

บทที่ 3

วอเตอร์ เอกซ์เทรคชัน เจลชัน (Water Extraction Gelation)

วอเตอร์เอกซ์เทรคชันเจลชันหรืออาจเรียกว่า กระบวนการตกตะกอนเจล (Gel Precipitation Process) เป็นวิธีหนึ่งของกระบวนการโซลเจล ที่ศึกษาโดย ORNL เดิมวิธีนี้ใช้เตรียมธอ เรียมออกไซด์ไมโครสเฟียร์ (ThO_2) ต่อมาได้ดัดแปลงมาใช้เตรียม UO_2 และ PuO_2 ไมโครสเฟียร์ กระบวนการนี้ใช้ได้กับยูเรเนียมเข้มข้นตามธรรมชาติ (natural uranium) และยูเรเนียมที่เสริมสมรรถนะแล้ว (enriched uranium)

ขั้นตอนของวิธีวอเตอร์เอกซ์เทรคชันเจลชันมีดังนี้

- ก) การเตรียมโซล
- ข) การเกิดเจลของหยดโซล
- ค) การทำให้แห้ง
- ง) การเผาที่อุณหภูมิสูง

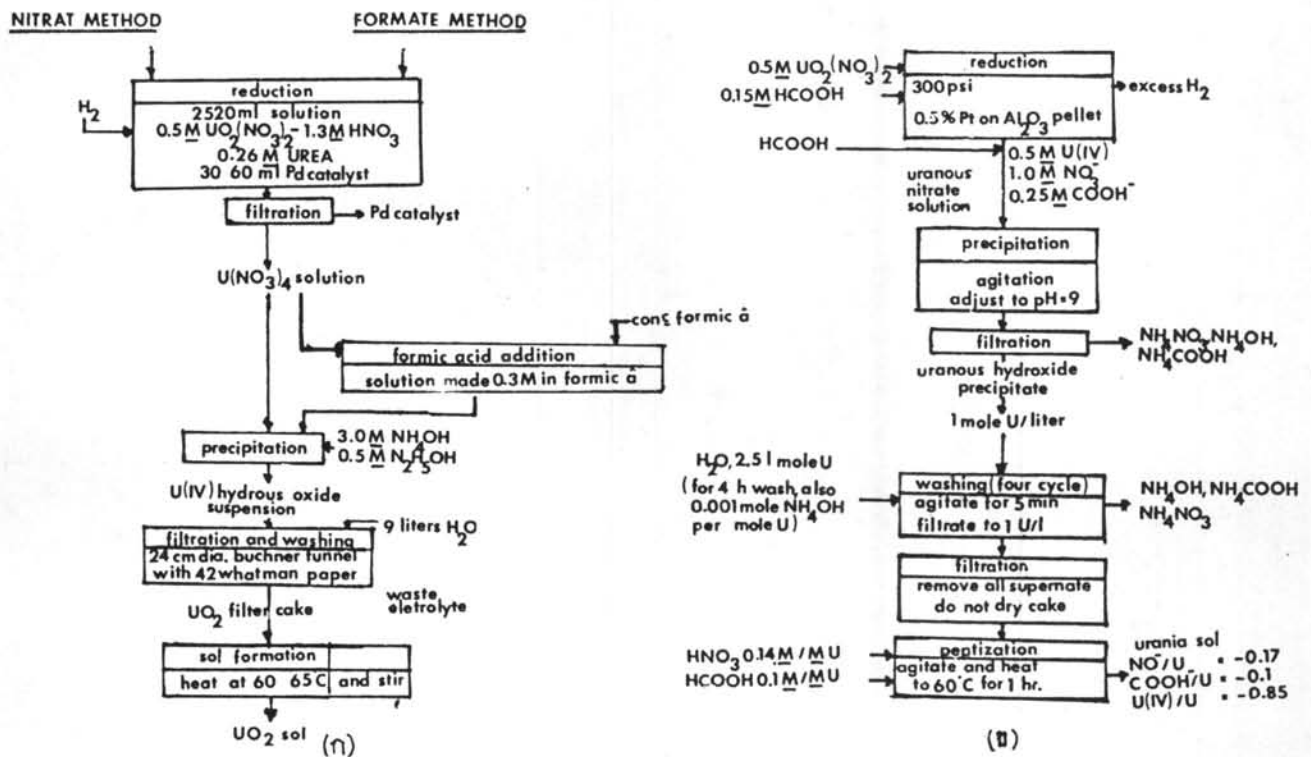
หลักการของวิธีนี้ กล่าวย่อ ๆ ได้ดังนี้ คือ เมื่อนำโซลมาทำให้เป็นหยดในสารละลาย แอลกอฮอล์ที่ใช้ คือ 2-ethyl-1-hexanol (2EH) หยดจะเกิดเป็นเจลขึ้นเมื่อน้ำถูกดึงออกไปโดย 2EH ในขณะที่น้ำถูกดึงออกไป ความหนาแน่นของหยดโซลจะเพิ่มขึ้นจนกระทั่งกลายเป็นเจลสเฟียร์ และค่อย ๆ ตกลงสู่ก้นของคอลัมน์โดยความถ่วง

3.1 การเตรียมโซลในกระบวนการวอเตอร์เอกซ์เทรคชัน

ORNL ได้แบ่งขั้นตอนในการเตรียมโซลเป็น 2 ลักษณะ คือ การเตรียมโซลในห้องปฏิบัติการ และการเตรียมโซลที่ใช้ในอุตสาหกรรมซึ่งขั้นตอนต่าง ๆ มีลักษณะคล้ายกันดังนี้

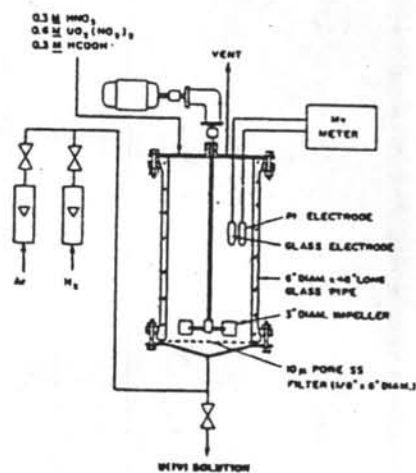
- ก. การรีดิวซ์ ยูเรนิล ไนเตรท (uranyl nitrate) ให้เป็น ยูเรนิส ไนเตรท (uranous nitrate) โดยแก๊สไฮโดรเจนและตัวร่วมปฏิกิริยา
- ข. ตกตะกอนของยูเรนิส ไฮดรอกไซด์(uranous hydroxide) ด้วยสารละลายแอมโมเนีย
- ค. ล้างตะกอนเพื่อกำจัด NH_4NO_3 , NH_4OH และตัวทำละลายอื่น ๆ
- ง. เพพไทเซชัน (peptization) ด้วยกรดไนตริก (สำหรับในอุตสาหกรรม)
- จ. ทำให้เป็นโซลโดยใช้ความร้อนที่มีอุณหภูมิระหว่าง 60-65^oซ. และกวนตลอดเวลา

รูปที่ 3.1(ก) แสดงการเตรียมโซลโดย R.G. Wymer และคณะซึ่งใช้วิธีฟอร์มเมท (formate) และไนเตรท (nitrate) เป็นวิธีที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ รูปที่ 3.1(ข) แสดงการเตรียมโซลในอุตสาหกรรม โดย P.A. Haas



รูปที่ 3.1 แผนผังการเตรียมยูเรเนียมไดออกไซด์โซลที่ใช้ในห้องปฏิบัติการ (ก) (R.G. Wymer) และที่เตรียมในอุตสาหกรรม (ข) (P.A. Haas 1967)

สำหรับการเตรียมโซลในท้องปฏิบัติการนั้น วิธีฟอร์เมทนิยมใช้เพราะได้ผลิตภัณฑ์ (product) ที่มีปริมาณยูเรเนียมที่มีวาเลนซ์ 4 สูงกว่า และไม่มีปัญหา การเปลี่ยนแปลงของ pH ในขณะที่ทำการตกตะกอน การถ่ายเทตะกอนยังทำได้สะดวกกว่าวิธีในเครื่อง ซึ่งตะกอนที่ได้จะติดภาชนะ ตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ได้จากวิธีฟอร์เมทจะมีสีเขียวและจะเปลี่ยนเป็นสีดำ เมื่อให้ความร้อนหลาย ๆ ชั่วโมง ส่วนตะกอนที่ได้จากวิธีในเครื่องจะเป็นสีดำ การทำให้เกิดโซลที่เสถียรอาจทำได้ 2 วิธี คือ นำตะกอนไฮดรอกไซด์ที่ได้ไปทำให้ร้อนที่อุณหภูมิ 60-65^oซ. ภายใต้บรรยากาศของแก๊สอาร์กอน (Ar) เป็นเวลา 1 ชั่วโมง และต้องกวนตลอดเวลา อีกวิธีหนึ่งคือ ทิ้งตะกอนไว้ที่อุณหภูมิห้องเป็นเวลาหลาย ๆ วัน จะกลายเป็นของเหลว (lique fraction) ขึ้นโดยปราศจากการให้ความร้อน รูปที่ 3.2 แสดงภาชนะที่ใช้ในปฏิริยารีดักชันในอุตสาหกรรม ซึ่งวัดความสมบูรณ์ของปฏิริยาได้ โดยวัดความต่างศักย์ของปฏิริยารีดอกซ์ (redox potential) ด้วย platinum electrode และ silver-silver-reference electrode ส่วนการวัดความสมบูรณ์ของปฏิริยาในท้องปฏิบัติการนั้น ทำได้โดย การนำเอาสารละลายยูเรนิลในเครื่องมาตกตะกอนกับกรดออกซาลิก (oxalic acid) ได้เป็น ยูเรนิลออกซาลเอท (uranium oxalate) นำไปเหวี่ยง (centrifuge) ทิ้งตะกอน นำน้ำที่ได้มาเติมไปเคสเซียมเพอร์โรไซยาไนด์ 10 เปอร์เซ็นต์ [10 % $K_4Fe(CN)_6$] ลงไป ถ้าไม่มีสีน้ำตาลเกิดขึ้นแสดงว่า ปฏิริยารีดักชันสมบูรณ์มากกว่าร้อยละ 99.9



รูปที่ 3.2 แสดงภาชนะที่ใช้ในปฏิริยารีดักชันในอุตสาหกรรม (IAEA 1968)

3.1.1 คุณสมบัติทางเคมีของสารประกอบไฮดรอกโซ (hydroxo compound) ของยูเรเนียมที่มีวาเลนซ์ระหว่าง 4 และ 6 (IAEA 1974)

ในกระบวนการโซลเจล คุณสมบัติของสารประกอบยูเรเนียมมีความสำคัญมาก ในขั้นตอนการทำปฏิกิริยารีดักชัน เป็นการเปลี่ยนวาเลนซ์ของยูเรเนียม 6 ให้ลดลงเหลือ 4 ยูเรเนียมที่มีวาเลนซ์ 4 จะมีสีระหว่างสีเขียวและดำ และสีนี้จะเปลี่ยนแปลงได้ขึ้นกับปริมาณของวาเลนซ์ 6 ที่มีอยู่ ดังนี้ 0-2 % เป็นสีเขียวอ่อน 2-5 % เขียวเกือบดำ 5-10 % สีดำ 10-90 % สีดำ 90-100 % สีเขียวหรือสีเหลือง

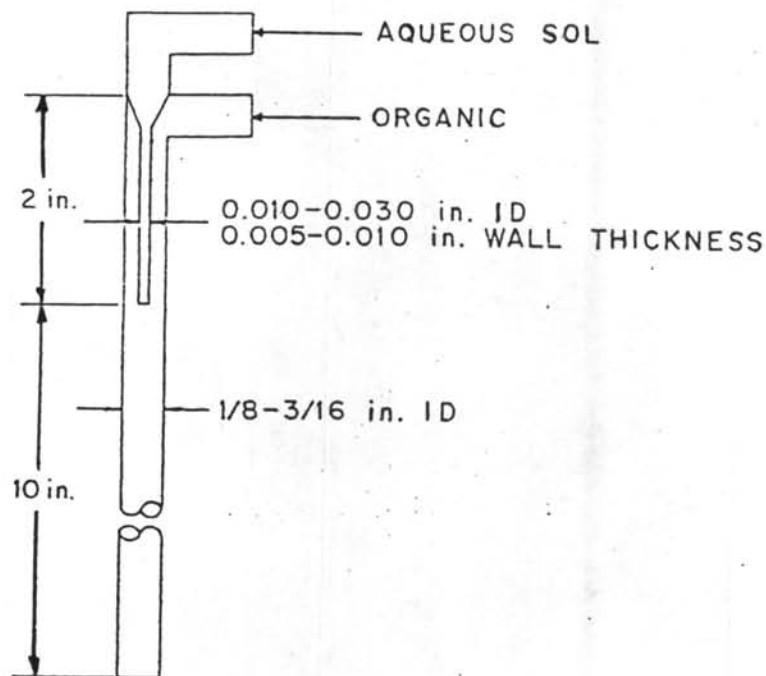
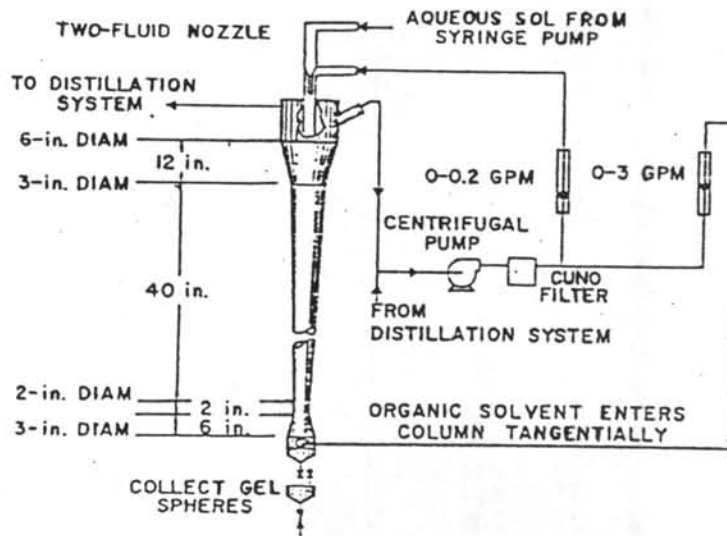
ยูเรเนียมที่มีวาเลนซ์ 4 มีช่วงแคบมาก แต่ยูเรเนียมที่มีวาเลนซ์ 5 มีช่วงกว้างมาก ซึ่งมีตะกอนสีดำ ตะกอนสีเขียวของยูเรเนียมวาเลนซ์ 4 จะเปลี่ยนเป็นสีดำถ้าถูกกับอากาศ อัตราของการออกซิเดชันจะสูงขึ้นถ้าทั้งตะกอนไว้หลาย ๆ ชั่วโมงและจะสมบูรณ์ถ้าทิ้งไว้หลาย ๆ สัปดาห์

3.2 การเกิดเจล

หลังจากที่ได้เตรียมโซลแล้วการที่จะนำโซลมาทำเป็นไมโครสเฟียร์เจลนั้นจะต้องผ่านขั้นตอนเหล่านี้

- ก. กระจายโซลให้เป็นหยด (droplets) ซึ่งหยดโซลนี้จะแขวนลอยในสารละลายอินทรีย์ น้ำจะถูกดูดออกในระหว่างที่หยดตกลงสู่กันภาชนะหยดโซลจะกลายเป็นเจล
- ข. แยกเจลสเฟียร์ออกจากสารละลายอินทรีย์
- ค. ทำให้แห้งและเผาที่อุณหภูมิสูง

การที่ทำให้โซลเกิดเป็นหยดนั้น จะต้องมีการควบคุมเพื่อที่จะทำให้เกิดหยดอย่างสม่ำเสมอ ซึ่งเครื่องควบคุมการเกิดหยดอยู่ในหัวข้อที่ 2.2.2 บทที่ 2 แต่สำหรับวิธีที่นิยมใช้ของกระบวนการนี้คือ พูลูอิดนอสสัล ที่ใช้เครื่องสั่นช่วย ซึ่งมีขนาดของหัวฉีดแสดงดังรูปที่ 3.3



รูปที่ 3.3 แสดงสัคส่วนของคอลัมน์และหัวฉีดของทุฟลูอิดคอนอสซิล ซึ่งศึกษาโดย

R.G. Wymer (R.G. Wymer 1965)

จะให้หยดที่มีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางอยู่ในช่วงระหว่าง 100-600 ไมโครเมตร ตารางที่ 3.1 แสดงคุณสมบัติของโซลในการที่จะนำไปทำให้เกิดเจลสเฟียร์

ตารางที่ 3.1 คุณสมบัติของโซลที่มีผลต่อการเกิดเจลสเฟียร์ (R.G. Wymer, Allots 1968)

Sol Deficiency	Deleterious Effects on GelSphere Formation	
	Principal	Secondary
A. High nitrate/metal mole ratio	Cracking clustering, sticking	Dimple distortion; prohibits use of 2EH with other sols
B. Finely divided suspension instead of true sol	Clustering; raisin distortion; rough surface; low strength	Shedding of fines into 2EH; Coagulation of suspension to give sphere in drop of H ₂ O
C. Large fraction of amorphous(noncrystalline) material	Cracking	Dimple distortion
D. Thick; thixotropic (thick UO ₂ sols are thixotropic)		Sol difficult to feed and disperse clustering; sticking
E. Thick; high viscosity (thick ThO ₂ -UO ₃ sols are relatively nonthixotropic)		Difficult to feed and disperse distorted particles
F. Low-metal concentration ^a		Clustering; dimple distortion; raisin distortion
G. Low U(IV)/U ratio in UO ₂ sol	Precipitation; clustering; raisin distortion	Same as for (B) above
H. High HCOOH concentration in UO ₂ sol	Raisin distortion; clustering	Prohibits use of 2EH with other sol

^aLess than one-half the concentration required for gelation.

3.2.1 การเลือกใช้ตัวทำละลายและ เซอร์แฟค เคนท์

ตัวทำละลายที่ใช้กันมากสำหรับใช้ดูน้ำออกจากหยดโซลคือ 2-ethyl-1-hexanol ซึ่ง เป็นสารละลายอินทรีย์ที่ดีสำหรับการเตรียมยูเรเนียมไมโครสเฟียร์ สำหรับการป้องกันการรวมกันและติดกันของหยดโซล ทำให้โดยการผสม เซอร์แฟค เคนท์ลงไปในสารละลายอินทรีย์ประมาณร้อยละ 0.1-0.5 โดยปริมาตรของ เซอร์แฟค เคนท์ เซอร์แฟค เคนท์ที่นิยมใช้มากมี 3 ตัวคือ Ethomeen S/15 (ของบริษัท Armour) Amine O (ของบริษัท Geigy) Span 80 (ของบริษัท Atlas) Ethomeen S/15 และ Amine O ใช้ทำออร์เจียสเฟียร์ได้ทุกขนาด ส่วน Span 80 เหมาะสำหรับการทำสเฟียร์ขนาด 100-300 ไมโครเมตร ทำขนาดใหญ่มักจะบิดเสียรูปและไม่กลม อาจจะไม่เนื่องมาจาก Span 80 ให้ค่าแรงดึงระหว่างผิวต่ำ

ในการศึกษาของ R.G. Wymer ในการทำยูเรเนียมไมโครสเฟียร์ได้ใช้ ปริมาณของเซอร์แฟค เคนท์ ดังนี้

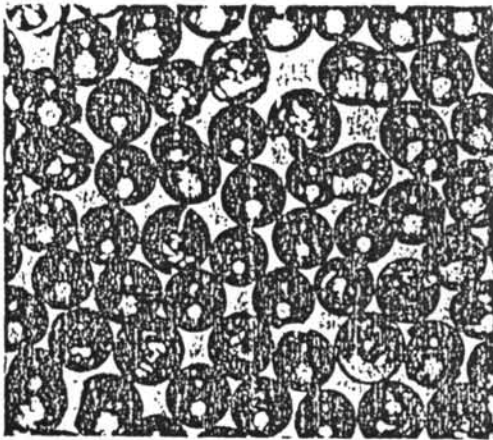
ไนเตรทโซล ใช้ 0.6 % Amine O เป็นเซอร์แฟค เคนท์ ถ้าใช้ Ethomeen S/15 อาจทำให้หยดแห้งเป็นบางส่วน เกิดการติดกันและจับกลุ่มกัน ส่วน Span 80 ให้ผล ไม่เป็นที่พอใจ เพราะจะทำให้เกิดการบิดเสียรูปของหยดใหม่ ๆ และหยดไม่กลม

ฟอร์เมทโซล เซอร์แฟค เคนท์ ตัวเดียวไม่เพียงพอสำหรับการทำฟอร์เมทโซล ควรใช้ร้อยละ 0.5 โดยปริมาตรของ Amine O และร้อยละ 0.5 ของ Span 80 ผสมกัน จึงให้ผลเป็นที่น่าพอใจ (Span 80 ตัวมันจะให้ผลออกมาเป็นรอยนูนแบบผลเชอรี่ (cherry pilling) ส่วน Amine O ตัวมันจะทำให้เกิดการจับกลุ่มของหยดโซล)

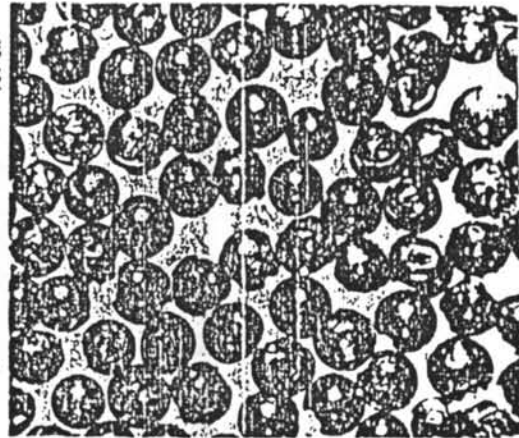
แต่การศึกษาของ A.R. Irvine จะใช้เซอร์แฟค เคนท์ทั้ง 3 ตัว

3.2.2 การควบคุมองค์ประกอบของแอลกอฮอล์

องค์ประกอบของแอลกอฮอล์นี้ขึ้นกับความผันแปรของเซอร์แฟค เคนท์ ปริมาณของน้ำที่ดูดเข้าไป pH ที่เปลี่ยนซึ่งทำให้เกิดการติดกัน (sticking) การรวมตัวกัน (coalescence) การแตกร้าว (cracking) การบิดเสียรูป (distortion) ดังแสดงในรูปที่ 3.4 และ 3.5 และความสัมพันธ์เหล่านี้ไม่ขึ้นกับคุณสมบัติของโซล



(a) TYPICAL CRACKING
OF GEL SPHERES



(b) SPALLING OR
SURFACE CRACKING

รูปที่ 3.4 แสดงภาพแตกของยูเรเนียมไดออกไซด์ไมโครสเฟียร์เจด

(P.A. Hass, Paul.A 1969)



(a) "RAISIN" DISTORTION



(b) "DIMPLE" DISTORTION AND
DOUBLETS FROM COALESCENCE

รูปที่ 3.5 แสดงชนิดของการเสียรูป (distortion) ของไมโครสเฟียร์

(P.A. Haas, Paul.A 1969)

ในขณะที่หยดแขวนลอยอยู่ในสารละลายอินทรีย์นี้ ประมาณ 1 ชั่วโมง อาจจะ มีการเปลี่ยนแปลงอย่างช้า ๆ ของเซอร์แฟคเตนต์ ซึ่งอาจจะถูกใช้หมด (depleted) หรือถูก ทำให้เสื่อมสภาพ (degraded) โดยปกติการเปลี่ยนแปลงแบบนี้อาจพอใช้ได้ (tolerable) ในระยะเวลาประมาณ 10 ชั่วโมง และบางครั้งอาจได้ถึง 100 ชั่วโมง ถ้าเป็นการปฏิบัติในระยะ เวลานาน ควรจะเติมเซอร์แฟคเตนต์ลงไป ใน 2EH ซึ่งเรื่องนี้ยังคงเป็นปัญหาที่ศึกษากันอยู่ เพราะ จะต้องเติมในจำนวนที่ถูกต้อง เพื่อให้ได้ผลเป็นที่น่าพอใจ จากตารางที่ 3.2 แสดงถึงความเข้ม ข้นของเซอร์แฟคเตนต์เริ่มต้นและปริมาณเซอร์แฟคเตนต์ที่เติมลงใน 2EH เมื่อใช้งานในระยะเวลา ต่าง ๆ กัน

ตารางที่ 3.2 แสดงความเข้มข้นเริ่มต้นของเซอร์แฟคเตนต์และปริมาณเซอร์แฟคเตนต์ที่เติมเมื่อใช้ งานในระยะเวลาต่าง ๆ กัน (R.G. Wymer, A.L. Lotts 1968)

Type of Sol	Method of Preparation	Initial Concentrations (vol %)		Based on 2EH Volume (vol %)		Based on Sol Feed (cm ³ /liter)		Demonstrate for	
		Span 80	Ethomeen S/15	Span 80	Ethomeen S/15	Span 80	Ethomeen S/15	Step	Period (hr)
ThO ₂	Hydrothermal denitration	0.05	0.2	0.01	0.05	2	10	3	200
UO ₂	Precipitation at pH 9	0.8	0.1	0.1	0.02	20	5	2	50
UO ₂	Precipitation at pH 7.5	0.4	0.05	0.02	0.01	5	2	2	50
ThO ₂ -UO ₃	Solvent extraction; Th/U = 3	0.2	0.05	0.02	0.01	5	2	2	50
ThO ₂ -UO ₃	Solvent extraction; Th/U = 4.25	0.2	0.05	0.05	0.01	10	1	2	50
UO ₂	Solvent extraction; 0.2M U feed	0.2	0.05	0.02	0.01	5	2	2	30
UO ₂	Solvent extraction; 1M U feed (CUSP)	0.4	0.05	0.03	0.01	3	2	1	1

^aOther condition: about 1.2 vol % H₂O in 2EH; temperature of 2EH in still, 155°C.

ได้มีการศึกษาถึงผลลัพท์ที่มีต่อสเฟียร์เมื่อมีการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของแอลกอฮอล์ (แสดงในตารางที่ 3.3) และได้ศึกษาถึงปัญหาที่เกิดขึ้นในการทำเจลชัน (แสดงในตารางที่ 3.4) จะเห็นว่าปัญหาด่าง ๆ สามารถแก้ไขได้ โดยการแปรค่าของ

ตารางที่ 3.3 ผลการเปลี่ยนแปลงองค์ประกอบของแอลกอฮอล์ (R.G. Wymer, A.L. Lotts 1968)

Change	Favorble Effects		Unfavorable Effects	
	Principal	Secondary	Principal	Secondary
Increase span	Less sticking (clustering)	Less dimple distortion	Raisin distortion	More cracking
Increase Ethomeen ^a	Less raisin distortion	Less sticking ^a	More cracking	Dimple distortion
Increase H ₂ O in 2EH	None	Less cracking	None	More clustering, longer gelation time
Add HNO ₃ to 2EH	None	Less dimple distortion ^b Less cracking	More clustering ^b	
Increase sphere diameter	Less sticking	Less clustering	More cracking More distortion	Longer gelation time
Digestion of sol	Less cracking		More clustering	
Higher NO ₃ ⁻ in sol	More fluid		More cracking	More clustering

^aEthomeen appears to "compete" with Span and decrease both the principal favorable and principal unfavorable effects of Span when both are present. It "buffers" the effects of Span

^bAdditions of HNO₃ have temporary effects; we have no experience with continued pH control of the 2EH

ตารางที่ 3.4 การแก้ปัญหาที่พบในชั้นเจลเลน (R.G. Wymer, A.L. Lotts 1968)

Column Operating Problem	Surfactant Concentration Changes to Minimize Problem		Drop Diameter Change to Minimize Problem	Remarks
	Change	Order of Effect ^a		
Coalescence of drops (while fluidized)	Increase	S-80, A-0, E/15 ^a	Not certain	Not a controlling Problem
Sticking to column wall (usually near top)	Increase	S-80, A-0, E/15 ^a	Increase	Much more likely for poor sols and nonuniform drops
Clustering of partially dried drops	Increase	S-80	Increase	Much more likely for poor sols
Distortions of dimple type. Extreme is snell (perhaps due to premature surface gelation)	Decrease amine Increase Span	E/15, A-0 S-80	Decrease	Not a Problem for pure ThO ₂ sol
Other distortions. Extreme is raisin shape (perhaps due to low interfacial tension)	Decrease Span Increase amine ^b Decrease amine ^b	S-80 E/15, A-0 A-0, E/15	Decrease	More like for good sols
Cracking of spheres (perhaps due to excessive concentration gradients in gel)	Decrease	E/15, A-0, S-80	Decrease	Sol is most important variable, but cracking also depends on H ₂ O in 2EH and drying-firing condition

^aListed in order of effectiveness; S-80 for Span 80, A-0 for Amine-0, and E/15 for Ethomeen S/15

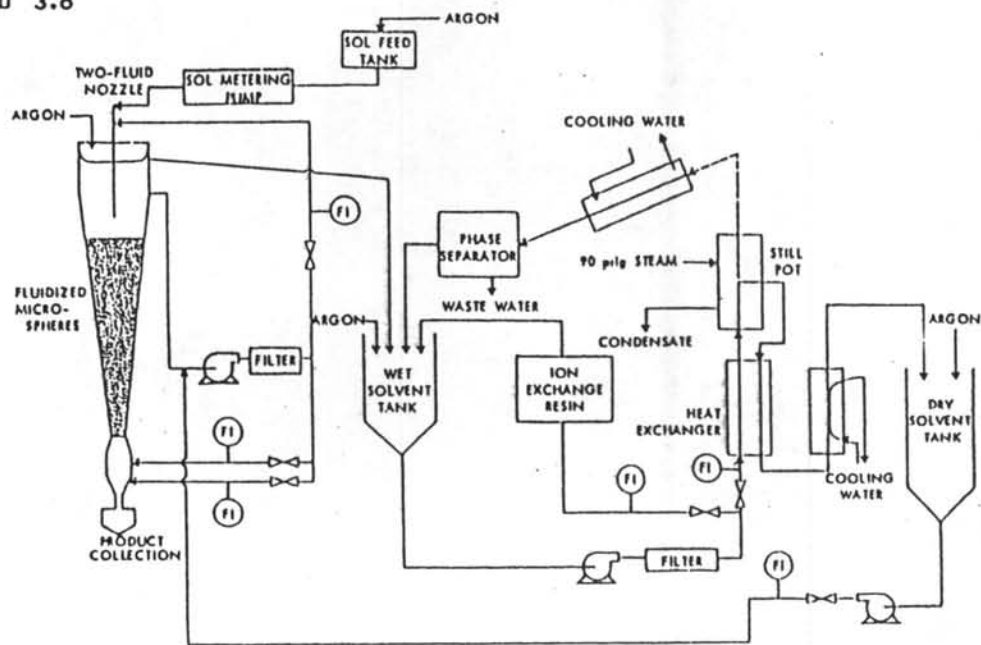
^bAmines can comp with anu decrease effect of Span 80; amines can also cause distortion

เซอร์แฟคเตนท์ได้แก่ Span 80, Ethomeen S/15 Amine O และปริมาณน้ำที่มีใน 2EH ถ้าการเปลี่ยนแปลงค่าเหล่านี้แล้วยังให้ผลผลิตไม่ดี จะต้องพิจารณาและทำการปรับปรุงโซล สิ่งที่สำคัญคือ ควรจะทำให้คอลัมน์มีอุณหภูมิประมาณ 40-50° ซ. เพื่อลดการเกาะกลุ่มของหยด โซล

การทำเจลสเฟียร์อาจจะใช้สารอินทรีย์ตัวอื่นได้ เช่น Octanol-2 methylepentanol isoamylalcohol แต่สำหรับ 2EH พบว่าการละลายของน้ำจะเป็น เนื้อเดียวกันดีกว่าแอลกอฮอล์ชนิดอื่น

น้ำที่มีอยู่ในแอลกอฮอล์สามารถควบคุมได้โดย อัตราการไหลผ่านคอลัมน์ และอุณหภูมิในการกลั่น น้ำประมาณร้อยละ 70-90 ในโซลจะถูกสกัดออกโดย 2EH การ นำ 2EH กลับมาใช้ใหม่ (recycle) จะทำได้โดยการกลั่นผ่านแอนไอออนเอกซ์เชนจ์เรซิน

ซึ่ง เซอร์แฟคเตนท์จะสูญเสียคุณสมบัติไปและต้องมีการเติมลงในการใช้ครั้งต่อไป ถ้าใน 2EH มีน้ำน้อยเกินไป บางครั้งมีผลให้เจลสเฟียร์แตกมากขึ้น และถ้ามีน้ำมากเกินไปจะเป็นผลให้ เกิด เจลเชนได้ช้าและอาจมีการจับกลุ่มกันของหยดโซล ขั้นตอนการนำ 2EH กลับมาใช้ใหม่ แสดงในรูป 3.6



รูปที่ 3.6 Gel Microsphere Forming Column และ Solvent Recovery System

คุณสมบัติของ เจลสเฟียร์ในคอลัมน์

W.D. Bond, A.B. Meservey, K.J. Notz ได้ทำการศึกษาเกี่ยวกับคุณสมบัติของ เจลสเฟียร์ในคอลัมน์ โดยใช้ Span 80, Ethomeen S/15 เป็นเซอร์แฟคแทนท์ที่อุณหภูมิห้องและศึกษาถึงปฏิกิริยาภายใน (interaction) ของ UO_2 ของเซอร์แฟคแทนท์ เซอร์แฟคแทนท์แต่ละตัวให้ผลแตกต่างกัน ซึ่งพอสรุปส่วนที่สำคัญ ๆ ได้ดังนี้

ก. pH ของ 2EH ที่มี ethomeen S/15 มีผลต่อการจับกลุ่มและการรวมตัวกันของโซล เช่น ใน 2EH มี Span 80 ร้อยละ 1.5 Ethomeen S/15 ร้อยละ 0.5 H_2O ร้อยละ 1.2 pH ที่เหมาะสมของ 2EH สำหรับภาวะนี้ ควรเป็น 3.5 แต่จะเริ่มจับกลุ่มของสเฟียร์ที่ pH 4.0 และจะมากขึ้นที่ pH 6.5 ค่าเหล่านี้เป็นผลจากการทดลอง โดยเริ่มจาก 2EH ที่ใหม่ (fresh) ก่อนที่จะมีฤทธิ์เป็นกรด การวัด pH ของ 2EH อาจทำได้โดยใช้อิเล็กโทรด (electrode) จุ่มใน 2EH โดยตรง แต่บางทีอาจผิดพลาดได้ เนื่องจากมีความนำไฟฟ้าต่ำ (low electrical conductivity) เป็นประมาณ 0.03 ไมโครมิลลิโอมท์ต่อเซนติเมตร สำหรับ 0.001 โมลาร์ของกรดไนตริก และมีน้ำร้อยละ 1.5 ปริมาตร ดังนั้น ควรวัดค่า pH ของปริมาตรน้ำที่ถูกสะกิดโดย 2EH ซึ่งมีค่าความนำไฟฟ้าสูงประมาณ 300 ไมโครมิลลิโอมท์ต่อเซนติเมตร

ข. ถ้าใน 2EH มี Span 80 ร้อยละ 0.1 อย่างเดียว จะไม่มีการเกาะกลุ่มกันที่ pH น้อยกว่า 4.8 และถ้ามี Ethomeen ร้อยละ 0.05 อย่างเดียว จะมีการจับกลุ่มกันแต่จะลดลงเมื่อ pH ต่ำถึง 2.1

ค. เจลสเฟียร์จะถูกออกซิเดชันและแตกตัวเมื่อทิ้งไว้ในอากาศเป็นเวลานานหลายชั่วโมง ถ้าทำที่ pH 2.2-2.4 แต่จะทนทานต่อการออกซิเดชันได้หลายวันถ้าทำที่ pH 3.5-4.8

ง. pH ของ 2EH มีผลต่อสัมประสิทธิ์การกระจายของสารอินทรีย์และน้ำ (organic-to-aqueous distribution coefficients, O/A DC) และเซอร์แฟคแทนท์ ทั้ง 2 ตัว และมีผลต่อไนเตรทไอออน ดังนี้

- Ethomeen S/15 จะทำปฏิกิริยากับ HNO_3 (ในสภาวะเป็นกรด) จะได้สารประกอบที่มี O/A DC สูง ในเตรทจะถูกสกัดออกจากหยดโซลเข้าไปใน 2EH ซึ่งเป็นเหตุที่ทำให้เกิดออกซิเดชันต่อเจสเฟียร์

- Span 80 จะไม่สกัดในเตรทออกจากโซล Span 80 จะมี O/A DC สูงในสภาพที่เป็นค่าเท่ากัน แต่การเตรียมโซลใช้สภาพที่เป็นกรด ค่า O/A DC จึงต่ำเป็นเหตุให้ Span 80 ถูกใช้หมดไป

จ. ได้ศึกษาถึงฟิล์มบาง ๆ รอบ ๆ หยดโซลและ 2EH ซึ่งฟิล์มนี้จะป้องกันการรวมตัวกันหรือการจับกลุ่มกันของหยดโซล ในสภาพที่เป็นกรด คือประมาณ 0.005 โมลาร์ของกรดไนตริกใน 2EH ความสามารถในการละลายน้ำของฟิล์ม (film solubility) จะน้อยที่สุดเมื่อใช้ Ethomeen หรือส่วนผสมระหว่าง Ethomeen และ Span 80 เป็นเซอร์แฟคแทนต์ และในสภาวะที่เป็นค่าเล็กน้อย ความสามารถในการละลายของฟิล์มจะมากซึ่งเป็นเหตุให้เกิดการจับกลุ่มกันของหยดโซล และการศึกษาเรื่องนี้ยังพบว่า Span 80 เป็น emulsifier ที่เลวกว่า Ethomeen S/15

ฉ. ได้มีการศึกษาถึงความไม่เรียบของผิวที่แข็งของสเฟียร์ อันเนื่องมาจากรอยบุ๋ม (pits) สำหรับ UO_2 โซล พบว่า จะมีรอยบุ๋มของรอยบุ๋ม (wrinkle pits) หลังจากการทำให้แห้ง (มี Span 80 ร้อยละ 0.05 ใน 2EH) เมื่อ UO_2 sol ถูกออกซิไดซ์มากกว่าร้อยละ 12 U (VI) ตัวการที่ทำให้เกิด pits คือ ปริมาณของน้ำใน 2EH ความเป็นกรด, ความเข้มข้นของเซอร์แฟคแทนต์และบางครั้งยังขึ้นกับคุณสมบัติของโซล

3.2.3 ขนาดของไมโครสเฟียร์ที่ได้จากวิธีออสเตอร์เอกซเทรคชัน เจเลชัน ขนาดของไมโครสเฟียร์ที่ทำด้วยวิธีนี้อาจเป็น 2 ขนาด ดังนี้

3.2.3.1 ไมโครสเฟียร์ขนาดใหญ่ (maximum product diameter)

การที่จะทำไมโครสเฟียร์ให้มีเส้นผ่าศูนย์กลางมากที่สุดนั้น มีข้อจำกัดด้วยเงื่อนไขดังต่อไปนี้

1. จากการศึกษาพบว่า การแตก การบิดเสียรูป จะมีมากที่สุด ถ้าผลิตภัณฑ์ได้มีเส้นผ่าศูนย์กลางมากขึ้น ซึ่งปัญหาที่ขึ้นกับคุณสมบัติของโซลและองค์ประกอบของ แอลกอฮอล์ ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางที่ได้ อาจจะมีขนาดตั้งแต่ 100 ไมโครเมตรขึ้นไปจนกระทั่ง ถึงขนาดที่ควบคุมได้

2. ขนาดของหยดโซลเริ่มแรกถูกจำกัด เพราะขนาดของหยด ที่ใหญ่กว่า เส้นผ่าศูนย์กลางค่าหนึ่งแล้วจะแตกเป็นสองหยดโดยธรรมชาติ ซึ่งขนาดที่ถูกจำกัดนี้ ขึ้นกับแรงดึงระหว่างผิวและความหนาแน่นของโซล สำหรับโซลที่เจือจาง (dilute sol) จะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางประมาณ 1800 ถึง 2000 ไมโครเมตร (0.18-0.20 ซม.) แต่ สำหรับโซลที่ดีของวิธีนี้จะมีข้อจำกัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของผลิตภัณฑ์ได้ คือประมาณ 500 ไมโครเมตร สำหรับ UO_2 เข้มข้น 0.7 โมลาร์

3. ระยะเวลาในการเกิดเจลจะมากขึ้นถ้าแรงดึงระหว่างผิว ไม่สามารถรักษาความกลมของหยดในขณะที่เกิดเจลขึ้น ซึ่งข้อจำกัดนี้ขึ้นกับแรงดึงระหว่างผิว และความหนาแน่นในขณะที่เกิดเจลขึ้นและเป็นข้อจำกัดของโซลที่มีความเข้มข้นมาก ซึ่งอาจจะ ได้ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางของผลิตภัณฑ์ประมาณ 700 ไมโครเมตร

ข้อจำกัดทั้งที่ 2 และ 3 จะสูงขึ้น ถ้าใช้แอลกอฮอล์ที่มีความหนาแน่นสูง เช่น ส่วนผสมระหว่าง เทตราคลอโร เอทิลีน (Tetrachloroethylene) กับไอโซเอมิล แอลกอฮอล์ (isoamyl alcohol) ซึ่งใช้ปริมาณเซอร์แฟคแตนต์แตกต่างกัน การทำให้เกิดหยดโซลนี้ ความหนาแน่นของโซลที่ใช้จะต้องสูงกว่าสารอินทรีย์หรือแอลกอฮอล์ ที่ใช้เพื่อป้องกันไม่ให้หยดโซลลอย

3.2.3.2 ไมโครสเฟียร์ขนาดเล็ก (minimum product diameters)

เนื่องจากกระบวนการนี้ยังไม่มีการจำกัดขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง ค่าสุดของผลิตภัณฑ์ได้และเป็นการดีที่จะหลีกเลี่ยงการใช้สารอินทรีย์ไหลสวนทางกับหยดโซล

(fluidization) ในการทำให้เกิด เจล ซึ่งการหลีกเลี่ยงนี้ทำให้กระบวนการง่ายขึ้น เซอร์แพคเตนท์ที่ใช้ในการป้องกันมิให้ติดกันและการจับกลุ่มกันในขณะที่สารอินทรีย์ไหลสวนทางกับหยด นั้นอาจจะทำให้เกิดการแตกและการบิดเสียรูป

สเฟียร์เล็ก ๆ สามารถเตรียมได้ด้วยวิธีที่ไม่ใช้สารอินทรีย์ไหลสวนทางกับหยดไซล ถ้าเกิด เจล เซชันขึ้นอย่างสมบูรณ์ในขณะที่ตกลงไปยังกันภาชนะที่รองรับ ความเร็วการตกของหยดที่ใช้และเวลาที่ใช้ในการเกิด เจล เซชันจะมากขึ้นตามขนาดของ เส้นผ่าศูนย์กลางของหยด ดังนั้น ระยะทางที่หยดใช้ในการตกจะสูงขึ้นอย่างรวดเร็วตามขนาด เส้นผ่าศูนย์กลางเช่นกัน (คือ เป็นสัดส่วนกำลังที่สี่ของ เส้นผ่าศูนย์กลาง) และสำหรับแอลกอฮอล์ที่มีความสามารถในการละลายของน้ำที่สูงกว่าจะให้อัตราการเกิด เจล เซชันที่เร็วกว่า แต่ถ้าแอลกอฮอล์ที่มีความหนืดน้อยกว่าจะใช้เวลาในการตกเร็วกว่าแอลกอฮอล์ที่มีความหนืดกว่า และถ้า เจล เซชันเกิดอย่างรวดเร็วมากเกินไปจะเป็นผลให้เกิดการแตกและการบิดเสียรูป

ขนาดของสเฟียร์ที่สามารถเตรียมโดยไม่ต้องใช้สารละลายอินทรีย์ไหลสวนทางกับหยดไซลยังขึ้นกับความสูงของคอลัมน์ สำหรับไซลที่มีความเข้มข้นปกติ ความสูงของคอลัมน์ในการเกิด เจล เซชันจะแปรกับขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง เริ่มแรกของหยดและแปรตามเล็กน้อยกับความเข้มข้นของไซล สำหรับหยดที่มีความเข้มข้นของไซลน้อยกว่าจะใช้เวลาในการเกิด เจล เซชันมากกว่า แต่ความเร็วเฉลี่ยในการตกจะช้ากว่า สำหรับไซลที่มีความเข้มข้น 1.2-2.5 โมลาร์ ที่ทำให้เกิดหยดใน 2EH ซึ่งมีน้ำ 0.5-1 % จะมีขนาดเส้นผ่าศูนย์กลางใหญ่สุดประมาณได้ดังนี้

ความสูงของคอลัมน์ (ฟุต)	2	8	16	32
ขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง เริ่มต้นที่ใหญ่ที่สุด ของหยดสำหรับ เกิด เจล เซชัน (ไมโคร เมตร)	230	360	450	600

ถ้าใช้สารละลายอินทรีย์เป็นไอโซเอมิล แอลกอฮอล์ และใช้ไซลที่มีความเข้มข้นเดียวกัน ความสูงของคอลัมน์ที่ใช้ในการเกิด เจล จะ เป็น เศษหนึ่งส่วนสองหรือ เศษหนึ่งส่วนสามของความสูงข้างบนนี้ แต่จะมีปัญหาของการแตกและการบิดเสียรูปเกิดขึ้น ถ้าต้องการขนาด เส้นผ่าศูนย์กลาง

ของไมโครสเฟียร์มากกว่า 300 ไมโครเมตร

วิธีการทำสเฟียร์ไม่ต้องใช้การไหลสวนทางของสารละลายอินทรีย์นี้ยังได้ทำการศึกษา โดย R.G. Wymer ซึ่งใช้ความสูงของคอลัมน์ 28 ฟุต และให้อุณหภูมิของ 2EH อยู่ในช่วง 50° - 80° ซ.

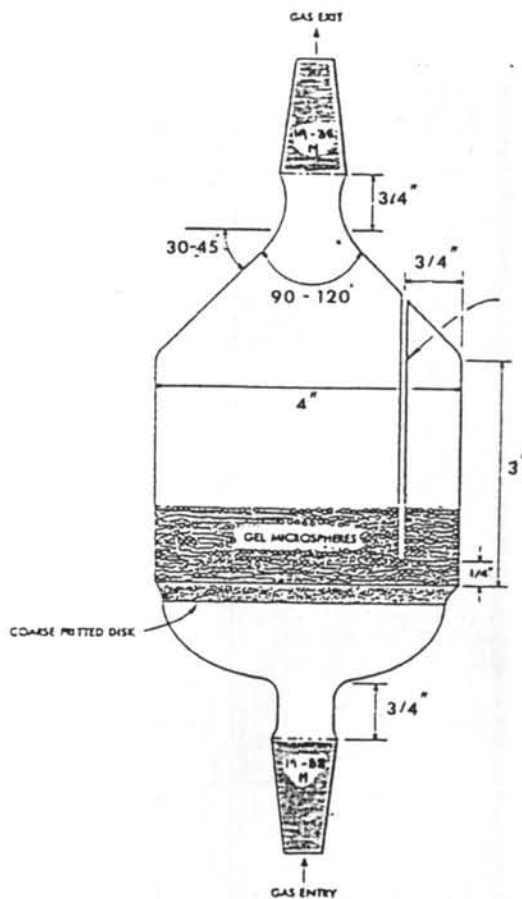
การทำให้เกิดหยดโดยใช้ฟลูอิดนอนสอสสที่ใช้สารอินทรีย์ไหลสวนทางกับหยดโซลและใช้เครื่องสั้นช่วยในการให้เกิดหยดสามารถคำนวณหาขนาดของหยดได้ตามที่ต้องการดังสมการที่ 2-6 ในบทที่ 2

3.3 การทำให้แห้งและการเผา

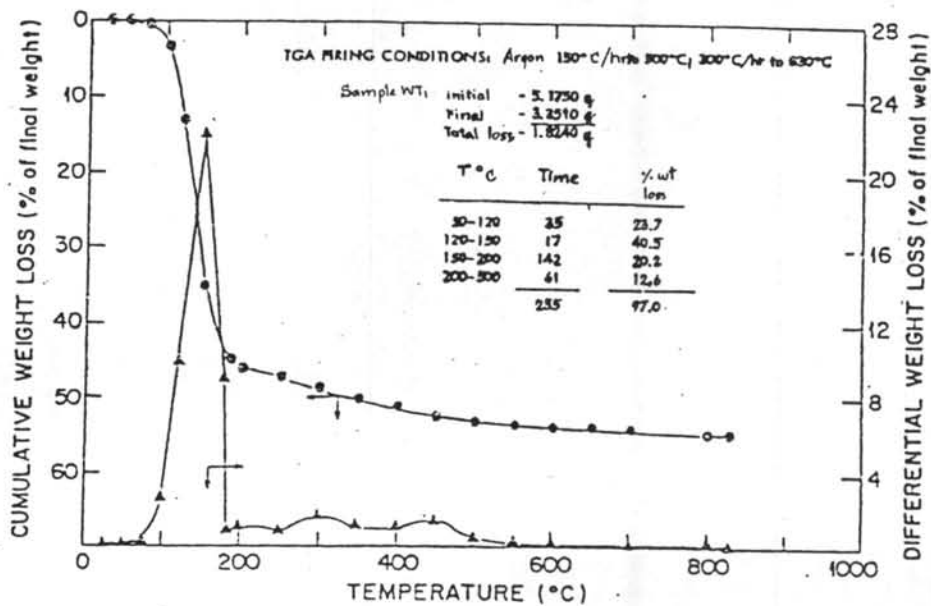
R.G. Wymer และคณะได้ทำการศึกษาถึงเวลา อุณหภูมิที่ใช้และแก๊สที่ใช้ผ่านเวลาเผา เพื่อทำให้แห้ง เป็นการไล่แอลกอฮอล์และน้ำออกก่อนที่จะทำการเผาที่อุณหภูมิสูง ซึ่งในขั้นสุดท้ายของการเผาจะมีคาร์บอนเจือปนอยู่

3.3.1 การทำให้แห้ง

เครื่องมือที่ใช้ในการทำให้ไมโครสเฟียร์แห้ง แสดงในรูปที่ 3.7 ชั้นนี้เป็นการไล่ 2EH ออกจากเจลสเฟียร์ วิธีที่ดีที่สุดของการทำให้แห้งคือใช้ Stream stripping และรองลงมาคือ ทำให้แห้งโดย แก๊ซอาร์กอนที่อุณหภูมิ 150° ซ. ซึ่งเป็นวิธีที่ดีที่สุดในการป้องกันการออกซิเดชันของ U (IV) ที่มีในเจลสเฟียร์ แต่จะมีปริมาณคาร์บอนเป็น 3 เท่าของ steam stripping จากรูปที่ 3.8 แสดง Thermogravimetric analysis แสดงให้เห็นว่า สารที่ระเหยได้ส่วนใหญ่ถูกไล่ออกในช่วงอุณหภูมิ 100 - 200° ซ. ซึ่งมีการสูญเสียน้ำมากที่สุดที่อุณหภูมิ 165° ซ. ข้อแตกต่างเห็นได้จากจุดสูงสุดของอุณหภูมิ 300 - 450° ซ. ยังไม่สามารถอธิบายได้ (R.G. Wymer 1965)



รูปที่ 3.7 แสดงเครื่องมือ Gel Microsphere Drying (ORNL TM-1110 (1965))



รูปที่ 3.8 รูปความสัมพันธ์ของอุณหภูมิกับน้ำหนักที่สูญเสียสะสมและความแตกต่างของน้ำหนักที่สูญเสียในระหว่างการทำให้แห้ง (R.G. Wymer 1965)

ในการปฏิบัติในห้องปฏิบัติการเพื่อความสะอาดจะเลือกใช้วิธีการทำให้แห้งภายใต้บรรยากาศของอาร์กอนที่อุณหภูมิ 150⁰ซ. เป็นเวลา 18-24 ชั่วโมง ซึ่งเป็นเหตุให้ปริมาณของแอลกอฮอล์เหลืออยู่มาก แต่จะถูกไล่ออกไปในขั้นของการเผาที่อุณหภูมิสูง ตารางที่ 3.5 เป็นตัวอย่างการทำให้แห้งโดย R.G. Wymer จะเห็นว่าการใช้อาร์กอนผ่านที่อุณหภูมิ 150⁰ซ. จะเหลือปริมาณคาร์บอนไนไมโครสเฟียร์ประมาณร้อยละ 5 โดยน้ำหนัก

ตารางที่ 3.5 แสดงส่วนประกอบของไมโครสเฟียร์หลังจากทำให้แห้งที่สภาวะต่าง ๆ กัน (R.G. Wymer และคณะ 1965)

Sol Code	Drying Code	Drying Gas	Temp. °C	Time, hr	U(IV) % of Total U	C in Dried Gel, wt %	NO ₃ ⁻ /U Mole Ratio	COOH ⁻ wt %
NU II-3	A-11	Argon	1200	24				
	A-12	Argon	1200	24				
	A-13	Argon	1200	24				
	A-14	Argon	1200	24				
	A-15	Argon	1200	24				
NU IV-3	B-11	Argon	120-150	17				
	B-21	H ₂ + Steam	100-120	6	60	2.27	.033	
	B-31	CO + Steam	100-120	6	59	2.98	.052	
	B-41	Argon	120-150	17	61	4.94	.05	
NU V	C-11	CO	150-170	6	60			
	C-12	CO + Steam	100-120	6	65			
	C-13	H ₂ + Steam	100-120	6	60			
	C-14	CO bubbled thru CH ₃ OH then Dry CO	90 200	2 4				
	C-16	Same as C-4			69	4.16	.034	
	C-16 2	CO	150-170	6	70 62			
NU VI	D-1	CH ₃ OH wash; ^a dry H ₂	120	4				
	D-2	" " " "	120	4		6.82	.065	
	D-31	" " " "	120	4	60	4.29	.015	
	D-32-H ₂	H ₂	170	4	67			
	D-32-CO	H ₂	170	4	66	11.84	.034	
	D-31-Dr	CO + N ₂ H ₄ + Steam then CO	145 150-170	2 4				
NU VIII	E-1	CH ₃ OH wash; ^a Ar-4% H ₂	120	4	62	4.93	.015	
	E-2	" " " "	120	4	39	4.93	.044	
	E-1Me	CH ₃ OH wash; ^a Argon then Argon	120 200	4 4	38 38	2.18 2.18	.045 .045	
	E-IRA-400	CH ₃ OH wash; ^a Ar-4% H ₂	120	4				
	E-IRA-1450	" " " "	120	4				
	E-IRA-150	CH ₃ OH wash; ^a Ar	150	17				
	E-IDr-150	" " " "	150	17				
NU XV-3	3 M	Ar	150	24	61	4.36	.035	2.1
	3 Sm	Ar	150	24	70	4.78	.027	1.5
NU XXII-3	3-60	Ar	150	60	77	5.33	.024	0.33
	3 C	Ar	150	24	78	5.24	.032	0.35
	3 Sm	Ar	150	24	76	6.32	.048	0.30
NU XXV-3	3 VP	Vacuum then Vacuum	25 100	24 75				
	3 Sm				58 71	4.72 5.52	.022 .017	1.39 0.39
	3 Sm 5 D				66	5.10	.017	1.72

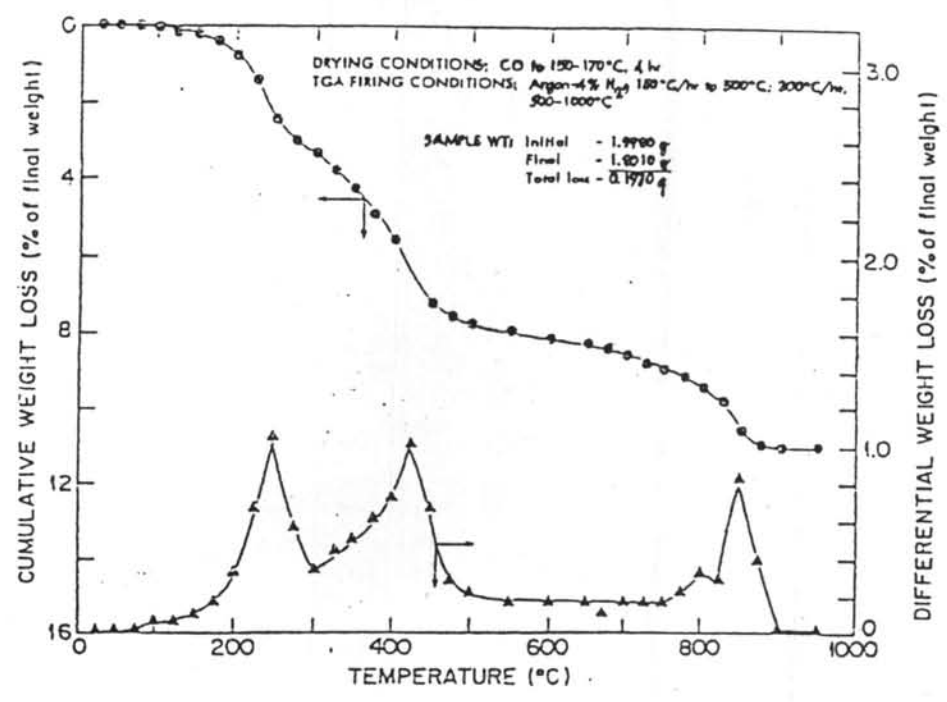
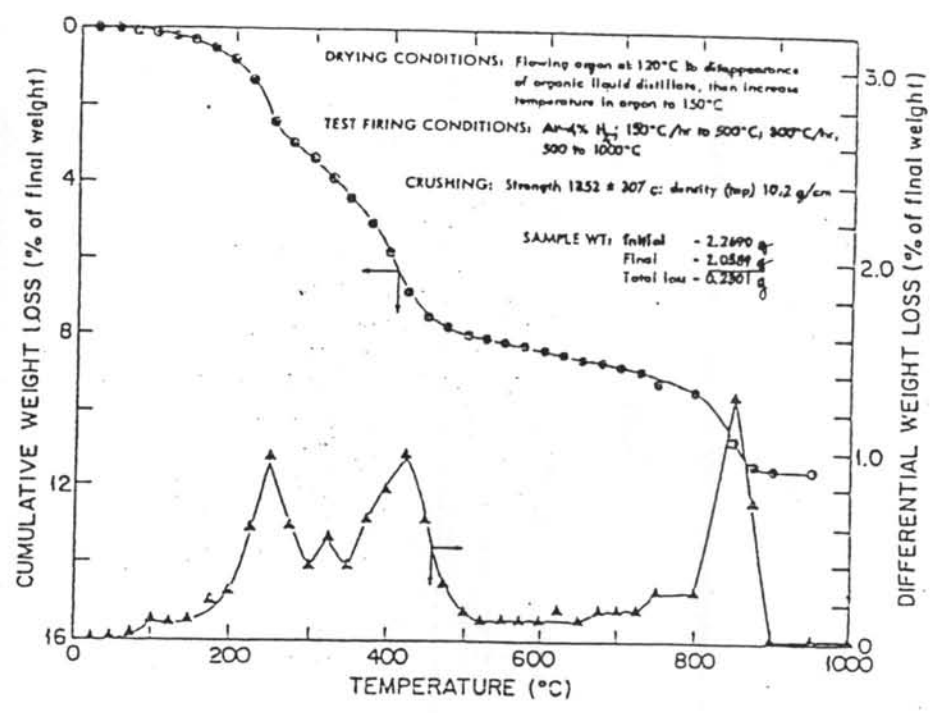
^aExtracted with boiling CH₃OH for 4 hr in Soxhlet extraction.*

3.3.2 การเผาที่อุณหภูมิสูง

การเผาไมโครสเฟียร์หลังจากทำให้แห้งแล้วได้มีการศึกษาหลายวิธี ดังตารางที่ 3.6 ที่อุณหภูมิต่ำประมาณ 500°C . แอลกอฮอล์จะถูกไล่ออกไป ในรูปที่ 3.9 แสดง Thermogravimetric analysis ของตัวอย่างข้างต้น จะเห็นว่า แม้ว่าจำนวนของแอลกอฮอล์จะถูกกำจัดออกที่อุณหภูมิต่ำกว่า 500°C . และยังมีปริมาณของสารที่ระเหยได้ถูกกำจัดออกที่อุณหภูมิ 900°C . ดังจะเห็นจากจุดสูงสุดทั้ง 3 จุด (ในรูปที่ 3.9) เป็นการสูญเสียน้ำหนักที่อุณหภูมิต่าง ๆ กันดังนี้ 250° 450° 850°C . ซึ่งที่ 850°C . อาจ อธิบายได้จาก Thermal decomposition ของ U_3O_8 ส่วนที่อุณหภูมิต่ำกว่า 850°C . ไม่สามารถอธิบายได้

สำหรับการเผาที่อุณหภูมิสูงกว่า 850°C . ได้อธิบายไว้ในหัวข้อที่ 2.2.3 บทที่ 2 การศึกษาเรื่องการเผาที่จุดประสงค์คือต้องการให้มีปริมาณคาร์บอนต่ำ ซึ่งต่อไปควรจะพยายามทำให้มีปริมาณต่ำกว่า 10 ppm.

ตัวอย่างการเผาไมโครสเฟียร์ในภาวะต่าง ๆ แสดงในตารางที่ 3.6



รูปที่ 3.9 รูปความสัมพันธ์ของอุณหภูมิกับน้ำหนักที่สูญเสียสะสมและความแตกต่างของน้ำหนักที่สูญเสียในระหว่างทำการเผา (R.G. Wymer 1965)

ตารางที่ 3.6 แสดงภาวะและผลของการเผา (calcinations) ของไมโครสเฟียร์ (R.G Wymer 1965)

Original Sol	Calcine Code	Heat-Up Conditions Heat-Up Rate: 300°C/hr except where noted	Calcination Conditions			Cool-Down Conditions		Crush Strength, g (Ave. of 10)	Density		Carbon, ppm	Surface Area, m ² /g	Volume %, Porosity
			Temp, °C	Atm	Time, hr	A - Ar to Room Temp B - To 800°C in H ₂ , then to Room Temp in Ar	Toluene		Hg				
NU II-3	A-11	Argon to 1150°C	1150	Ar-4% H ₂	4	A	675	9.7	7.64				
	A-12	4% H ₂ -Ar to 1150	1150	"	4	A	352						
	A-13	4% H ₂ -Ar to 1150*	1150	"	4	A	564						
	A-14	Ar + H ₂ O to 1150	1150	Ar-4% H ₂ + H ₂ O	4	A	275						
	A-15	100°C/hr in Ar to 750°C; 300°C/hr in Ar to 1150	1150	Ar-4% H ₂	4	A	587						
NU IV-3	B-11	100°C/hr in air to 500; 300°C/hr in Air 1150	1150	Ar-4% H ₂	4	B	129	9.68		30		3.7	
	B-21	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	1336 ± 125	10.4	11.37	300		3.7	
	B-31	"	1200	H ₂	4	B	1267 ± 330	10.6	10.62	150		3.3	
	B-41	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	1352 ± 230	10.2	10.56	200		6.95	
NU V	C-11	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	587 ± 148	9.9	9.92	100		9.9	
	C-12	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	338 ± 136	10.3	11.03	760		5.3	
	C-13	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	579 ± 125	10.2		440		7.0	
	C-(2-1)	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	748 ± 155	9.84	10.57			11.0	
	C-1b	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	407 ± 129	9.7	10.11			11.7	
	C-1b-2	CO to 400; H ₂ to 1200*	1200	H ₂	4	B	646 ± 130	9.89				10.5	
NU VI	D-1	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	280 ± 125			11,600			
	D-2	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	697 ± 157	10.3		2,920			
	D-3-1	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	704 ± 129	10.2		3,730			
	D-3-2-H ₂	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	855 ± 160	10.5		2,830			
	D-3-2-CO	CO to 400; H ₂ to 1200*	1200	H ₂	4	B	647 ± 64	10.3	10.27	3,140			
	D-3-1-D-2150	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B							
NU VIII	E-1	100°C/hr in H ₂ to 500; 300°C/hr to 1200	1200	H ₂	4	B	909 ± 131	10.9		5,100		<1	
	E-2	200°C/hr in CO to 200°C, hold 1 hr; 200°C/hr to 500 in CO; 300°C/hr to 1200 in H ₂	1200			B	677 ± 153	9.8		4,500			
	E-14a	Wet argon to 150, hold 1 hr; dry Ar to 450; dry H ₂ to 1200	1200	wet H ₂ dry H ₂	2 1	B	664 ± 225	10.8 (10.7)		710			
	E-18A-400	Wet argon to 450, hold 1 hr; H ₂ to 1200	1200	wet H ₂ dry H ₂	2 2	B	654 ± 219	9.7		5,600			
	E-18A-H ₂ -450	H ₂ to 1450	1450	wet H ₂	1	B	824 ± 314	9.98		6,400			
	E-18A-150	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	1389 ± 271	10.47	10.53	2,750			
	E-Dr-150	H ₂ to 1200	1200	H ₂	4	B	1170 ± 233	10.56	10.37	2,100			
NU XV-3	3 M	300°C/hr to 500°C in H ₂ ; 440°C/hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	3	B	668	9.8		3,420	.018		
	3 Sm	300°C/hr to 500°C in H ₂ ; 440°C/hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	3	B		10.36		2,890	2.3		
NU XXII-3	3-60	to 1200 in H ₂	1200	H ₂	4	B	1132	9.94		4,600	.011		
	3 C	300°C/hr to 300°C in H ₂ ; 400°C/hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	4	B	336	10.4		9,200	15.1		
	3 Sm	300°C/hr to 500°C in H ₂ ; 400°C/hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	4	B		10.1		9,500	9.72		
,NU XXV	VP	300°C/hr to 500°C in H ₂ ; 1.6 hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	4	B					0.012		
	3 Sm	300°C/hr to 500°C in H ₂ ; 1.6 hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	4	B		9.44					
	3 Sm 5 D	300°C/hr to 500°C in H ₂ ; 1.6 hr to 1200 in H ₂	1200	H ₂	4	B		9.54			0.011		

* 100°C/hr

* เป็นตัวอย่างที่ใช้เผาแล้วให้รูปความสัมพันธ์ออกมาดังรูปที่ 3.10 ความคล้าย