



วิธีทำการทดลอง (Experimental Procedure)

3.1 เครื่องมือและสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง

ก. เครื่องมือที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

เครื่อง Atomic Absorption Spectrophotometer model AA 5 ของ  
บริษัท Varian Techtron

เครื่อง Double Beam Spectrophotometer model 124 พร้อมกาย  
Recorder model 56 ของบริษัท Perkin Elmer

เครื่อง pH meter model 28 ของบริษัท Radiometer

เตาเผาไฟฟ้า (Electric Furnace) ซึ่งควบคุมอุณหภูมิได้สูงสุด 1400  
องศาเซลเซียส ของ Gallenkamp, England

เบ้าพลาทินัม (Platinum crucible) เส้นผ่าศูนย์กลาง 3 เซนติเมตร

ชามเทฟลอน (Teflon basin) ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เส้น  
ผ่าศูนย์กลาง 7.0 เซนติเมตร

เครื่องให้ความร้อนที่มีเครื่องกวนแม่เหล็ก (Hot plate with magnetic  
stirrer)

โกร่งอะเกต (Agate mortar) เส้นผ่าศูนย์กลาง 10 เซนติเมตร

เครื่องกรองแบบสุญญากาศ (Vacuum Pump) ของบริษัท Kaiser

ข. สารเคมีที่ใช้ในการทดลองมีดังนี้

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
ยูเรนิลไนเตรต (hexahydrate)	BDH
โคเบนโซอิลมีเทน	BDH
ไพรีดีน	BDH
เอชานอล (Absolute)	Merck
ไตรนอมอลออกทิลฟอสฟีนออกไซด์ (TOPO)	BDH
ไซโครเฮกเซน	BDH
อะลูมิเนียมไนเตรต (nonahydrate) เออาร์	BDH
กรดเปอร์คลอริก เออาร์	Riedel
โปแตสเซียมฟลูออไรด์ (anhydrous) เออาร์	Mallen ckrodt
กรดทาร์ทาริก เออาร์	BDH
เอซีดีเอ็น โคอะมีน เตตระอะซีติก แอซิด (EDTA)	May and Baker Ltd, England
กรดไฮโครฟลูออริก เออาร์	Mallen ckrodt
กรดซัลฟูริก	Riedel-De Haen Ag.
กรดไนตริก	BDH
ไอโซบิวทิล เมทิลคีโตน (IMK)	BDH
โซเดียมไฮดรอกไซด์ เออาร์	Mallen ckrodt
แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ เออาร์	BDH
ไตรนอมอล บิวทิลฟอสเฟต (TBP)	BDH
น้ำมันก๊าด	Esso Standard Thailand
คว่ำทำลาย 3040	Esso Standard Thailand
อะลามีน 336	BDH

สารเคมีที่ใช้ในการทดลอง (ต่อ)

ชื่อสารเคมี	บริษัทผู้ผลิต
โซเดียมคาร์บอเนต เออาร์	Merck
แอมโมเนียมคาร์บอเนต เออาร์	BDH
แมงกานีส ไดออกไซด์	May and Baker Ltd, England
อาร์เซนาโซ III	BDH
ไดอะมิโน โซโคล เตตระอะซีติกแอซิก (DCTA)	BDH
กรกโมโนคลอโรอะซีติก	Mallen ckrodt
โซลีน เออาร์	Mallen ckrodt
1-บิวทานอล เออาร์	BDH

ค. สารละลายมาตรฐานที่ใช้ (ผลิตโดย BDH) ได้แก่

คอปเปอร์ไนเตรต	แคลเซียมซัลเฟต
อะลูมิเนียมไนเตรต	โครมิกไนเตรต
เพอริคคลอไรด์	เซอร์โคเนียมคลอไรด์
แมกนีเซียมไนเตรต	เมอคิวริกไนเตรต
แมงกานีสไนเตรต	สแตนนัสคลอไรด์
โซเดียมคลอไรด์	แคลเซียมไนเตรต
โปแตสเซียมโบรไมด์	สังกะสีไนเตรต
เหล็กไนเตรต	ซิลิกอน

### 3.2 การเตรียมสารตัวอย่าง

สารตัวอย่างที่ใช้ในการศึกษา คือแร่ยูเรเนียมซึ่งกรมทรัพยากรธรณีได้นำมาจากบ้านหนองขาม อำเภอกุเวียง จังหวัดขอนแก่น แร่ดังกล่าวมีขนาดต่าง ๆ กัน ได้นำมาสุ่มตัวอย่าง (sampling) แล้วนำไปบดให้ละเอียดด้วยเครื่องบดจนมีขนาดประมาณ 100 เมส (mesh) เพราะการบดขนาดนี้จะสิ้นเปลืองค่าใช้จ่ายน้อยกว่าขนาด 200 เมส หรือเป็นผงละเอียด เก็บแร่ตัวอย่างที่บดแล้วนี้ไว้วิเคราะห์ต่อไป

### 3.3 การศึกษาหาองค์ประกอบที่เป็นธาตุอื่น ๆ ในแร่ยูเรเนียม

#### 3.3.1 การหาปริมาณของซิลิกา (Silica)

นำแร่ยูเรเนียมที่ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 1 กรัม) มาผสมกับโซเดียมคาร์บอเนตชนิดแห้ง (anhydrous) นกประมาณ 6 กรัม โดยบดให้เข้ากันด้วยโกรงอะเกต (agate mortar) นำของผสมดังกล่าวใส่ในเบ้าพลาสติก แล้วนำไปหลอมในเตาไฟฟ้า (electric furnace) ที่อุณหภูมิประมาณ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 3 ชั่วโมง เมื่อของผสมหลอมเหลวแล้วทิ้งไว้ให้เย็น นำมาเติมน้ำเล็กน้อย แล้วเติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไปอย่างช้า ๆ เพื่อป้องกันการกระเด็น เนื่องจากมีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์เกิดขึ้นมาก แล้วจึงเติมกรดไนตริกเข้มข้นไปอีกจนของแข็งซึ่งละลายได้ยากละลายออกมาหมด พบว่ามีตะกอนเบาสีน้ำตาลเกิดขึ้น ต้มไล่ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจนหมด นำมากรองและล้างตะกอนให้สะอาด เก็บสารละลายที่กรองได้แล้วทำให้ปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เพื่อใช้วิเคราะห์หาธาตุต่าง ๆ ส่วนตะกอนพร้อมด้วยกระดาษกรองนำมาใส่ในเบ้าพลาสติก เเผาที่อุณหภูมิประมาณ 1000 องศาเซลเซียสจนได้เถ้าที่มีน้ำหนักคงที่ แล้วนำผลไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของซิลิกา ผลการทดลองอยู่ในตารางที่ 4.1

3.3.2 การหาปริมาณของซิลิกาและสิ่งที่ไม่ละลายในกรด นำแร่ที่ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 2.9 กรัม) ใส่ในขวดรูปชมพู่ ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม

กรรไกรตัดกิ่ง 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำไปต้มจนเดือด ขณะที่ต้มควรเติม กรรไกรตัดกิ่งลงไปบางอย่าให้แห้ง ตมนานประมาณ 10 ชั่วโมง ทิ้งไว้ให้เย็นแล้ว เติมน้ำลงไปพอประมาณ กรองเอาส่วนที่ไม่ละลายออกด้วยกระดาษกรองเบอร์ 42 และ ล้างให้สะอาด นำตะกอนไปเผาด้วยตะเกียงก๊าซจนกระดาษกรองไหม้ แล้วจึงนำไป เผาในเตาไฟฟ้า เผาที่อุณหภูมิประมาณ 1,000 องศาเซลเซียส จนได้น้ำหนักคงที่ แล้วคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของซิลิกาและสิ่งที่ไม่ละลายในกรรไกร ผลของการคำนวณแสดง อยู่ในตารางที่ 4.2 ส่วนสารละลายที่กรองได้ทำให้มีปริมาตรเป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐานและเก็บไว้เพื่อใช้วิเคราะห์ต่อไป

### 3.3.3 การวิเคราะห์ธาตุต่าง ๆ

ในการวิเคราะห์เพื่อหาองค์ประกอบต่าง ๆ ของแร่ยูเรเนียมว่ามีธาตุ อะไรบ้างนั้น นับว่ามีความจำเป็น เพราะในวิธีการหาปริมาณของธาตุยูเรเนียม อาจ มีธาตุอื่น ๆ บางชนิดรบกวนได้ ดังนั้นจึงได้วิเคราะห์หาปริมาณของธาตุต่าง ๆ เสียก่อน โดยใช้วิธีทางอะตอมมิกแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตเมตรี (Atomic Absorption Spectrophotometry) ซึ่งวิธีดังกล่าวจำเป็นต้องเลือก Hallow cathode lamp, ปริมาณกระแสไฟฟ้าที่ใช้ เปลวไฟที่ใช้สำหรับทำให้ธาตุเกิดเป็นอะตอม ความกว้างของ Slit และความยาวคลื่นที่จะวัดให้เหมาะสมและถูกต้อง ดังแสดงในตารางที่ 3.1 แร่ ยูเรเนียมที่จะวิเคราะห์ได้นำมาทำให้เป็นสารละลาย โดยใช้วิธีหลอมกับโซเดียมคาร์บอเนต (ข้อ 3.3.1) และโดยการย่อยด้วยกรรไกรตัดกิ่ง (ข้อ 3.3.2) และเพื่อความแน่ใจยังได้นำแร่ยูเรเนียมมาหลอมกับโซเดียมคาร์บอเนต เมื่อหลอมแล้วทิ้งไว้ให้เย็น นำมาละลาย ด้วยกรรไกรตัดกิ่ง และกรรไกรฟลูออริก เพื่อไล้ซิลิกาให้หมดไปในถ้วยเทฟลอน (Teflon) เมื่อซิลิกาหมดแล้วเติมกรรไกรเปอร์คลอริก และต้มจนควันสีขาวหมด เพื่อทำลายฟลูออไรด์ ให้หมดไป ควรต้มต่อไปจนเกือบแห้ง แล้วนำมาละลายน้ำจนได้ปริมาตร 100 ลูกบาศก์ เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เก็บไว้เพื่อทำคุณภาพวิเคราะห์และปริมาณวิเคราะห์โดยใช้ วิธีทางอะตอมมิกแอบซอร์ปชันเทคนิคต่อไป

ตารางที่ 3.1 แสดงปริมาณของกระแสไฟฟ้าที่ใช้ ความยาวคลื่น ความกว้างของ slit และชนิดของเปลวไฟที่ใช้กับเครื่องอะตอมมิคแอบซอร์ปชันสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ในการทำคุณภาพและปริมาณวิเคราะห์

ธาตุ	กระแสไฟฟ้าที่ใช้ (mA)	ความยาวคลื่น (nm)	ความกว้างของ slit (m $\mu$ )	ชนิดของเปลวไฟ*
Al	10	309.3	100	N-A
As	7	193.7	300	N-A, A-A
Ba	10	553.5	100	N-A
Ca	3	422.7	100	N-A
Co	5	240.7	25	A-A
Cr	3	357.9	100	A-A
Cu	3	324.8	100	A-A
Fe	5	248.3	50	A-A
K	5	766.5	300	A-A
Mg	3	285.2	100	A-A
Mn	5	279.5	50	A-A
Mo	5	313.3	100	N-A
Na	5	589.0	200	A-A
Ni	5	232.0	50	A-A

ตารางที่ 3.1 (ต่อ)

ธาตุ	กระแสไฟฟ้าที่ใช้ (mA)	ความยาวคลื่น (nm)	ความกว้างของ slit (m/μ)	ชนิดของเปลวไฟ*
Pb	5	217.0	300	A-A
Si	15	251.6	50	N-A
Sn	5	224.6	100	N-A
Ti	20	364.3	50	N-A
V	20	318.5	50	N-A
W	20	255.1	25	N-A
Zn	5	213.9	100	A-A
Zr	20	360.1	25	N-A

\* A-A = Air-Acetylene

N-A = Nitrous oxide-Acetylene

### 3.3.4 การทำกราฟมาตรฐานเพื่อวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุต่าง ๆ

จากการทำคุณภาพวิเคราะห์โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอลเซอร์ป้อนสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ พบว่าแร่ตัวอย่างมีธาตุต่าง ๆ เป็นองค์ประกอบดังแสดงในตารางที่ 4.3 จึงจำเป็นต้องทำกราฟมาตรฐานของแต่ละธาตุ เพื่อที่จะใช้วิเคราะห์หาปริมาณคือ ธาตุอะลูมิเนียม แมกนีเซียม เหล็ก ตะกั่ว แมงกานีส ซิลิคอน โซเดียม โปแตสเซียม และทองแดง โดยใช้สารละลายมาตรฐานแต่ละชนิดที่มีความเข้มข้น 1,000 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาทำให้เป็นสารละลายที่มีความเข้มข้นตามต้องการ แล้วนำไปวัดค่า absorbance โดยใช้เครื่องอะตอมมิกแอลเซอร์ป้อนสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ ผลการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 4.3 แล้วเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นกับค่า absorbance ของแต่ละธาตุ ดังแสดงในรูปที่ 4.1 - 4.5

### 3.3.5 การวิเคราะห์หาปริมาณของแต่ละธาตุในสารตัวอย่างโดยวิธีทางอะตอมมิกแอลเซอร์ป้อนสเปกโตรโฟโตเมตรี

นำสารละลายที่เตรียมได้จากแร่ตัวอย่างในข้อ 3.3.3 ไปวิเคราะห์หาปริมาณของแต่ละธาตุ โดยนำสารละลายดังกล่าวไปวัดค่า absorbance แล้วอ่านค่าความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐานอีกครั้งหนึ่ง ก็จะทราบปริมาณของแต่ละธาตุได้ ผลการทดลองอยู่ในตารางที่ 4.4

### 3.4 การศึกษาหาวิธีที่เหมาะสม สำหรับหาปริมาณของธาตุยูเรเนียมโดยวิธีทางสเปกโตรโฟโตเมตรี (Spectrophotometry)

เนื่องจากการหาปริมาณของธาตุยูเรเนียม โดยวิธีทางอะตอมมิกแอลเซอร์ป้อนสเปกโตรโฟโตเมตริกนั้นไม่เหมาะสม จึงได้พยายามศึกษาหาวิธีที่ดีและเหมาะสมที่สุดมาใช้หาปริมาณของธาตุยูเรเนียม โดยทดลองกับสารละลายยูเรเนียมที่ทราบปริมาณแน่นอนแล้ว ดังต่อไปนี้



### 3.4.1 การศึกษาหาปริมาณของธาตุยูเรเนียมโดยวิธีทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับสาร โคเบนโซอิลมีเทน (DBM)

#### 3.4.1.1 การเตรียมสารละลายต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

สารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ซึ่งยูเรเนียมในเตรตหนัก 12.65715 กรัม ละลายควายน้ำกลั่นจนได้ปริมาตร 250 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน ซึ่งเมื่อกำนวณแล้วจะได้สารละลายมาตรฐานที่มีธาตุยูเรเนียมละลายอยู่ 24 มิลลิกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลาย TOPO ชั้น 0.1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ซึ่ง TOPO หนัก 3.8664 กรัม นำมาละลายในไซโคลเฮกเซน จนได้สารละลายครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน และนำมา equilibrate ด้วยกรดไนตริก ชั้น 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร เก็บไว้เป็นตัวสกัดต่อไป

สารละลายไพริดีน ชั้น 5% (ปริมาตร/ปริมาตร) ใช้ไพริดีน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ในขวดมาตรฐานจุก 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมเอธานอล 95% จนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

สารละลายโคเบนโซอิลมีเทน ชั้น 1% (น้ำหนัก/ปริมาตร) ซึ่งสารโคเบนโซอิลมีเทนหนัก 1 กรัม ละลายแล้วทำให้มีปริมาตรครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐานควยเอธานอล 95%

สารละลายโปแตสเซียมฟลูออไรด์ และสารละลายอะลูมิเนียมในเตรต ชั้นอย่างละ 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ซึ่งโปแตสเซียมฟลูออไรด์หนัก 5.85 กรัม อะลูมิเนียมในเตรตหนัก 37.5 กรัม ละลายควายน้ำกลั่นจนได้สารละลายครบอย่างละ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน แล้วเก็บไว้ในขวดโพลีเอทิลีน

3.4.1.2 การศึกษาลักษณะของแอมพลิจูดสเปกตรัม (Absorption Spectra) ซึ่งได้จากสารประกอบเชิงซ้อนของยูเรเนียมกับสารโคเบนโซอิลมีเทน

ปีเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ที่มีความเข้มข้น 12.5 และ 25 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาชนิดละ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดมาตรฐานจุ่ม 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แต่ละชุดนำมาเติมสารละลายต่อไปนี้

1. สารละลายไพริดีน 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. สารละลายโคเบนโซอิลมีเทน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
3. เติมเอทานอล 95% จนครบ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร

พร้อมกับเขย่าขวด จะได้สารประกอบเชิงซ้อนที่มีสีเหลืองใสเกิดขึ้น แล้วนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 370 - 650 นาโนเมตร ลักษณะของแอมพลิจูดสเปกตรัม แสดงดังรูปที่ 4.6

3.4.1.3 การศึกษาผลของโคเบนโซอิลมีเทนที่มีผลต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของยูเรเนียม ได้ทำการทดลองดังนี้

ปีเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ที่มีความเข้มข้น 12.5 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มา 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 6 ชุด ใส่ในขวดมาตรฐานจุ่ม 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แต่ละชุดเติมสารละลาย DBM ซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน คือ 0.1, 0.2, 0.4, 0.6, 0.8 และ 1.0% (น้ำหนัก/ปริมาตร) ลงไปตามลำดับ ขวดละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมสารละลายไพริดีนขวดละ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมเอทานอล 95% จนครบ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่าขวด เพื่อให้ผสมกันอย่างดี แบ่งสารละลายไปวัดค่า absorbance ที่ความยาวคลื่น ที่ให้ค่า Absorbance สูงสุด ( $\lambda_{max} = 394$  นาโนเมตร) ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.6 และกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับเปอร์เซ็นต์ของ DBM ดังแสดงในรูปที่ 4.7

3.4.1.4 การศึกษาหาความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อนของยูเรเนียม เมื่อใช้โคเบนโซอิลมีเทน 1% (น้ำหนัก/ปริมาตร) กับความเข้มข้นต่าง ๆ ของสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม

ปิเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมที่มีความเข้มข้น 6.25, 12.5, 25.0, 50.0, 62.5 และ 75 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาชนิดละ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดมาตรฐานจุก 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร แต่ละชุกนำมาเติมสารละลายต่าง ๆ เช่นเดียวกับข้อ 3.4.1.2 คือ สารละลายไพริดีน 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายโคเบนโซอิลมีเทน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเติมเอทานอล 95% จนครบ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตรพร้อมทั้งเขย่าขวด จะได้สารละลายใหม่ที่มีความเข้มข้นเป็น 0.5, 1.0, 2.0, 4.0, 5.0 และ 6.0 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ แล้วนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 394 นาโนเมตร ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.7 และเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ดังรูปที่ 4.8 (ก) เป็นกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

3.4.1.5 การศึกษาวิธีสกัดยูเรเนียม จากสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมด้วย TOPO ในไซโครเฮกเซน

ปิเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมที่มีความเข้มข้น 6.25, 12.5, 25, 50, 62.5 และ 75 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาอย่างละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแยกขนาด 60 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 6 ชุก แล้วนำมาเติมสารละลายต่าง ๆ ต่อไปนี้

1. กรดไนตริกเข้มข้น 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร
2. สารละลายโปแตสเซียมฟลูออไรด์ 2.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เป็น masking agent

3. สารละลายอะลูมิเนียมไนเตรต 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เป็น salting out agent

4. สารละลาย TOPO 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่านานประมาณ 15 นาที ตั้งไว้สักครู่ เพื่อให้สารละลายแยกเป็น 2 ชั้น แล้วเปิดสารละลายที่อยู่ชั้นบน (ชั้นของสารอินทรีย์ที่มียูเรเนียมละลายอยู่) มา 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนควยสารโคเบนโซอิลมีเทนชน 1% (น้ำหนัก/ปริมาตร) เช่นเดียวกับข้อ 3.4.1.2 แล้วนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 394 นาโนเมตร ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.8 ส่วนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างค่า Absorbance กับความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม อยู่ในรูปที่ 4.8 (ข) เป็นกราฟมาตรฐาน (Calibration curve)

### 3.4.2 การศึกษาหาปริมาณของยูเรเนียมโดยวิธีทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับสารอาร์เซนาโซ III

#### 3.4.2.1 การเตรียมสารละลายต่าง ๆ ที่ใช้ในการทดลอง

สารละลาย DCTA เข้มข้น 10% ซึ่งสาร DCTA น้ก 10 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย จะได้อสารละลายที่มีลักษณะขุ่น ๆ แล้วเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร จนได้อสารละลายใส เติมกรดไนตริกเข้มข้นจนเป็นกลาง แล้วทำสารละลายที่ได้ให้ครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน

สารละลาย EDTA เข้มข้น 15% ซึ่งสาร EDTA น้ก 15 กรัม ละลายในน้ำกลั่นเล็กน้อย แล้วเติมสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์จนของแข็งละลายหมด และนำมาคอย ๆ เติมกรดไนตริกจนได้ pH 4-5 แล้วทำให้มีปริมาตรครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน

สารละลายโปแตสเซียมฟลูออไรด์เข้มข้น 2% ซึ่งโปแตสเซียมฟลูออไรด์ น้ก 2 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนได้อสารละลายครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน แล้วเก็บใส่ขวดโพลีเอทิลีนไว้ทดลองต่อไป

สารละลายกรดซัลฟามิกอิมตัว นำกรดซัลฟามิกมาละลายในน้ำกลั่นจน  
ได้สารละลายอิมตัว แล้วเก็บใส่ขวดไว้

สารละลายอาร์เซนาโซ III เข้มข้น 0.05% ซึ่งสารอาร์เซนาโซ III  
หนัก 0.05 กรัม ละลายในน้ำกลั่นจนได้สารละลายครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรใน  
ขวดมาตรฐาน

สารละลายกรดทาร์ทริกเข้มข้น 40% (น้ำหนัก/ปริมาตร) ซึ่งกรด  
ทาร์ทริกหนัก 40 กรัม แล้วละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้สารละลายครบ 100 ลูกบาศก์  
เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน

สารละลายบีเฟออร์ของกรดโมโนคลอโรอะซีติก-โมโนคลอโรอะซีเตต  
ซึ่งกรดโมโนคลอโรอะซีติกหนัก 50.085 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นเล็กน้อยในบีกเกอร์  
แล้วชั่งโซเดียมไฮดรอกไซด์หนัก 10.6 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นพอควรในบีกเกอร์อีกใบ  
หนึ่ง เมื่อสารละลายทั้ง 2 เย็นเท่าอุณหภูมิห้องแล้ว นำมาผสมกัน พร้อมทั้งเติมน้ำกลั่น  
ลงไปอีกจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน จะได้สารละลายบีเฟออร์  
ซึ่งมีจำนวนโมลของกรดโมโนคลอโรอะซีติกกับโมโนคลอโรอะซีเตตเท่ากัน และมีความ  
เข้มข้น 5.3 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร

สารละลายผสมของเอธานอลกับบิวทานอล 4 : 1 (โดยปริมาตร)  
ใช้เอธานอล 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมกับบิวทานอล 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้ว  
เก็บใส่ขวดไว้

สารละลาย TBP ใน IMK 1 : 4 (โดยปริมาตร) ใช้ TBP 20  
ลูกบาศก์เซนติเมตรผสมกับ IMK 80 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บใส่ขวดไว้สำหรับใช้  
สกัดยูเรเนียม ก่อนใช้ต้องนำมา equilibrate ด้วยกรดไนตริกชั้น 1 โมลต่อ  
ลูกบาศก์เดซิเมตร

สารละลาย TBP ในน้ำมันก๊าด (Kerosene) ที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ  
กัน โดยใช้ TBP จำนวน 20, 40, 60, 80 และ 93 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ  
มาละลายในน้ำมันก๊าดจนมีปริมาตรครบอย่างละ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลาย

TBP ซึ่งมีความเข้มข้น 20, 40, 60, 80 และ 93 เปอร์เซ็นต์ ตามลำดับ เก็บสารละลายที่ผสมได้เหล่านี้มา equilibrate ถ้วยกรกไนตริกชั้น 1 โมล/ลูกบาศก์เซนติเมตร ก่อนที่จะนำไปเป็นตัวสกัด

### 3.4.2.2 การศึกษาอิทธิพลของ pH และเวลาที่มีผลต่อการเกิดสารประกอบเชิงซ้อนของยูเรเนียมกับสารอาร์เซนาโซ III

ใช้สารละลายมาตรฐานยูเรเนียมที่มีความเข้มข้น 15 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดมาตรฐานซึ่งจุ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร จำนวน 4 ชุด แต่ละชุดนำมาเติมสารละลายต่อไปนี้

1. สารละลายกรดซัลฟามิก 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อทำลายกรกไนตริก หรือออกไซด์ของไนโตรเจน

2. สารละลายอาร์เซนาโซ III 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

3. สารละลายบัพเฟอร์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4. สารละลายผสมของเอชานอลกับบิวทานอล 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

5. สารละลาย DCTA 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อเป็น masking agent

6. หยดกรกไนตริกเข้มข้นลงไปในแต่ละขวด 1, 3, 5, 8 หยด ตามลำดับ แล้วทำสารละลายที่ได้ให้ครบ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ้วยการเติมสารละลายผสมเอชานอลกับบิวทานอล จะได้สารละลายสีม่วง

7. นำสารละลายสีม่วงที่ได้ไปปรับให้มี pH ต่าง ๆ กัน คือ 0.95, 2.5, 3.0 และ 3.65 ตามลำดับ แล้วนำไปศึกษาลักษณะของสเปกตรัมในช่วงความยาวคลื่น 550 - 700 นาโนเมตร ในช่วงเวลา 5, 10, 15, 30, 45 และ 60 นาที ตามลำดับ ผลการทดลองแสดงในตารางที่ 4.9 ลักษณะของสเปกตรัมแสดงในรูปที่ 4.9

### 3.4.2.3 การหาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของยูเรเนียมกับค่า Absorbance ของสารประกอบเชิงซ้อน

ปิเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมที่มีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20, 30, 40, 60, 80 และ 120 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาชนิดละ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดมาตรฐาน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนเช่นเดียวกับข้อ 3.4.2.2 ตั้งแต่ข้อ 1 - 5 แล้วปรับ pH ของสารละลายให้อยู่ระหว่าง 1.0 - 3.5 นำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 653 นาโนเมตร ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.10 และเขียนกราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมกับค่า Absorbance เรียกว่า กราฟมาตรฐาน (Calibration curve) แสดงในรูปที่ 4.10

### 3.4.2.4 การศึกษาหาปริมาณของยูเรเนียมโดยใช้วิธีสกัดด้วย TOPO ในไซลีน และการทำกราฟมาตรฐาน

เพื่อที่จะได้ศึกษาถึงผลของการหาปริมาณของยูเรเนียม โดยใช้วิธีสกัดแยกเอายูเรเนียมออกจากของผสมเสียก่อน เป็นการกำจัดสารรบกวนอื่น ๆ แล้วจึงนำไปทำให้เกิดสีด้วยอาร์เซนาโซ III ต่อไป วิธีสกัดมีขั้นตอนดังนี้

1. ปิเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ซึ่งมีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20, 30, 40 และ 60 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาชนิดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแยกแต่ละอัน
2. เติม masking agent ซึ่งได้แก่ DCTA เข้มข้น 10% EDTA เข้มข้น 15% โปแตสเซียมฟลูออไรด์เข้มข้น 2% และกรรทาร์ทริกเข้มข้น 40% ลงไปอย่างละ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ
3. เติมกรรทริกเข้มข้น เพื่อทำให้สารละลายมีกรรทริกเข้มข้น 0.5 - 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ลงไปประมาณ 1.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายประมาณ 8 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4. เติม TOPO ในไซลิ่งลงไปในช่วงแยก 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้ว  
เขย้านานประมาณ 15 นาที

5. ตั้งทิ้งไว้จนสารละลายแยกเป็น 2 ชั้น แล้วเปิดชั้นของไซลิ่ง  
ซึ่งอยู่ข้างบน (ชั้นของสารอินทรีย์ซึ่งมียูเรเนียมละลายอยู่) มาช่วงละ 2 ลูกบาศก์  
เซนติเมตร ได้ในช่วงมาตรฐาน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตามลำดับ

6. เติมสารละลายกรดซัลฟามิก 0.1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

7. เติมสารละลายอาร์เซนาโซ III 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

8. เติมสารละลายบิฟเฟออร์ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

9. เติมสารละลายผสมระหว่างเอธานอลกับบิวทานอล 5 ลูกบาศก์

เซนติเมตร

10. เติมสารละลาย DCTA 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

11. นำสารละลายทุกช่วงมาหยดกรดไนตริกเข้มข้นลงไป พร้อมทั้ง  
ปรับ pH ให้อยู่ระหว่าง 1.0 - 3.5 แล้วเติมของผสมเอธานอลกับบิวทานอลจนได้  
สารละลายครบ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

12. นำสารละลายแต่ละช่วงที่ได้ไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น  
653 นาโนเมตร ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.11 และเขียนกราฟมาตรฐาน  
ดังรูปที่ 4.11

### 3.5 การหาปริมาณยูเรเนียมในแร่ตัวอย่าง (14, 15)

ซึ่งแร่ตัวอย่างมาให้ทราบน้ำหนักแน่นอน 3 ตัวอย่าง คือ 5.0000, 4.9992  
และ 5.0003 กรัม แล้วนำไปหลอมกับโซเดียมคาร์บอเนตชนิดแห้งหนักประมาณ 6 เท่า  
ของน้ำหนักแร่ โดยบดให้เข้ากันด้วยโกรงอะเกต นำของผสมดังกล่าวใส่ในเบ้าพลาสติก  
แล้วนำไปหลอมในเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิประมาณ 900 องศาเซลเซียส เป็นเวลานาน 3  
ชั่วโมง เมื่อของผสมหลอมเหลวแล้วทิ้งไว้ให้เย็น นำมาเติมน้ำเล็กน้อย แล้วเติมกรด  
ไนตริกเข้มข้นลงไปอย่างช้า ๆ เพื่อป้องกันการกระเด็นเนื่องจากมีก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์



เกิดขึ้นมาก แล้วจึงเติมกรดไนตริกเข้มข้นลงไปอีก จนของแข็งซึ่งละลายได้ยากละลายออกมาหมด พบว่ามีตะกอนเบาสีน้ำตาลเกิดขึ้น คัมไลกาซคาร์บอนไดออกไซด์ออกจนหมด นำมากรองและล้างตะกอนให้สะอาด เก็บสารละลายที่กรองได้แล้วทำให้ปริมาตรครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เพื่อใช้ในการหาปริมาณของยูเรเนียมต่อไป โดยนำสารละลายจำนวน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ไปสกัดด้วย TOPO เช่นเดียวกับวิธีในข้อ 3.4.2.4 จากค่า Absorbance ที่วัดได้ นำไปอ่านจากกราฟมาตรฐาน แสดงความสัมพันธ์ของความเข้มข้นของยูเรเนียมกับค่า Absorbance จะทำให้ทราบปริมาณของยูเรเนียมในแร่ได้ ผลการทดลองแสดงอยู่ในตารางที่ 4.12 และอ่านความเข้มข้นจากกราฟมาตรฐานรูปที่ 4.11

### 3.6 การศึกษาการสกัดยูเรเนียมจากแร่ (Extraction of Uranium from ore)

เนื่องจากผลของการทดลอง ในการหาปริมาณของยูเรเนียมจากแร่พบว่า แร่ยูเรเนียมนี้มีเปอร์เซ็นต์ของยูเรเนียมค่อนข้างต่ำ (ดังตารางที่ 4.12) ดังนั้นจึงจำเป็นต้องศึกษาหาวิธีที่จะทำให้เปอร์เซ็นต์ของยูเรเนียมเพิ่มขึ้น ผู้วิจัยจึงจะได้ศึกษาหาสภาวะที่เหมาะสมสำหรับแยกยูเรเนียมออกจากแร่ แล้วหาวิธีที่จะสกัดเอายูเรเนียมออกมาเพื่อทำให้มีเปอร์เซ็นต์สูงขึ้น

#### 3.6.1 การหาปริมาณที่เหมาะสมของกรดซัลฟูริกที่ใช้ละลายแร่ยูเรเนียม มีวิธีทำดังนี้

ซึ่งแร่ยูเรเนียมให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 10 กรัม) ใส่ในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่กรดซัลฟูริกเข้มข้น (ถ.พ.1.76) ลงไป 1.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมกับเติมน้ำกลั่นลงไปจนครบ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปต้มบนเตาไฟฟ้า ซึ่งมีเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก และคนอยู่ตลอดเวลา ใช้เวลาต้มนาน 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส ถ้าแห้งก็เติมน้ำกลั่นลงไปพอสมควร แล้วทิ้งไว้ให้เย็น นำมากรองโดยใช้วิธีการกรองแบบสุญญากาศ (Vacuum filtration)

เพื่อแยกเอาของแข็งออกและล้างด้วยน้ำกลั่น ของเหลวที่กรองได้นำมาระเหยที่อุณหภูมิ  
ต่ำ ๆ เพื่อให้เหลือของเหลวน้อยกว่า 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วจึงค่อยทำให้ครบ  
100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เก็บไว้เพื่อหาปริมาณของยูเรเนียมที่ได้จาก  
การละลายของแร่ออกมาด้วยกรดต่อไป ทำเช่นเดียวกันนี้อีก แต่ใช้ปริมาณของกรด  
ซัลฟูริกเข้มข้นเป็น 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21 และ 24 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตาม  
ลำดับ จากนั้นนำสารละลายที่ได้ทุกอันไปสกัดด้วย TOPO ในไซลีน และหาปริมาณ  
ของยูเรเนียมโดยการทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับอาร์เซนาโซ III (ตามข้อ  
3.4.2.4) เมื่อทราบปริมาณของยูเรเนียมในสารละลายแต่ละขวดแล้ว นำไปคำนวณหา  
เปอร์เซ็นต์การละลายของแรควยกรด ดังนี้

$$\text{เปอร์เซ็นต์การละลาย} = \frac{\text{ปริมาณของยูเรเนียมในสารละลาย}}{\text{ปริมาณของยูเรเนียมทั้งหมดในแร่ยูเรเนียม}} \times 100$$

ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.13 และได้นำปริมาณของกรดซัลฟูริกที่ใช้กับ  
เปอร์เซ็นต์การละลายของแร่ ไปเขียนกราฟได้ดังรูปที่ 4.12

3.6.2 การหาปริมาณที่เหมาะสมของกรดซัลฟูริกที่ใช้ละลายแร่ยูเรเนียม เมื่อ  
ใส่ออกซิเจน มีวิธีทำดังนี้

ซึ่งแร่ยูเรเนียมให้ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 10 กรัม) ผสมแมงกานีส  
ไดออกไซด์หนัก 0.5 กรัม ใส่ในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วใส่กรด  
ซัลฟูริกเข้มข้นจำนวนต่าง ๆ กันคือ 1.5, 3, 6, 9, 12, 15, 18, 21 และ 24 ลูกบาศก์ -  
เซนติเมตร ตามลำดับ พร้อมกับเติมน้ำกลั่นลงไปในแต่ละขวดจนครบ 25 ลูกบาศก์ -  
เซนติเมตร นำแต่ละขวดไปต้มบนเตาไฟฟ้า ซึ่งมีเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก และคนอยู่ตลอด  
เวลา ใช้เวลาดำมนาน 4 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส ถ้าหนักก็เติม  
น้ำกลั่นลงไปพอสมควร แล้วทิ้งไว้ให้เย็น นำมากรองโดยใช้วิธีการแบบสุญญากาศ  
เพื่อแยกเอาของแข็งออก และล้างด้วยน้ำกลั่น ของเหลวที่กรองได้นำมาระเหยที่อุณหภูมิ  
ต่ำ ๆ เพื่อให้เหลือของเหลวน้อยกว่า 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วจึงค่อยทำให้ครบ

100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เก็บไว้เพื่อหาปริมาณของยูเรเนียม โดยนำสารละลายทุกอันไปสกัดด้วย TOPO ในไซลีน และทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับอาร์เซนาโซ III (ข้อ 3.4.2.2) เมื่อทราบปริมาณของยูเรเนียมในสารละลายแต่ละขวดแล้ว นำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของการละลายของแร่ควยกรด ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.13 และรูปที่ 4.12

### 3.6.3 การหาเวลาที่เหมาะสมในการละลายแร่ควยกรดซัลฟูริก

ใช้แร่ที่ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 10 กรัม) พร้อมกับเติมน้ำกลั่นลงไป 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่กรดซัลฟูริกเข้มข้น 18 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำเช่นเดียวกัน จำนวน 7 ขวด แล้วนำแต่ละขวดไปต้มบนเตาไฟฟ้า ซึ่งมีเครื่องคนด้วยแม่เหล็ก และคนอยู่ตลอดเวลา แต่ใช้เวลาต้มต่าง ๆ กัน คือ 1, 2, 4, 6, 8, 12 และ 16 ชั่วโมง ตามลำดับ โดยต้มที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียสเท่ากันหมด ถ้าจะแห้งให้เติมน้ำกลั่นลงไปพอสมควร แล้วทิ้งให้เย็น นำมากรองโดยใช้วิธีกรองแบบสุญญากาศ เพื่อแยกเอาของแข็งออกและล้างด้วยน้ำกลั่น ของเหลวที่กรองได้นำมาระเหยที่อุณหภูมิต่ำ เพื่อให้เหลือของเหลวน้อยกว่า 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วจึงค่อยทำให้ครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน เก็บไว้เพื่อหาปริมาณของยูเรเนียม โดยนำสารละลายทุกอันไปสกัดด้วย TOPO ในไซลีน และทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนกับอาร์เซนาโซ III (ข้อ 3.4.2.4) เมื่อทราบปริมาณของยูเรเนียมในสารละลายแต่ละขวดแล้ว นำไปคำนวณหาเปอร์เซ็นต์ของการละลายของแร่ควยกรด (เหมือนข้อ 3.6.1) ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.14 และรูปที่ 4.13

### 3.6.4 การหาเวลาที่เหมาะสมในการละลายแร่ควยกรดซัลฟูริก เมื่อใส่ออกซิเจนที่

ใช้แร่ยูเรเนียมที่ทราบน้ำหนักแน่นอนแล้ว (ประมาณ 10 กรัม) ใส่แมงกานีสไดออกไซด์หนัก 0.5 กรัม น้ำกลั่น 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมทั้งใส่กรดซัลฟูริกเข้มข้น 18 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำ

เช่นเดียวกันนี้ จำนวน 7 ขวด จากนั้นทำตามข้อ 3.6.3 ทุกประการ ผลการทดลอง ได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.14 และรูปที่ 4.13

### 3.6.5 การหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการละลายแร่ยูเรเนียม

ใช้แร่ยูเรเนียมที่ทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 10 กรัม) ใส่แมงกานีส ไดออกไซด์หนัก 0.5 กรัม น้ำกลั่น 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดซัลฟูริกเข้มข้น 18 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดรูปชมพูนขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำไปต้มบนเตาไฟฟ้าที่อุณหภูมิต่าง ๆ กัน คือ 40, 60, 80, 100 และ 120 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 4 ชั่วโมง ขณะต้มแร่ให้คอยเติมน้ำกลั่นลงไปเพื่อให้ปริมาณคงเดิม เมื่อสารละลายเย็นแล้วนำมากรอง และทำทุกอย่างเหมือนข้อ 3.6.3 ทุกประการ ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.15 และ รูปที่ 4.14

### 3.7 การศึกษาวิธีหาปริมาณยูเรเนียมในแร่ตัวอย่าง โดยอาศัยการสกัดยูเรเนียมจากสารละลาย (leach liquor) ด้วย TOPO ในโซลีนเข้มข้น 0.1 โมล/ลูกบาศก์-เคบิเมตร

นำสารละลายของแร่ยูเรเนียม (leach liquor) ซึ่งได้จากการศึกษาสภาพที่เหมาะสมในเรื่องของปริมาณกรดซัลฟูริก ที่ใช้ในการละลายแร่ (ข้อ 3.6.1) การใช้ ออกซิแคนท์ (ข้อ 3.6.2) เวลาที่เหมาะสมในการละลายแร่ (ข้อ 3.6.3 และข้อ 3.6.4) รวมทั้งอุณหภูมิที่เหมาะสมในการละลายแร่ (ข้อ 3.6.5) แล้ว ปรากฏว่า คองโซกรดซัลฟูริกเข้มข้นจำนวน 18 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมกับน้ำกลั่น 2 ลูกบาศก์-เซนติเมตรต่อแร่หนัก 10 กรัม ใช้แมงกานีสไดออกไซด์เป็นออกซิแคนท์หนักประมาณ 0.5 กรัม ใช้เวลาต้มแร่นาน 8 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิประมาณ 80 องศาเซลเซียส มีรายละเอียดอยู่ในข้อต่าง ๆ ดังกล่าวแล้ว จากการทดลองใช้สารละลายของแร่ตัวอย่าง 3 อัน ซึ่งทราบน้ำหนักแน่นอน (ประมาณ 10 กรัม) รายละเอียดของการสกัด และการทำให้เกิดสีกด้วยสารอาร์เซนาโซ III นั้น เหมือนกับใช้สารมาตรฐานยูเรเนียมดัง

ในข้อ 3.4.2.4 ผลการทดลองได้แสดงไว้ในตารางที่ 4.16 ความเข้มข้นของยูเรเนียม  
อ่านได้จากกราฟมาตรฐานรูปที่ 4.11

3.8 การศึกษาการสกัดยูเรเนียม จากสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมโดยอาศัยวิธี  
สกัดด้วย TBP ใน IMK (1:4 โดยปริมาตร) แล้วทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน  
ควยอาร์เซนาโซ III

ขั้นตอนของการสกัด และการทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนมีดังนี้

1. บีบอัดสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ซึ่งมีความเข้มข้น 5, 10, 15, 20, 25, 30, 40, 60 และ 80 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาอย่างละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแยกแต่ละอัน
2. เติม masking agent ซึ่งได้แก่ DCTA เข้มข้น 10% EDTA เข้มข้น 15% โปแตสเซียมฟลูออไรด์เข้มข้น 2% และกรดทาร์ทริกเข้มข้น 40% ลงไปอย่างละ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
3. เติมสารละลายอะลูมิเนียมไนเตรดเข้มข้น 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ลงไป 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดแยกแต่ละอัน เพื่อใช้เป็น salting out agent.
4. เติมกรดไนตริกเข้มข้น เพื่อทำให้สารละลายมีกรดไนตริกชั้น 0.5 - 0.75 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ลงไปประมาณ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไปจนทำให้ได้สารละลาย 8 ลูกบาศก์เซนติเมตร
5. เติม TBP ใน IMK ลงไปในขวดแยกแต่ละอัน จำนวน 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขยอนานประมาณ 15 นาที
6. ทิ้งไว้ให้สารละลายแยกเป็น 2 ชั้น บีบอัดสารละลายชั้นบน (ซึ่งเป็นชั้นของสารอินทรีย์มียูเรเนียมละลายอยู่) ออกมา 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำมาทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อน ควยอาร์เซนาโซ III ทำเหมือนข้อ 3.4.2.4 แต่ให้เติมเอธานอล 100% แทนของผสมระหว่างเอธานอลกับบิวทานอล จนได้สารละลายครบ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในขวดมาตรฐานแล้วนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น

653 นาโนเมตร แล้วหาความเข้มข้นของยูเรเนียมจากกราฟมาตรฐาน รูปที่ 4.10 ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.17 และรูปที่ 4.15

### 3.9 การศึกษาการสกัดยูเรเนียมจากสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ด้วย TBP ในน้ำมันก๊าด ซึ่งมีเปอร์เซ็นต์ต่าง ๆ กัน

3.9.1 การสกัดสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ซึ่งมีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน ด้วย TBP ข้น 93% โดยปริมาตรในน้ำมันก๊าด มีวิธีทดลองดังนี้

1. บีบสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ที่มีความเข้มข้น 7.5, 10, 15, 20, 30, 40 และ 60 ไมโครกรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร มาชนิดละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแยกแต่ละอัน ใส่ TBP ในน้ำมันก๊าดลงไป 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร และใส่อะคูมิเนียมไนเตรต 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเขย่า ประมาณ 15 นาที
2. แยกชั้นบน (ชั้นของสารอินทรีย์) ออกมาทั้งหมดเพื่อสกัดเอา ยูเรเนียมออกจากชั้นของสารอินทรีย์ ให้มาอยู่ในชั้นของน้ำโดยเติมสารละลาย โซเดียมคาร์บอเนตชั้น 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าประมาณ 10 นาที แล้วตั้งทิ้งไว้จนสารละลายแยกเป็น 2 ชั้น โซลันต์ออกมามีทั้งหมด แล้วบีบออกมา 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อทำให้เกิดสารประกอบเชิงซ้อนด้วย สารอาร์เซนาโซ III ทำเหมือนข้อ 3.4.2.4 (6-11) ให้ใส่สารละลายกรบ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตรในขวดมาตรฐาน แล้วนำไปวัดค่า Absorbance ที่ความยาวคลื่น 653 นาโนเมตร ผลการทดลองแสดงไว้ในตารางที่ 4.18 และรูปที่ 4.16

3.9.2 การศึกษาการสกัดสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ข้น 0.02% (200 ppm) ซึ่งละลายอยู่ในกรดซัลฟูริกที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กันด้วยสารละลาย TBP ในน้ำมันก๊าดที่มีความเข้มข้นต่าง ๆ กัน

เพื่อศึกษาถึงการสกัดยูเรเนียมที่มีความเข้มข้นต่ำ เช่น ในแร่ตัวอย่าง

จึงได้ศึกษาเกี่ยวกับสารละลายมาตรฐานก่อน โดยนำสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมขึ้น 0.02% ในสารละลายกรดซัลฟูริก 1, 2, 4 และ 6 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร มาอย่างละ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำไปสกัดด้วย TBP ในน้ำมันก๊าดที่มีความเข้มข้น 20%, 40%, 60% และ 80% ตามลำดับ เช่นเดียวกับวิธีทดลองในข้อ 3.9.1 ผลการทดลอง แสดงในตารางที่ 4.19 และรูปที่ 4.17

### 3.10 การศึกษาหาวิธีสกัดเพื่อแยกเอายูเรเนียมออกมาจากสารอื่น และให้มีความเข้มข้นเพิ่มขึ้นด้วยอะลามีน 336 ในตัวทำละลาย 3040

#### 3.10.1 การเตรียมสารละลายต่าง ๆ

1. สารละลายมาตรฐานยูเรเนียม คือ สารละลายมาตรฐานที่ได้เตรียมไว้แล้ว ดังรายละเอียดข้อ 3.4.1.1
2. สารละลายอะลามีน 336 คือ ของผสมทางการค้าของอะลามีนชนิดตติยภูมิ (Tertiary amine) ส่วนใหญ่ประกอบด้วยไตรนอมอลออกทิลอะลามีน และ ไตรนอมอลเดซิลอะลามีน ซึ่งผลิตโดย General Mills Inc, Ill., USA. (19)
3. ตัวทำละลาย 3040 คือตัวทำละลายซึ่งเป็น paraffinic naphtha fraction ประกอบด้วยอะโรมาติกไฮโดรคาร์บอนประมาณ 18% ซึ่งผลิตโดยบริษัทเอสโซ่ แอสตนคาร์ค ประเทศไทย
4. สารละลายอะลามีน 336 ในตัวทำละลาย 3040 เข้มข้น 7.5% โดยปริมาตร ใช้อะลามีน จำนวน 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมกับตัวทำละลาย 3040 จำนวน 185 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้ของผสมทั้งหมด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำมาใส่กรดซัลฟูริก 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวนเท่ากัน ตั้งทิ้งไว้อย่างน้อย 1 คืน ใช้เป็นตัวสกัดต่อไป
5. สารละลายแอมโมเนียมคาร์บอเนตเข้มข้น 1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ซึ่งแอมโมเนียมคาร์บอเนตหนัก 9.6 กรัม ละลายด้วยน้ำกลั่นจนได้สาร

ละลายครบ 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ในขวดมาตรฐาน เก็บไว้แยก (stripping) เอา  
ยูเรเนียมกลับมาอยู่ในสารละลายที่เป็นน้ำต่อไป

3.10.2 การศึกษาการสกัดยูเรเนียม จากสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมด้วย  
อะลามีน 336 ในตัวทำละลาย 3040 เขมชน 7.5% โดยปริมาตร (19) และการทำ  
กราฟมาตรฐาน

ปิเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียม ซึ่งมีความเข้มข้น 5, 10, 15,  
20, 30, 40, 60, 80 และ 120 ไมโครกรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร ชนิดละ 10  
ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ในขวดแยก แล้วปิเปตของผสมของอะลามีน 336 ในตัวทำละลาย  
3040 จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงไปด้วยพร้อมทั้งเติมกรดซัลฟูริกชั้น  
โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร ลงไปอีก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร (ทำให้อัตราส่วนของชั้นสาร  
อินทรีย์ต่อชั้นน้ำเป็น 1:2) แล้วเขย่าประมาณ 15 นาที ตั้งทิ้งไว้จนสารละลายแยก  
เป็น 2 ชั้น แยกชั้นกลางซึ่งเป็นชั้นของน้ำไปสกัดครั้งที่ 2 ส่วนชั้นบนซึ่งเป็นชั้นของ  
อะลามีนมียูเรเนียมละลายอยู่ นำมาแยกเอายูเรเนียมออกมา โดยการเขย่ากับสาร  
ละลายแอมโมเนียมคาร์บอเนตชน 0.1 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร จำนวน 10 ลูกบาศก์  
เซนติเมตร นานประมาณ 15 นาที เมื่อสารละลายแยกเป็น 2 ชั้นแล้ว นำชั้นน้ำซึ่ง  
มียูเรเนียมกลับมาละลายอยู่ เก็บไว้หาปริมาณยูเรเนียม เรียกว่า การสกัด (stripping)  
ครั้งที่ 1 นำชั้นของอะลามีนมาทำการสกัดครั้งที่ 2 แล้วเก็บชั้นน้ำไว้หาปริมาณยูเรเนียม  
เช่นเดียวกัน

การสกัดครั้งที่ 2 และการทำ stripping ครั้งที่ 3 มีวิธีทดลอง  
เหมือนวิธีที่กล่าวมาแล้ว นำสารละลายที่มียูเรเนียม และสารละลายที่มียูเรเนียมเหลือ  
อยู่จากการสกัดทุกอัน มาทำให้เกิดสีด้วยสารอาร์เซนไอโซ III แล้ววัดค่า Absorbance  
ผลการทดลอง แสดงไว้ในตารางที่ 4.20 เขียนกราฟมาตรฐานรูปที่ 4.18



3.10.3 การศึกษาหาอัตราส่วนของอะลามีนที่จะใช้ในการสกัดต่อสารละลายที่จะสกัด (ปริมาตรของสารอินทรีย์ : ปริมาตรของน้ำ) (19)

ปิเปตสารละลายมาตรฐานยูเรเนียมเข้มข้น 0.02% (200 ppm) จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแยก 4 ขวด แล้วปิเปตของผสมของอะลามีน 336 ในตัวทำละลาย 3040 จำนวน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงไปด้วย เพื่อให้ได้อัตราส่วนโดยปริมาตรของสารอินทรีย์ต่อสารละลายน้ำเป็น 1:1, 1:2, 1:3 และ 1:4 โดยการเติมกรดซัลฟูริก 0.125 โมล/ลูกบาศก์เดซิเมตร (19) ลงไป 0, 10, 20 และ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแยกแต่ละขวดตามลำดับ แล้วทำการสกัด 2 ครั้ง และแยกออก (stripping) 3 ครั้ง เหมือนในข้อ 3.10.2 ทุกประการ นำสารละลายแต่ละครั้งที่แยกออกไปวัดค่า Absorbance นำค่า Absorbance ที่วัดได้ไปหาปริมาณของยูเรเนียมจากกราฟมาตรฐานรูปที่ 4.18 แล้วคำนวณหาค่า  $K_d$  และเปอร์เซ็นต์การสกัดยูเรเนียม ดังแสดงในตารางที่ 4.21 และกราฟแสดงความสัมพันธ์ของค่า  $K_d$  กับอัตราส่วนโดยปริมาตรของอะลามีนที่ใช้สกัด ต่อสารละลายที่จะสกัด ดังรูปที่ 4.19

3.10.4 การสกัดยูเรเนียม จากแร่ตัวอย่างควยอะลามีน 336 ในตัวทำละลาย 3040 เข้มข้น 7.5% โดยปริมาตร

ในการศึกษานี้ได้นำข้อมูลจากข้อ 3.10.3 มาใช้เพื่อการสกัดเอา ยูเรเนียมออกจากสารละลายที่ได้จากการต้มแร่ด้วยกรดซัลฟูริก และใช้อัตราส่วนโดยปริมาตรของอะลามีนต่อสารละลายที่เป็นน้ำ เป็น 0.4 ซึ่งสกัดได้ที่ดีที่สุด โดยทำการทดลองดังนี้

ปิเปตสารละลายที่ได้จากการย่อยแร่ยูเรเนียมด้วยกรดซัลฟูริกมา 3 ตัวอย่าง (ดังได้กล่าวแล้วในข้อ 3.7) ชนิดละ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำมาปรับให้ pH เป็น 1 ด้วยการเติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ แล้วปิเปตสารละลายทั้ง 3 ตัวอย่าง

นี้มาอย่างละ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ในขวดแยกแต่ละใบ ใส่ตัวสกัด 10 ลูกบาศก์-  
เซนติเมตรทุกอัน ทำการสกัด 2 ครั้ง และแยกเอายูเรเนียมออก 3 ครั้ง เหมือนในข้อ  
3.10.2 ทุกประการ นำค่า Absorbance ที่วัดได้แต่ละครั้งไปหาปริมาณของยูเรเนียม  
จากกราฟมาตรฐานรูปที่ 4.18 คำนวณหาปริมาณของยูเรเนียมในชั้นสารอินทรีย์ และ  
ชั้นน้ำ หาค่า  $K_d$ , เปอร์เซนต์การสกัด และเปอร์เซนต์ยูเรเนียมในแร่ ดังแสดงใน  
ตารางที่ 4.22