บทที่ 4

วิธีดำเนินการวิจัย

4.1 เครื่องมือ อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการวิจัย

4.1.1 เครื่องมือ อุปกรณ์

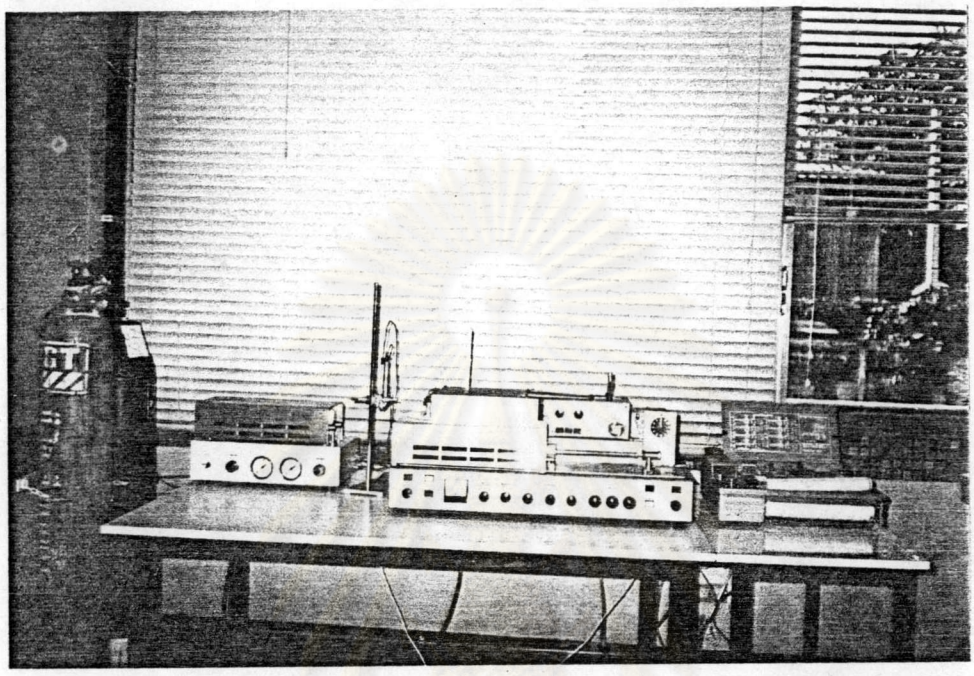
- pH meter บริษัท Beckman
- ปิเปตต์(pipette) ขนาด 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร และขนาด 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- บีคเกอร์ ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- เทอร์โมมิเตอร์ 0 - 100° C
- เตาร้อนพร้อมเครื่องกวนแม่เหล็ก (Hot - plate stirrer)
- แท่งแม่เหล็ก (Magnetic bar)
- เครื่องเหวี่ยง (Centrifuge) D-7200 บริษัท Tuttlinger
- เครื่องชั่ง H 54 AR บริษัท Mettler
- กล้องจุลทรรศน์กำลังขยาย 400 เท่า
- เตาอบ (oven) บริษัท Memmert
- เครื่อง Sedimentation analyzer RS-1000 บริษัท Shimadzu รูป 4.1
- Elemental analyzer Model 240 C บริษัท Perkin Elmer รูป 4.2
- เตาเผาแบบท่อ (Tube furnace) บริษัท Lindberg รูป 4.3
- กล้องจุลทรรศน์อิเลคตรอนแบบกวาด (Scanning electron microscope) JSM - 35 CF
- เบ้า ทำด้วยเหล็กแข็งเหนียว และแท่งอัดเหล็กซนิด high speed
- quartz vial
- Ceramic boat
- เครื่องอัดไฮดรอลิก รูป 4.4

- Vernier Caliper บริษัท Mitutoyo
- หัววัดรังสีแบบเจอร์เมเนียม - ลิเทียม (Hyperpure Germanium - Lithium Detector GLP-06165 บริษัท ORTEC และเครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง บริษัท Canberra รูป 4.5
- เตาเผา 1200° C บริษัท Sybron

