บทที่ 4

วิธีวิเคราะห์

4.1 การเตรียมแผ่นทองแดงชุบนิกเกิล (14,15)

4.1.1 เงื่อนไขในการชุบนิกเกิลบนแผ่นทองแดงบาง ๆ ด้วยไฟฟ้า

1) สารเคมีที่ใช้

(1) นิกเกิล ซัลเฟต 180 กรัม/ลิตร

(2) แอมโมเนียม คลอไรด์ 25 กรัม/ลิตร

(3) กรดบอริค 30 กรัม/ลิตร

2) pH 5.6-5.9

3) อุณหภูมิ 43-60° C

4) ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า (current density) 200-1000 แอมเปร์/เมตร^2

4.1.2 วิธีทำ

1) ละลายนิกเกิล ซัลเฟต แอมโมเนียม คลอไรด์ และกรดบอริค ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้ความร้อนด้วย เตาไฟฟ้า (hot plate) ช่วยในการละลาย

2) ชุบแผ่นทองแดงบาง ๆ ด้วยไฟฟ้า ใช้ลวดแพลทินัมเป็นขั้วบวก แผ่นทองแดงเป็นขั้วลบ ปรับอุณหภูมิ 43-60° C ด้วยแผ่นความร้อน ปรับกำลังไฟฟ้าให้กระแสไฟฟ้าจากแอมมิเตอร์อ่านได้ 60 mA/cm^2 (คำนวณพื้นที่แผ่นทองแดง ก่อนและปรับกระแสไฟฟ้า ให้ได้ 60 mA/cm^2) กวนสารละลายด้วยแมกเนติก บาร์ ต่อเซล ตามรูป 4.1.2

4.1.3 หาความหนาของแผ่นนิกเกิลกับเวลา

เมื่อเปลี่ยนแปลงความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการชุบและเวลา คำนวณความหนาของนิกเกิลจาก $D = \frac{M}{V}$ และ D คือ ความหนาแน่นของนิกเกิล ซึ่งเท่ากับ 8.9 กรัม/ลูกบาศก์เซนติเมตร ดังนั้น

$$\text{ความหนาของนิกเกิล} = \frac{\text{น.น.แผ่นทองแดงที่เพิ่มขึ้น}}{\text{ความหนาแน่นของนิกเกิล} \times \text{พ.ท.หน้าตัดของแผ่นทองแดง}}$$

1) เปลี่ยนแปลงความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า ในการชุบนิกเกิลบนแผ่นทองแดง

2) เปลี่ยนแปลงเวลาในการชุบ เพื่อหาความหนาของนิกเกิล เมื่อความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่

4.2 การแยกยูเรเนียมให้บริสุทธิ์โดยเทคนิคการแลกเปลี่ยนไอออน (1)

1) ดูดสารละลายยูเรเนียมความเข้มข้น 100 μg/1 cm^3 จำนวน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ใน 6 N HCl 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2) ผ่านสารละลายยูเรเนียม จากข้อ1ลงในคอลัมน์ด้วยอัตราเร็วไม่เกิน 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร/1 นาที

3) ล้างคอลัมน์ด้วย 9 N HCl 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยอัตราเร็วเท่าเดิม

4) ชะล้างด้วย 1 N HCl 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยอัตราเร็วเท่าเดิม ใส่บีคเกอร์ ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร และเผาให้ความร้อนจนเกือบแห้ง

5) เติมกรดไนตริก 7.5% (ประมาณ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร) และเผาให้ความร้อนจนเกือบแห้ง 2 ครั้ง

จะได้ยูเรเนียมบริสุทธิ์ ในบีคเกอร์ ก่อนนำไปทำอิเลคโตรดีโพซิชันต่อไป ทั้งวิธีทำอิเลคโตรดีโพซิชันบนแผ่นทองแดงชุบนิกเกิล และแผ่นเหล็กไร้สนิม ใช้วิธีแยกยูเรเนียมให้บริสุทธิ์วิธีเดียวกัน

4.3 อิเลคโตรดีโพซิชันยูเรเนียมบริสุทธิ์บนแผ่นทองแดงชุบนิกเกิล

จากยูเรเนียมบริสุทธิ์เกือบแห้ง (จากข้อ 4.2) ล้างบีคเกอร์ด้วย 0.016 M แอมโมเนียม ออกซาเลต 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร 2 ครั้ง และ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร 1 ครั้ง ถ่ายใส่เซลไฟฟ้าที่มีแผ่นทองแดงชุบนิกเกิลเป็นขั้วลบ ใช้ลวดแพลทินัมเป็นขั้นบวก และหมุนประมาณ 200 รอบ/นาที กวนสารละลาย (รูปที่ 4.3) เปิด POWER ONปรับกระแสไฟฟ้าตามต้องการ ในการวิจัยนี้ใช้กระแสประมาณ 20 mA ใช้เวลาในการชุบ 17 ชม. ล้างแผ่นทองแดงชุบนิกเกิลด้วยเอธิลอัลกอฮอล์ 95% ทำให้แห้ง วัดรังสีอัลฟาแบบเรืองแสง และด้วยเครื่องอัลฟาสเปคโตรมิเตอร์

4.4 อิเลคโตรดีโพซิชันยูเรเนียมบริสุทธิ์บนแผ่นเหล็กไร้สนิม (16)

1) สารละลายยูเรเนียมบริสุทธิ์ (จากข้อ 4.2) เติมน้ำ 3 ลูกบาศก์เซนติเมตร

2) หยด อินดิเคเตอร์ ไทมอล บลู 2 หยด ทำให้เป็นกลางด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ จนได้จุด end point สีชมพูอมส้ม (salmon-pink) ถ้าเกินจุด end point สารละลายจะมีสีเหลือง หยด 1:9 กรดซัลฟูริกให้ได้ end point เป็นสีชมพู

3) เทสารละลายลงใน plating cell ค่อย ๆ ล้างบีคเกอร์ด้วย 1:99 กรดซัลฟูริก 6 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมลงในสารละลายในเซล

4) ทำให้เป็นกลางด้วย แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์

5) อิเลคโตรเพลทติง ขั้วบวกเป็นลวดแพลทินัมหมุน ปรับความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าและเวลาให้เหมาะสม

6) Quenching ด้วย 1:9 แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เป็นเวลา 1 นาที

7) เทสารละลายลงในบีคเกอร์ล้าง disc ด้วย 0.1 N แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 3 ครั้ง (เก็บไว้เพื่อการตรวจวิเคราะห์ใหม่)

8) เอาเซลออก ล้างแผ่นเหล็กไร้สนิมด้วยเอธิลอัลกอฮอล์ 95%

9) ทำให้แห้ง และเผาจนเป็นสีแดง

10) วัดรังสีอัลฟารวมด้วยหัววัด ZnS (EBERLINE)

11) วัดหาปริมาณยูเรเนียมไอโซโทป ด้วยหัววัดซิลิคอน เซอร์เฟส แบริเออร์ ที่ต่อกับเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง

หาเงื่อนไขในการชุบยูเรเนียม ปรับกระแสไฟฟ้าและเวลาที่ใช้ให้เหมาะสมที่สุด ในการชุบยูเรเนียม บนแผ่นเหล็กไร้สนิม แล้วเปลี่ยนแปลงปริมาณยูเรเนียม เตรียมเส้นกราฟมาตรฐาน (standard curve) ระหว่างปริมาณยูเรเนียมและค่าความแรงรังสีอัลฟาที่วัดได้ และหาปริมาณยูเรเนียมในตัวอย่างโดยเทียบจากเส้นมาตรฐาน

4.4.1 <u>หาปริมาณความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่เหมาะสมที่สุดในการ deposit ของยูเรเนียมบนแผ่นเหล็กไร้สนิม</u>

เปลี่ยนแปลงความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้ในการชุบยูเรเนียมบนแผ่นเหล็กไร้สนิม ใช้ปริมาณยูเรเนียม 100 µg เวลาในการชุบ 2 ชม. แล้ววัดปริมาณรังสีอัลฟารวมด้วยเครื่องวัด scintillationหัววัดเป็น ZnS (Ag)

4.4.2 <u>หาปริมาณเวลาที่เหมาะสมในการ deposit ของยูเรเนียม</u>

เปลี่ยนแปลงเวลาที่ใช้ในการ deposit ของยูเรเนียมบนแผ่นเหล็กไร้สนิม ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ 170 mA/cm^2 ปริมาณยูเรเนียม 100 µg แล้ววัดปริมาณรังสีอัลฟารวมด้วยเครื่องวัด scintillation หัววัดเป็น ZnS (Ag)

4.4.3 <u>เตรียมเส้นกราฟมาตรฐาน (standard calibration curve)</u>

เปลี่ยนแปลงปริมาณยูเรเนียมที่ชุบ ให้ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าที่ใช้คงที่ 170 mA/cm^2 (จากข้อ 4.4.1) เวลาในการชุบ 3 ชม. (จากข้อ 4.4.2) ซึ่งเหมาะที่สุดในการ deposit ของยูเรเนียม เตรียมเส้นกราฟมาตรฐาน โดยนับปริมาณรังสี

อัลฟารวมด้วยเครื่องวัด scintillation หัววัดเป็น ZnS (Ag) เขียนกราฟระหว่างปริมาณรังสีอัลฟาที่วัดได้กับปริมาณยูเรเนียมที่ใช้ในการชุบ

4.4.4 <u>ศึกษาผลของอุณหภูมิที่มีต่ออัตราเร็วของการอิเลคโตรดีโพซิชันของยูเรเนียม</u>

ให้เซลมีอุณหภูมิค่อนข้างคงที่ใน water bath อิเลคโตรดีโพซิชันยูเรเนียม 10 µg 15 นาที ที่ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้าคงที่ 170 mA/cm^2 นับค่าความแรงรังสีอัลฟาของยูเรเนียมด้วยหัววัด ZnS (Ag)

4.4.5 <u>การหาผลของสิ่งเจือปน (impurity) ที่ปนอยู่ในตัวอย่างยูเรเนียม เช่น เหล็ก, วาเนเดียม, โมลิบดีนัม และสารหนู</u>

การทดลองเหมือนเดิมเพียงแต่เติมสิ่งเจือปนต่าง ๆ เหล่านี้ในตัวอย่างสารมาตรฐานยูเรเนียมในปริมาณ 50 µg และใช้วิธีวิเคราะห์เช่นเดิม ใช้ปริมาณยูเรเนียม 50 µg ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 170 mA/cm^2 เวลา 3 ชม.

4.4.6 <u>ศึกษาถึงความแม่นยำ และความเที่ยงตรงของเทคนิคอิเลคโตรดีโพซิชัน</u>

ทำการทดลองซ้ำ 20 ครั้ง โดยใช้ยูเรเนียม 50 µg ความหนาแน่นกระแสไฟฟ้า 170 mA/cm^2 เวลาในการชุบ 3 ชม. เพื่อหาความเที่ยงตรงของการอิเลคโตรดีโพซิชัน และหาความเบี่ยงเบนมาตรฐาน (standard deviation) และ % C.V. (Cofficient of variation) เมื่อความเบี่ยงเบนมาตรฐาน

$$S.D. = \sqrt{\frac{\Sigma(x_i - \bar{x})^2}{N}} \qquad \text{และ} \quad \% \ C.V. = \frac{S.D \times 100}{\bar{x}}$$

4.5 <u>การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม</u>

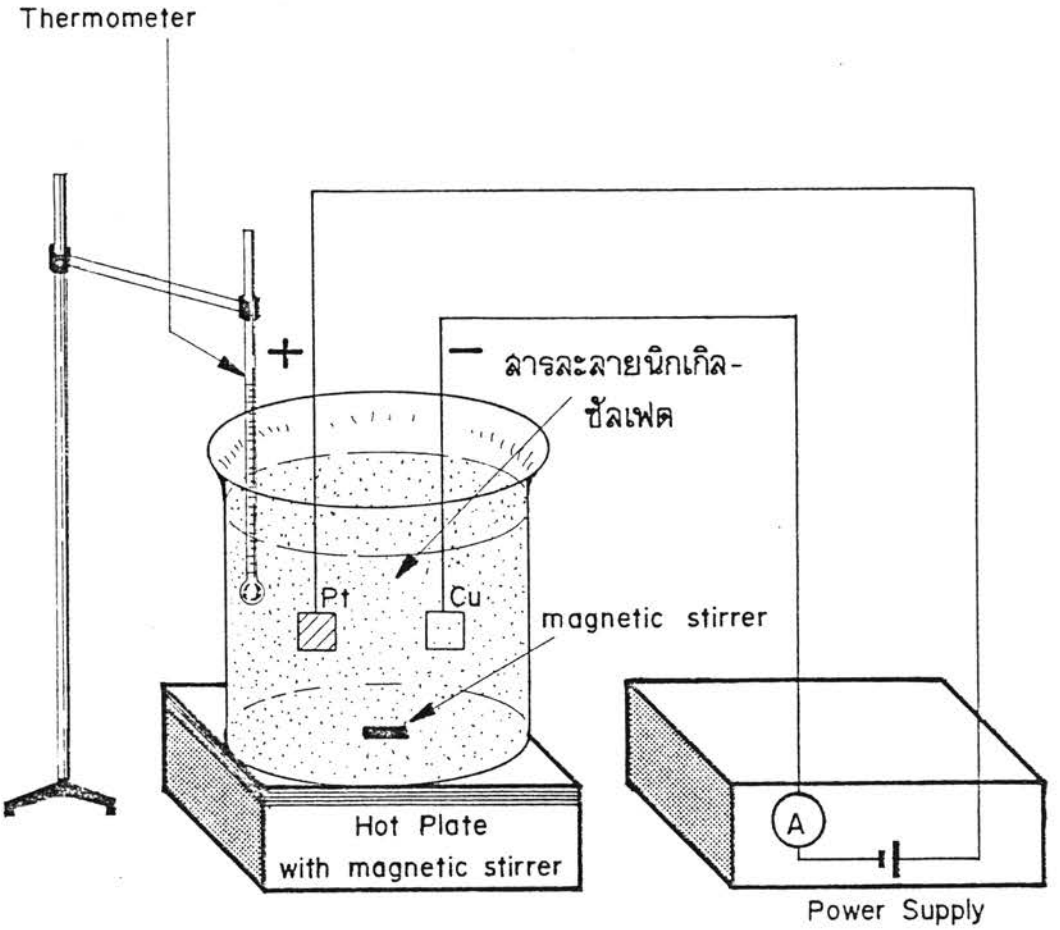
4.5.1 <u>เตรียมเส้นกราฟมาตรฐานระหว่างพลังงานรังสีอัลฟากับจำนวนช่องของเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง</u>

เตรียมเส้นกราฟมาตรฐาน โดยใช้ Th-230 และ Am-241 เป็นสารมาตรฐาน วัดรังสีอัลฟาโดยใช้หัววัดเซอร์เฟสแบริเออร์ หาจำนวนช่องเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง

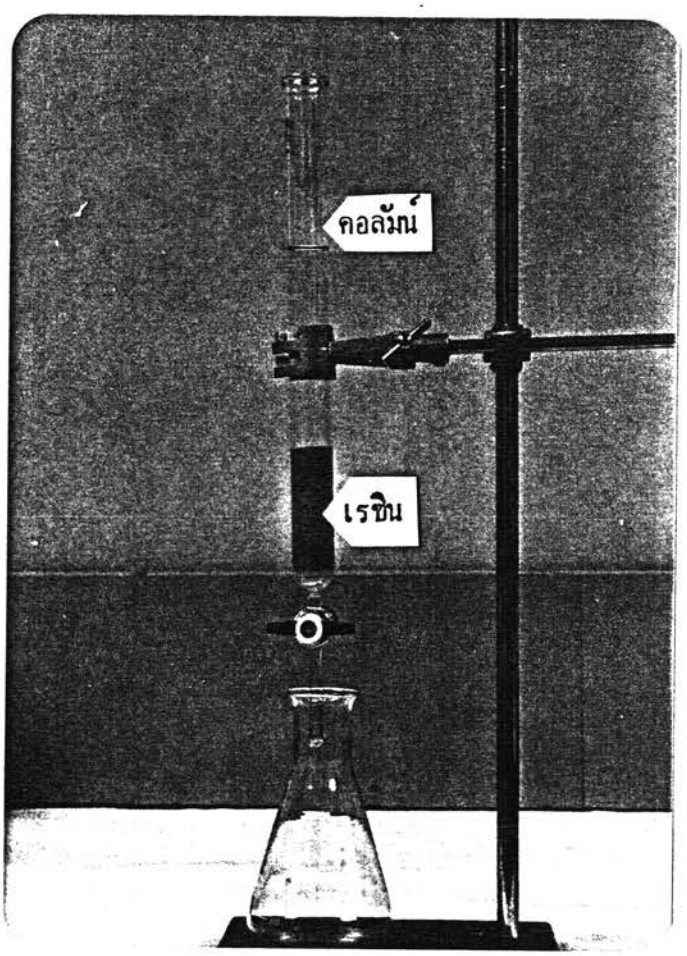
(channel no) แล้วเขียนกราฟมาตรฐานระหว่างพลังงานของรังสีอัลฟาของ Th-230 และ Am-241 กับ channel no ของเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง

4.5.2 การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม-235

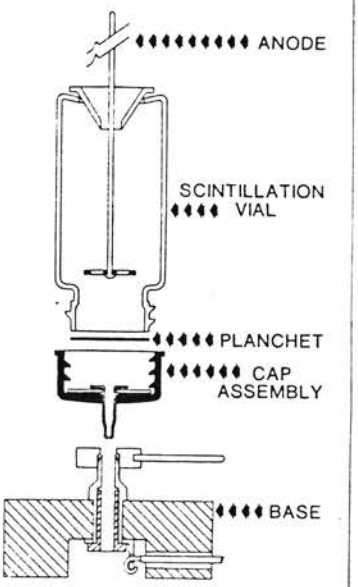
ใช้วิธีที่พัฒนาได้ เตรียมตัวอย่างยูเรเนียมเพื่อวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม-235 ในดีพลีทยูเรเนียม U_3O_8 จากบริษัท B.D.H. โดยใช้ดีพลีทยูเรเนียมจำนวน 50 µg และยูเรเนียมในธรรมชาติ จำนวน 53 µg ใช้หัววัดเซอร์เฟสแบริเออร์ วัดตัวอย่างได้สเปคตรัม ดังรูปที่ 5.5.2 (ก), (ข), (ค) มีพีค (peak) ของยูเรเนียม-238, ยูเรเนียม-235 และยูเรเนียม-234 หาตำแหน่งของพีคนี้ โดยเทียบจากเส้นกราฟมาตรฐานระหว่างพลังงานรังสีอัลฟากับ channel no หาพื้นที่ใต้พีคและเทียบหาปริมาณยูเรเนียม-235 กับยูเรเนียมในธรรมชาติ ซึ่งมียูเรเนียม-235 เท่ากับ 0.7196 %[17]

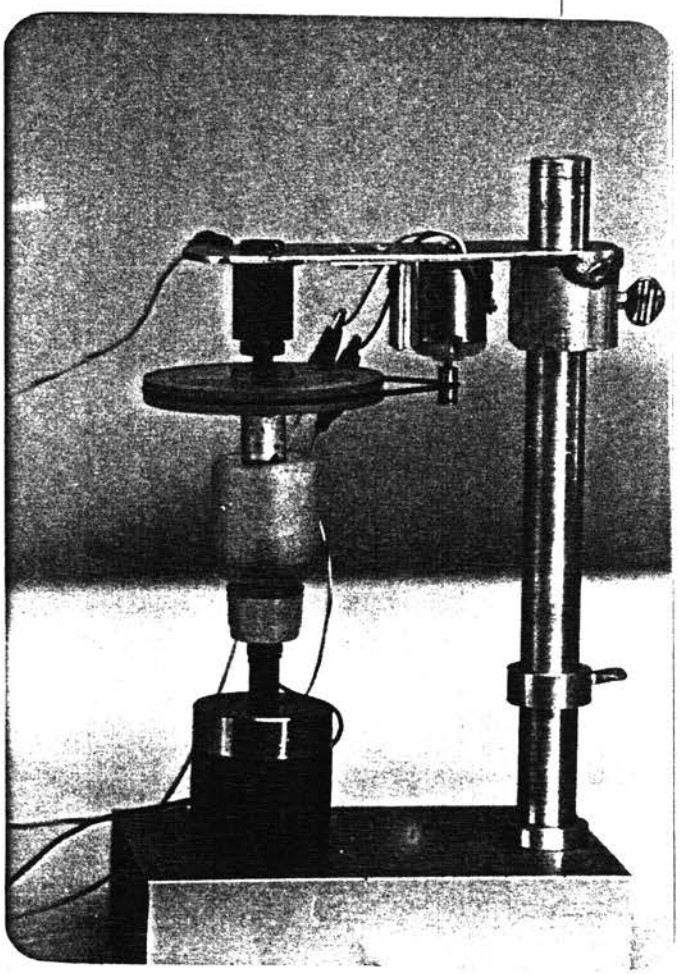


รูปที่ 4.1.2 เครื่องมือชุบนิกเกิลบนแผ่นทองแดง

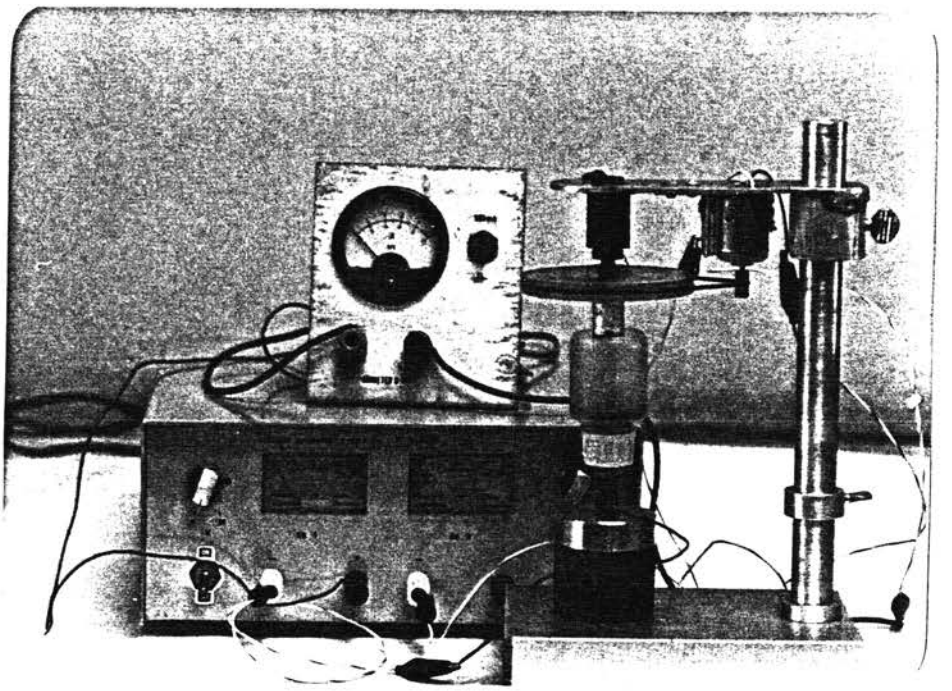


รูปที่ 4.2 ระบบการแลกเปลี่ยนไอออน

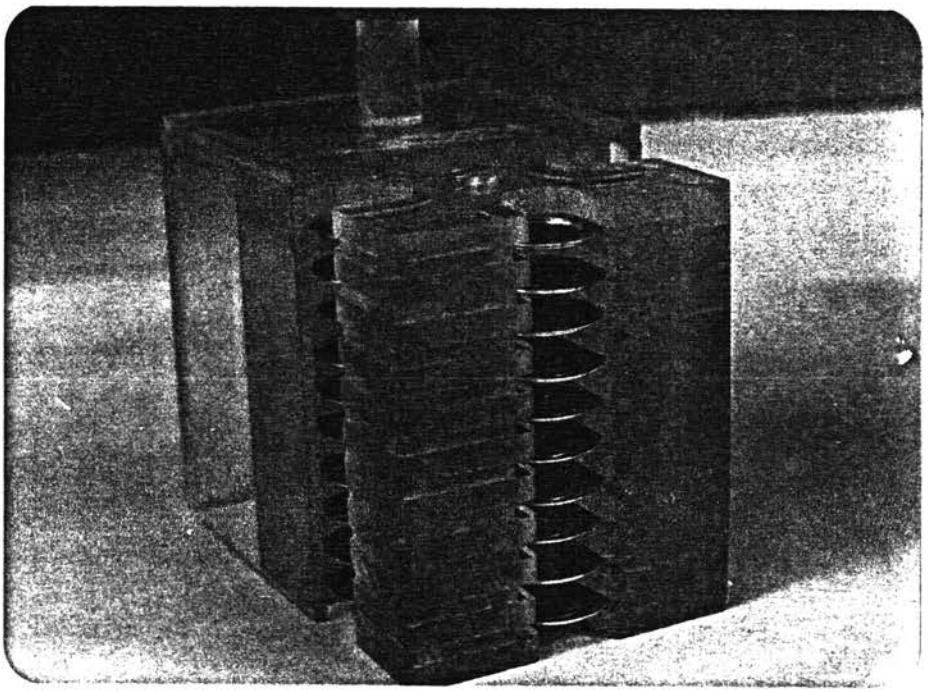




รูปที่ 4.3 อิเลคโตรเพลทติงเซล[4]



รูปที่ 4.4 การต่อวงจรในการทำอิเลคโตรดีโพซิชัน ประกอบด้วยแหล่งจ่ายศักดาไฟฟ้ากระแสตรงพร้อมเครื่องมือวัดกระแสไฟฟ้าและอิเลคโตรเพลทติงเซล



รูปที่ 4.5 ที่เก็บตัวอย่างแผ่นเหล็กไร้สนิม หลังจากทำอิเลคโตรดีโพซิชัน