

ผลการทดลอง

5.1 ผลการทดลองวิเคราะห์เชิงคุณภาพของแร่ซีโนไทม์

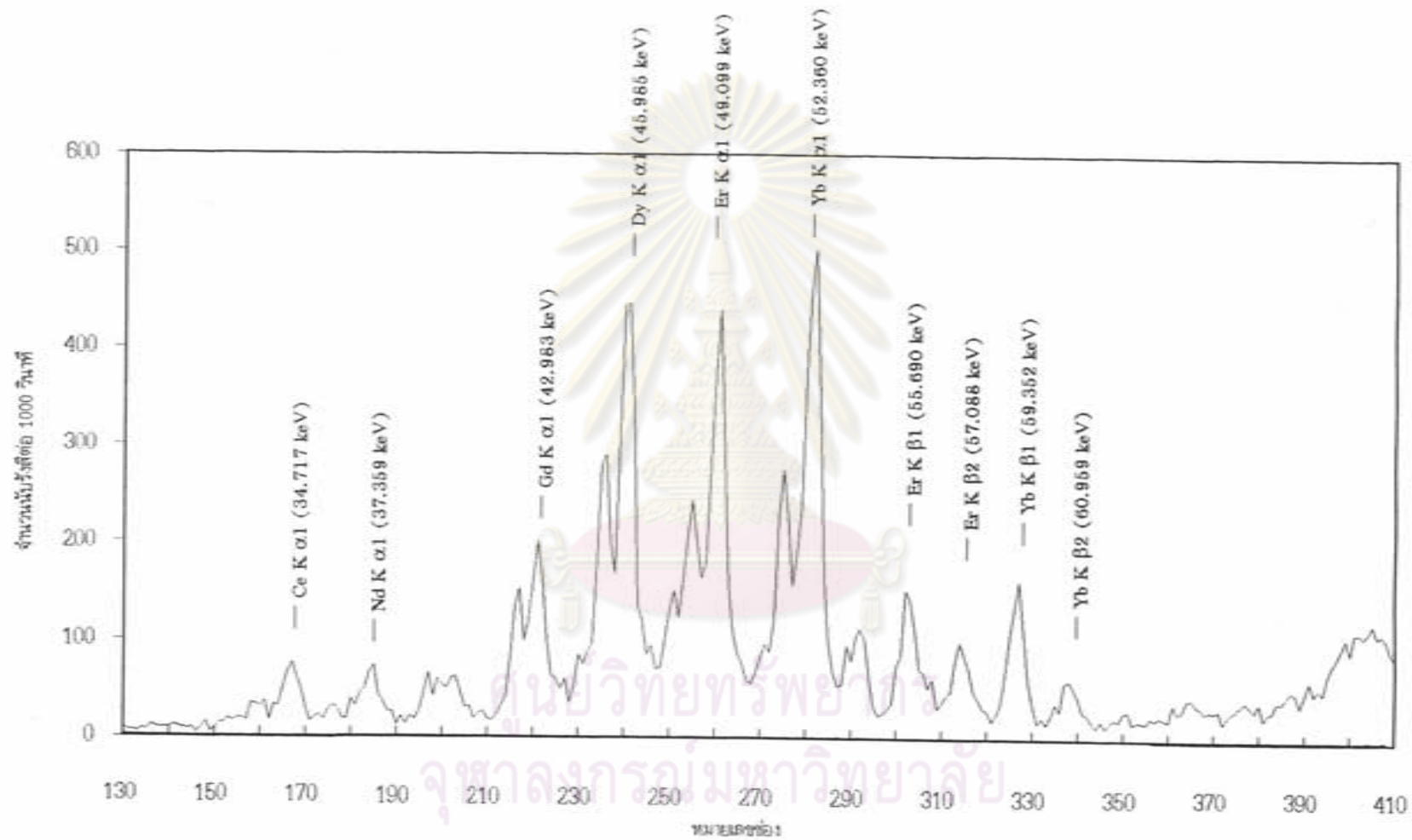
จากการทดลองเมื่อวิเคราะห์โดยวิธีเรืองรังสีเอกซ์ซึ่งใช้ต้นกำเนิด รังสีแคดเมียม - 109 เป็นตัวกระตุ้นได้ผลดังกราฟรูปที่ 5.1 และเมื่อใช้ต้นกำเนิดรังสีโคบอลต์ - 57 เป็นตัวกระตุ้นได้ผลดังกราฟรูปที่ 5.2 เมื่อนำมาเปรียบเทียบกับตารางมาตรฐานแสดงพลังงานยึดเหนี่ยวของอิเล็กตรอนรอบนิวเคลียสและพลังงานเอกซ์เฉพาะตัวในตารางที่ 4.1\* ได้ผลการวิเคราะห์ธาตุต่างๆในแร่ซีโนไทม์ดังแสดงในตารางที่ 5.1

5.2 ผลการทดลองวิเคราะห์ปริมาณธาตุที่สำคัญในแร่ซีโนไทม์

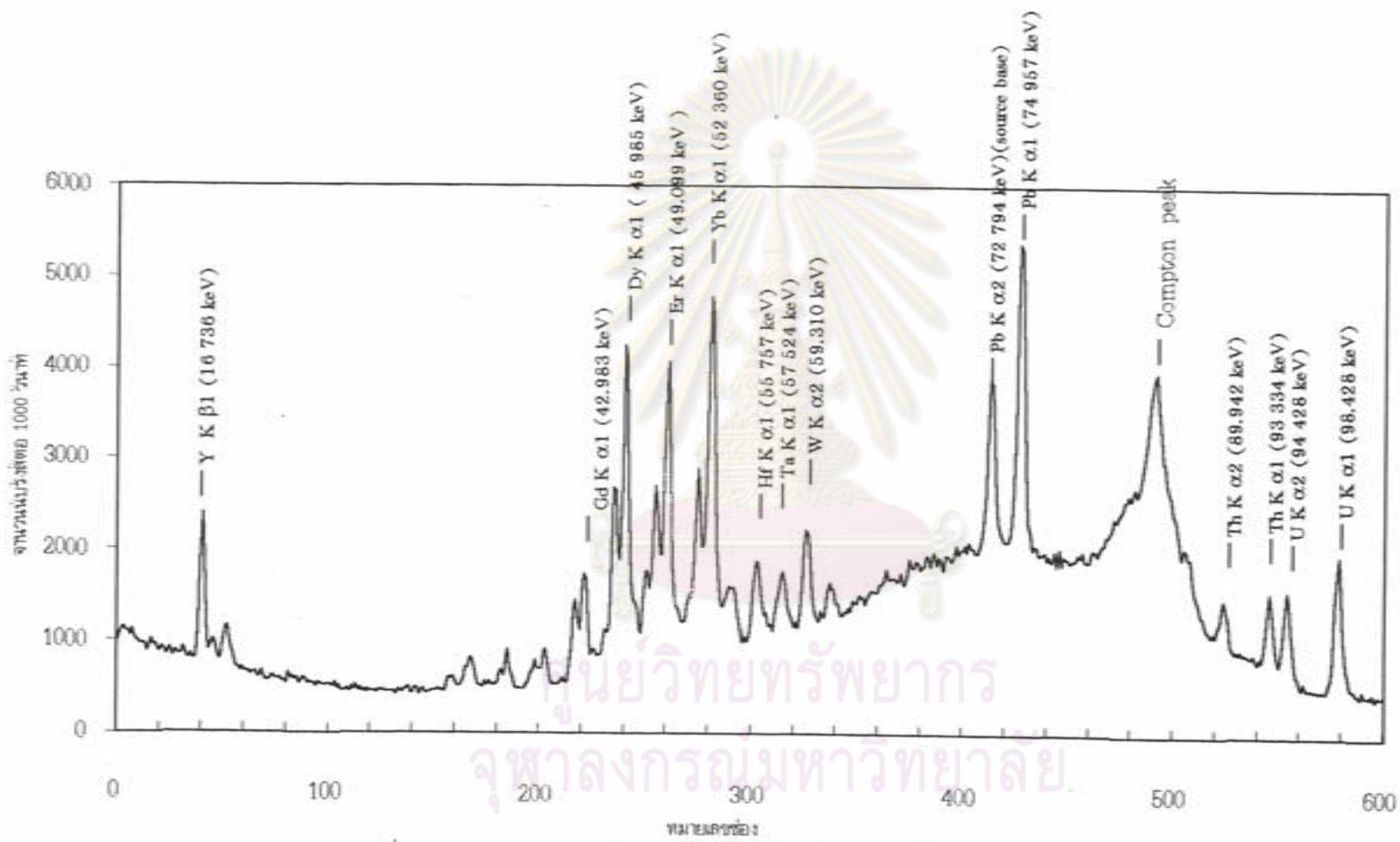
จากการทดลองในข้อ 4.2 เมื่อทำการวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอกซ์แล้วคำนวณตามสมการ 4.1 และ 4.2 ได้ผลดังแสดงในตาราง 5.2

เนื่องจากการวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอกซ์มีผลกระทบจากสาเหตุต่างๆ ทำให้พีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว ของทอเรียม ( K series  $\alpha 1$  ) ซ้อนทับกับพีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัวของยูเรเนียม ( K series  $\alpha 2$  ) การคำนวณปริมาณทอเรียมโดยใช้พื้นที่ใต้กราฟของพีคทอเรียม จึงต้องใช้การหาอัตราส่วนของการปล่อยพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว K series  $\alpha 1$  และ  $\alpha 2$  ของยูเรเนียม ดังสมการ 5.1 5.2 และ รูปที่ 5.1 5.2

\*ดูเพิ่มเติมที่ภาคผนวก ก., หน้า 61 - 62



รูปที่ 5.1 กราฟแสดงสเปกตรัมของแร่ซีโหนดใหม่โดยใช้ต้นกำเนิดรังสี แคลเดเมียม-109



รูปที่ 5.2 กราฟแสดงสเปกตรัมของเรซินใหม่โดยใช้ต้นกำเนิดรังสี โคบอลต์-57

ตารางที่ 5.1 ผลการวิเคราะห์คุณภาพองค์ประกอบของแร่ซินไทม์ที่ใช้ในการวิจัย

ELEMENT	ATOMIC NO.	Peak Energy ( keV )	X-ray Lines
อิตเทรียม	39	16.736 , 17.011	$K\beta_1$ , $K\beta_2$
ซิลเวอร์	47	22.162 , 24.942	$K\alpha_1$ , $K\beta_1$
แลนทานัม	57	33.440 , 33.033	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$
ซีเรียม	58	34.717 , 34.276	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$
นีโอดีเมียม	60	37.359 , 36.845	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$
ซาแมเรียม	62	40.124 , 39.523	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$
แกโดลิเนียม	64	42.983 , 42.280	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$
ดิสโพรเซียม	66	45.193 , 45.985 , 52.178	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$ , $K\beta_1$
โฮลเมียม	67	47.528 , 53.934	$K\alpha_1$ , $K\beta_1$
เออร์เบียม	68	49.099 , 48.205 , 55.690	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$ , $K\beta_1$
ทูลเลียม	69	57.576	$K\beta_1$
อิตเทอร์เบียม	70	52.360 , 51.326 , 59.352	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$ , $K\beta_1$
ฮัฟเนียม	72	55.757	$K\alpha_1$
แทนทาลัม	73	57.524 , 56.270	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$
ทังสแตน	74	59.310	$K\alpha_1$
เมอร์คิวรี	80	70.821	$K\alpha_1$
ตะกั่ว	82	74.957 , 72.794 , 84.922	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$ , $K\beta_1$
แอกติเนียม	89	87.681	$K\alpha_2$
ทอเรียม	90	93.334	$K\alpha_1$
ยูเรเนียม	92	98.428 , 94.648	$K\alpha_1$ , $K\alpha_2$

$$\text{Factor} = \frac{B}{A} \quad \text{-----5.1}$$

$$I(\text{Th}) = I(\text{U+Th}) - \text{FX} \quad \text{-----5.2}$$

โดย

Factor	=	อัตราการผลิตรังสีเอกซ์ของยูเรเนียมชั้น $K_{\alpha 2}$ ต่อดัชนี $K_{\alpha 1}$
A	=	พื้นที่ใต้พีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว $K_{\alpha 1}$ ของยูเรเนียมมาตรฐาน
B	=	พื้นที่ใต้พีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว $K_{\alpha 2}$ ของยูเรเนียมมาตรฐาน
I(Th)	=	พื้นที่ใต้พีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว $K_{\alpha 1}$ ของทอเรียมในตัวอย่าง
I(U+Th)	=	พื้นที่ใต้พีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว $K_{\alpha 2}$ ของยูเรเนียมและ $K_{\alpha 1}$ ของทอเรียมในตัวอย่าง
X	=	พื้นที่ใต้กราฟพีคพลังงานเอกซ์เฉพาะตัว $K_{\alpha 1}$ ของยูเรเนียมในตัวอย่าง

ตารางที่ 5.2 ผลการวิเคราะห์เชิงปริมาณธาตุสำคัญในแร่ซีโนไทม์ที่ใช้ในการทดลอง \*\*

ธาตุสำคัญในแร่ซีโนไทม์	เทคนิคที่ใช้ในการวิเคราะห์ด้วยการเรืองรังสีเอกซ์	ปริมาณธาตุในแร่ซีโนไทม์ (เปอร์เซ็นต์โดยน้ำหนัก)
ยูเรเนียม	Standard Addition	1.04 ( 1.23 % $U_3O_8$ )
ทอเรียม	Internal Standard	0.68 ( 0.77 % $ThO_2$ )
อิตเทรียม	Standard Addition	32.49 ( 41.25 % $Y_2O_3$ )
ซีเรียม	Standard Addition	2.29 ( 2.68 % $Ce_2O_3$ )
ซามะเรียม	Standard Addition	0.60 ( 0.70 % $Sm_2O_3$ )
เออร์เบียม	Standard Addition	1.93 ( 2.21 % $Er_2O_3$ )
แทนทาลัม	Standard Addition	1.16 ( 1.42 % $Ta_2O_5$ )
นีโอดิเมียม	Internal Standard	3.45 ( 4.03 % $Nd_2O_3$ )
ดิสโพรเซียม	Internal Standard	2.73 ( 3.13 % $Dy_2O_3$ )
โฮลเมียม	Internal Standard	1.03 ( 1.18 % $Ho_2O_3$ )
อิตเทอร์เบียม	Internal Standard	2.57 ( 2.93 % $Yb_2O_3$ )
แกโดลิเนียม	Internal Standard	0.11 ( 0.13 % $Gd_2O_3$ )

\*\* ดูเพิ่มเติมที่ภาคผนวก ข., หน้า 63 - 75



### 5.3 การทดลองสร้างกราฟเปรียบเทียบ

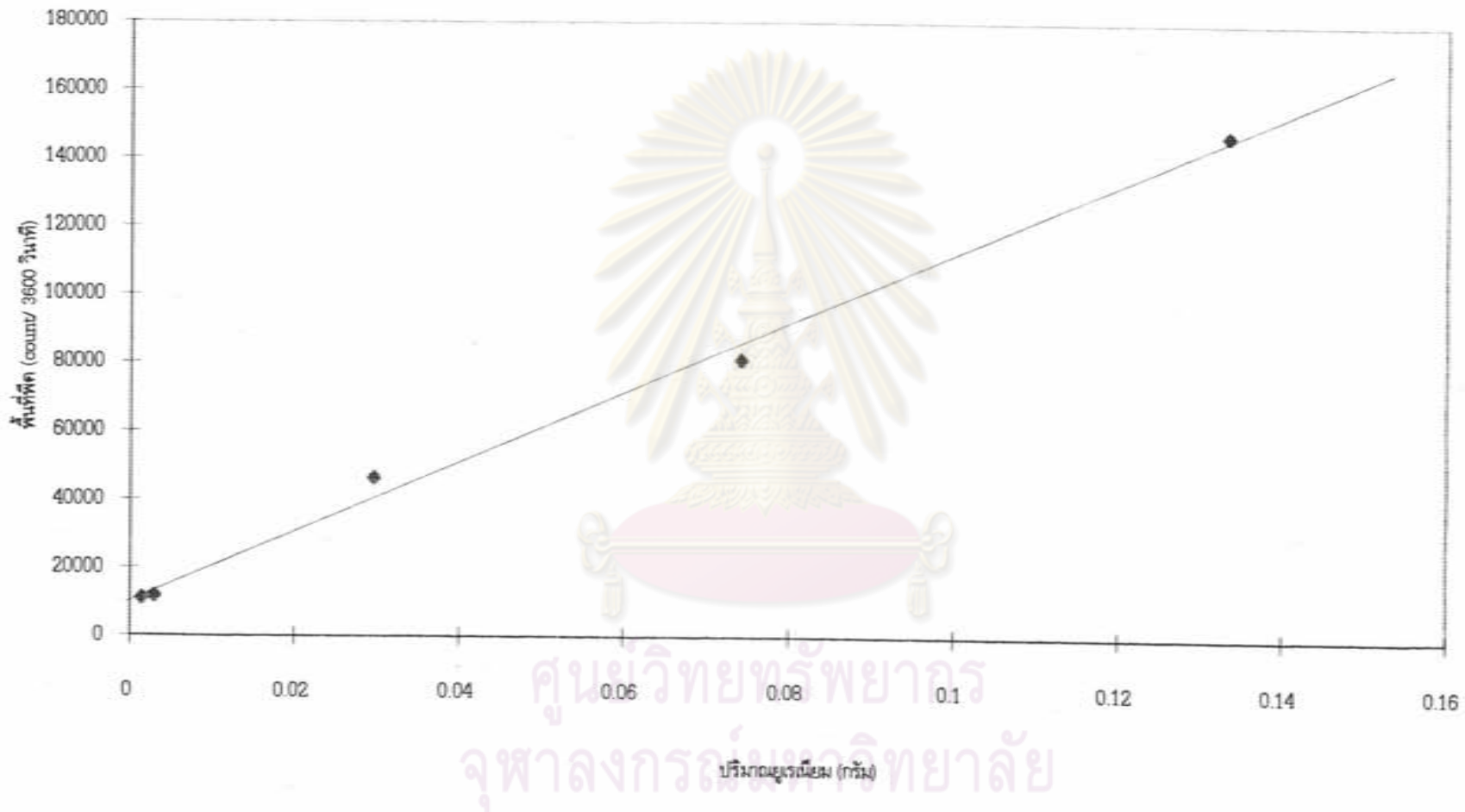
#### 5.3.1 การทดลองสร้างกราฟเปรียบเทียบของปริมาณยูเรเนียมบนกระดาษกรอง

ผลจากการวิเคราะห์ปริมาณสารละลายแท่งยูเรเนียมบนกระดาษกรองได้ผลดังตารางที่ 5.3 เมื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบโดยใช้แกนนอนเป็นปริมาณยูเรเนียม แกนตั้งเป็นพื้นที่ใต้พีคที่พลังงาน 114.549 keV ดังรูปภาพกราฟที่ 5.3

ตารางที่ 5.3 ผลการทดลองสร้างกราฟเปรียบเทียบของปริมาณยูเรเนียมบนกระดาษกรอง และความเข้มรังสีเอกซ์

ปริมาณสารละลายที่ใช้หยด (ซม <sup>3</sup> )	ปริมาณสารละลายแท่งของยูเรเนียม (กรัม)	พื้นที่ใต้พีคที่พลังงาน 114.549 keV ( count/3600วินาที )
0.01	0.00148	10968
0.02	0.00295	11717
0.20	0.02962	46456
0.50	0.07406	81003
0.90	0.13330	147479

ศูนย์วิทยทรัพยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 5.3 กราฟเปรียบเทียบแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารละลายยูเรเนียมกับความเข้มของ U Kp1

### 5.3.2 การสร้างกราฟเปรียบเทียบของปริมาณทอเรียมบนกระดาษกรอง

ผลจากการวิเคราะห์ปริมาณสารละลายแท่งทอเรียมบนกระดาษกรองได้ผลดังตารางที่ 5.4 (ก) และ 5.4 (ข) เมื่อนำมาสร้างกราฟเปรียบเทียบโดยใช้แกนนอนเป็นปริมาณทอเรียม แกนตั้งเป็นพื้นที่ใต้พีคที่พลังงาน 89.942 keV ดังรูปภาพกราฟที่ 5.4 (ก) และ 5.4 (ข)

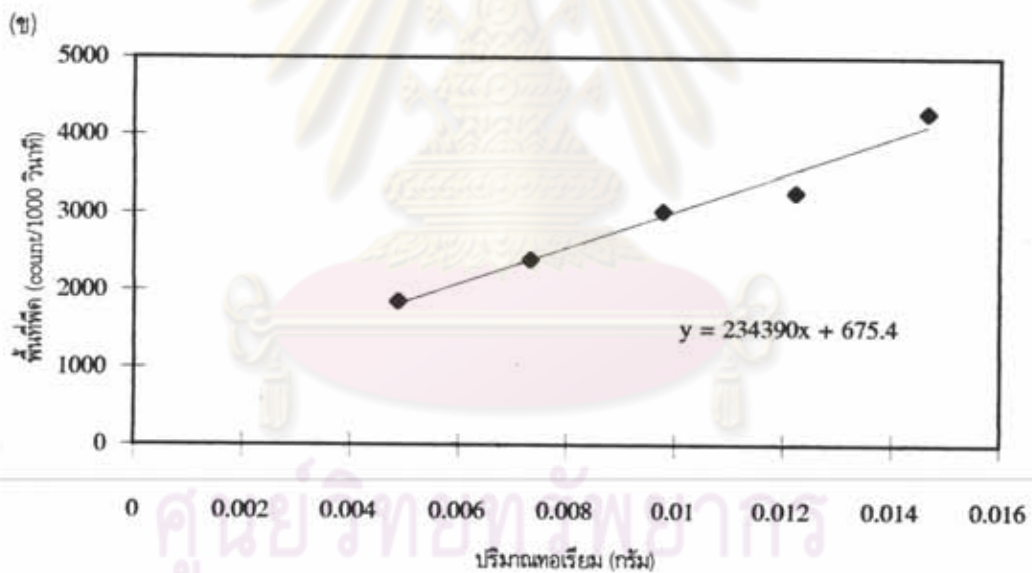
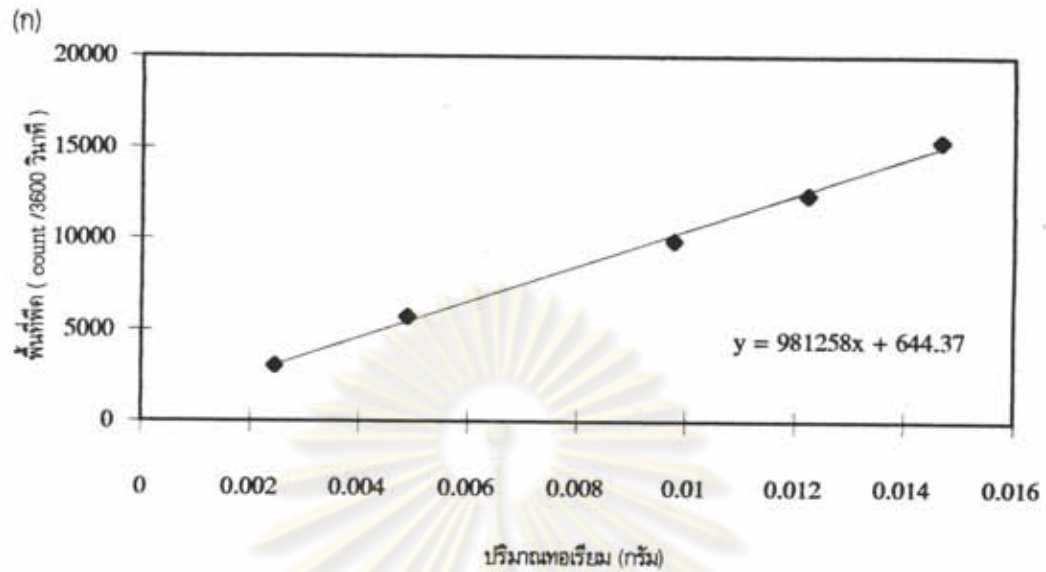
ตารางที่ 5.4 ( ก ) ผลการทดลองสร้างกราฟเปรียบเทียบของปริมาณทอเรียมบนกระดาษกรองและ ความเข้มรังสีเอกซ์ครั้งที่ 1

ปริมาณสารละลาย ที่ใช้หยด (ซม <sup>3</sup> )	ปริมาณสารละลายแห้งของ ทอเรียม (กรัม)	พื้นที่ใต้พีคที่พลังงาน 89.942 keV ( count / 3600 วินาที )
0.05	0.00245	3023
0.10	0.00489	5702
0.20	0.00976	9893
0.25	0.01222	12422
0.30	0.01467	15367

ตารางที่ 5.4 ( ข ) ผลการทดลองสร้างกราฟเปรียบเทียบของปริมาณทอเรียมบนกระดาษกรองและ ความเข้มรังสีเอกซ์ครั้งที่ 2

ปริมาณสารละลาย ที่ใช้หยด (ซม <sup>3</sup> )	ปริมาณสารละลายแห้งของ ทอเรียม (กรัม)	พื้นที่ใต้พีคที่พลังงาน 89.942 keV ( count / 1000 วินาที )
0.10	0.00489	1858
0.15	0.00733	2398
0.20	0.00976	3029
0.25	0.01222	3266
0.30	0.01467	4290





รูปที่ 5.4 กราฟเปรียบเทียบแสดงความสัมพันธ์ระหว่างปริมาณสารละลายทอเรียมกับความเข้มรังสีของ Th K02

( ก ) เปรียบเทียบครั้งที่ 1 ( ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทอเรียมจากการทดลองข้อ 4.6 )

( ข ) เปรียบเทียบครั้งที่ 2 ( ใช้ในการวิเคราะห์ปริมาณทอเรียมจากการทดลองข้อ 4.9 )

หมายเหตุ : ทำการเปรียบเทียบ 2 ครั้งเนื่องจากต้องทำการเปรียบเทียบสำหรับการหาปริมาณแต่ละครั้งซึ่งทำต่างวันกัน

#### 5.4 การหาช่วง pH ที่ ยูเรเนียมตกตะกอน

จากการทดลองแบ่งการตกตะกอนเป็นช่วงๆ ได้ผลดังตารางที่ 5.5

ตารางที่ 5.5 ผลการทดลองหาความสัมพันธ์ระหว่าง pH กับน้ำหนักของยูเรเนียมไฮดรอกไซด์ที่ตกตะกอน

pH	น้ำหนักของยูเรเนียมไฮดรอกไซด์ (กรัม)	เปอร์เซ็นต์การตกตะกอน
0-3.5	1.7752	35.392
3.5-7.0	3.0146	60.102
7.0-12.0	0.1914	3.816

จากตาราง 5.5 จะเห็นได้ว่ายูเรเนียมจะตกตะกอนเป็นยูเรเนียมไฮดรอกไซด์ระหว่าง pH 3.5 - 7.0 มากที่สุด

#### 5.5 ผลการทดลองหาวิธีที่เหมาะสมในการสกัดแร่ไนโม่ด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

##### 5.5.1 ผลการทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสม

ผลจากการทดลองตามข้อ 4.5.1 ที่อุณหภูมิ 140 , 180 , 200 และ 220 °ซ แล้วนำมาตกตะกอนด้วยสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ ที่ pH ประมาณ 3.5-7.0 ได้ผลดังตารางที่ 5.6

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

ตารางที่ 5.6 ผลการทดลองหาอุณหภูมิที่เหมาะสมในการสกัด

อุณหภูมิ (°C)	ปริมาณของยูเรเนียม ( กรัม )	เปอร์เซ็นต์การสกัด
140	0.06255327	60.25
180	0.08276566	79.72
200	0.09093791	87.59
220	0.09150479	88.14

#### 5.5.2 ผลการหาสัดส่วนแร่ต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์

ผลจากการทดลองโดยใช้อัตราส่วนแร่ต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ 1 : 1 , 1 : 2 และ 1 : 3 ดังแสดงผลในตารางที่ 5.7

ตารางที่ 5.7 ผลการทดลองหาสัดส่วนแร่ต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ในการสกัด

อัตราส่วนระหว่างแร่ต่อ สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์	ปริมาณของยูเรเนียม ( กรัม )	เปอร์เซ็นต์การสกัด
1 : 1	0.06736874	64.89
1 : 2	0.08276566	79.72
1 : 3	0.08755756	84.33

ศูนย์วิจัยที่วิทยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

### 5.5.3 ผลการหาเวลาที่เหมาะสม

ผลจากการทดลองการสกัดแร่ซีโนไมต์ด้วยเวลาต่างๆ ผลดังตารางที่ 5.8

ตารางที่ 5.8 ผลการทดลองหาเวลาที่เหมาะสมในการสกัด

เวลาที่ใช้ในการสกัด	ปริมาณของยูเรเนียม ( กรัม )	เปอร์เซ็นต์การสกัด
2	0.07819372	75.31
3	0.08276566	79.72
4	0.08187798	78.86

### 5.5.4 ผลการสกัดยูเรเนียมจากแร่ซีโนไมต์

ทำการย่อยแร่ขนาด -200 เมช ประมาณ 20 กรัม ที่อุณหภูมิ 200 °ซ เป็นเวลา 3 ชั่วโมง โดยใช้สารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เข้มข้น 40 % ในอัตราส่วนแร่ต่อสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์เป็น 1 : 2 ทำการย่อย 3 ครั้ง ได้ผลดังตารางที่ 5.9

ตารางที่ 5.9 ผลเปอร์เซ็นต์การทดลองสกัดยูเรเนียมจากแร่ซีโนไมต์

ครั้งที่	น้ำหนักแร่ก่อนสกัด ( กรัม )	น้ำหนักยูเรเนียมที่สกัดได้ ( กรัม )	เปอร์เซ็นต์การสกัด
1	20.0567	0.18596	89.1511
2	20.0897	0.19333	92.5321
3	20.0880	0.19094	91.3959

#### 5.6 ผลการทำให้ทอเรียบมริสุทธิโดยการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์

เมื่อละลายตะกอนที่ได้จากข้อ 5.5.4 ด้วยกรดซัลฟูริกแล้ววิเคราะห์ปริมาณทอเรียบในสารละลายพบว่า มีปริมาณทอเรียบ 0.118 กรัม คิดเป็นร้อยละของการสกัดเท่ากับ 86.23 เมื่อแยกตะกอนทอเรียบและแรร์เอิร์ท ออกมาเลทสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ไตรบิวทิลฟอสเฟตในน้ำมันก๊าด 40 เปอร์เซ็นต์ ครั้งละ 10 ลูกบาศก์ เซนติเมตร 4 ครั้งได้สารละลายชั้นสุดท้ายเป็นสารละลายใส ไม่มีสี เมื่อนำไปวิเคราะห์ปริมาณทอเรียบที่ได้พบว่า มีทอเรียบอยู่ 0.035 ไมลต่อลิตร

#### 5.7 ผลการกักเก็บให้บริสุทธิ์โดยการแลกเปลี่ยนไอออน

การศึกษาเปรียบเทียบประสิทธิภาพของอีลูแอนต์ชนิดต่างๆ ได้ผลของการอีลูตยูเรเนียมด้วยอีลูแอนต์ทั้ง สามชนิดได้ผลดังตารางที่ 5.10

ตารางที่ 5.10 แสดงผลการทดลองเปรียบเทียบประสิทธิภาพของอีลูแอนต์

ชนิดของอีลูแอนต์	ปริมาตรของเบดที่ใช้ ( bed volume )
ไนเตรต	2
คลอไรด์	5
ซัลเฟต	7

ผลจากการเปรียบเทียบประสิทธิภาพของอีลูแอนต์ได้เลือกใช้ซัลเฟตเป็นอีลูแอนต์ที่ใช้ในการทดลองข้อ 4.7.4 สารละลายอีลูเอตที่ได้มีสีเหลืองใส



## 5.8 ผลการวิเคราะห์ความบริสุทธิ์

### 5.8.1 ผลการวิเคราะห์หอยเริ่มที่ได้จากการทดลอง

ผลจากการวิเคราะห์หอยเริ่มที่ได้จากการสกัดด้วยตัวทำละลายอินทรีย์ด้วยวิธีการเรอริงส์เอ็กซ์ ได้ความบริสุทธิ์ของหอยเริ่มในสารละลายหอยเริ่มในเตรตเท่ากับร้อยละ 92.36

### 5.8.2 ผลการวิเคราะห์เด็กเกลือที่ได้จากการทดลอง

ผลจากการตกตะกอนยูเรเนียมด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ได้ตะกอนยูเรเนียมที่มีสีเหลืองเข้ม เมื่อนำไปวิเคราะห์เปอร์เซ็นต์องค์ประกอบต่างๆ ของเด็กเกลือ ได้ผลดังตารางที่ 5.11

ตารางที่ 5.11 แสดงผลการวิเคราะห์เด็กเกลือ

ธาตุ	ผลการวิเคราะห์ เด็กเกลือที่ผลิต ( เปอร์เซ็นต์ )	มาตรฐาน USAEC ( เปอร์เซ็นต์ )	มาตรฐานของ Allied Chemical Co. ( เปอร์เซ็นต์ )	มาตรฐานของ Kerr-McGee Co. ( เปอร์เซ็นต์ )
U	62.08	65.0	65.00	60.00
Fe	5.34	-	1.54	-
V	2.85	1.26	0.23	0.18
Mo	< 0.15	0.96	0.15	0.15
B	4.09	0.23	0.15	0.15

ศูนย์วิทยพัชยากร  
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย