

บทที่ 5

วิธีดำเนินการวิจัย

5.1 อุปกรณ์และเคมีภัณฑ์ที่ใช้ในการวิจัย

5.1.1 การเตรียมแร่

5.1.1.1 แร่ แร่โมนาไซต์ที่ผ่านการแต่งแร่แล้ว จากจังหวัดระนอง

5.1.1.2 อุปกรณ์การบดแร่

- เครื่องบดแร่(Disc mill) บริษัท Siebtechnik รูป 5.1

5.1.1.3 อุปกรณ์การแยกขนาดแร่

ชุด เครื่องมือแยกขนาดแร่ รูป 5.2

- เครื่องสั่นสะเทือน (Vibrator) บริษัท Retsch

- ตะแกรง (Sieve) Type ASTM ขนาด 0.212, 0.137, 0.106, 0.075, 0.053 มิลลิเมตร บริษัท Prüfsieb

5.1.1.4 การวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมในแร่

ก. เครื่องมือ

- เครื่องชั่ง H 54 AR บริษัท Mettler

- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer JSX-60 PM/PA บริษัท JEOL, JAPAN รูป 5.3, 5.9

- เครื่องผสม (Specimen Mixer Mill) SX-NMA บริษัท JEOL

- เครื่องอัด (Manual Moulding Press) SX-HP 30 M บริษัท JEOL

- วงแหวนอะลูมิเนียม (Aluminium ring)
- บีกเกอร์ (Beaker) ขนาด 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร บริษัท Pyrex
- ช้อนตัก (Spoon)

ข. สารเคมี

- กรดบอริก (H_3BO_3) 99.5% R.G. บริษัท Riedel-Seelze
- ยูเรนิลซัลเฟต ($UO_2SO_4 \cdot 3\frac{1}{2} H_2O$) 97% บริษัท BDH

5.1.2 การสกัดแร่

5.1.2.1 อุปกรณ์การย่อยแร่

ก. ชุดเครื่องมือย่อยแร่ รูป 5.4

- เตาร้อนพร้อม เครื่องกวนแม่เหล็ก (Hot-plate stirrer) Nuova II บริษัท Sybron/Thermolyne
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ (Temperature controller) N.T.180 ภาควิชานิวเคลียร์เทคโนโลยี จุฬาฯ
- ถาดสแตนเลส-สตีลใส่ทราย (Sand bath)
- ตู้ควัน (Fume hood)
- ขวดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร บริษัท Pyrex
- ปิเปต (Pipette) ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร บริษัท Witeg
- กระบอกตวง (Cylinder) ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร บริษัท Tekk
- ลูกยาง (Bubble rubber)
- หลอดแก้ว
- จุกยาง
- เทอร์โมมิเตอร์

- แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)

ข. สารเคมี

- กรดซัลฟูริก (H_2SO_4) 98% A.R. บริษัท BDH
- แมงกานีสไดออกไซด์ (MnO_2) 85% บริษัท M&B

5.1.2.2 การแยกของเหลว-ของแข็ง

- เครื่องเหวี่ยง (Centrifuge) D-7200 Tuttlingen
บริษัท Hettich/Universal II
- หลอดเหวี่ยง (Centrifuge tube) ขนาด 50 ลูกบาศก์
เซนติเมตร บริษัท Sybron/Nalge
- บีกเกอร์ ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร บริษัท Pyrex
- ขวดพลาสติก ขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร

5.1.2.3 การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมในน้ำชะล้าง

ก. เครื่องมือ

- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer
- บีกเกอร์ ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ขวดพลาสติก ขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- หลอดหยด (Dropper)
- แผ่นไมลาร์ (Mylar)
- ลูกยาง
- แท่งแก้วคน (Glass stirrer)
- ปิเปต ขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข. สารเคมี

- ยูเรนิลซัลเฟต

5.1.3 การตกตะกอนแยกทอ เรียมและแรร์เอิร์ทออกจากน้ำชะล้าง

5.1.3.1 การตกตะกอน

ก. เครื่องมือ

- เครื่องดูดสุญญากาศ (Vacuum pump) บริษัท G.E.
- เตาร้อนพร้อม เครื่องกวนด้วยแม่เหล็ก
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ
- กรวยกรองแบบบุคเนอร์ (Buchner funnel) เส้นผ่าศูนย์กลาง 9.5 เซนติเมตร
- กระดาษกรองแบบ Ashless เบอร์ 42 ขนาด 9.0 เซนติเมตร
- บีกเกอร์ ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร บริษัท Pyrex
- เทอร์โมมิเตอร์
- แท่งแม่เหล็ก

ข. สารเคมี

- กรดออกซาลิก ($C_2H_2O_4 \cdot 2H_2O$) 99.5-100.5% R.C. บริษัท M&B

5.1.3.2 การวัดปริมาณแรร์เอิร์ทในน้ำชะล้าง

ก. เครื่องมือ

- เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer
- หลอดทหยศสาร
- ลูกยาง
- ขวดพลาสติก ขนาด 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข. สารเคมี

- ซีริกออกไซด์ (CeO_2) 99% บริษัท BDH
- กรดไฮโดรคลอริก (HCl) 37% R.C. บริษัท Riedel-Seelze

- กรดไฮโดรฟลูออริก (HF) 48% A.R. บริษัท Mallinckrodt

5.1.4 การแลกเปลี่ยนไอออน

5.1.4.1 ชุดเครื่องมือแลกเปลี่ยนไอออน รูป 5.5, 5.6

- คอลัมน์ (Column) แก้วยาว 30 เซนติเมตร ส่วนครึ่งบนมี เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 25 มิลลิเมตร และส่วนล่างมี เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 10 มิลลิเมตร มีแผ่นซินเตอร์กลาส (Sintered glass plate) ความพรุน (Porosity) 0 เพื่อรองรับเรซิน รูป 5.5
- คอลัมน์ แก้วยาว 15 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 25 มิลลิเมตร จำนวน 3 คอลัมน์
- สายยางพร้อมทั้งแทพ (Tap) ปรับอัตราการไหล
- บีกเกอร์ ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- กระจกตวง ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ขาตั้ง (Stand) และมือจับ (Clamp)
- เครื่องวัดสภาพความเป็นกรดเป็นด่าง (pH meter) 70 and 71 pH meter บริษัท Beckman
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ
- เตาร้อน (Hot plate) บริษัท Sybron/Thermolyne
- นาฬิกาจับเวลา (Stop watch)
- เทอร์โมมิเตอร์

5.1.4.2 สารเคมี

- เรซิน Amberlite IRA-400(Cl⁻) A.R. บริษัท BDH
- กรดซัลฟูริก
- กรดไนตริก (HNO₃) 65% R.G. บริษัท Riedel-Seelze
- แอมโมเนียมไนเตรต (NH₄NO₃) 99% A.R. บริษัท E.Merck
- เฟอร์ริกออกไซด์ แอนไฮดรัสสีแดง (Fe₂O₃) บริษัท M&B

- โซเดียมคลอไรด์ (NaCl)
- โปแตสเซียม เพอร์โรไซยาไนด์ $K_4[Fe(CN)_6] \cdot 3H_2O$ 99.0-100.5% R.G. บริษัท Riedel-Seelze
- แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ (NH_4OH) 32% NH_3 A.R. บริษัท Calo-erbra

5.1.5 การตกตะกอนแอมโมเนียมโดยเรเนต

5.1.5.1 ชุดเครื่องมือตกตะกอน รูป 5.7

- เตาพร้อม เครื่องกวนแม่เหล็ก
- เครื่องควบคุมอุณหภูมิ
- เครื่องวัดความ เป็นกรด เป็นด่าง
- ขาดังและมือจับ
- บีกเกอร์ ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- กรวยแยก (Separating funnel)
- เทอร์โมมิเตอร์
- แท่งแม่เหล็ก

5.1.5.2 สารเคมี

- แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์

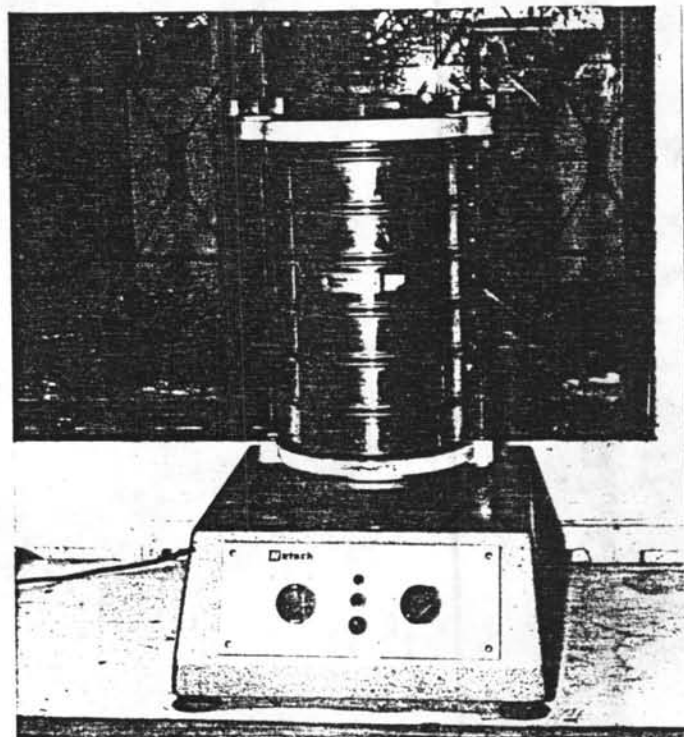
5.1.6 การเตรียม เค้ก เหลือง

5.1.6.1 เครื่องมือเตรียม เค้ก เหลือง

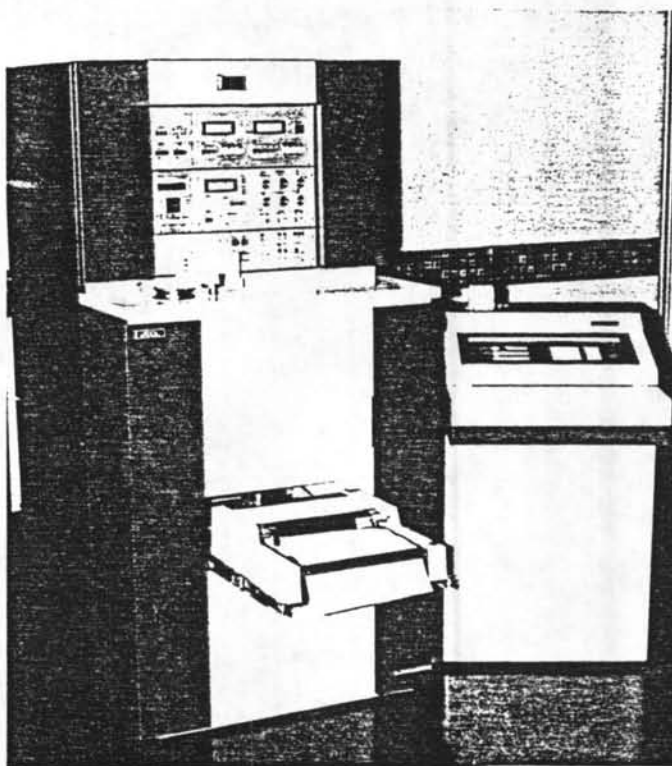
- เครื่องดูดสูญญากาศ
- กรวยกรองแบบบุคเนอร์ เส้นผ่าศูนย์กลาง 9.5 เซนติเมตร
- กระดาษกรองแบบ Ashless เบอร์ 42 ขนาด 9.0 เซนติเมตร
- บีกเกอร์ ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เตาอบ (Oven) บริษัท Memmert



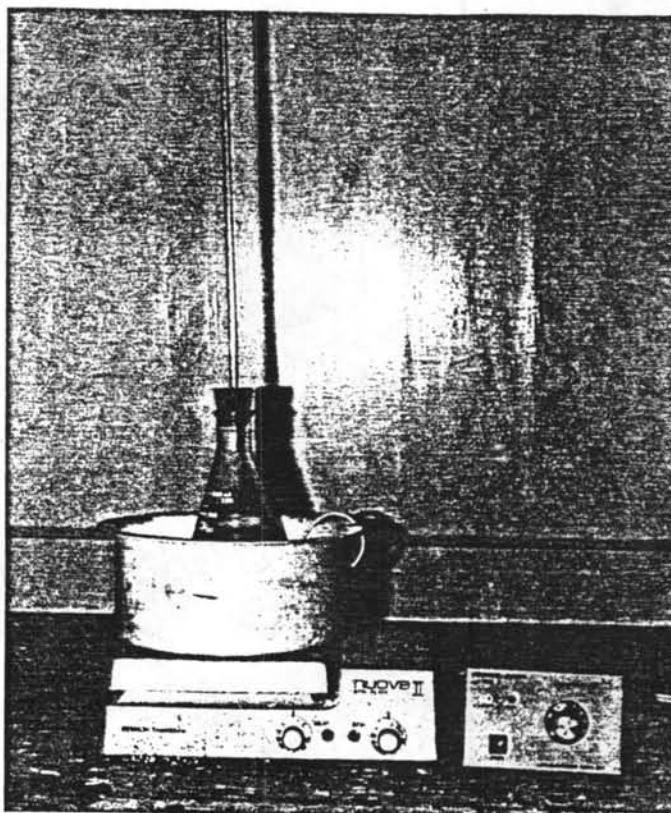
รูป 5.1 เครื่องบดแร่



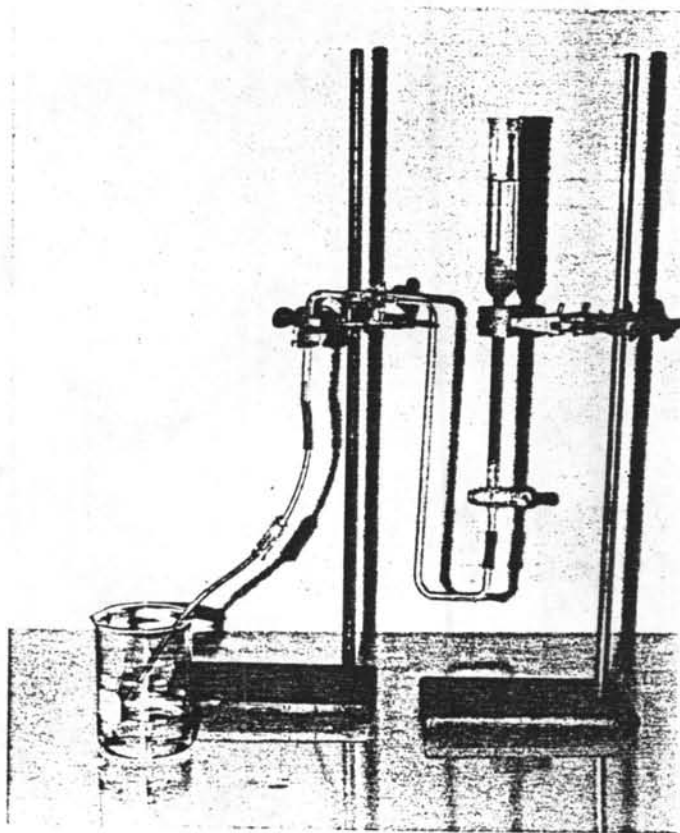
รูป 5.2 เครื่องแยกขนาดเม็ดแร่



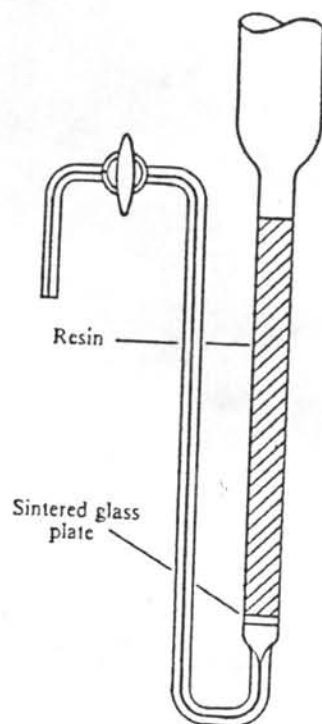
รูป 5.3 เครื่อง X-ray Fluorescence Spectrometer



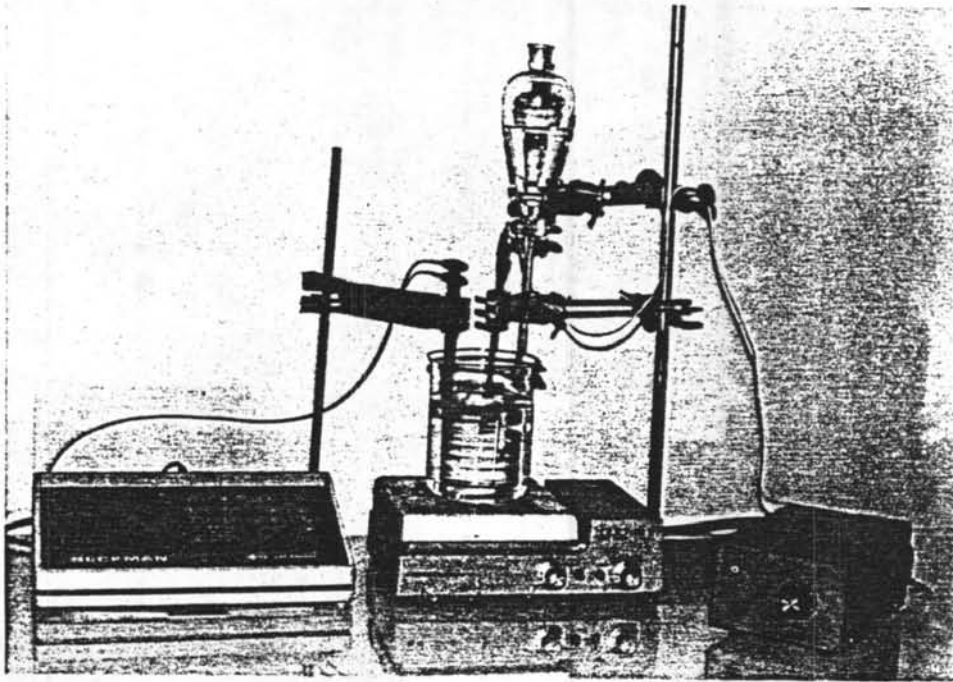
รูป 5.4 ชุดเครื่องมือสำหรับย่อยแร่



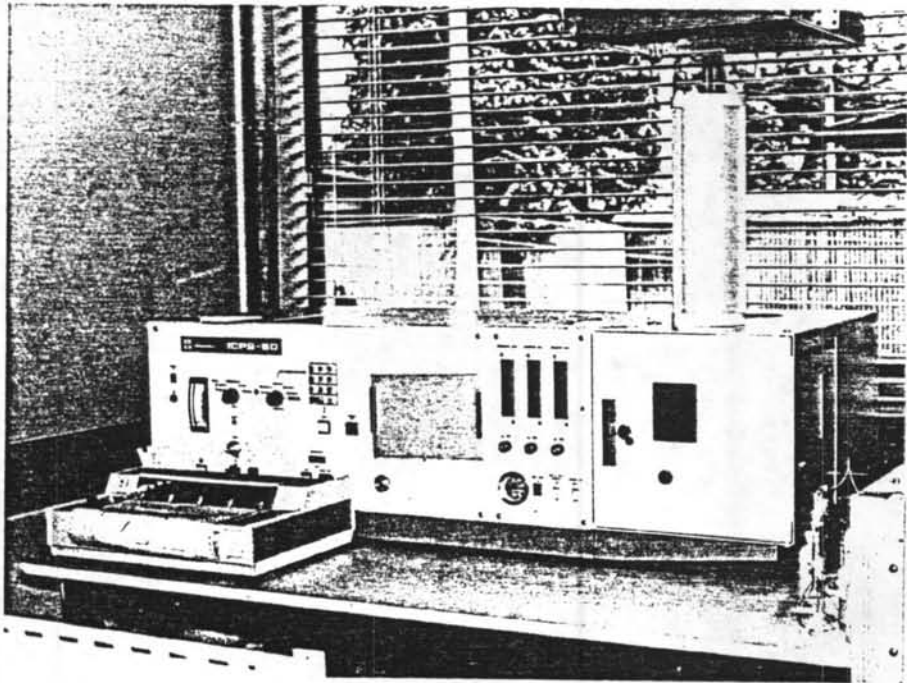
รูป 5.5 ชุดเครื่องมือแลกเปลี่ยนไอออน



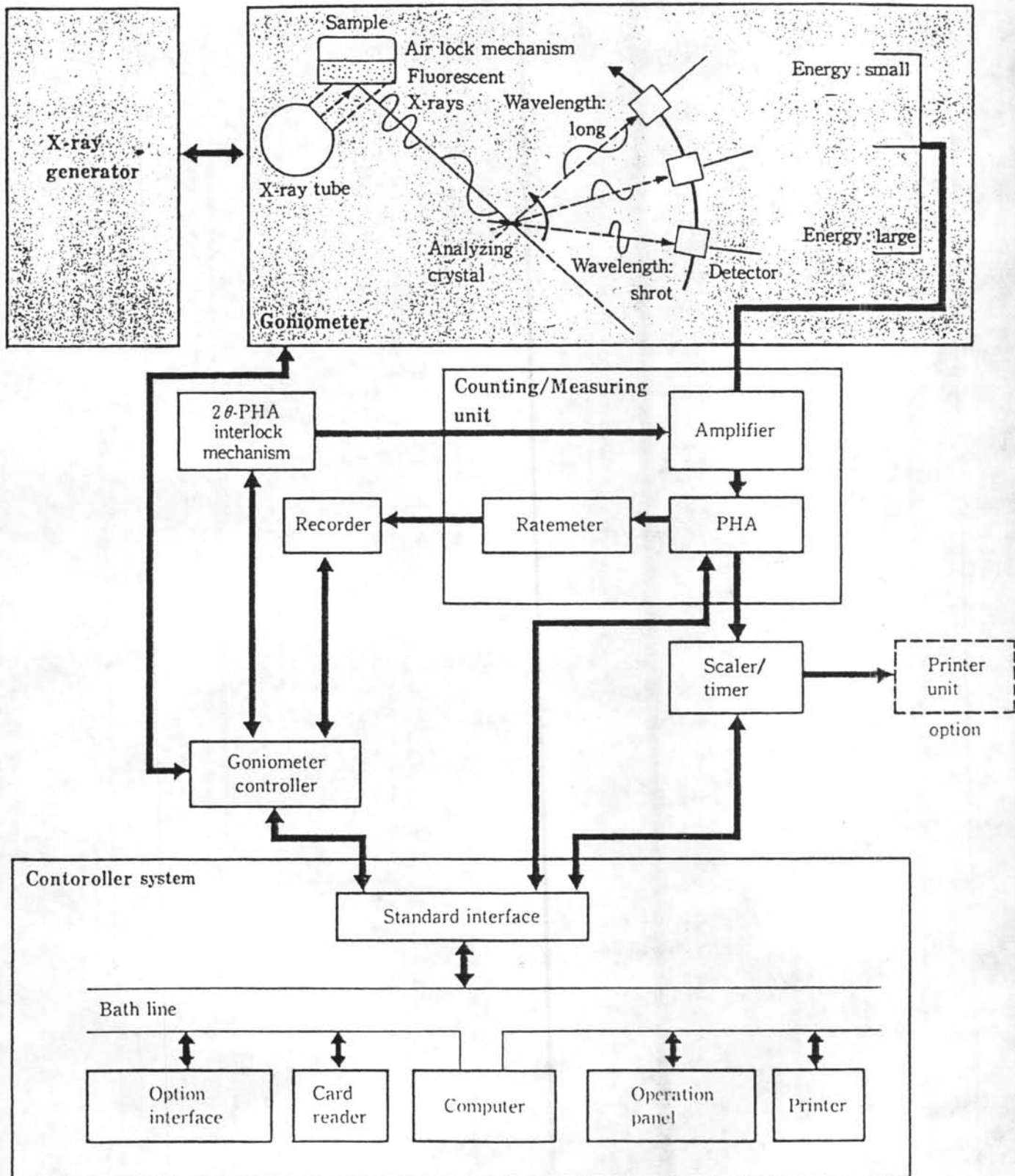
รูป 5.6 กอด้มน์แลกเปลี่ยนไอออน (80)



รูป 5.7 ชุดเครื่องมือตกตะกอนแอมโมเนียม ไดยูเรเนด



รูป 5.8 เครื่องอินดิกทีฟ คัพเบล พลาสมา อิมิชชัน สเปกโตรมิเตอร์



รูป 5.9 แผนภูมิของระบบการวัดด้วยรังสีเอกซ์เรืองแสง

ห้องสมุดคณะวิศวกรรมศาสตร์
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

- เคชิกเคเตอร์ (Desiccator)

5.1.6.2 เครื่องมือวิเคราะห์ความบริสุทธิ์

- เครื่องอินดักทีฟคัพ เปิลพลาสมาอิมิสชัน-สเปกโตรมิเตอร์ (Inductively Coupled Plasma Emission Spectrometer)

ICPS-50 บริษัท Shimadzu, JAPAN รูป 5.8

5.2 การบดแร่

นำแร่โมนาไซต์ที่ได้มาจากจังหวัดระนองใส่ลงในโฮลเดอร์ (Holder) ของเครื่องบดในปริมาณพอควร แล้วนำไปใส่ในเครื่องบดแร่ (รูป 5.1) ตั้งเวลาในการบด 5 วินาที เมื่อเครื่องหยุดคักนำโฮลเดอร์ออก เทแร่ที่บดแล้วลงในขวดเก็บไว้

5.3 การแยกขนาดแร่

นำแร่โมนาไซต์ที่บดแล้วมาใส่ตะแกรงร่อนแร่ไบที่มีขนาดรูเป็น 0.212 มิลลิเมตร (-65 เมช) นำฝาปิดแล้วนำไปวางบนตะแกรงเปล่าอีก 4 ไบที่มีขนาดรูเป็น 0.137, 0.106, 0.075, 0.053 หรือ -100, -150, -200, -270 เมชตามลำดับลงมา โดยข้างล่างสุดเป็นที่รองแร่ที่ถูกร่อนแล้ว นำชุดของตะแกรงนี้ไปวางบนเครื่องสั่น ดังรูป 5.2 โดยตั้งความเร็วของการสั่น 100 ครั้งต่อวินาที และตั้งเวลาร่อนเป็นเวลา 10 นาที เทแร่ที่ร่อนแยกขนาดแล้วนี้ลงในขวด โดยแยกเป็น 5 ขวด ๆ ละขนาด

5.4 การหาปริมาณยูเรเนียมในแร่

5.4.1 การเตรียมตัวอย่าง

- ก. ชั่งแร่ขนาด -65 เมช ประมาณ 1.5 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ข. เติมนครคอปริกกลงไปประมาณ 1.5 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
- ค. เติมนูเรนิล ซัลเฟต ลงไปประมาณ 0.01 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน
- ง. นำของผสมนี้ไปใส่โฮลเดอร์ แล้วนำไปทำการผสมในเครื่องผสมเป็นเวลาประมาณ 10 นาที

จ. นำส่วนผสมนี้ออกมาวางบนแท่นรองสำหรับอัดและอยู่ภายในวงแหวนอะลูมิเนียม เส้นผ่าศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร นำแท่นนี้ไปเข้าเครื่องอัด ทำการอัดด้วยความดันประมาณ 30 ตัน จะได้เป็นแผ่นของส่วนผสมนี้ติดกันแน่นอยู่ภายในวงแหวนอะลูมิเนียม

ฉ. ทำเหมือนข้อ ก - จ แต่เปลี่ยนเป็นใส่ยูเรเนียม ซัลเฟต ลงไปประมาณ 0.02, 0.03 กรัม โดยให้ทราบน้ำหนักแน่นอน

ช. ทำเหมือนข้อ ก - ข และข้อ ง - จ คือจะไม่เติมยูเรเนียม ซัลเฟตลงไปเลย

ซ. ทำเหมือนข้อ ก - ข แต่เปลี่ยนเป็นใช้แร่ขนาด -100, -150, -200, -270 เมช ตามลำดับ

5.4.2 การวิเคราะห์

นำแผ่นของส่วนผสมทั้งหมดไปทำการวัดค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ เครื่องด้วย เครื่องวัดรังสีเอกซ์เรือง (X-ray fluorescence spectrometer) (รูป 5.3) นำค่าที่วัดได้ไปสร้างกราฟโดยให้ค่าความเข้มอยู่ในแกนตั้ง และน้ำหนักของยูเรเนียมที่เติมลงไปอยู่ในแกนนอน ซึ่งสามารถจะอ่านค่าของปริมาณยูเรเนียมที่มีอยู่ในแร่ได้ ด้วยการลากต่อเส้นกราฟให้ไปตัดกับแกนนอน

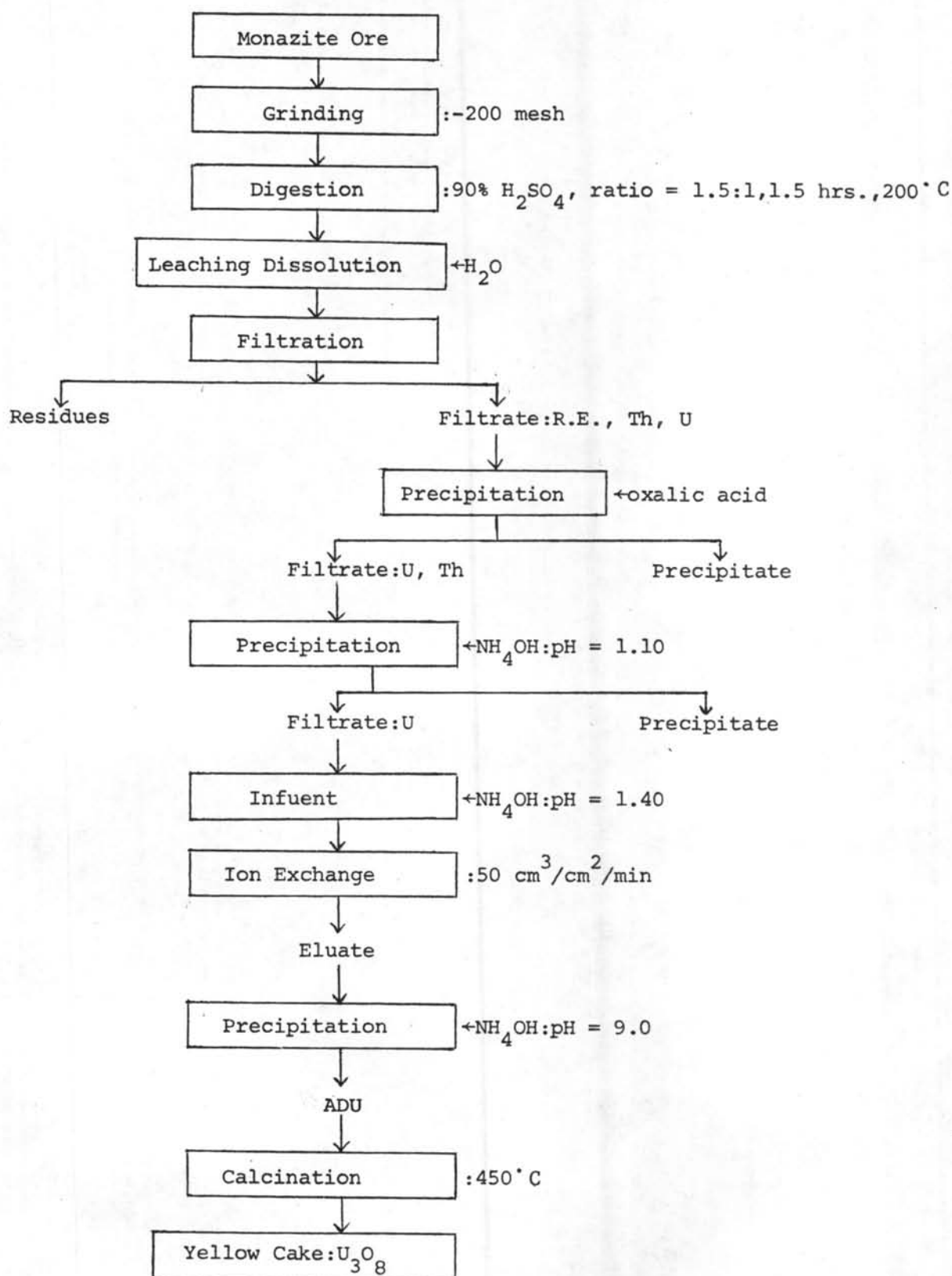
5.5 การสกัดแร่

การสกัดแร่มีขั้นตอนดังแสดงในรูป 5.10

5.5.1 การย่อยแร่

จัดชุดเครื่องมือที่ใช้ในการย่อย ดังรูป 5.4 แล้วนำแร่โมนาไซด์ที่ผ่านการบดและแยกขนาดแล้วมาทำการย่อย เพื่อศึกษาตามเงื่อนไขดังต่อไปนี้

5.5.1.1 ขนาดแร่ โดยใช้แร่ขนาด -65, -100, -150, -200, -270 เมช ซึ่งได้วิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียมแล้วมาซึ่งประมาณ 10 กรัม ให้น้ำหนักแน่นอน ใส่ลงในขวดปริมาตรขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟูริก เข้มข้น 98% ลงไปประมาณ 27.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร (กรด:แร่ = 5:1 โดยน้ำหนัก) ปิดด้วยจุกยางและมีท่อแก้วนำก๊าซ ดังรูป 5.4 นำไปให้ความร้อนด้วยภาชนะดินเผา-สแตนเลส (Sand bath) ที่อยู่บนเตาร้อนพร้อมเครื่องกวนแม่เหล็ก โดยควบคุมอุณหภูมิภาชนะนี้ด้วย เครื่องควบคุมอุณหภูมิ ซึ่งจะทำการย่อย



รูป 5.10 แผนภูมิแสดงกระบวนการผลิต เค้ก เหลืองจากแร่โมนาไซต์ในประเทศไทย
ด้วยวิธีใช้กรด

ด้วยอุณหภูมิประมาณ 260°C . ซึ่งเป็นอุณหภูมิที่คงที่ภายหลังจากการเริ่มย่อยประมาณ 30 นาที เนื่องจากในตอนแรกเริ่มการย่อยนั้นอุณหภูมิจะเพิ่มขึ้น เนื่องจากปฏิกิริยาคายความร้อน (Exothermic reaction) อย่างรวดเร็ว ทำให้ในช่วง 15 นาทีแรกมีอุณหภูมิสูงกว่าแรกเริ่มมาก จากนั้นจึงค่อย ๆ ลดลงจนคงที่เมื่อเวลาประมาณ 30 นาทีหลังจากเริ่มย่อย ซึ่งจะได้เป็นของเหลวชั้นหนืดสีเทา ทำการย่อยประมาณ 4 ชั่วโมงจึงเติมแมงกานีส ไดออกไซด์ลงไปประมาณ 0.03125 กรัม (7 ปอนด์ต่อแร่ 1 ตัน) เพื่อไปออกซิไดซ์ U^{+4} ให้กลายเป็น U^{+6} แล้วจึงทำการย่อยต่ออีกประมาณ 1 ชั่วโมงจึงหยุดย่อย

5.5.1.2 อัตราส่วนกรดต่อแร่ ทำการเหมือนดังในข้อ 5.5.1.1 แต่เปลี่ยนเป็นใช้แร่ขนาด -150 เมชขนาดเดียว และใช้กรดซัลฟูริกเติมลงไปย่อยในปริมาณประมาณ 27.2, 21.8, 16.3, 10.9, 8.2, 5.5, 4.1, 2.8 ลูกบาศก์เซนติเมตร (อัตราส่วน 5:1, 4:1, 3:1, 2:1, 1.5:1, 1:1, 0.75:1, 0.5:1) ตามลำดับ ใช้อุณหภูมีย่อยเป็น 235°C . และย่อยเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

5.5.1.3 ความเข้มข้นของกรด ทำเหมือนดังในข้อ 5.5.1.1 แต่เปลี่ยนเป็นใช้แร่ขนาด -200 เมชขนาดเดียว และใช้กรดที่มีความเข้มข้น 98, 94, 90, 85, 80, 70, 60, 50, 30% ตามลำดับ โดยใช้อุณหภูมิในการย่อยเป็น 220°C . และย่อยเป็นเวลา 3 ชั่วโมง

5.5.1.4 อุณหภูมิ ทำเหมือนในข้อ 5.5.1.1 แต่เปลี่ยนเป็นใช้ขนาด -270 เมชขนาดเดียว และใช้อุณหภูมิในการย่อยเป็น 100, 120, 140, 160, 175, 190, 210, 235°C . ตามลำดับ และย่อยเป็นเวลา 2 ชั่วโมง

5.5.1.5 เวลาที่ใช้ย่อย ทำเหมือนในข้อ 5.5.1.1 แต่เปลี่ยนเป็นใช้แร่ขนาด -270 เมชขนาดเดียว และใช้เวลาในการย่อยเป็น 15, 30, 45 นาทีและ 1, 2, 3, 4, 5, 7, 8, 11, 12 ชั่วโมงตามลำดับ ส่วนแมงกานีส ไดออกไซด์จะเติมลงไปภายหลังจากการย่อยไปได้ 15, 30, 45 นาทีและ 1.25, 2, 3.25, 4.25, 6, 7, 10, 10 ชั่วโมงตามลำดับ

5.5.2 การละลายชะล้าง

ภายหลังจากทำการย่อยดังในข้อ 5.5.1 แล้ว ปล่อยให้ของเหลวชั้นหนืดสีเทานี้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิประมาณ 70°C . จากนั้นจึงเติมน้ำเย็นลงไป พร้อมทั้งมีการกวนด้วยแท่งแม่-

เหล็กบนเครื่องกวนด้วยแม่เหล็ก แล้วปล่อยให้แห้งให้มีการละลายชะล้างจนสมบูรณ์เป็น เวลาประมาณ 24 ชั่วโมง จะได้เป็นสารละลายที่มีตะกอนคอลลอยนอมน้อย

5.5.3 การแยกสารละลายออกจากตะกอน

นำส่วนผสมของสารละลายในข้อ 5.5.2 มาใส่ลงในหลอดเหวี่ยง (Centrifuge tube) ขนาด 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วนำไปเหวี่ยงด้วยเครื่องเหวี่ยง โดยเหวี่ยงด้วยอัตราความเร็ว 100 รอบต่อนาทีและเหวี่ยงเป็นเวลา 10 นาที เสร็จแล้วเทส่วนที่เป็นสารละลาย (Filtrate) ออก ล้างส่วนที่เป็นตะกอนด้วย 2% กรดซัลฟูริก โดยใช้แท่งแก้วคน แล้วนำไปเหวี่ยงอีกครั้งเพื่อแยกสารละลายไปรวมไว้กับสารละลายครั้งแรก

5.5.4 การหาปริมาณยูเรเนียมในสารละลายชะล้าง

5.5.4.1 การเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟตมาตรฐาน

ซึ่งสารยูเรนิลซัลเฟต 3.49803 กรัมใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไป 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วคนด้วยแท่งแก้ว จะได้เป็นสารละลายยูเรนิลซัลเฟตที่มียูเรเนียมเข้มข้น 2.00 กรัมต่อลิตร จากนั้นดูดสารละลายนี้มา 10, 5, 3, 1, 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยปิเปต ใส่ลงในขวดพลาสติก แล้วเติมน้ำกลั่นลงไป 10, 15, 21, 39, 39.5 ลูกบาศก์เซนติเมตรตามลำดับ จะได้เป็นสารละลายที่มียูเรเนียมเข้มข้น 1.00, 0.50, 0.25, 0.05, 0.025 กรัมต่อลิตรตามลำดับ

5.5.4.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน

นำสารละลายที่มียูเรเนียมเข้มข้น 0.5, 0.25, 0.1, 0.05 กรัมต่อลิตรจากในข้อ 5.5.4.1 ไปใส่ไฮลโคอร์ซึ่งรองด้วยแผ่นไมลาร์ (Mylar) แล้วนำไปวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เรียงจาก เครื่องวัดรังสีเอกซ์เรียง โดยตั้งเครื่องที่ 40 K.V., 30 mA และวัด 50 วินาที นำค่าที่วัดได้ไปสร้างกราฟมาตรฐานโดยให้ค่าความเข้มของรังสีอยู่ในแกนตั้งและค่าความเข้มของยูเรเนียมอยู่ในแกนนอน

5.5.4.3 การวิเคราะห์

นำสารละลายชะล้างที่แยกออกมาได้ตามข้อ 5.5.3 มาวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เรือง แล้วอ่านค่าความ เข้มข้นของยูเรเนียมจากกราฟมาตรฐานตามข้อ 5.5.4.2 จากนั้นจึงนำค่านี้ไปคำนวณหา เปอร์เซ็นต์ของยูเรเนียมที่ถูกสกัดออกมาจากร่

5.5.5 การหาสภาวะ เงื่อนไขของการละลายชะล้าง

5.5.5.1 การศึกษาหาความสัมพันธ์ระหว่างจำนวนครั้งของการล้างตะกอนกับ ปริมาณยูเรเนียมที่ถูกล้างออก

ก. ทำการย่อยแร่ดังในข้อ 5.5.1 โดยใช้แร่ขนาด -270 เมช ทำการย่อยเป็นเวลา 3.5 ชั่วโมง ที่อุณหภูมิประมาณ 210°ซ. และเติมแมงกานีส ไดออกไซด์ลงไป ภายหลังจากย่อยไปได้ 2 ชั่วโมงแล้ว

ข. ทำการละลายชะล้างดังในข้อ 5.5.2 โดยใช้อัตราส่วนความ เจือจาง เป็น 1:10

ค. นำไปแยกตะกอนออกตามข้อ 5.5.3 โดยล้างด้วย 2% กรด ซัลฟูริกครั้งละ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ประมาณ 3 ครั้ง แล้วแยกสารละลายของการล้างแต่ละ ครั้งใส่ขวดพลาสติกไว้

ง. นำสารละลายนี้ไปวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมตามข้อ 5.5.4.3

5.6 การตกตะกอนแยกทอ เรียมและแรร์เอิร์ทออกจากน้ำชะล้าง

5.6.1 การตกตะกอนแรร์เอิร์ทและทอ เรียม

5.6.1.1 การเตรียมสารละลายกรดออกซาลิก

ชั่งกรดออกซาลิก 100 กรัมใส่ลงในขวดปริมาตร (Volumetric flask) ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเติมน้ำกลั่นลงไปจนถึงขีดปริมาตร ปล่อยให้จมนกรด ออกซาลิกละลายหมด จะได้เป็นสารละลายกรดออกซาลิกเข้มข้น 10%

5.6.1.2 การตกตะกอน

5.6.1.2.1 ปริมาตรกรดออกซาลิกที่ใช้ตกตะกอน

- ก. ตวงน้ำชะล้างซึ่งมีแรร์เอิร์ทอยู่ประมาณ 94 กรัม
ต่อลิตรมาประมาณ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ข. เติมสารละลาย 10% กรดออกซาลิกลงไป 15
ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ค. นำสารละลายผสมนี้ไปกวนด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก
โดยมีแท่งแม่เหล็กเป็นตัวปั่นกวนอยู่ในบีกเกอร์ พร้อมทั้งมีเทอร์โมมิเตอร์จุ่มอยู่ และใช้อุณหภูมิ
ห้องในการตกตะกอน
- ง. ทำการกรองสารละลายนี้ด้วยกรวยกรองแบบบุค-
เนอร์ (Buchner funnel) ที่ต่อกับเครื่องสุญญากาศ โดยใช้กระดาษกรอง เบอร์ 42 แล้วแยก
สารละลายเก็บไว้
- จ. ล้างตะกอนนี้ด้วย 2% กรดซัลฟูริก แล้วกรองเอา
สารละลายไปรวมกับสารละลายจากข้อ ง. เพื่อวิเคราะห์หาปริมาณเรเนียมที่เหลือ
- ฉ. ทำเหมือนข้อ ก-จ แต่เปลี่ยนเป็นใช้ 10% กรด
ออกซาลิกเติมลงไป 20, 25, 30, 35, 40, 45, 50, 55, 60, 65 ลูกบาศก์เซนติเมตรตาม
ลำดับ

5.6.1.2.2 อุณหภูมิที่ใช้ในการตกตะกอน

ทำการเหมือนในข้อ 5.6.1.2.1 แต่ใช้สารละลาย 10%
กรดออกซาลิกใส่ลงไปตกตะกอนในปริมาณ 40 ลูกบาศก์เซนติเมตรเพียงปริมาณเดียว โดยใช้อุณหภูมิ
ในการตกตะกอนที่แตกต่างกันดังนี้คือ อุณหภูมิห้อง (30°ซ.), 45, 55, 60, 65, 75, 85, 95°ซ.
ตามลำดับ

5.6.1.3 การหาปริมาณซีเรียมในสารละลาย

5.6.1.3.1 การเตรียมสารละลายซีริก ออกไซด์

ซึ่งซีริก ออกไซด์ 3.07094 กรัมใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปตั้งบนเตาร้อนพร้อมเครื่องกวนแม่เหล็ก ค่อย ๆ เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้นลงไปประมาณ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมทั้งเติมกรดไฮโดรฟลูออริกลงไป 3 - 4 หยด เพื่อช่วยให้ละลายได้ดีขึ้น ทำการอุ่น เป็นเวลาประมาณ 1 - 2 ชั่วโมง พร้อมทั้งมีการปั่นกวนให้สม่ำเสมอด้วยแท่งแม่เหล็ก เมื่อซีริก ออกไซด์ละลายหมด นำออกมาปล่อยให้เย็น แล้วเติมน้ำลงไปทำให้เจือจางจนมีปริมาตรรวม 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้สารละลายที่มีซีเรียมเข้มข้น 5 กรัมต่อลิตร

5.6.1.3.2 การวิเคราะห์

นำสารละลายที่กรองไว้จากในข้อ 5.6.1.2 ไปวัดอ่านความเข้มจากปริมาณซีเรียมที่มีอยู่ในสารละลาย ด้วยเครื่องอินดักทีฟแคปเปิลสเปกโตรมิเตอร์ (ICPS)

5.6.2 การตกตะกอนทอเรียม

เนื่องจากภายหลังจากการตกตะกอนสารละลายชะล้างด้วยกรดออกซาลิกแล้ว จะยังคงมีทอเรียมบางส่วนเหลืออยู่ ฉะนั้นจึงต้องตกตะกอนแยกทอเรียมนี้ออกด้วยการนำสารละลายนี้มาปรับ pH ด้วยการเติมสารละลายแอมโมเนียไฮดรอกไซด์ลงไป พร้อมทั้งมีการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็กบนเครื่องปั่นกวนด้วยแม่เหล็ก และวัด pH ด้วยเครื่องวัดสภาพความเป็นกรด เป็นด่าง จนกระทั่งมี pH เป็น 1.1 ก็จะทำให้ทอเรียมตกตะกอนจนหมด จากนั้นจึงทำการกรองด้วยกรวยกรองแบบบุคเนอร์ แยกสารละลายเก็บไว้แล้วล้างตะกอนด้วยสารละลาย 2% กรดซัลฟูริก และกรองเอาสารละลายไปรวมกับสารละลายในตอนแรก

5.7 การแลกเปลี่ยนไอออน

5.7.1 การเตรียมคอลัมน์

คอลัมน์ที่ใช้จะทำด้วยแก้ว ดังรูป 5.5 อุดปลายข้างหนึ่งด้วยใยแก้ว (Glass wool) หรือแผ่นแก้วรูปพรุน (Sinter-plate glass) เพื่อป้องกันมิให้เม็ด เรซินหลุดผ่านไปได้ แล้วนำเรซิน Amberite IRA-400 (Cl^-) มาทำการล้างสิ่งเจือปนต่าง ๆ เช่น ฝุ่น คอลลอยด์ สารอินทรีย์ และสารอนินทรีย์ที่ติดมากับ เรซิน โดยล้างด้วยน้ำหลาย ๆ ครั้ง หลังจากสะอาดแล้ว นำเรซินนี้ไปแช่ในสารละลาย 10% กรดซัลฟูริก เป็นเวลาประมาณ 1 คืน เพื่อเปลี่ยนเรซินจากรูปคลอไรด์ให้เป็นรูปซัลเฟต จากนั้นนำเรซินนี้ไปใส่ในคอลัมน์ซึ่งมีน้ำอยู่ประมาณครึ่งหนึ่ง โดยในขณะที่เรซินนี้ลงไปนั้น จะปรับให้มิ้น้ำไหลออกด้วย เพื่อให้เม็ด เรซินตกลงนอนกันคงตัวอยู่ในคอลัมน์ เมื่อได้เรซินในคอลัมน์สูงตามต้องการแล้ว ให้จุกใยแก้ว เหนือระดับ เรซินนี้ ข้อควรระวังอย่าให้น้ำในคอลัมน์แห้ง จะทำให้เรซินมีฟองอากาศ ซึ่งจะต้องทำการบรรจุใหม่

5.7.2 การศึกษาผลของการเปลี่ยนแปลงค่า pH ของสารละลายที่มีต่อการดูดซับ เหล็ก

5.7.2.1 การเตรียมสารละลายเหล็ก

ชั่งผง เหล็กประมาณ 0.4 กรัม ใส่ลงในบีคเกอร์ขนาด 1000 ลูกบาศก์ เซนติเมตร เติมกรดซัลฟูริก เข้มข้นลงไปประมาณ 25 ลูกบาศก์ เซนติ เมตร นำไปให้ความร้อนพร้อม มีการปั่นกวนตลอดเวลา จนเหล็กละลายหมด จึงเติมน้ำกลั่นลงไปจนมีปริมาตร เป็น 1000 ลูกบาศก์ เซนติเมตร จะได้เป็นสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี เหล็กอยู่ เข้มข้น 0.4 กรัมต่อลิตร

5.7.2.2 การแลกเปลี่ยนไอออนกับ เหล็ก

ก. นำสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี เหล็กจากข้อ 5.7.2.1 มาเติม ด้วยแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ลงไปจนปรับ pH เป็น 0.5

ข. นำคอลัมน์ที่เตรียม เรียบร้อยแล้วจากข้อ 5.7.1 มาผ่านด้วย สารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH เป็น 0.5 ประมาณ 2 ปริมาตรของ เบด (ปริมาตรของ เบด = 12 ลูกบาศก์ เซนติ เมตร)

ค. ผ่านสารละลายเหล็กจากข้อ ก. ลงในคอลัมน์ประมาณ 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยอัตราไหลประมาณ 5.09 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อตาราง เซนติ เมตรต่อนาที (4 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที)

ง. ผ่านสารละลายกรดซัลฟูริก 1 M ลงไปอีลูต (Elute) ประมาณ 10 ปริมาตรของเบค

จ. นำอีลูเอต (Eluate) ที่ได้ออกมาเก็บไว้วิเคราะห์

ฉ. ทำการเหมือนข้อ ก - จ แต่เปลี่ยนเป็นใช้ pH ของสารละลายเหล็กและสารละลายกรดซัลฟูริกที่ใช้ล้าง เป็น 1.0, 1.4, 1.8, 2.3 ตามลำดับ

5.7.2.3 การหาปริมาณเหล็กในอีลูเอต

5.7.2.3.1 การเตรียมสารละลาย เหล็กมาตรฐาน

ดูดสารละลายเหล็กในข้อ 5.7.2.1 มา 15, 10, 5 ลูกบาศก์เซนติเมตรด้วยปิเปต ใส่ลงในขวดพลาสติก แล้วเติมน้ำกลั่นลงไป 5, 10, 15 ลูกบาศก์เซนติเมตรตามลำดับ จะได้เป็นสารละลายเหล็กที่มีความเข้มข้น 0.3, 0.2, 0.1 กรัมต่อลิตรตามลำดับ

5.7.2.3.2 การเตรียมตัวอย่าง

นำกระดาษกรองเบอร์ 42 ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 4.5 เซนติเมตร มาทำเป็นวงของพาราฟฟิน (Paraffin ring) ล้อมรอบกระดาษกรองนี้เพื่อป้องกันมิให้สารละลายซึมออก ใช้ออโต้ปิเปต (Auto-pipette) ดูดสารละลายที่จะวัดมาประมาณ 150 ไมโครลิตร (Micro-litre) หยดลงบนกระดาษกรองดังกล่าว แล้วปล่อยให้แห้ง

5.7.2.3.3 การสร้างกราฟมาตรฐาน

นำสารละลาย เหล็กมาตรฐานดังในข้อ 5.7.2.3.1 มาเตรียมตัวอย่างดังในข้อ 5.7.2.3.2 แล้วนำกระดาษกรองนั้นไปใส่ไฮลเคอร์ เข้าเครื่องวัดรังสีเอกซ์เรื่องอ่านค่าความ เข้มของรังสี เพื่อนำค่าไปสร้างกราฟมาตรฐาน โดยค่าความ เข้มอยู่ในแกนตั้ง และค่าความ เข้มขั้วของ เหล็กอยู่ในแกนนอน

5.7.2.3.4 การวิเคราะห์

นำสารละลายที่ได้จากการแลกเปลี่ยนไอออนตามข้อ

5.7.2.2 มาเตรียมตัวอย่างดังในข้อ 5.7.2.3.2 แล้วนำไปวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์
เรื่อง และอ่านเป็นค่าความเข้มขั้นของเหล็กได้จากกราฟมาตรฐานตามข้อ 5.7.2.3.3

5.7.3 การศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของอิลูแอนต์ชนิดต่าง ๆ

อิลูแอนต์ที่ทำการศึกษานี้ มี 3 ชนิด คือ

- ก. ซัลเฟต จะใช้ 1 M H_2SO_4
- ข. คลอไรด์ จะใช้ 1 N ของ NaCl หรือ NH_4Cl ผสมกับ 0.1 N HCl
- ค. ไนเตรต จะใช้ 0.9 N NH_4NO_3 + 0.1 N HNO_3

5.7.3.1 การเตรียมสารละลายของซัลเฟตอิลูแอนต์

ดวงกรดซัลฟูริก เข้มข้นมา 53.3 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในบีกเกอร์
ขนาด 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไปจนครบ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้เป็น
สารละลายกรดซัลฟูริกเข้มข้น 1 โมลาร์ (Molar)

5.7.3.2 การเตรียมสารละลายของคลอไรด์อิลูแอนต์

ซึ่งโซเดียม คลอไรด์มา 58.443 กรัมใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด 1000
ลูกบาศก์เซนติเมตร พร้อมทั้งเติมกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้นลงไปประมาณ 1.14 ลูกบาศก์เซนติเมตร
จากนั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนได้ปริมาตรครบ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้เป็นสารละลายของ
 $1\text{ N NaCl} + 0.1\text{ N HCl}$

5.7.3.3 การเตรียมสารละลายของไนเตรตอิลูแอนต์

ซึ่งแอมโมเนียม ไนเตรต 71.31564 กรัมใส่ลงในบีกเกอร์ขนาด
1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนตริก เข้มข้นลงไปประมาณ 2.93 ลูกบาศก์เซนติเมตร จาก
นั้นเติมน้ำกลั่นลงไปจนมีปริมาตรครบ 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้เป็นสารละลายของ
 $0.9\text{ N }NH_4NO_3 + 0.1\text{ N }HNO_3$

5.7.3.4 การเตรียมสารละลายโปแตสเซียม เพอร์โรโซยานาต์

ซึ่งโปแตสเซียม เพอร์โรโซยานาต์ประมาณ 10 กรัมใส่ลงในบีกเกอร์ ขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไปจนครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร จะได้เป็น สารละลาย 10% โปแตสเซียม เพอร์โรโซยานาต์

5.7.3.5 การแลกเปลี่ยนไอออน

ก. นำสารละลายยูเรนิล ซัลเฟต ที่มียูเรเนียมเข้มข้น 0.5 กรัม ต่อลิตรที่เตรียมไว้ตามข้อ 5.5.4.1 มาประมาณ 900 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นลงไปปรับ pH จนเป็น 1.4

ข. นำคอลัมน์ที่เตรียมไว้ตามข้อ 5.7.1 มาผ่านด้วยสารละลาย กรดซัลฟูริกที่มี pH เป็น 1.4 ประมาณ 3 ปริมาตรของ เเบค

ค. ผ่านสารละลายจากข้อ ก. ลงในคอลัมน์ด้วยอัตราไหลประมาณ 5.09 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อตาราง เซนติ เมตรต่อนาที

ง. ล้างเรซินด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH 1.4 ประมาณ 3 ปริมาตรของ เเบค

จ. ทำการอีลูชันด้วยการผ่านสารละลายซัลเฟตอูเรเนียมที่เตรียมไว้ ตามข้อ 5.7.3.1 ลงในคอลัมน์ 1 ปริมาตรของ เเบค ซึ่งเป็นปริมาตรของ เเบคที่ 1

ฉ. นำสารละลายอีลูเอตที่ได้ออกมาเก็บไว้วิเคราะห์

ช. ทำเช่นเดียวกับข้อ จ. ฉ โดยทำไปเรื่อย ๆ จนกว่ายูเรเนียม จะหลุดออกมาหมด ซึ่งทดสอบได้โดยการนำอีลูเอตมาทำปฏิกิริยากับสารละลายโปแตสเซียม เพอร์โรโซยานาต์ ถ้าเป็นสีน้ำตาลแก่แสดงว่ายังมียูเรเนียมปนออกมา

ซ. นำสารละลายอีลูเอตตั้งแต่ปริมาตรของ เเบคที่ 1 จนถึงปริมาตร ของ เเบคสุดท้ายที่มียูเรเนียมไปวิเคราะห์

ฅ. ทำเหมือนข้อ ก - ช แต่เปลี่ยน เป็นใช้คลอไรด์อูเรเนียมและ โนเตรตอูเรเนียม ซึ่งเตรียมไว้ดังในข้อ 5.7.3.2 และ 5.7.3.3 ตามลำดับ

5.7.3.6 การหาปริมาณยูเรเนียมในสารละลายอีลูเอต

5.7.3.6.1 การสร้างกราฟมาตรฐาน

นำสารละลายยูเรนิล ซัลเฟตมาตรฐานที่เตรียมไว้ในข้อ 5.5.4.1 มาทำการเตรียมตัวอย่างดังเช่นในข้อ 5.7.2.3.2 แล้วนำกระดาษกรองนี้ไปใส่ไฮลเดอร์ เพื่อวัดอ่านความเข้มของรังสีเอกซ์ เรือง แล้วนำไปสร้างกราฟ โดยให้ค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ เรืองอยู่ในแกนตั้ง และค่าความเข้มชั้นของยูเรเนียมอยู่ในแกนนอน

5.7.3.6.2 การวิเคราะห์

นำสารละลายอีลูเอตจากข้อ 5.7.3.5 และเตรียมตัวอย่างตามข้อ 5.7.2.3.2 แล้ว มาทำการวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ เรือง และอ่านค่าความเข้มชั้นของยูเรเนียมจากกราฟมาตรฐานในข้อ 5.7.3.6.1

5.7.4 การศึกษาอัตราการไหลของสารละลายต่อการดูดซับยูเรเนียม

5.7.4.1 การแลกเปลี่ยนไอออน

ก. นำสารละลายน้ำชะล้าง (Leach liquor) ซึ่งมียูเรเนียมเข้มข้น 0.4757 กรัมต่อลิตร และมีซัลเฟต (SO_4^{2-}) อยู่เข้มข้น 11.0 กรัมต่อลิตรมาประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร มาปรับ pH เป็น 1.4 ด้วยสารละลายแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์

ข. นำคอลัมน์ที่เตรียมไว้ตามข้อ 5.7.1 มาผ่านด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกซึ่งมี pH เป็น 1.4 ประมาณ 3 ปริมาตรของเบด

ค. ทำการดูดซับโดยผ่านสารละลายจากข้อ ก. ที่อุณหภูมิห้อง ลงในคอลัมน์ด้วยอัตราการไหล 7.6 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (9.67 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อตารางเซนติเมตรต่อนาที)

ง. ล้าง เรซินในคอลัมน์ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH 1.4 ประมาณ 4 ปริมาตรของเบด

จ. ทำอิฐชั้นโดยใช้ใน เครื่องอัดดินผ่านลงในคอลัมน์ด้วยอัตราไหล 140 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที (178.18 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อตารางเซนติเมตรต่อนาที) ประมาณ 7 ปริมาตรของเบค

ฉ. นำอิฐเอ็ดที่ได้ออกมา เก็บไว้วิเคราะห์

ช. ทำการล้าง เรซิน เหมือนข้อ ง.

ซ. ทำเหมือนข้อ ก - ช แต่เปลี่ยน เป็นใช้อัตราไหลของสารละลาย ชะล้างที่ให้ถูกดูดซับ เป็น 15.8, 39.7, 51.1, 72.3, 102.2, 140 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อ นาที (20.11, 50.53, 65.04, 92.02, 130.07, 178.18 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อตารางเซนติเมตรต่อนาที ตามลำดับ) ตามลำดับ

5.7.4.2 การวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมในสารละลายอิฐเอ็ด

นำสารละลายอิฐเอ็ดที่ได้จากข้อ 5.7.4.1 ไปเตรียมตัวอย่างตาม ข้อ 5.7.2.3.2 แล้วนำไปวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ เรือง และเทียบกับกราฟมาตรฐาน ในข้อ 5.7.3.6.1

5.7.5 การศึกษาผลของอุณหภูมิของสารละลายต่อการดูดซับยูเรเนียม

5.7.5.1 การแลกเปลี่ยนไอออน

ก. นำสารละลายน้ำชะล้างซึ่งมียูเรเนียม เข้มข้น 0.4757 กรัมต่อ ลิตร และมีซิลเฟตอยู่ เข้มข้น 11.0 กรัมต่อลิตรมาประมาณ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร มาเติมแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ลงไปปรับ pH เป็น 1.4

ข. ล้างคอลัมน์ที่เตรียมไว้ตามข้อ 5.7.1 ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริก ซึ่งมี pH เป็น 1.4 ประมาณ 3 ปริมาตรของเบค

ค. นำสารละลายน้ำชะล้างจากข้อ ก. ไปทำให้ร้อนบน เครื่องให้ความร้อนจนมีอุณหภูมิ เป็น 85°ซ. แล้วจึงผ่านลงในคอลัมน์เพื่อการดูดซับ ด้วยอัตราไหลประมาณ 140 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที

ง. ล้าง เรซินในคอลัมน์ด้วยสารละลายกรดซัลฟูริกที่มี pH 1.4

ประมาณ 4 ปริมาตรของ เเบค

จ. ทำอีลูชันโดยใช้ไนเตรตอีลูแอนด์ผ่านลงในคอลัมน์ด้วยอัตราไหล

140 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ประมาณ 7 ปริมาตรของ เเบค

ฉ. นำสารละลายอีลูเอตที่ได้ออกมา เก็บไว้วิเคราะห์

ช. ทำการล้าง เรซินเหมือนข้อ ง.

ซ. ทำเหมือนข้อ ก - ช แต่เปลี่ยน เป็นใช้สารละลายน้ำชะล้างที่มีอุณหภูมิ เป็น 75, 65, 55, 45, 37 °ซ. ตามลำดับ

5.7.5.2 การวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมในสารละลายอีลูเอต

นำสารละลายอีลูเอตที่ได้จากข้อ 5.7.5.1 ไปเตรียมตัวอย่างตามข้อ 5.7.2.3.2 แล้วนำไปวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์ เรือง และอ่านค่าความเข้มชั้นของยูเรเนียมโดยเทียบจากกราฟมาตรฐานในข้อ 5.7.3.6.1

5.8 การตกตะกอนแอมโมเนียม โดย เเบค

จัดเตรียมอุปกรณ์ในการตกตะกอนแอมโมเนียม โดย เเบค (ADU) ดังในรูป 5.7 และสารละลายอีลูเอตที่ใช้ตกตะกอนจะมียูเรเนียม เข้มข้นประมาณ 0.48 กรัมต่อลิตร

5.8.1 การศึกษาผลของ pH ที่ทำให้แอมโมเนียม โดย เเบค เริ่มตกตะกอน

ใช้อุปกรณ์ดังในรูป 5.7 โดยหยดสารละลายแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ลงไปทีละหยด ในสารละลายอีลูเอตประมาณ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำการปั่นกววน จากนั้นปล่อยให้ทิ้งไว้ประมาณ 15 นาที ถ้ายังไม่มีตะกอนเกิดขึ้นก็เติมสารละลายแอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์ลงไปใหม่ แล้วปล่อยให้ทิ้งไว้เช่นกัน กระทำเช่นนี้จนกว่าจะเริ่มมีตะกอนเกิดขึ้นจึงหยุด แล้วจดบันทึก pH ที่ทำให้เริ่มเกิดตะกอนนี้

5.8.2 การศึกษาผลของ pH ต่อการตกตะกอนแอมโมเนียม ไดยูเรเนต

5.8.2.1 การตกตะกอน

ก. ตวงสารละลายอีลูเอตประมาณ 150 ลูกบาศก์เซนติเมตรใส่ลงในบีกเกอร์ และจัดอุปกรณ์ดังในรูป 5.7

ข. เติมสารละลาย 25% แอมโมเนียม ไฮดรอกไซด์จากกรวยแยก (Separating funnel) ลงไปปรับ pH เป็น 5.86

ค. ทำการปั่นกวนด้วยแท่งแม่เหล็ก แล้วปล่อยให้ตั้งไว้

ง. นำมากรองด้วยกรวยกรองแบบบุคเนอร์

จ. แยกสารละลายที่กรองได้เก็บไว้วิเคราะห์

ฉ. ทำเหมือนข้อ ก - จ แต่เปลี่ยนเป็นปรับ pH เป็น 6.65, 7.75, 8.00, 8.60, 8.98, 9.40 ตามลำดับ

5.8.2.2 การวิเคราะห์หาปริมาณยูเรเนียมในสารละลายภายหลังการกรอง ADU

นำสารละลายที่ได้จากข้อ 5.8.2.1 ไปเตรียมตัวอย่างตามในข้อ

5.7.2.3.2 แล้วนำไปวัดอ่านค่าความเข้มของรังสีเอกซ์เรือง และเทียบกับกราฟมาตรฐานใน

ข้อ 5.7.3.6.1 อ่านเป็นความเข้มข้นของยูเรเนียม

5.9 การเตรียมเค้กเหลือง

นำตะกอนแอมโมเนียม ไดยูเรเนตที่กรองได้ มาทำให้แห้งโดยนำไปอบในเตาอบที่อุณหภูมิประมาณ 120 °ซ. เป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมง จะได้เป็น ADU ที่ปราศจากน้ำ จากนั้นเมื่ออบที่อุณหภูมิประมาณ 450 °ซ. เป็นเวลาประมาณ 6 ชั่วโมง จะได้เป็น เค้ก เหลืองตามต้องการ

5.10 การวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของ เค้ก เหลือง

นำเค้ก เหลืองไปวิเคราะห์หาปริมาณของยูเรเนียมว่ามีอยู่ร้อยละ เท่าใดของตะกอนทั้งหมด และวิเคราะห์หาปริมาณของธาตุ V, Mo, B, As และ Th ที่มีปนอยู่ว่าเป็นร้อยละเท่าใดของธาตุยูเรเนียม โดยการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์ของเค้ก เหลืองนี้จะใช้วิเคราะห์ด้วยเครื่องอินดักทีฟพีเอเบิลพลาสมาอิมิสชัน-สเปกโตรเมตรี ของศูนย์เครื่องมือวิจัยวิทยาศาสตร์และเทคโนโลยี จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย