

การศึกษาวិธีการแยกแ้วไร้เริ่ทในระคัมกังห่องทคดล่อง
โดยวิธีอีออนเอกซ์เซนจ



นายอำนวย อรุณรุ่งอารีย์

006597

วิทยานิพนธ์นี้ เป็นส่วนหนึ่งของการ ศึกษาตามหลักสูตรปริญญาวิศวกรรมศาสตรมหาบัณฑิต
แผนกวิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี
บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

พ.ศ. 2519

BENCH SCALE STUDIES ON SEPARATION OF RARE EARTHS
BY ION EXCHANGE

Mr. Anruay Aroonrung-Areeya

A Thesis Submitted in Partial Fulfillment of the Requirements
for the Degree of Master of Engineering
Department of Nuclear Technology
Graduate School
Chulalongkorn University

บัณฑิตวิทยาลัย จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย อนุมัติให้บัณฑิตวิทยาลัยเป็น
ส่วนหนึ่งของการศึกษาตามหลักสูตรปริญญาโทบัณฑิต

วิจิตร วัฒน

.....
(ศาสตราจารย์ ดร.วิจิตร วัฒน)

คณบดี

คณะกรรมการตรวจวิทยานิพนธ์

วิจิตร วัฒน ประธานกรรมการ
(รองศาสตราจารย์ ดร.วิจิตร วัฒน)

สุพรรณ แสงเพชร กรรมการ
(ศาสตราจารย์ สุพรรณ แสงเพชร)

อภิรักษ์ วัฒน กรรมการ
(ผู้ช่วยศาสตราจารย์ ดร.อภิรักษ์ วัฒน)

กรรติกา สิริเสนา กรรมการ
(ดร.กรรติกา สิริเสนา)

อาจารย์ผู้ควบคุมการวิจัย : ดร.กรรติกา สิริเสนา

ลิขสิทธิ์ของบัณฑิตวิทยาลัย

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

วิทยานิพนธ์เรื่อง การศึกษาวิธีการแยกแยะแอมป์เอิร์ทในระดับกิ่งห้องทดลอง
โดยวิธีออสซิลโลสโคป

โดย นายอานวย อรุณรุ่งอารีย์

แผนกวิชา นิวเคลียร์เทคโนโลยี

9

Thesis Title : Bench-Scale Studies on the Separation of
Rare Earths by Ion-Exchange

Name : Mr. Annuay Aroonrung-Areeya

Department : Nuclear Technology

Academic Year : 1976

ABSTRACT

The method of ion exchange was applied to the separation of mixtures of rare earth oxides into the pure components. The method consists of eluting a band of mixed rare earths adsorbed on a cation-exchange resin through a second cation-exchange bed in the copper^{II} state. The eluant consists of an ammonia buffered solution of ethylenediamine tetraacetic acid. The mixed rare earth oxide used as testing material was obtained from the digestion of Thai monazite. The amounts varied from 1, 5 to 50 grams. The purity of the rare earth fractions were analyzed either by neutron activation or X-ray fluorescence. The Cu.EDTA was recovered by the addition of lime. It was found that gram quantities of pure rare earths could be obtained by this method.

กิติกรรมประกาศ

วิทยานิพนธ์ฉบับนี้สำเร็จลงได้ด้วยความช่วยเหลือแนะนำทั้งทางด้านวิชาการ และการทดลองจาก ดร.กรรติกา ศิริเสนา นักนิวเคลียร์เคมี กองเคมี สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ซึ่งเป็นอาจารย์ผู้ควบคุมการวิจัย และจากสำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ที่ได้อำนวยความสะดวกในคานเครื่องมือ และวัสดุอุปกรณ์ทั้งหมด ที่ใช้ในการวิจัยครั้งนี้

สุดท้ายนี้ ขอขอบคุณ คุณสมพร จองคำ และ คุณชนิต อรรถบุตร ที่ได้ช่วยเหลือในการทดลอง และจัดหาอุปกรณ์การทดลอง และ คุณยุพา น้อยอุทัย จาก สำนักงานพลังงานปรมาณูเพื่อสันติ ในคานการพิมพ์

สารบัญ



หน้า

บทคัดย่อภาษาไทย	ง
บทคัดย่อภาษาอังกฤษ	จ
กิตติกรรมประกาศ	ฉ
รายการตารางประกอบ	ฅ
รายการภาพประกอบ	ฎ

บทที่

1. บทนำ	1
2. ทฤษฎี	4
2.1 หลักการทั่วไป	4
2.2 จลนะ (kinetics) ของปฏิกิริยาเคมี ในการแยกแอร์เอิร์ท โดยการชะล้างคอลลิมน์ด้วยสารละลาย EDTA	6
2.3 เทคนิคทั่วไปเกี่ยวกับการแยกโดยวิธีไอออน-เอกซ์เจนท์	10
3. เครื่องมืออุปกรณ์ และสารเคมีที่ใช้ในการทดลอง	14
4. การทดลอง	20
4.1 การเตรียมแอร์เอิร์ทออกไซด์ผสม	20
4.1.1 การตกตะกอนแอร์เอิร์ทออกไซด์ผสม	22
4.1.2 การแยกซีเรียมออกจากแอร์เอิร์ทออกไซด์ผสม	22
4.2 การเตรียมสารละลาย EDTA ที่ pH ต่าง ๆ	23
4.3 การเตรียมคอลลิมน์	25
4.4 การศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสารละลาย ที่มีต่อการชะล้าง	27

4.5	การแยกแรร์เอิร์ทออกไซด์ผสมที่ได้จากการย่อยแร่โมนาไซต์.....	28
4.5.1	การแยกแรร์เอิร์ทออกไซด์ผสมขนาด 1 กรัม	28
4.5.2	การแยกแรร์เอิร์ทออกไซด์ผสมขนาด 5 กรัม	29
4.5.3	การแยกแรร์เอิร์ทออกไซด์ผสมขนาด 50 กรัม	32
4.6	การวิเคราะห์ทางคุณภาพและปริมาณ	33
4.6.1	การวิเคราะห์โดยวิธีนิวตรอนแอกติเวชัน (Neutron activation analysis)	33
4.6.2	การวิเคราะห์โดยวิธีการเรืองรังสีเอกซ์ (X-ray fluorescence)	39
4.6.3	กราฟการชะล้าง (Elution Curve)	48
4.6.4	การเตรียมและการหาความบริสุทธิ์ของแรร์เอิร์ท- ออกไซด์	50
4.7	การเตรียมทองแดงและ EDTA จากสารละลายน้ำทิ้ง(waste solution)	52
4.8	การเตรียม EDTA จากสารละลายแรร์เอิร์ท EDTA	54
5.	ผลการทดลอง	55
5.1	ผลการศึกษาการแยกซีเรียมจากแรร์เอิร์ทไฮดรอกไซด์ผสม โดยวิธีออกซิเดชันในอากาศ (Air oxidation)	55
5.2	ผลการศึกษาการแยกแรร์เอิร์ทผสมมาตรฐาน โดยใช้สารละลาย ชะล้าง EDTA ที่ pH ต่าง ๆ	60
5.3	ผลการทดลองแยกแรร์เอิร์ทผสมจากโมนาไซต์	
5.3.1	ผลการแยกแรร์เอิร์ทผสมขนาด 1 กรัม	61
5.3.2	ผลการแยกแรร์เอิร์ทผสมขนาด 5 กรัม	66
5.3.3	ผลการแยกแรร์เอิร์ทผสมขนาด 50 กรัม	73

5.4	ความบริสุทธิ์ของแรร์เอิร์ทออกไซด์	80
5.5	ผลการแยก EDTA และทองแดงจากสารละลายน้ำทิ้ง	92
6.	อภิปรายผลการทดลอง	94
7.	สรุปการวิจัยและขอเสนอแนะ	103
	บรรณานุกรม	109
	ประวัติการศึกษา	111

รายการตารางประกอบ

ตารางที่		หน้า
3.1	แสดงคุณสมบัติทางนิวเคลียร์ของต้นกำเนิดรังสี	17
3.2	แสดงจำนวนและขนาดของคอสมันที่ใช้ในการทดลอง	18
4.1	แสดงปริมาณร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ชนิดต่าง ๆ ในแร่เอิร์ท ออกไซด์ผสมจากแร่โมนาไซต์	23
4.2	แสดงไอโซโทปรังสี ครึ่งชีวิต โฟสฟิเคของแร่เอิร์ท	37
4.3	แสดงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนรวมนิวเคลียส และพลังงาน รังสีเอกซ์เฉพาะตัว	44
5.1	แสดงผลการแยกซีเรียมจากแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม ส่วนประกอบ ของซีเรียมออกไซด์ และแร่เอิร์ทออกไซด์ที่ได้	56
5.2	แสดงปริมาณน้ำหนักและร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ ในส่วน ต่าง ๆ ที่ออกจากคอสมันจากการแยกแร่เอิร์ทผสม 1 กรัม	62
5.3	แสดงปริมาณน้ำหนักและร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ผสมในส่วน ต่าง ๆ ที่ออกจากคอสมันจากการแยกแร่เอิร์ทผสม 5 กรัม	67
5.4	แสดงปริมาณน้ำหนักและร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ผสมในส่วน ต่าง ๆ ที่ออกจากคอสมัน จากการแยกแร่เอิร์ทผสม 50 กรัม... ..	74
5.5	แสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตรานับกับปริมาณสาร	80
5.6	แสดงคุณสมบัติแร่เอิร์ทที่สามารถสังเกตได้	91
5.7	แสดงจำนวนและร้อยละของ EDTA ที่แยกได้จากสารละลายแร่- เอิร์ท EDTA ปริมาตรต่าง ๆ	92
5.8	แสดงจำนวนและร้อยละของ EDTA และ $CuSO_4$ ที่ได้จากสาร ละลายนำทั้ง $Cu.EDTA$ จำนวน 1 และ 2 ลิตร	93
6.1	แสดงผลสรุปปริมาณร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ต่าง ๆ ที่แยกได้ จากการทดลอง	96

6.2	แสดงปริมาณน้ำหนัก และปริมาณร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ ที่บริสุทธิ์ และที่ผสมอยู่กับตัวอื่น จากการแยกแร่เอิร์ทออกไซด์ ผสม 1 กรัม	97
6.3	แสดงปริมาณน้ำหนักและปริมาณร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ที่ บริสุทธิ์ และที่ผสมอยู่กับตัวอื่น จากการแยกแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม 5 กรัม	99
6.4	แสดงปริมาณน้ำหนักและปริมาณร้อยละของแร่เอิร์ทออกไซด์ที่ บริสุทธิ์ และที่ผสมอยู่กับตัวอื่น จากการแยกแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม 50 กรัม	101

รายการภาพประกอบ

รูปที่	หน้า
3.1	แผนภาพแสดงเครื่องวัดรังสีเอกซ์ โดยหัววัดรังสี Si(Li) 15
3.2	แสดงเครื่องมือวัดรังสีเอกซ์ 16
3.3	แผนภาพแสดงองค์ประกอบของเครื่องย่อยแร่โมนาไซต์ 18
4.1	แผนภาพแสดงการย่อยแร่โมนาไซต์ด้วยวิธีทาง 21
4.2	แผนภาพแสดงการแยกซีเรียมออกจากแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม และการเตรียมแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม 24
4.3	แสดงความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับอัตราส่วนของสารละลาย 2 ชนิด 26
4.4	ภาพแสดงการแยกแร่เอิร์ทโดยวิธี Ion-exchange chromatography 30
4.5	แสดงการจัดตั้งการวัดรังสีแกมมาด้วยหัววัดรังสี Ge(Li) 35
4.6	แสดง Pulse Height Analysis ของแกมมาสเปกตรัม 38
4.7	แสดงภาพตัดขวาง การจัดตั้ง เครื่องมือวิเคราะห์แบบเรืองรังสีเอกซ์ 40
4.8	กราฟแสดงความสัมพันธ์ของพลังงานรังสีเอกซ์ กับหมายเลขช่องของเครื่องแยกวัดพลังงานชนิด 1024 ช่อง 42
4.9	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตรานับกับปริมาณน้ำหนักของซีเรียม 47
4.10	กราฟแสดงความสัมพันธ์ระหว่างอัตรานับกับปริมาณน้ำหนักของแร่เอิร์ทผสมซามาเรียม นีโอติเนียม 49
4.11	ตัวอย่างแสดงกราฟการชะล้างแร่เอิร์ทออกไซด์ผสม จำนวน 1 กรัม 51
5.1	สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของแร่เอิร์ทผสมก่อนการแยกซีเรียม 57
5.2	สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของซีเรียมจากการตกตะกอนครั้งที่ 1 58

5.3	สเปกตรัมรังสีเอกซ์ของแร่เอิร์ทหลังจากแยกซีเรียมออกแล้ว 2 ครั้ง	59
5.4	แสดงกราฟการชะล้าง (Elution Curve) แร่เอิร์ทออกไซด์ ผสมจำนวน 1 กรัม	65
5.5	แสดงกราฟการชะล้างแร่เอิร์ทออกไซด์ผสมจำนวน 5 กรัม	72
5.6	แสดงกราฟการชะล้างแร่เอิร์ทออกไซด์ผสมจำนวน 50 กรัม	79
5.7-5.16	แสดงสเปกตรัมรังสีเอกซ์ของแร่เอิร์ทแต่ละตัวเปรียบเทียบ ระหว่างสารมาตรฐานกับตัวอย่างจากการทดลอง	81-90
7.1	แผนผังแสดงการจัดตั้งคอลัมน์	105
7.2	แสดงแผนภาพการจับอนุกรมใหม่ของคอลัมน์ ที่มีแร่เอิร์ทเหมือน- กัน	106
7.3	แสดงการชะล้างในคอลัมน์ชุดที่ 2 และการจับใหม่ในคอลัมน์ชุด- ที่ 1	107
7.4	แสดงการชะล้างแต่ละคู่ของคอลัมน์ชุดที่ 2 และการชะล้างของ- คอลัมน์ชุดที่ 1 สำหรับการทดลองใหม่	108