Fine gain minimum
 Time 5 นาที

Integrate peak จาก Channel no. 251 ถึง 315

ตารางที่ 5.10 ผลการทดลองหากรหามাত্রานยูเรเนียม

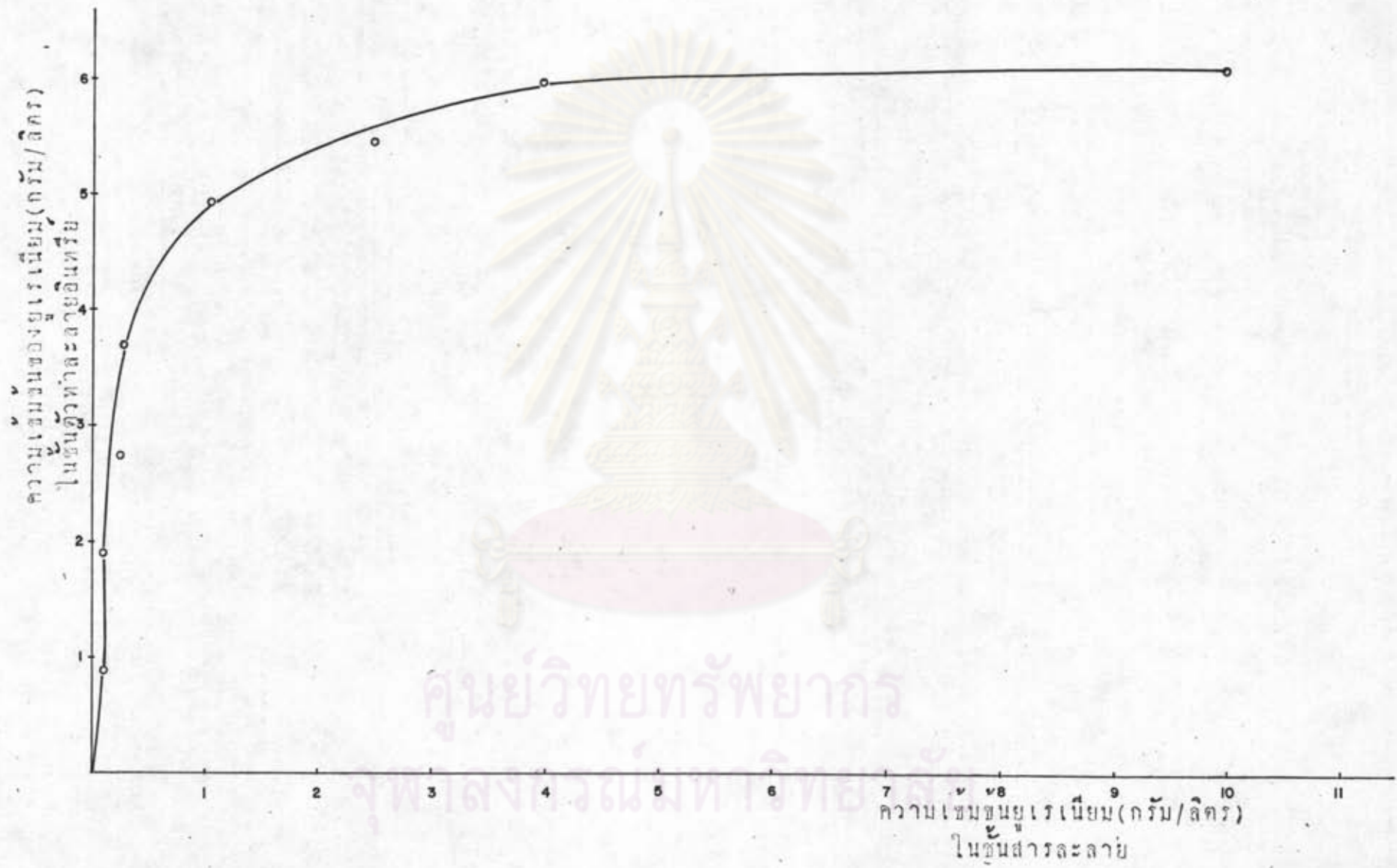
Conc. std. (gU/l)	Counts/5 min	net counts
20	7632	6606
16	6313	5287
12	4968	3942
8	3649	2623
4	2196	1170
2	1727	701
1	1382	356
Back ground	1026	

ตารางที่ 5.11 ผลการทดลองหา Equilibrium Curve

Conc. U (g/l) in aqueous	Conc U (g/l) in organic solvent	Extraction (E) coefficient
10.04	5.96	0.59
4.03	5.97	1.48
2.55	5.45	2.14
1.04	4.96	4.77
0.28	3.72	13.29
0.25	2.75	11.00
0.09	1.91	21.22
0.10	0.90	9.0



รูปที่ 5.8 แสดงกราฟมาตรฐานของสารละลายยูเรเนียม วิเคราะห์โดย Energy dispersive XRF



รูปที่ 5.9 Equilibrium Curve

ในการสกัดยูเรเนียมด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

5.2.2.3 ผลการทดลองหา Stripping Curve

1) ใช้ Na_2CO_3 0.75 โมลาร์ เป็นตัว Stripวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม โดยใช้เครื่อง Energy dispersive XRF
ตารางที่ 5.12 ผลการทดลองหากราฟมาตรฐานยูเรเนียม

Conc. Std. U (g/l)	Counts /5 min	Background	Net counts
5	2888	991	1897
4	2476	991	1485
3	2157	991	1166
2	1757	991	766
1	1329	991	338
0.5	1231	991	240

ตารางที่ 5.13 ผลการวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมในชั้นสารละลายโพเดียมคาร์บอเนต

Conc. U (g/l)	Counts /5 min	Background	Net counts
5	2805	991	1814
4	2428	991	1437
3	2117	991	1126
2	1742	991	751
1	1369	991	378
0.5	1202	964	238

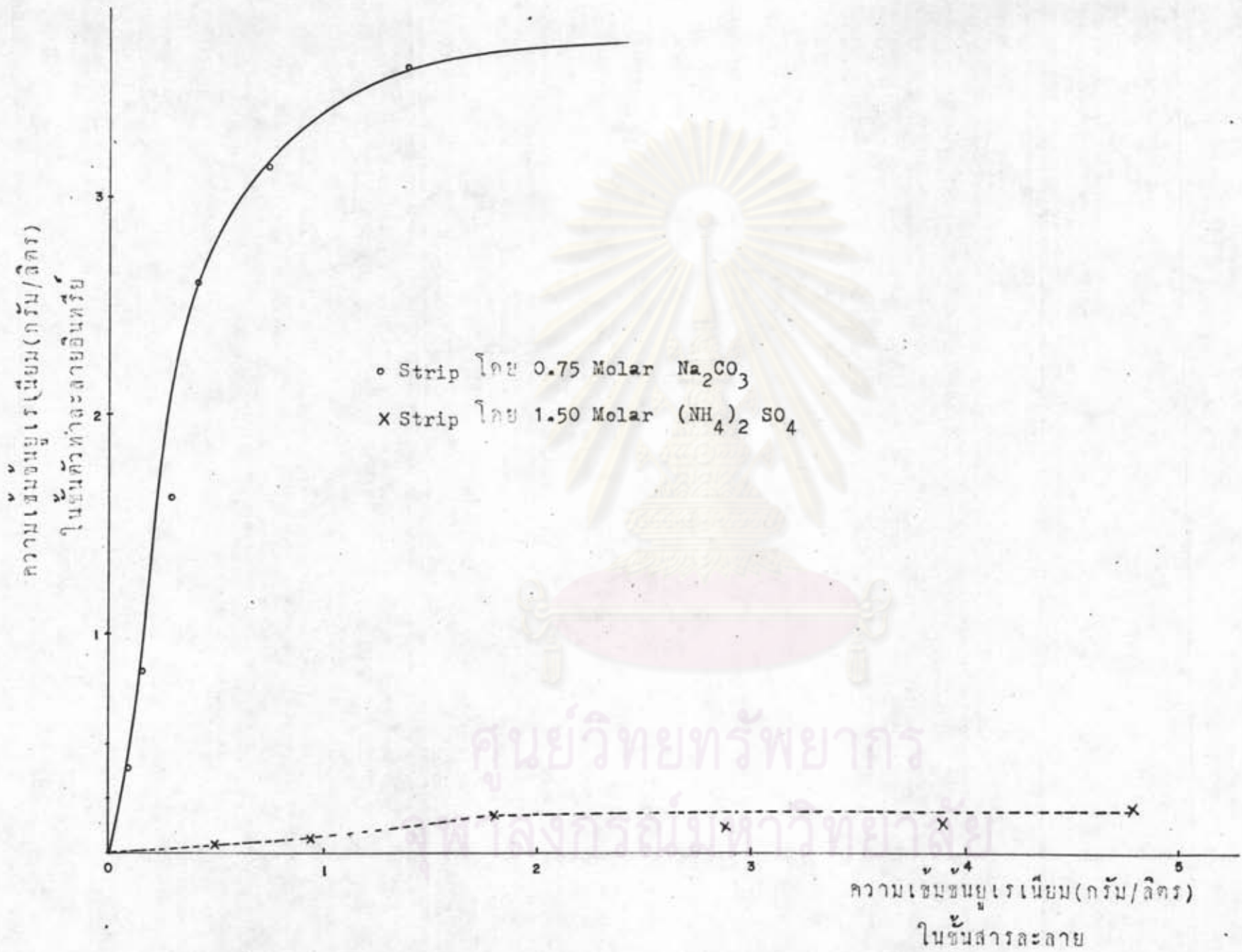
ตารางที่ 5.14 ผลการทดลองหา Stripping curve โดยใช้สารละลายโบเกียม
การบดเนต

Conc.U(g/l) in aqueous	Conc.U(g/l) in organic solvent	Stripping coefficient s^a
4.78	0.22	21.73
3.87	0.13	29.77
2.90	0.10	29.00
1.84	0.16	11.50
0.94	0.06	15.67
0.49	0.01	49.00

(2) ใช้ $(\text{NH}_4)_2 \text{SO}_4$ 1.5M เป็นตัว Strip

ตารางที่ 5.15 ผลการทดลองหา stripping curve โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมซัลเฟต

Conc.U(g/l) in aqueous	conc.U(g/l) in organic solvent	Stripping coefficient s^a
1.4	3.6	0.39
0.74	3.26	0.23
0.40	2.60	0.15
0.35	1.65	0.21
0.16	0.84	0.19
0.10	0.40	0.25



รูปที่ 5.10 แสดงการทดลองหา Stripping Curve

ใช้สารละลาย 2 ชนิด

5.3 ผลการทดลองจากแร่ โคัลมโบйт - แทนคาไลต์ จังหวัดอุทัยธานี

ตารางที่ 5.16 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม จากสารละลายที่ผ่านเรซินแล้ว และ
ทำให้บริสุทธิ์ด้วยการสกัดโดยเอมีน แบบใช้คอลัมน์เดี่ยว

Fraction	ml	Code	Conc.U(g/l)	% Recovery
Eluate	25	1A	0.69	
First Extraction	25	2A	0.68	
Second Extraction	25	3A	0.006	
Scrub (H ₂ O)	25	5A	-	
First Strip	25	6A	0.67	
Second Strip	25	7A	0.0081	
Total Extraction			0.686	99.42
Total Strip			0.6781	98.28
Eluate	50	1B	0.72	
First Extraction	50	2B	0.71	
Second Extraction	50	3B	0.0015	
Scrub (H ₂ O)	50	6B	-	
First Strip	50	7B	0.66	
Second Strip	50	8B	0.015	
Total Extraction			0.713	99.03
Total Strip			0.675	93.75

ตารางที่ 5.17 ผลการวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม จากสารละลายที่ผ่านเรซินแล้ว และ
ทำให้บริสุทธิ์ ด้วยการสกัดโดยเอมีน

Column 1

Fraction	ml	Conc.U. (g/l)	% Recovery
Eluate	50	1.1655	
First Extraction	50	0.9913	
Second Extraction	50	0.0599	
Third Extraction	50	0.0160	
Scrub (H ₂ O)	50	0.0011	
First Strip	50	1.0610	
Second Strip	50	0.0098	
Third Strip	50	-	
Total Extraction		1.0672	91.57
Total Strip		1.0708	91.87

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Column 2

Fraction	ml	Conc.U.(g/l)	% Recovery
Eluate	50	0.71	
First Extraction	50	0.6686	
Second Extraction	50	0.0371	
Third Extraction	50	0.0037	
Scrub (H ₂ O)	50	-	
First Strip	50	0.6361	
Second Strip	50	0.0003	
Third Strip	50	-	
Total Extraction		0.7094	99.92
Total Strip		0.6364	89.63

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

Column 3

Fraction	ml	Conc.U.(g/l)	% Recovery
Eluate	50	0.3724	
First Extraction	50	0.3385	
Second Extraction	50	0.0187	
Third Extraction	50	0.0066	
Scrub (H ₂ O)	50	-	
First Strip	50	0.3221	
Second Strip	50	0.0088	
Third Strip	50	0.0032	
Total Extraction		0.3638	97.69
Total Strip		0.3341	89.72

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 5.18 ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของเหล็กเหลืองที่ได้จากการทดลอง

ธาตุ	ความเข้มข้น	วิธีวิเคราะห์
Arsenic	N.D.	เทียบสี
Molybdenum	N.D.	เทียบสี
Vanadium	N.D.	A.A.
Boron	1281.44 ppm.	A.A.
Uranium	67.14 %	Ref.26

N.D. = not detected

ศูนย์วิทยาศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



Comparison of Refinery specifications for Uranium Concentrate and the Canadian Specification for Nuclear Purity Uranium Dioxide.

ตารางที่ 5.19 มาตรฐานความบริสุทธิ์ของเหล็กเหลือง

Constituent	Specification Limit without Surcharge, % of U. content or ppm. based on U in brackets		Canadian Specification for UO ₂ powder
	USAEC	Allied Chem.	
Uranium	65.0 min.	65.0 min.	(73.0 % min)
Iron	-	1.54	50
Molybdenum	0.69	0.15 (1500)	2
Boron	0.23	0.15 (1500)	0.3
Cadmium	-	-	0.2
Chromium	-	-	15.0
Copper	-	-	10.0
Manganese	-	-	5.0
Nickel	-	-	20.0
Vanadium	1.26	0.23	-
Silicon	-	-	30.0
Arsenic	2.30	1.06	-
Thorium	2.30	-	-
Aluminium	-	-	25.0

ตารางที่ 5.19 (ต่อ)

Constituent	Specification Limit without Surcharge, % of U. content or ppm. based on U in brackets		Canadian Specification for UO_2 powder
	USAEC	Allied Chem.	
Magnesium	-	-	40.0
Sodium	-	0.78	-
Potassium	-	4.60	-
Dysprosium	0.017(170)	-	0.15
Gadolinium	0.017(170)	-	0.10
Sulphate	11.5	12.3	-
Phosphate	4.6	1.1	-
Carbonate	4.6	2.0	-

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

แผนผังขั้นตอนการสกัดยูเรเนียมจากแร่โคดีมไบต์ - แทททาไลต์ และการทำให้บริสุทธิ์