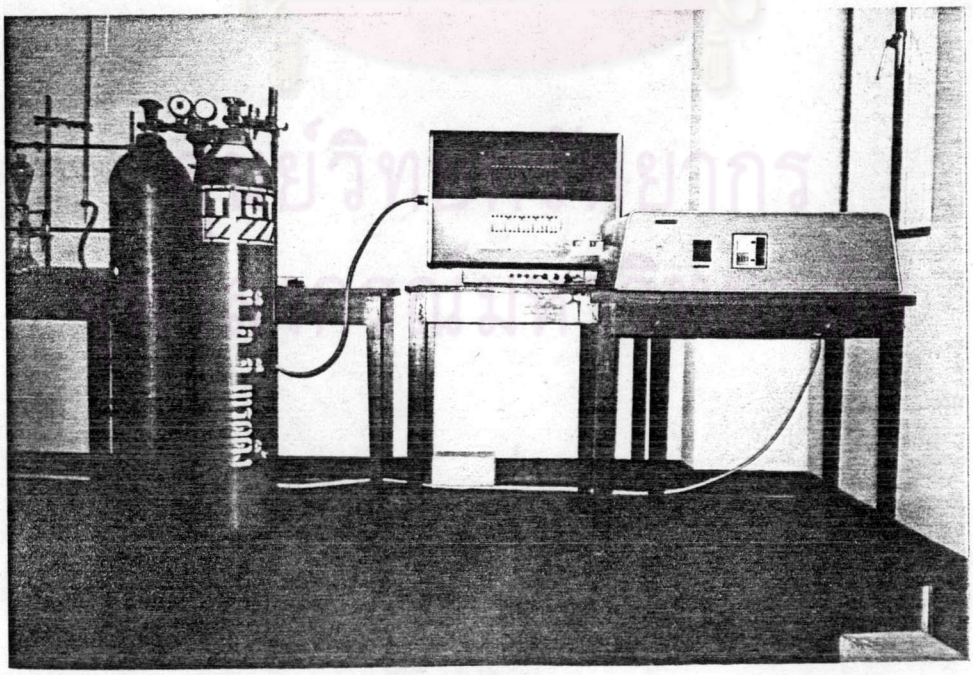
4.1.2 สารเคมี

- ยูเรนิล ไนเตรต ซนิตดีพลีท ยูเรเนียม บริสุทธิ์ 99 เปอร์เซนต์ บริษัท Fluka
- สารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 25 เปอร์เซนต์ บริษัท Riedel
- เมทิล แอลกอฮอล์บริสุทธิ์ 99.8% บริษัท Merck
- ก๊าซไฮโดรเจน กรมวิทยาศาสตร์ทหารบก
- ก๊าซอาร์กอน บริษัท TIGT
- ก๊าซไนโตรเจน กรมวิทยาศาสตร์ทหารบก
- ก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ กรมวิทยาศาสตร์ทหารบก
- แอมโมเนียม คาร์บอเนต บริษัท Riedel

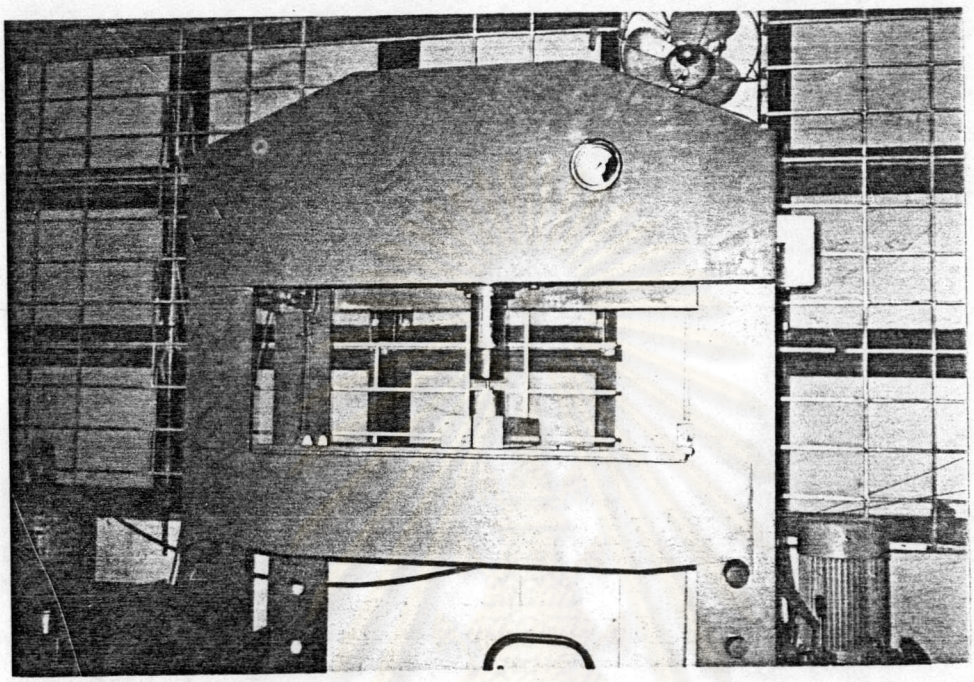
รูป 4.1 Sedimentation analyzer RS - 1000



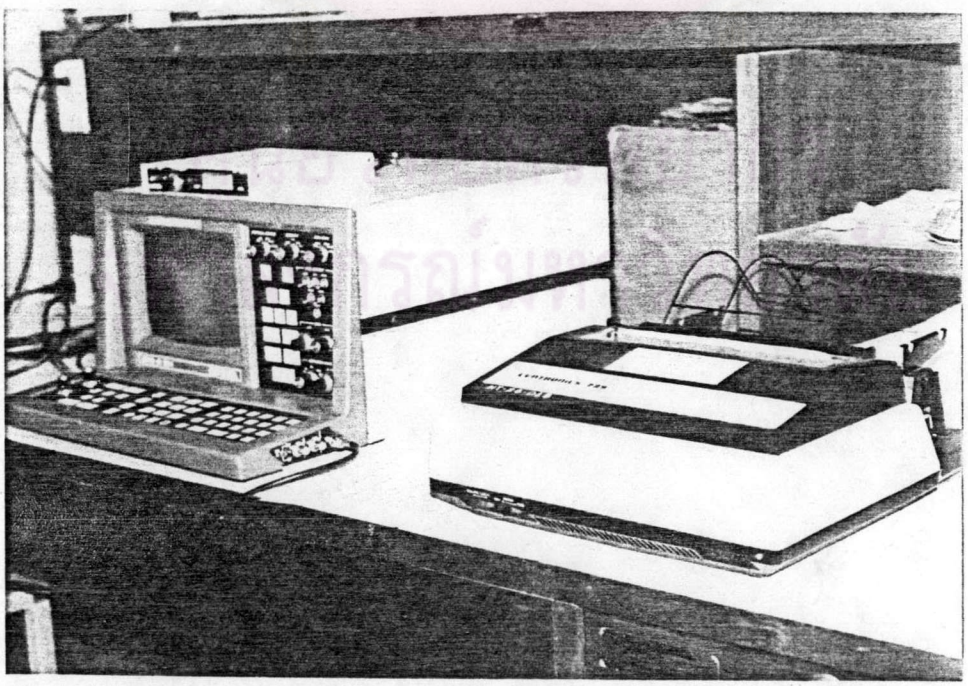
รูป 4.2 Elemental analyzer Model 240 C



รูป 4.3 เตาเผาแบบท่อ อุณหภูมิ 1400 ° C



รูป 4.4 เครื่องอัดไฮดรอริก



รูป 4.5 เครื่องวิเคราะห์สัญญาณหลายช่อง

4.2 การเตรียมตะกอนแอมโมเนียม ยูเรนิล คาร์บอเนต

เตรียมโดยใช้สารละลายยูเรนิล ไนเตรต ทำปฏิกิริยากับสารละลายผสมของสารละลายแอมโมเนีย ปริมาตรที่พอดี ทำให้สารละลายยูเรนิล ไนเตรต มีความเป็นกรดด่างเท่ากับ 7.0 และสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต กวนสารละลายตลอดเวลาด้วยเครื่องกวนแม่เหล็ก อ่านค่าความเป็นกรดด่างด้วย pH meter แยกตะกอนออกโดยใช้เครื่องเหวี่ยง แล้วล้างตะกอนด้วยเมทิล แอลกอฮอล์ จากนั้นอบที่อุณหภูมิ 80 องศาเซลเซียส จนกระทั่งน้ำหนักคงที่ น้ำหนักตะกอนแอมโมเนียม ยูเรนิล คาร์บอเนต ที่ได้ สามารถคำนวณเป็นปริมาตรของยูเรเนียม ที่ตกตะกอนและตะกอนที่ได้นำไปวิเคราะห์หาความหนาแน่นโดยใช้ขวดวัดความถ่วงจำเพาะ หาขนาดอนุภาค (Particle size) ด้วยวิธีเซดดิเมนเตชัน (Sedimentation analysis) และหาองค์ประกอบทางเคมีคือ หาปริมาณยูเรเนียม โดยใช้เครื่องวัดรังสีแบบเจอร์เมเนียม - ลิเทียม หาปริมาณคาร์บอน ไฮโดรเจน และไนโตรเจน ด้วยเครื่องมือวิเคราะห์ธาตุ (Elemental analyzer) และดูลักษณะผลึกด้วยกล้องจุลทรรศน์

การเตรียมตะกอนแอมโมเนียม ยูเรนิล คาร์บอเนต ได้ ทดลองเพื่อหาสภาวะ (condition) ที่เหมาะสม ดังนี้คือ

4.2.1 ทดลองหาความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิล ไนเตรต ที่เหมาะสม

ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิล ไนเตรต ที่ศึกษาคือ 100 กรัมต่อลิตร 200 กรัมต่อลิตร 300 กรัมต่อลิตร และ 400 กรัมต่อลิตร โดยควบคุมสภาวะการตกตะกอนดังนี้

1) ใช้สารละลายผสมของสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์

2) อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 40 องศาเซลเซียส

3) อัตราส่วนของจำนวนโมล ของคาร์บอน และยูเรเนียม (C/U ratio) เท่ากับ 7.5

4.2.2 ทดลองหาอัตราส่วนของจำนวนโมล ของคาร์บอน และยูเรเนียม ที่เหมาะสม

อัตราส่วนจำนวนโมล ของคาร์บอน และยูเรเนียม ที่ศึกษาคือ 1.5 , 3.0 , 4.5 , 6.0 , 7.5 , 9.0 และ 10.5 โดยควบคุมสภาวะการตกตะกอนดังนี้

1) ใช้สารละลายผสมของสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์

2) อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 40 องศาเซลเซียส

3) ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิล ไนเตรต 200 กรัมต่อลิตร

4.2.3 ทดลองหาอุณหภูมิในการทำปฏิกิริยาที่เหมาะสม

อุณหภูมิที่ศึกษา คือ 30 , 50 และ 60 องศาเซลเซียส โดยควบคุมสภาวะการตกตะกอนดังนี้

1) สารละลายผสมของสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์

2) ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิล ไนเตรต 200 กรัมต่อลิตร

3) อัตราส่วนจำนวนโมล ของคาร์บอน และยูเรเนียม เท่ากับ 7.5

4.2.4 ทดลองหาชนิดของสารละลายที่ประกอบด้วยแอมโมเนียม คาร์บอเนต ที่เหมาะสม

ชนิดของสารละลายที่ประกอบด้วยแอมโมเนียม คาร์บอเนต ที่ศึกษามีดังนี้

ก. ตกตะกอนสารละลายยูเรนิล ไนเตรต ด้วยสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ ก่อนแล้วจึงทำปฏิกิริยากับสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์

ข. สารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์

ค. สารละลายผสมของสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 28 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 25 เปอร์เซ็นต์

ง. สารละลายผสมของสารละลายแอมโมเนีย เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์ และสารละลายแอมโมเนียม คาร์บอเนต เข้มข้น 10 เปอร์เซ็นต์

โดยควบคุมสภาวะการตกตะกอนดังนี้

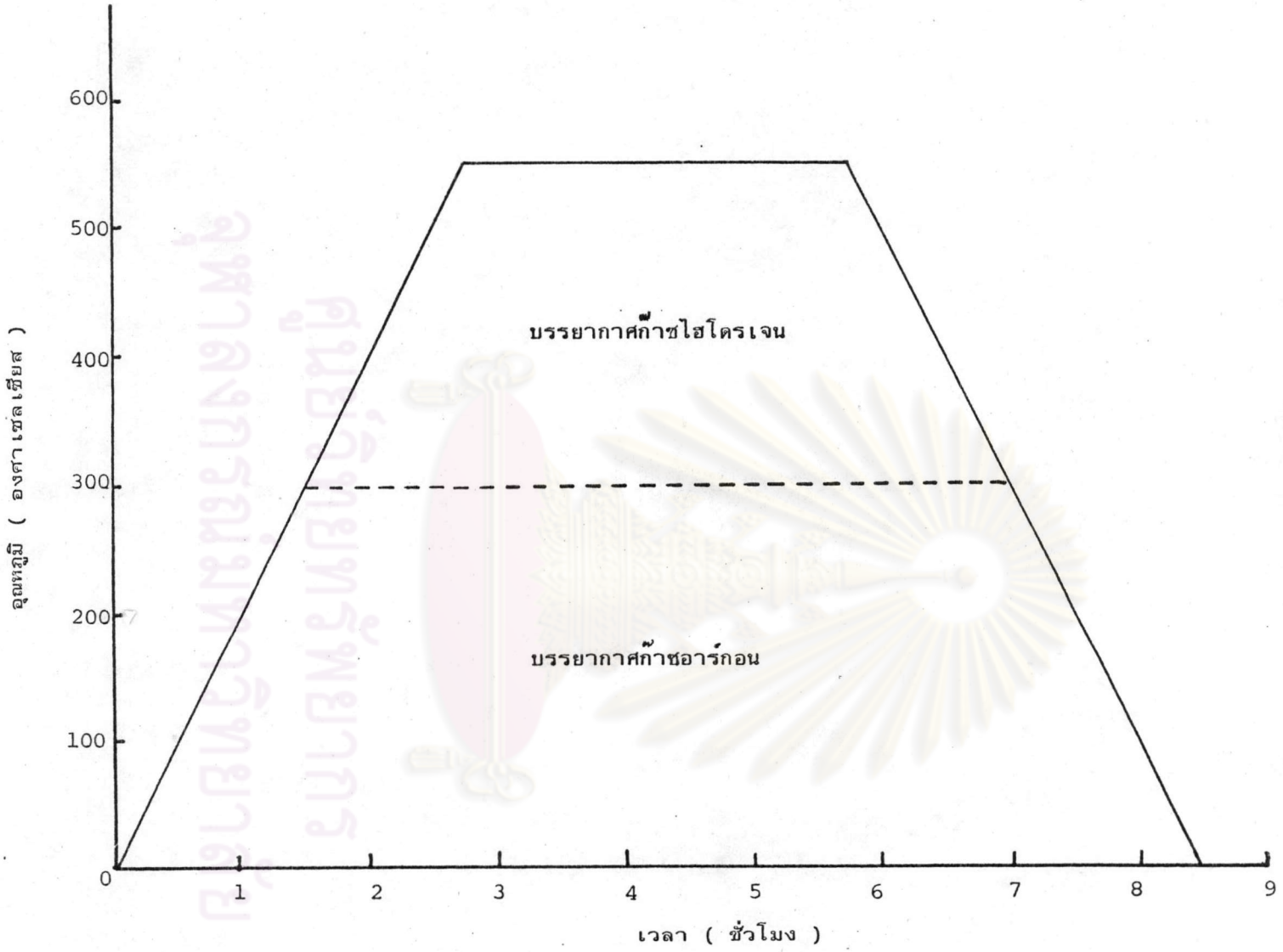
1) ความเข้มข้นของสารละลายยูเรนิล ไนเตรต 200 กรัมต่อลิตร

2) อุณหภูมิในการทำปฏิกิริยา 40 องศาเซลเซียส

3) อัตราส่วนจำนวนโมล ของคาร์บอนและยูเรเนียม เท่ากับ 7.5

4.3 <u>การเตรียมผงยูเรเนียม ไดออกไซด์</u>

ตะกอนแอมโมเนียม ยูเรนิล คาร์บอเนต ที่ได้จากการทดลองในหัวข้อ 4.2 นำมาเผา (Calcined) และรีดิวซ์ในบรรยากาศของไฮโดรเจน ซึ่งมีขั้นตอนการเผาดังแสดงในรูป 4.6 โดยมีอัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิเท่ากับ 200 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง ขั้นแรกเผาในบรรยากาศของก๊าซอาร์กอนด้วยอัตราการไหล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที จนถึงอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เปลี่ยนเป็น ก๊าซไฮโดรเจน อัตราการไหล 450 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที จนกระทั่งอุณหภูมิ 550° C คงที่ไว้ 3 ชั่วโมง จากนั้นปล่อยให้เย็นลงจนถึงอุณหภูมิ 300 องศาเซลเซียส เปลี่ยนเป็นก๊าซอาร์กอน



รูป 4.6 แสดงเวลาและอุณหภูมิที่ใช้ในการเผารีดิวซ์แอมโมเนียม ยูเรนิล คาร์บอเนต

จนถึงอุณหภูมิห้อง ผงยูเรเนียม ไดออกไซด์ นำไปวิเคราะห์หาความหนาแน่น หาขนาดอนุภาค และหาอัตราส่วนของจำนวนโมล ของออกซิเจนต่อยูเรเนียม (O/U ratio) โดยวิธีเผาออกซิไดซ์ที่ 1000 องศาเซลเซียส เป็นเวลาประมาณ 10 ชั่วโมง

4.4 <u>การอัดและเผาประสาน</u>

ผงยูเรเนียม ไดออกไซด์ นำไปอัดเป็นเพลเลท ด้วยความดันประมาณ 5 ตันต่อตาราง-เซนติเมตร กรีนเพลเลทที่ได้ชั่งน้ำหนักวัดขนาดที่แน่นอนด้วยเวอร์เนียร์ เพื่อคำนวณหาความหนาแน่นของกรีนเพลเลท จากนั้นนำไปเผาประสาน การเผาประสานมี 2 วิธี

4.4.1 เผาประสานแบบออกซิไดซ์ ด้วยก๊าซคาร์บอนไดออกไซด์ ใช้อัตราการไหล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส 1 ชั่วโมง แล้วรีดิวซ์ด้วยก๊าซไฮโดรเจน อัตราการไหล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที ผสมกับก๊าซไนโตรเจน โดยมีส่วนผสมของก๊าซไฮโดรเจน 10 เปอร์เซ็นต์ และก๊าซไนโตรเจน 90 เปอร์เซ็นต์ เป็นเวลา 1 ชั่วโมง จากนั้นลดอุณหภูมิลง และปล่อยให้เย็นในบรรยากาศของก๊าซผสมของไฮโดรเจน และไนโตรเจน อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

4.4.2 เผาประสานแบบรีดิวซ์ ด้วยก๊าซไฮโดรเจน อัตราการไหล 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที และก๊าซไนโตรเจนด้วยอัตราส่วนผสม 1 ต่อ 1 ที่อุณหภูมิ 1100 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อเปรียบเทียบผลการทดลองกับวิธีในหัวข้อ 4.4.1 อัตราการเพิ่มและลดอุณหภูมิ 100 องศาเซลเซียสต่อชั่วโมง

ซินเตอร์เพลเลทที่ได้ขัดผิวด้วยกระดาษทราย วัดขนาดและชั่งน้ำหนัก คำนวณหาความหนาแน่นแล้วเทียบเป็นเปอร์เซ็นต์กับความหนาแน่นตามทฤษฎี ดูลักษณะโครงสร้างของเพลเลท ด้วยกล้องจุลทรรศน์ อีเลคตรอน แบบกวาด (scanning electron microscope) และหาอัตราส่วนจำนวนโมล ของออกซิเจนและยูเรเนียม

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย