บทที่ 4

การทดลอง

4.1 การสกัดยูเรเนียมจากแร่โคลัมไบต์-แทนทาไลต์ โดยใช้กรด

แร่ที่ใช้ในการทดลอง มียูเรเนียมในรูป UO_2 หรือ U^{4+} ซึ่งไม่ละลายในกรดเจือจาง ดังนั้นจึงต้องออกซิไดซ์ U^{4+} ให้เป็น U^{6+} โดยการเติมออกซิแดนต์ ซึ่งตัวออกซิแดนซ์ที่เติมลงไปเมื่อปรับอัตราส่วน Fe^{3+}/Fe^{2+} ให้อยู่ประมาณ 1 (18) หรือทำให้ค่ารีดอกซ์โพเทนเชียลอยู่ในช่วงประมาณ − 400 ถึง − 430 mV. ซึ่งเป็นช่วงที่ U^{4+} จะเป็น U^{6+} ได้มาก ตัวออกซิแดนต์ที่ใช้คือแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) ซึ่งเป็นสารที่หาได้ง่าย และราคาถูก

4.1.1 การทดลองหาปริมาณออกซิแดนต์ที่เหมาะสมที่ใช้ย่อยสลายยูเรเนียมจากแร่ตัวอย่าง

ใช้ปริมาณแร่ 50 กรัม ซึ่งมีปริมาณยูเรเนียม 0.25 เปอร์เซนต์ โดยน้ำหนักย่อยในกรดซัลฟูริคเข้มข้น 5 เปอร์เซนต์ โดย น้ำหนัก/ ปริมาตร 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิที่ใช้ในการ ย่อยแร่ 80± 1 องศาเซลเซียส ทำการย่อยนาน 63 ชั่วโมง ความเร็วของใบพัดที่ใช้กวน 400 - 500รอบต่อนาที ใช้ปริมาณ MnO_2 8,10, 16,24 กรัม/ กิโลกรัมแร่

4.1.2 การทดลองหาความเข้มข้นของกรดซัลฟูริคที่เหมาะสมในการย่อยสลายแร่

ชั่งตัวอย่างแร่ 50 กรัม เติมตัวออกซิแดนต์ (MnO_2) 0.8 กรัม กวนด้วยความเร็ว 400-500 รอบต่อนาที ใช้ปริมาณกรดซัลฟูริก 250 ลูกบาศก์เซนติ

เมตร ความเข้มข้น 7.5,10,12.5,15 เปอร์เซนต์ โดยน้ำหนักต่อปริมาตร

4.1.3 การทดลองเพื่อหาข้อมูลเกี่ยวกับลักษณะการเติมออกซิแดนต์

ใช้ปริมาณแร่ 50 กรัม ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริกที่ใช้ในการย่อยแร่ 7.5 เปอร์เซนต์ โดยน้ำหนัก / ปริมาตร 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิที่ใช้ย่อยสลาย 80 ± 1 องศาเซลเซียส ความเร็วของใบพัดที่ใช้กวน 400-500 รอบต่อนาที ปริมาณ MnO_2 0.8 กรัม และหลังจากย่อยแร่ไปแล้ว 50 ชั่วโมง เติม MnO_2 เพิ่มไปอีก 0.8 กรัม

4.2 <u>การทำยูเรเนียมให้บริสุทธิ์</u>

4.2.1 โดยวิธีแลกเปลี่ยนอิออน (Ion exchange)

4.2.1.1 การทดลองหาประสิทธิภาพของตัวชะล้างยูเรเนียมออกจากเรซิน (Efficiency of Eluant) (5).

การเตรียมเรซิน (13) ใช้เรซิน Amberlite IRA-400(Cl^-)200 ลูกบาศก์เซนติเมตร แช่ในกรดซัลฟูริก 10 เปอร์เซนต์ ประมาณ 2 – 3 ชั่วโมง เพื่อเปลี่ยนรูป จากคลอไรด์เป็นซัลเฟต หลังจากนั้นล้างด้วยน้ำกลั่น จนหมดกรด โดยทดสอบกับกระดาษลิตมัส แล้วนำไปบรรจุในคอลัมน์ โดยไม่ให้เกิดฟองอากาศ

การเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต...

ชั่ง $UO_2.SO_4.3\frac{1}{2}H_2O$ 0.90155 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายมีความเข้มข้น 0.5 กรัมยูเรเนียม / ลิตร แล้วเตรียมสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ให้มีความเข้มข้น 0.5 กรัมยูเรเนียม / ลิตร, 0.25

กรัมยูเรเนียม / ลิตร, 0.125 กรัมยูเรเนียม / ลิตร และ 0.062 กรัมยูเรเนียม / ลิตร

วิธีทดลอง

1. ผ่านสารละลายยูเรเนียมความเข้มข้น 0.5 กรัม / ลิตร 900 ลูกบาศก์เซนติเมตรลงในคอลัมน์ที่บรรจุเรซิน IRA-400($SO_4^{=}$) เรียบร้อยแล้ว โดยให้ความเร็วของสารละลายที่ไหลออกมา 1 หยดต่อวินาทีจนหมด

2. ล้างด้วยกรดซัลฟูริก pH 1.4 ประมาณ 4 - 5 ปริมาตรของเบด

3. หลังจากนั้นใช้กรดซัลฟูริกความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ เป็นตัวชะล้าง และแยกเก็บสารละลายที่ได้แต่ละปริมาตรไว้ทำการวิเคราะห์หาปริมาณของยูเรเนียม

4. ทำการทดลองเช่นเดียวกับ 1- 3 แต่เปลี่ยนตัวชะล้างเป็นกรดไฮโดรคลอริคความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล ผสมกับสารละลายโซเดียมคลอไรด์ความเข้มข้น 1 นอร์มอล

5. ทำการทดลองเช่นเดียวกัน โดยเปลี่ยนตัวชะล้างเป็นแอมโมเนียมไนเตรต ความเข้มข้น 0.9 นอร์มอล ผสมกับกรดไนตริกความเข้มข้น 0.1 นอร์มอล

การเตรียมตัวอย่างเพื่อนำไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม

1. ใช้กระดาษกรองเบอร์ 42 มาทำ Paraffin ring เพื่อป้องกันไม่ให้สารละลายซึมออก

2. ใช้ Auto pipette ดูดสารละลายตัวอย่างแล้วหยดลงบน

กระดาษกรองที่เตรียมไว้แล้ว ตากให้แห้ง

3. นำไปวัดหาปริมาณยูเรเนียมโดยใช้เครื่อง Energy dispersive X-rayFluorescence, source ใช้ Cd^{109} 5 mCi หัววัดProportional วัดนาน 5 นาที

4.2.1.2 การทดลองหาเงื่อนไขที่เหมาะสม ที่เรซินดูดซับเหล็กน้อยที่สุดโดยปรับ pH ที่ค่าต่าง ๆ (13,22)

1. เตรียมสารละลายมีความเข้มข้น 0.5กรัมยูเรเนียม/ลิตร และ 0.5กรัมเหล็ก/ลิตร

2. แบ่งสารละลายออกเป็น 5 ส่วน ๆ ละ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3. ปรับ pH ของสารละลายโดยใช้ pH meter

สารละลายส่วนที่ 1 ปรับ pH ให้ได้ 0.5 โดยใช้สารละลาย NH_4OH

สารละลายส่วนที่ 2 ปรับ pH ให้ได้ 1.0 โดยใช้สารละลาย NH_4OH

สารละลายส่วนที่ 3 ปรับ pH ให้ได้ 1.4 โดยใช้สารละลาย NH_4OH

สารละลายส่วนที่ 4 ปรับ pH ให้ได้ 1.8 โดยใช้สารละลาย NH_4OH

สารละลายส่วนที่ 5 ปรับ pH ให้ได้ 2.3 โดยใช้สารละลาย NH_4OH

4. นำสารละลายแต่ละส่วนมาผ่านคอลัมน์ที่บรรจุเรซิน IRA-400($SO_4^=$) 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

5. ใช้กรดซัลฟูริก ความเข้มข้น 1.0 โมลาร์ ที่ 40 องศาเซลเซียสเป็นตัวชะล้างจนหมดเหล็ก ประมาณ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

6. ใช้ Auto-pipette ดูดสารละลายที่ชะล้างได้ แต่ละส่วน นำไปหยดลงบนกระดาษกรองที่ทำ paraffin ring แล้วตากให้แห้ง

7. นำไปวิเคราะห์หาปริมาณเหล็ก โดยใช้เครื่อง x-ray fluorescence

4.2.2 การสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent Extraction)

4.2.2.1 การทดลองหาเวลาที่รุดสมดุลย์ (Equilibrium Time)

1. เตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต มีความเข้มข้น 5.0 กรัมยูเรเนียม / ลิตร

2. เตรียมตัวทำละลาย ประกอบด้วย

Trioctylamine	$[CH_3(CH_2)_7]_3N$	0.1 M.
Isodecanol	$C_{10}H_{22}O$	3 %
Kerosene		97 %

นำทั้ง 3 ตัวมาผสมกันแล้ว equilibrate ด้วยกรดซัลฟูริก pH 0.9

3. ดูดสารละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 1 ใส่ในขวดพลาสติก ขวดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4. ดูดตัวทำละลายที่เตรียมไว้ในข้อ 2 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดข้อ 3 ขวดที่ 1 เขย่านาน 20 วินาที พอแยกชั้น รีบดูดเอาชั้นน้ำ 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดบนกระดาษกรองที่ทำ paraffin ring แล้ว

ขวดที่ 2 เขย่านาน 30 วินาที
ขวดที่ 3 เขย่านาน 40 วินาที
ขวดที่ 4 เขย่านาน 50 วินาที
ขวดที่ 5 เขย่านาน 60 วินาที
ขวดที่ 6 เขย่านาน 90 วินาที
ขวดที่ 7 เขย่านาน 120 วินาที
ขวดที่ 8 เขย่านาน 150 วินาที
ขวดที่ 9 เขย่านาน 180 วินาที

5. นำไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมโดยใช้เครื่อง Energy dispersive XRF

4.2.2.2 การทดลองหา Equilibrium Curve

1. เตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต ความเข้มข้น 16, 12 10, 8, 6, 4, 3, 2, 1, 0.5 กรัมยูเรเนียมต่อลิตร

2. ดูดสารละลายใส่ขวดพลาสติกขวดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3. ดูดตัวทำละลายใส่ขวดพลาสติก ขวดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น

4. ใช้ Auto-pipette ดูดสารละลายในชั้นน้ำ (ชั้นล่าง) 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตรหยดลงบนกระดาษกรองที่ทำ

paraffin ring แล้ว ตากให้แห้ง

5. นำไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม โดยใช้เครื่อง Energy Dispersive XRF

4.2.2.3 การทดลองหา Stripping Curve

1. เตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต ความเข้มข้น 10 กรัมยูเรเนียม/ลิตร

2. ดูดสารละลายที่เตรียมไว้ใส่ขวดพลาสติก ขวดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3. เติมสารละลาย Na_2CO_3 ความเข้มข้น1.5 นอร์มอล 5.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4. เติมตัวทำละลาย 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่า 5 นาที ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น

5. ใช้ Auto-pipette ดูดน้ำ 0.1ลูกบาศก์เซนติเมตร หยดลงบนกระดาษกรองที่ทำ Paraffin ring แล้วตากให้แห้ง

6. ทำเช่นเดียวกับ ข้อ 2-5

โดยดูดสารละลายยูเรนิลซัลเฟต 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
โดยดูดสารละลายยูเรนิลซัลเฟต 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร
โดยดูดสารละลายยูเรนิลซัลเฟต 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำ 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร
โดยดูดสารละลายยูเรนิลซัลเฟต 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำ 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร
โดยดูดสารละลายยูเรนิลซัลเฟต 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำ4.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

7. ทำการทดลองเช่นเดียวกับ ข้อ 1-6 แต่เปลี่ยนเป็นใช้ $(NH_4)_2SO_4$ 3.0 โมลาร์แทน Na_2CO_3 1.5 โมลาร์

8. นำไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียม โดยใช้เครื่อง Energy dispersive XRF

4.3 การทดลองสกัดยูเรเนียมจากแร่โคลัมไบต์ – แทนทาไลต์ และการทำให้บริสุทธิ์

4.3.1 การสกัดแร่

จากการทดลองในเงื่อนไขต่าง ๆ แล้ว ปรากฏว่าเงื่อนไขที่เหมาะสมสำหรับการสกัดแร่ชนิดนี้ คือ ใช้ปริมาณตัวอย่าง 50 กรัมบดละเอียดขนาด -200 เมช 50 เปอร์เซนต์ ความเข้มข้นของกรดซัลฟูริก 12.5 เปอร์เซนต์ โดยน้ำหนักต่อปริมาตรตัวออกซิแดนท์ คือแมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) ใช้ 0.8 กรัม อุณหภูมิที่ใช้ในการสกัด 80 ± 1 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 7 ชั่วโมง ความเร็วของใบพัดที่ใช้กวนตลอดเวลาที่ทำการสกัดแร่ 400-500 รอบต่อนาที

4.3.2 การทำให้สารละลายที่ได้จากการสกัดบริสุทธิ์

นำสารละลายที่ได้จากการสกัด (Leach Liquor) ซึ่งประกอบด้วยธาตุ U, Y, Fe, Mn, Ti, Th มาปรับ P^H ให้ได้ 1.4 โดยใช้สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 25 เปอร์เซนต์ เมื่อตั้งทิ้งไว้จะมีตะกอนขาวเกิดขึ้น กรองตะกอนออก แล้วนำไปผ่านเรซิน Amberlite IRA-400($S\bar{O}_4$)

1) ใช้คอลัมน์เดี่ยว บรรจุเรซิน 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผ่านสารละลาย 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยความเร็ว 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที จนหมด หลังจากนั้นล้างเรซินด้วยกรดซัลฟูริก P^H 1.4 จนหมดเหล็ก โดยทดสอบกับสารละลายโปตัสเซียม เฟอโรไซยาไนด์ 10 เปอร์เซนต์ ใช้กรดประมาณ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร

แล้วจะล้างยูเรเนียมออกจากเรซินด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 โมลาร์ เก็บส่วนที่มียูเรเนียมเข้มข้นที่ Bed Volume 2-6 ไว้ด้วยกัน แยกส่วนที่มียูเรเนียมน้อยตั้งแต่ Bed Volume ที่ 7 ไว้อีกส่วนหนึ่ง นำส่วนที่มียูเรเนียมเข้มข้นมาทำการทดลองต่อดังนี้

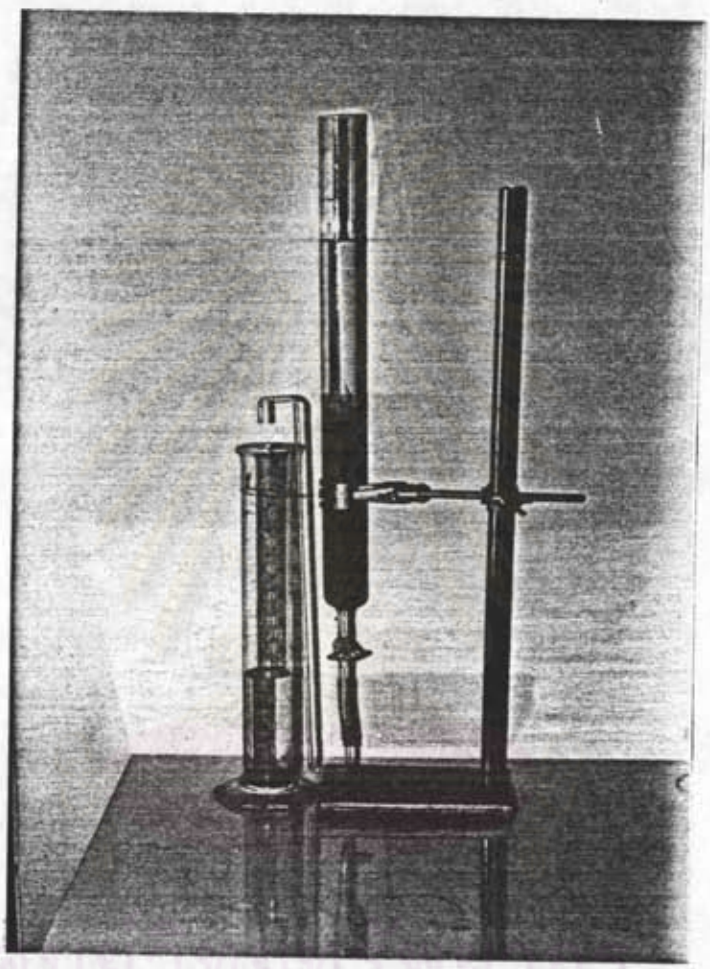
ก) ใช้สารละลาย 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร สกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ 2 ครั้งๆละ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างด้วยน้ำ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำการ Strip ต่อโดยใช้ โซเดียม คาร์บอเนต 0.75 โมลาร์ 2 ครั้งๆละ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำการวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมทุกขั้นตอน

ข) ใช้สารละลาย 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร สกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ 2 ครั้งๆละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างด้วยน้ำ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำการ Strip ต่อโดยใช้ โซเดียม คาร์บอเนต 0.75 โมลาร์ 2 ครั้งๆละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร หาปริมาณยูเรเนียมทุกขั้นตอน โดยใช้เครื่อง X-ray Fluorescence

2) ใช้คอลัมน์เล็ก 3 คอลัมน์ บรรจุเรซินคอลัมน์ละ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร ต่อคอลัมน์เข้าด้วยกันดังรูปที่ 4.2 ผ่านสารละลาย 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วจะล้างยูเรเนียมออกจากเรซินที่ฉ่ำตัว ด้วยกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1.0 โมลาร์ นำสารละลายที่ได้แต่ละคอลัมน์มาสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ 3 ครั้งๆละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างด้วยน้ำ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร Strip ต่อโดยใช้โซเดียม คาร์บอเนต 0.75 โมลาร์ 3 ครั้งๆละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

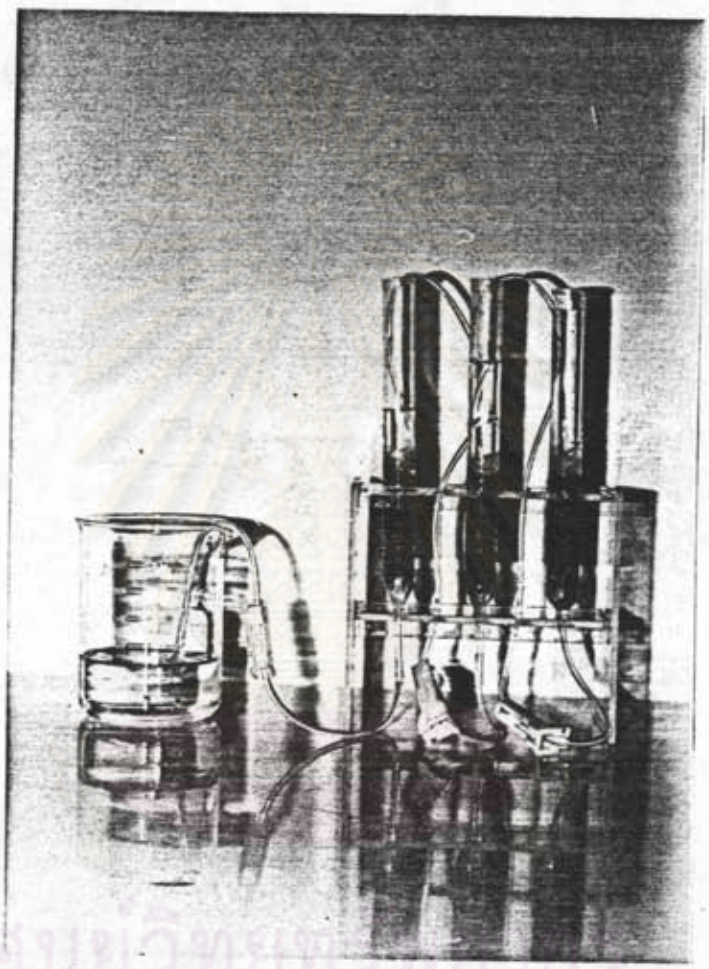
นำสารละลายยูเรเนียมที่ได้จากการ Strip มาตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ 60 องศาเซลเซียส จะได้ตะกอนสีเหลือง อบให้แห้ง ได้เค้กเหลือง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.1 คอลัมน์ไอออนเอกซ์เชนที่ใช้แยกยูเรเนียม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

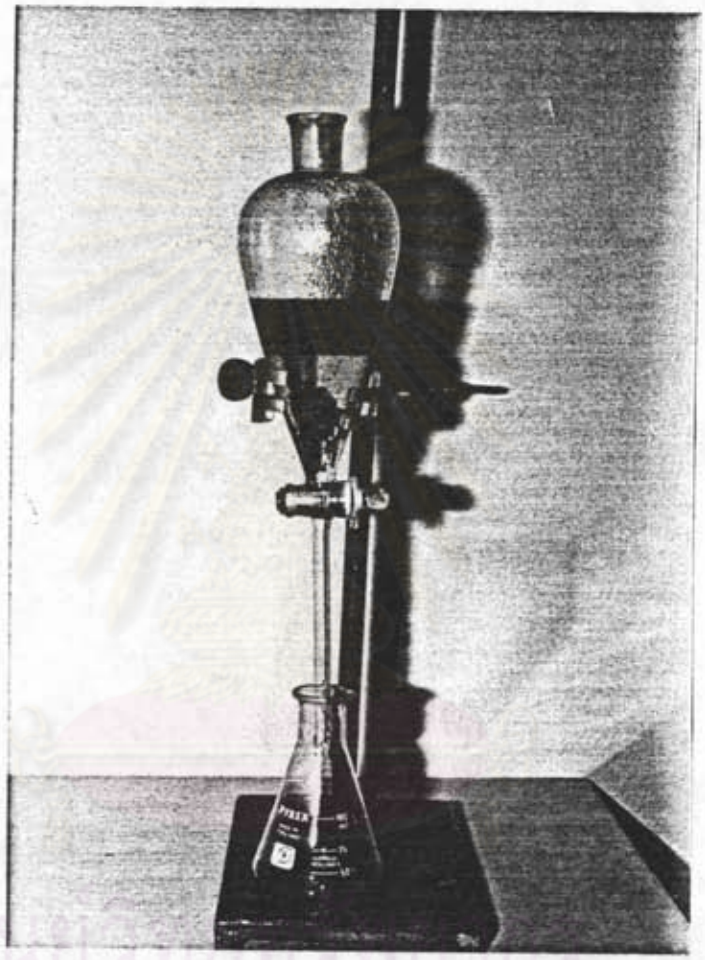


รูปที่ 4.2 คอลัมน์ไอออนเอกซ์เชน ขนาดเล็ก 3 อัน

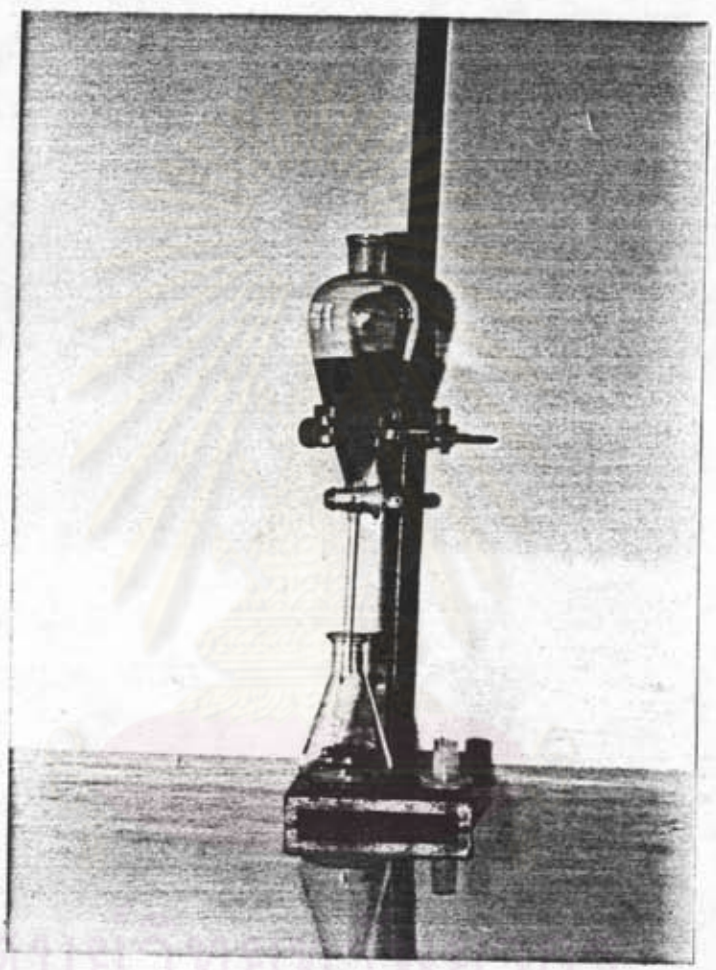
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 4.3 กรวยแยกที่ใช้ในการสกัดยูเรเนียมด้วย
ตัวทำละลายอินทรีย์

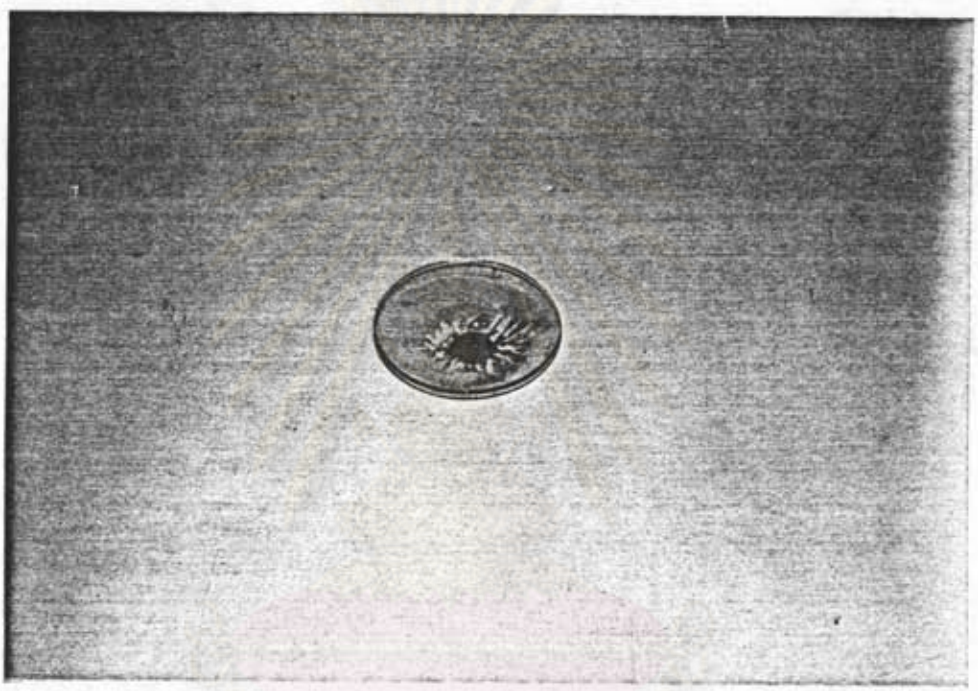
ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 4.4 การสกัดยูเรเนียมในชั้นของตัวทำละลายอินทรีย์



รูปที่ 4.5 การ Strip ยูเรเนียมกลับมาอยู่ในในชั้นสารละลาย



รูปที่ 4.6 เค้กเหลืองที่ได้จากทดลอง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย