

อุปกรณ์และวิธีดำเนินการวิจัย

4.1 อุปกรณ์และเครื่องมือที่ใช้ในการวิจัย

4.1.1 การเตรียมอิมโมเนียมโดยเรเนต

4.1.1.1 เครื่องมือสำหรับสกัดตะกอนอิมโมเนียมโดยเรเนต (รูป 4.1)

ขวดพลาสติก ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร มีลิ้นปิดเปิดที่ส่าย
ข้างต่อ 2 ชุด

ถาดอลูมิเนียม

ขวดรูปชมพู่ ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

เครื่องกวนแบบแม่เหล็ก (magnetic stirrer)

ลวดให้ความร้อน (heating element)

เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter)

เทอร์โมมิเตอร์ (thermometer)

4.1.1.2 เครื่องมือวัดคุณสมบัติของตะกอนอิมโมเนียมโดยเรเนต (รูป 4.2)

กระบอกตวง (measuring cylinder) ปริมาตร 1 ลูกบาศก์
เดซิเมตร

นาฬิกาจับเวลา (stop watch)

กรวยกรองแบบบุชเนอร์ (Buchner) เส้นผ่าศูนย์กลาง 9.5
เซนติเมตร

เครื่องดูดอากาศ (vacuum pump) บริษัท General Electric

กระดาษกรองวอตมัน (Whatman) เบอร์ 42 เส้นผ่าศูนย์กลาง
9.0 เซนติเมตร

4.1.1.3 เครื่องมือวัดปริมาณไนเตรต
 สเปกโตรโฟโตมิเตอร์ (double beam spectro-
 photometer รุ่น 200A พร้อมด้วย recorder บริษัท
 อิตาซี ประเทศญี่ปุ่น (รูป 4.3)

4.1.1.4 ล้ารเคมี
 ยูเรนิลไนเตรตเอกซ์ไฮเดรต BDH
 ฮัมโมเนียมไอตรอกไซด์ J.T Baker
 ฮัมโมเนียมไนเตรต BDH

4.1.2 การเตรียมยูเรนิลซัลเฟต

4.1.2.1 เครื่องมือ
 เครื่องกวน
 burette

4.1.2.2 ล้ารเคมี
 กรดซัลฟูริก (May and Baker)

4.1.3 การเตรียมยูเรนิลซัลเฟต

4.1.3.1 เครื่องมือ (รูป 4.4)
 กระบอกพลาสติค เส้นผ่าศูนย์กลาง 10.16 เซนติเมตร
 สูง 9 เซนติเมตร
 ขั้วแพลทินัม (platinum electrode)
 ขั้วปรอท (mercury electrode)
 เครื่องจ่ายกระแสตรง (d-c supplyer)
 มัลติมิเตอร์ (multimeter)
 เครื่องกวน
 เครื่องเหวี่ยง (Hettich Universal II)

4.1.3.2 สารเคมี

กรดซัลฟูริก

กรดออกซาลิก May & Baker

โพแทสเซียมเพอร์โรซายาไนต์ May & Baker

4.1.4 การเตรียมยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

4.1.4.1 เครื่องมือสำหรับเตรียม

ขวดพลาสติคขนาด 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร

เครื่องกวน

ปีกเกอร์ (beaker) ปริมาตร 2 ลูกบาศก์เดซิเมตร

4.1.4.2 เครื่องมือวัดคุณสมบัติ

แรงขนาด 149, 105, 88 และ 53 ไมโครเมตร
(micron)

กระบอกตวง ปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เตาอบ (oven)

ขวด Le Chatelier Pycnometer ปริมาตร
290 ลูกบาศก์เซนติเมตร (รูป 4.5)

4.1.4.3 เครื่องมือสำหรับขบวนการดีไฮเดรชัน (รูป 4.6)

กระป๋องอลูมิเนียม

เตาเผา (furnace) Thermolyne F-6020

4.1.4.4 สารเคมี

กรดไฮโดรฟลูออริก Carlo Erba

ก๊าซไนโตรเจนที่ปราศจากออกซิเจน

(oxygen free nitrogen) บริษัท T.I.G.

4.1.5 การเตรียมโลหะธาตุเรเนียม

4.1.5.1 เครื่องมือ

เครื่องอัดไฮดรอลิก (hydraulic press) รูป 4.8 บริษัท

China Hydraulic Industry Taiwan

แบบอัด (die) สำหรับอัดก้อน (briquette) รูป 4.7

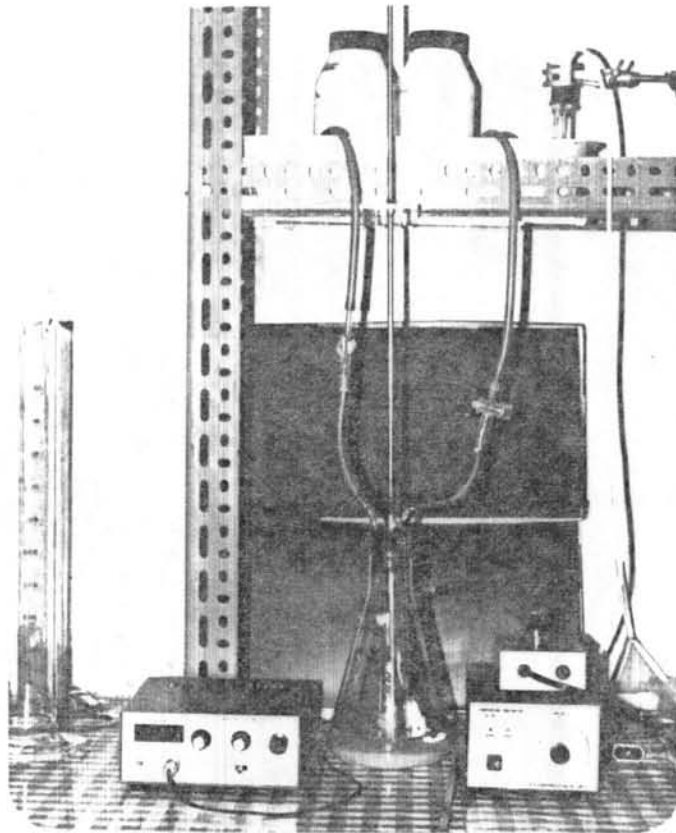
รีดักชันบอมบ์ (reduction bomb) รูป 4.8

เตาเผา

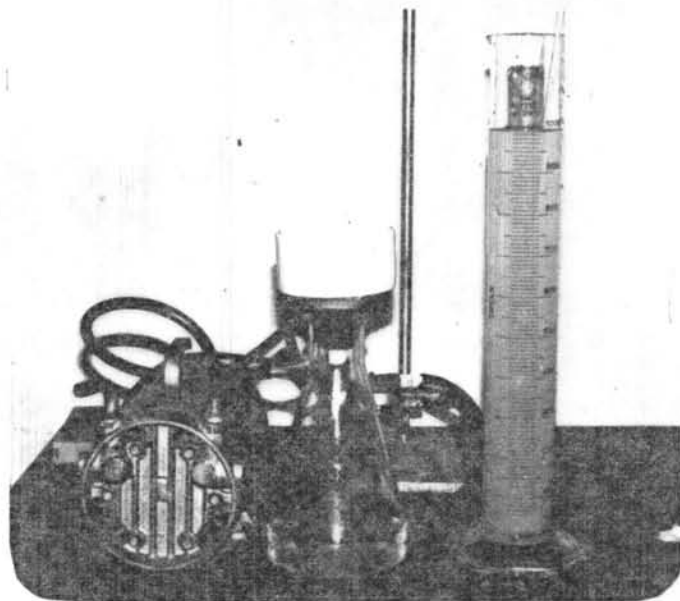
4.1.5.2 สารเคมี

แคลเซียม B.D.H

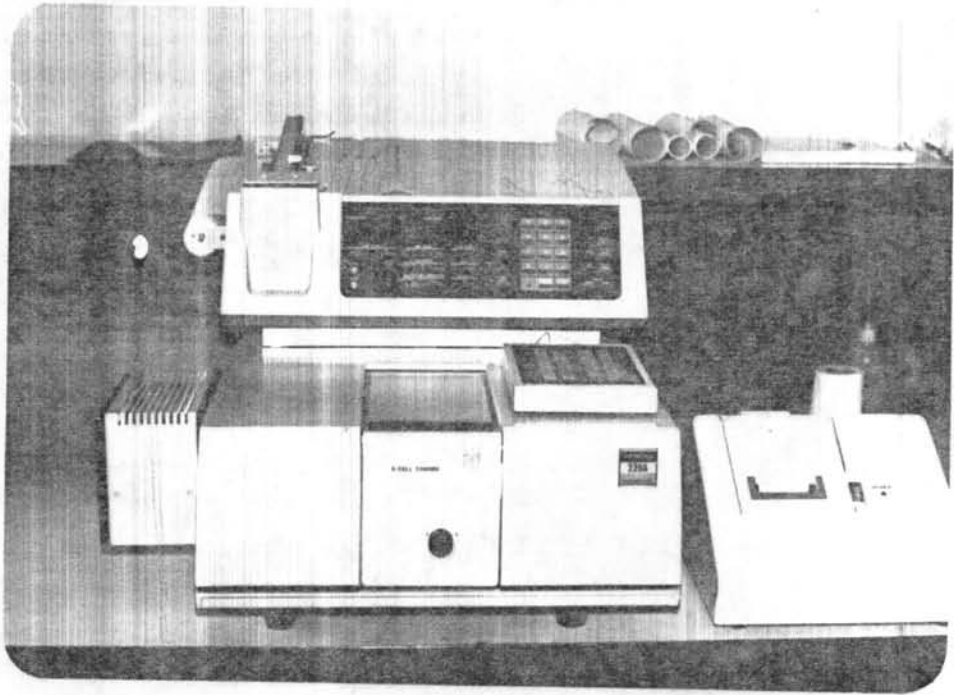
ก๊าซอาร์กอน บริษัท T.I.G



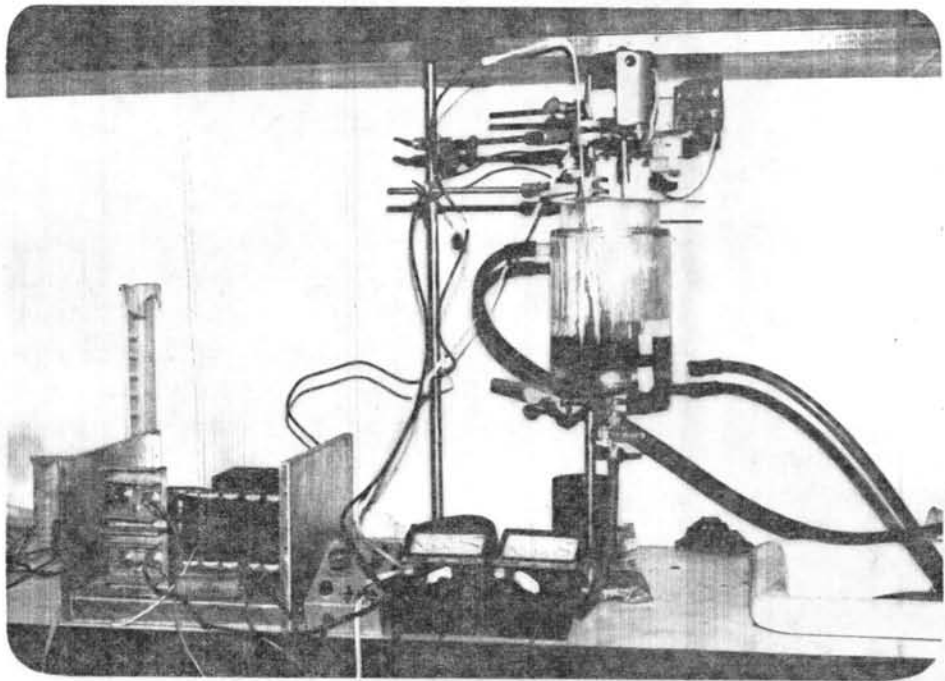
รูป 4.1 ชุดเครื่องมือสำหรับวัดตะกอนยูเรเนียม



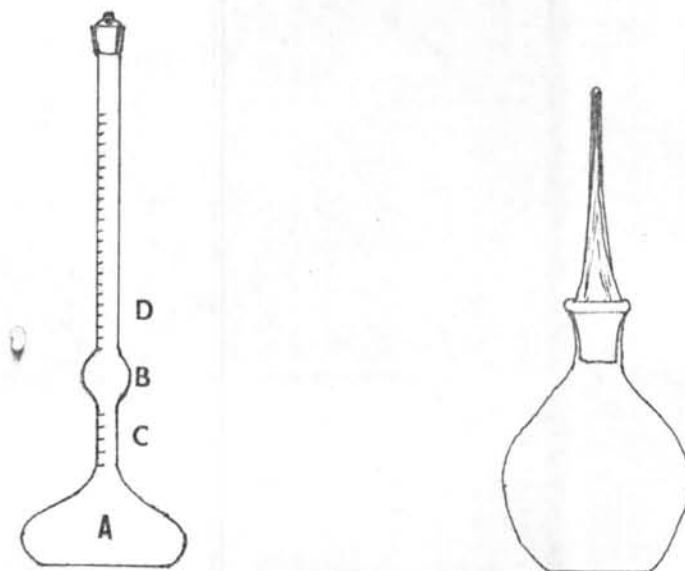
รูป 4.2 เครื่องมือสำหรับวัดคุณสมบัติตะกอนอิมมูโนโกลบูลินโดยเรเนต
 ซ้าย สำหรับวัดความสามารถในการกรองได้เร็ว
 ขวา สำหรับวัดความสามารถในการตกนอนกัน



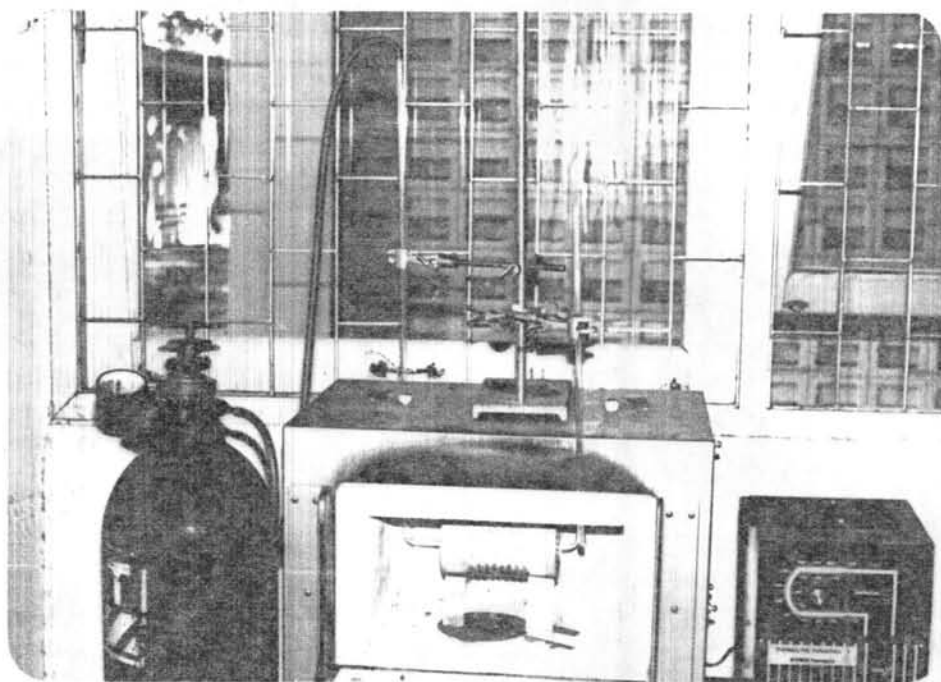
รูป 4.3 เครื่องสับเซลล์มวลเปคโตโฟโตมิเตอร์



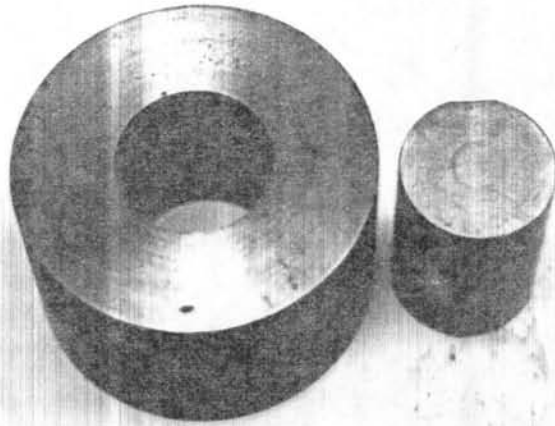
รูป 4.4 ชุดเครื่องมือสำหรับอิเล็กทรอนิกส์ ไรต์กซ์



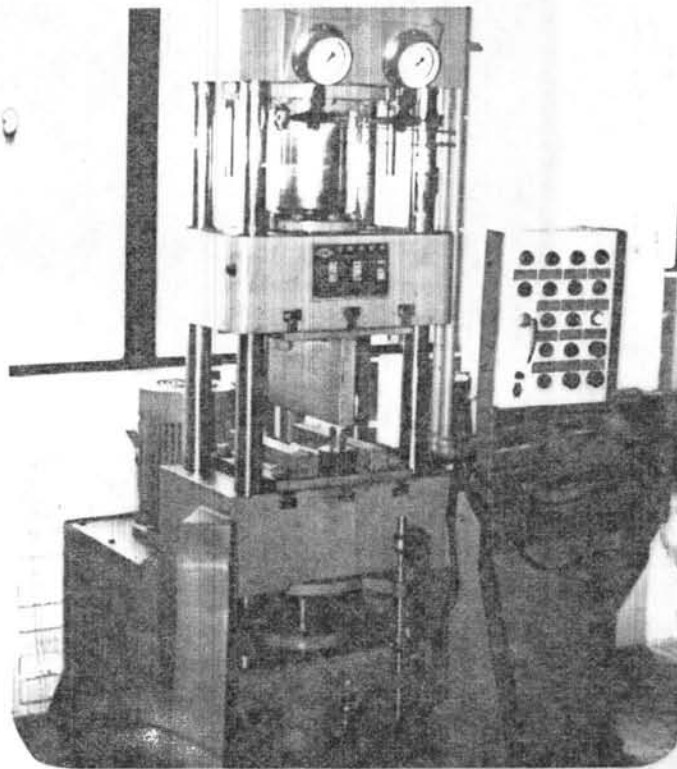
รูป 4.5 Le Chatelier's pycnometer และ Warden's pycnometer



รูป 4.6 ชุดเครื่องมือสำหรับขบวนการดีไฮเดรชัน



รูป 4.7 แบบยึดสำหรับยึดก่อน



รูป 4.8 เครื่องอัดไฮดรอลิก

4.2 การตกตะกอนอิมโมเนียม

4.2.1 การศึกษาการตกตะกอนทั่ว ๆ ไป

เตรียมสารละลายยูเรนิลไนเตรต (ความเข้มข้น 61.6 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร) 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยชั่งยูเรนิลไนเตรตเอกซะไฮเดรท 15.67157 กรัม ถ้ายกลงใน ปีกเกอร์ปริมาตร 600 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร เมื่อละลาย หมดเติมน้ำกลั่นจนปริมาตรทั้งหมดครบ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

เตรียมสารละลายอิมโมเนียมไอตรอกไซด์ 12 นอร์มอล โดยใช้อิมโมเนียมไอตรอกไซด์ เข้มข้น (อิมโมเนีย ร้อยละ 29.3) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรครบ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร บรรจุลงในบุเรตขนาดปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

คนสารละลายยูเรนิลไนเตรตด้วยเครื่องกวน (stirrer) มีความเป็นกรด-ด่าง ของสารละลายนี้ด้วยเครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง (pH meter) ค่อย ๆ หยดสารละลายอิมโมเนียม ไอตรอกไซด์จากบุเรตลงในสารละลายด้วยความเร็วประมาณ 0.5 ลูกบาศก์เซนติเมตรต่อนาที สังเกต การเกิดตะกอน บันทึกปริมาตรของต่างเมื่อตะกอนเริ่มคงที่และค่าความเป็นกรด-ด่าง หยดต่างลงไป โดยทุก ๆ ลูกบาศก์เซนติเมตรให้บันทึกค่าความเป็นกรด-ด่างไว้จนสังเกตเห็นว่าไม่มีตะกอนเกิดเพิ่มขึ้น อีก

4.2.2 การตกตะกอนแบบต่อเนื่อง

4.2.2.1 สัตเครื่องมือการตกตะกอนตามรูป 4.1

4.2.2.2 เตรียมสารละลายยูเรนิลไนเตรต ความเข้มข้น 70 ± 2 กรัมต่อ ลูกบาศก์เดซิเมตร (70 ± 2 g/l) โดยชั่งยูเรนิลไนเตรตเอกซะไฮเดรตประมาณ 110 กรัม ละลายในน้ำกลั่น 750 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำลงในขวดพลาสติกใบที่ 1

4.2.2.3 สารละลายอิมโมเนียมไอตรอกไซด์ ความเข้มข้นของอิมโมเนีย ร้อยละ 29.3 เติมน้ำลงในขวดที่ 2

4.2.2.4 จุ่มสารละลายในขวดทั้งสองที่ 50 องศาเซลเซียส โดยใช้หลอดความร้อนให้ความร้อนกับน้ำในภาตอกลมิเนียม ซึ่งขวดทั้งสองจุ่มอยู่

4.2.2.5 ไซสารละลายให้ไหลลงมายังขวดตกตะกอน ซึ่งมีใบพัดหมุนที่ความเร็วสม่ำเสมอ ความเร็วของสารละลายทั้งสองขึ้นอยู่กับความเป็นกรด-ด่าง ที่ต้องการในการตกตะกอน ถ้าต้องการให้สารละลายเป็นกรด (pH ต่ำลง) ก็เพิ่มความเร็วยของสารละลายยูเรนิลไนเตรต ถ้าต้องการให้สารละลายเป็นด่าง (pH สูงขึ้น) ก็เพิ่มความเร็วยของสารละลายด่าง

4.2.3 การศึกษาคุณสมบัติของตะกอนซีโมเนียมไดยูเรเนต

4.2.3.1 การศึกษาคุณสมบัติในการตกนอนกันของตะกอน (Setting characteristic) เทตะกอนที่ได้ลงในกระบอกตวงที่มีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เติมน้ำกลั่นจนปริมาตรครบ ใช้แท่งแก้วคนให้ตะกอนกระจายทั่วกระบอก เริ่มจับเวลาเมื่อหยุดคน และปล่อยให้ตะกอนตกนอนกัน โดยบันทึกทุกกระยะที่ตะกอนตก จนปริมาตรของตะกอนที่กั้นหลอดเท่ากับ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.2.3.2 การศึกษาคุณสมบัติในการกรองได้ง่ายของตะกอน (Filterability) เทตะกอนในข้อ 4.2.3.1 ลงในกรวยกรองแบบ Buchner โดยด้านบนมีกระดาษกรองวัดมันเบอร์ 42 ปิดอยู่ ดูดด้วยเครื่องดูดอากาศ (vacuum pump) จับเวลาที่ใช้เมื่อได้สารละลาย (filtrate) ทุก ๆ 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายที่ได้เก็บไว้หาปริมาณไนเตรต

4.2.3.3 การศึกษาคุณสมบัติของตะกอนเมื่อล้างด้วยน้ำกลั่น ยะตะกอนที่ได้ลงในปิกรเปอร์ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร เติมน้ำกลั่นลงไป 700 ลูกบาศก์เซนติเมตร ในแท่งแก้วคนล้างตะกอน นำตะกอนที่ไปศึกษาคุณสมบัติในการตกนอนกันตามข้อ 4.2.3.1 กรองตะกอนเก็บสารละลายไว้หาปริมาณไนเตรต

4.2.3.4 การหาปริมาณไนเตรตของสารละลาย และน้ำล้างโดยใช้ลิเปคโตโฟโตมิเตอร์⁽¹⁴⁾

4.2.3.4.1 การเตรียมสารละลายไนเตรตมาตรฐาน

ยังอัมโมเนียมไนเตรต 0.80032 กรัม ละลายน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร ในขวดวัดปริมาตร สารละลายนี้มีความเข้มข้น 1 โมลาร์ นำมาวัดความดูดกลืนแสง (absorption) โดยสเปกโตรโฟโตมิเตอร์ เพื่อหาความยาวคลื่นที่ไนเตรตดูดกลืนแสงได้สูงสุด

4.2.3.4.2 การสร้างกราฟมาตรฐาน

ดูดสารละลายในข้อ 4.2.3.4.1 มา 15, 20, 25 และ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยปิเปต ถ่ายลงในขวดวัดปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร ปิดฝา และเขย่า ปริมาตรโดยใช้น้ำกลั่นเป็นสารละลายอ้างอิง อ่านค่าการดูดกลืนแสงของแบลนค์ และสารละลายมาตรฐานที่ความยาวคลื่นที่ได้ในข้อ 4.2.3.4.1 เขียนกราฟมาตรฐานโดยในแกนตั้งเป็นปริมาณการดูดกลืนแสง แกนนอนเป็นความเข้มข้นของสารละลายมาตรฐาน (มิลลิกรัมต่อ-ลูกบาศก์เซนติเมตร)

4.2.3.4.3 การวัดค่าการดูดกลืนแสงของสารละลายและน้ำล้างที่ได้จากการกรอง

นำสารละลายและน้ำล้างมาวัดค่าการดูดกลืนแสงตามข้อ 4.2.3.4.2 นำค่าที่ได้ไปหาปริมาณไนเตรตจากกราฟมาตรฐาน

4.2.4 การหาเปล็ดของสารตกตะกอน

นำตะกอนที่ได้ไปอบให้แห้งในเตาอบ ที่ 105 ± 5 องศาเซลเซียสเป็นเวลา 2 ชั่วโมง ทำให้เป็นในเตชเกตอร์ ชั่งตะกอนด้วยเครื่องชั่ง คำนวณเปล็ดเป็นร้อยละเทียบกับปริมาณที่ควรได้จากสารคำนวณ

4.3 การเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต

นำตะกอนที่ได้ใส่ปีกเกอร์ 600 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดซัลฟูริกเข้มข้นลงไปในสารละลายจากยูเรต ขณะที่ยกตะกอนลงในด้วยเครื่องกวนจนตะกอนของอัมโมเนียมโดยยูเรนิตละลายหมด บันทึกปริมาตรกรดที่ใช้

4.4 การเตรียมสารละลายยูเรเนียมลัซเฟต โดยวิธีอิเล็กโตรไลติก

4.4.1 การหาสภาวะที่เกี่ยวข้องกับการทำอิเล็กโตรไลติก

4.4.1.1 เครื่องมือ

ใช้กระบอกตวงความจุ 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลางภายใน 4.75 เซนติเมตร เช้อยู่ในบีกเกอร์ที่มีน้ำระบายความร้อนที่เกิดขึ้น ขั้วคาโทดใช้ปรอทสูง 1.3 เซนติเมตรใส่ที่กันกระบอก ขั้วอโนดใช้แผ่นแพลทินัมกว้าง 3.04 เซนติเมตร ยาว 3.5 เซนติเมตร คนสารละลายด้วยแกนแม่เหล็กที่หมุนด้วยพลาลัติกของเครื่องกวน เครื่องจ่ายกระแสตรงให้กระแส 2 แอมแปร์

4.4.1.2 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของอโนดกับเวลาที่ใช้ในการรีดักชัน

4.4.1.2.1 เตรียมสารละลายยูเรเนียม ความเข้มข้นยูเรเนียม 122 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร ตัดสารละลายนี้ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร ถ่ายลงในกระบอกตวงในข้อ 4.4.1.1 เติมสารละลายกรดซัลฟูริกร้อยละ 25 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่นจนขีดแนว สารละลายอยู่ที่ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ขั้วแพลทินัมถูกปิดส่วนหนึ่งไว้ให้เหลือความกว้างที่จะถ่ายเทกระแสได้เพียง 0.25 เซนติเมตร วางห่างผิวปรอท 2.15 เซนติเมตร ตั้งกระแสที่ 2 แอมแปร์ อนุญาตของสารละลายประมาณ 30 องศาเซลเซียส ฝบ เวลาด้วยนาฬิกา เมื่อเริ่มเดินกระแสไฟฟ้า หากจุดยุติของการรีดักชันโดยปกติตัวอย่างมาตกตะกอนด้วย กรดออกซาลิกอิ่มตัว (saturated oxalic acid) แกว่งตะกอนให้นอนกันด้วยเครื่องเหวี่ยง (centrifuge) หยัดสารละลายโพแทสเซียมเพอร์โรชายานิต (ความเข้มข้นร้อยละ 10) ลงบน ส่วนที่ใส สารละลายนี้ทำปฏิกิริยากับยูเรเนียมที่ผิววาลเลนซี +6 ให้ตะกอนสีน้ำตาลแดง

4.4.1.2.2 เพิ่มพื้นที่ของขั้วอโนดให้กว้าง 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3 และ 4 เซนติเมตร ตามลำดับ ทดลองตามข้อ 4.4.1.2.1 โดยให้ตัวแปรอื่น ๆ คงที่

4.4.1.3 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างพื้นที่ของคาโทดกับเวลาที่ใช้ในการ
รีดักชัน

จัดเครื่องมือคล้ายการทดลองในข้อ 4.4.1.2 โดยให้ความกว้างของขั้วอาโนด
คงที่ที่ 1 เซนติเมตร ส่วนขั้วคาโทดมีเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.55 เซนติเมตร สับเวลาที่ใช้ในการ
รีดักชัน

เปลี่ยนความกว้างของขั้วปรอทให้มีเส้นผ่าศูนย์กลาง 2.45, 4.75 และ 9.0 เซนติเมตร
โดยตัวแปรอื่น ๆ คงที่

4.4.1.4 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างอุณหภูมิของสารละลายกับเวลาที่ใช้
ในการรีดักชัน

จัดเครื่องมือทดลองตามข้อ 4.4.1.2 เปลี่ยนอุณหภูมิของน้ำในปีกเกอร์เป็น
10, 30, 50 และ 70 องศาเซลเซียส ตามลำดับ สับเวลาที่ใช้ในการรีดักชันในแต่ละอุณหภูมิ

4.4.1.5 การศึกษาความสัมพันธ์ระหว่างความเข้มข้นของสารละลายกับเวลา
ที่ใช้ในการรีดักชัน

เตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟต ความเข้มข้น 383.4 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร
จำนวน 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร จัดเครื่องมือดังข้อ 4.4.1.2 ให้ความกว้างของอาโนดเท่ากับ
1 เซนติเมตร ปีเปตสารละลายมา 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สับเวลาที่ใช้ในการรีดักชัน

ดูดสารละลายมา 10, 15, 20, 25, 30, 35, 40 และ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตรมา
รีดักชันเช่นเดียวกัน ทุกครั้งที่ทดลองตัวแปรอื่น ๆ จะต้องคงที่มากที่สุด

4.4.2 การเตรียมสารละลายยูเรนิลซัลเฟตปริมาณมาก

4.4.2.1 จัดเครื่องมือตามรูป 4.4 โดยขั้วอาโนด ใช้แผ่นแพลทินัม พื้นที่
ที่เกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 9.12 ตารางเซนติเมตร ขั้วคาโทดใช้ปรอทปริมาตร 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร
พื้นที่ที่เกิดปฏิกิริยาเท่ากับ 81.07 ตารางเซนติเมตร ขั้วทั้งสองห่างกัน 1.3 เซนติเมตร กระแสไฟ
ตรงที่จ่ายให้ขั้วอิเล็กโทดเท่ากับ 20 แอมแปร์ เครื่องกวนมีใบพัด 4 แฉก เส้นผ่าศูนย์กลาง 3.2

เช่นดีเมตร จมอยู่ที่ใต้ผิวปรอท ความเร็วของเครื่องกวน 200 รอบต่อนาที ปริมาตรของกระแฉ และความดันไฟฟ้าวัดด้วยโวลติมิเตอร์ สับเวลาที่ใช่ด้วยนาฬิกาสับเวลา

4.4.2.2 สสารละลายยูเรนิลซัลเฟต ได้จากการละลายตะกอนอัมโมเนียม โดยเรเนต ด้วยกรดซัลฟูริก ความเข้มข้นของสสารละลายประมาณ 100 กรัมยูเรเนียมต่อลูกบาศก์ เดซิเมตร เติมกรดซัลฟูริกให้มีความเข้มข้นของซัลเฟตอิสระประมาณ 5 ถึง 10 กรัมต่อลูกบาศก์ เดซิเมตร กรดนี้ทำหน้าที่เป็นอิเล็กโทรไลต์

4.4.2.3 แยกสสารละลายยูเรนิลซัลเฟต จากปรอทโดยใช้กรวยแยก (separating funnel) ปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร โดยปรอทหนักกว่าจะแยกอยู่ชั้นล่าง

4.5 การเตรียมยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

4.5.1 วิธีเตรียม

บรรจุสสารละลายยูเรนิลซัลเฟตในขวดพลาสติก เติมกรดซัลฟูริกให้มีปริมาณซัลเฟตอิสระ ประมาณ 60 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร จุ่มสสารละลายโดยแช่ในน้ำเดือดจนสสารละลายยูเรนิล - ซัลเฟตมีอุณหภูมิสูงเกิน 60 องศาเซลเซียส ใส่แกมแม่เหล็กที่มีพลาสติคหุ้มไว้ด้านนอก เติมกรด ไฮโดรฟลูออริกลงในสสารละลายที่กำลังกวนอยู่

4.5.2 การศึกษาคุณสมบัติของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์

4.5.2.1 การหาความหนาแน่น

เติมน้ำลงในขวด Le Chatelier pycnometer รูป 4.5 จนผิวน้ำอยู่ บริเวณก้าน C ของขวด นำขวดไปแช่ในอ่างน้ำ ซึ่งมีเทอร์โมมิเตอร์เสียบอยู่เพื่ออ่านอุณหภูมิ เมื่อ อุณหภูมิคงที่อ่านปริมาตรของน้ำ

ชั่งยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ซึ่งอบให้แห้งแล้วที่ 105 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง ประมาณ 150 กรัม เติมนลงในขวดให้ผั่งยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ทั้งหมดตกลงใต้ผิวน้ำ

เมื่อเดิมลงหมดแล้ว ปิดฝาเขย่าให้ฟองอากาศที่ติดอยู่กับยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ลอยขึ้นมาเหนือ น้ำ ฉนวนจะต้องอยู่เหนือกระเปาะ B หรือสามารถอ่านค่าได้ที่ก้าน D ถ้าระดับน้ำต่ำกว่า จะต้องเติมยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ลงไปอีก นำขวดกลับไปแช่ในอ่างน้ำแข็งเดิม เมื่ออุณหภูมิ คงที่เท่ากับตอนแรก อ่านปริมาตรที่ทั้งหมดที่ได้ คำนวณความหนาแน่นได้จาก

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{\text{น้ำหนักยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ (กรัม)}}{\text{ปริมาตรหลังเติม - ปริมาตรก่อนเติม (ลูกบาศก์เซนติเมตร)}}$$

4.5.2.2 การหาความหนาแน่นโดยการเคาะ (Tap density)

ซึ่งยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ประมาณ 50 กรัมให้ได้น้ำหนักที่แน่นอน ใสลงใน กระบอกตวงปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ค่อย ๆ เคาะกระบอกตวงกับพื้นโต๊ะจนสังเกตว่า ปริมาตรของของแข็งไม่ลดลงอีก อ่านปริมาตรที่วัดได้ นำไปหาความหนาแน่นตามสูตร

$$\text{ความหนาแน่นโดยการเคาะ} = \frac{\text{น้ำหนักของยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ (กรัม)}}{\text{ปริมาตรที่อ่านได้ (ลูกบาศก์เซนติเมตร)}}$$

4.5.3 การทำชบวนการดีไอเดรชัน (ตามรูป 4.6)

บรรจุยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ที่เป็นผงละเอียดและอบให้แห้งที่ 105 องศาเซลเซียส ไว้ภายในกระป๋องอลูมิเนียม ซึ่งติดตั้งอยู่ภายในเตาเผา มีทางที่จะผ่านก๊าซไนโตรเจนที่แห้งและ ปราศจากออกซิเจนเข้าทางหนึ่ง และออกอีกทางหนึ่ง ค่อย ๆ เพิ่มอุณหภูมิของเตาเผาในอัตรา 3 องศาเซลเซียสต่อนาที หมุนกระป๋องอยู่เสมอเพื่อให้ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์พลิกหน้าขึ้นมารับ ก๊าซในขณะที่น้ำเริ่มระเหยออกไป เพิ่มความร้อนจนอุณหภูมิของเตาถึง 400 องศาเซลเซียส เผา ที่อุณหภูมินี้ต่อไปอีก 2 ชั่วโมง หลังจากนั้นทำให้เย็นในเดซีเกตเตอร์ ซึ่งผ่านก๊าซอาร์กอน แทนที่ อากาศภายในไว้แล้ว

หาความหนาแน่นโดยการเคาะ (tap density) ตามข้อ 4.5.2.2

4.6 การเตรียมโลหะธาตุเรเดียม

4.6.1 การเตรียมรีดักชันบอมบ์ (รูป 4.9)

4.6.1.1 ชัดผิวภายในและรอยแนวประกบของฝาให้สะอาดด้วยกระดาษทราย

4.6.1.2 เคลือบผิวภายใน(line) ด้วยแร่ฟลูออรัลปาร์เกรตเคมี โดยใส่แร่ปริมาณ ๓ หยดลงที่ก้นบอมบ์ กระทั่งด้วยแท่งโลหะจนแน่นโดยให้หนาประมาณ 1 เซนติเมตร วางท่ออุลมิเนียมเส้นผ่าศูนย์กลาง 1.5 นิ้ว ระหว่างกลางของบอมบ์ เติมแร่รอบ ๆ เคาะที่ด้านล่างของบอมบ์ให้แร่อัดจนแน่น และเติมถึงขอบบอมบ์

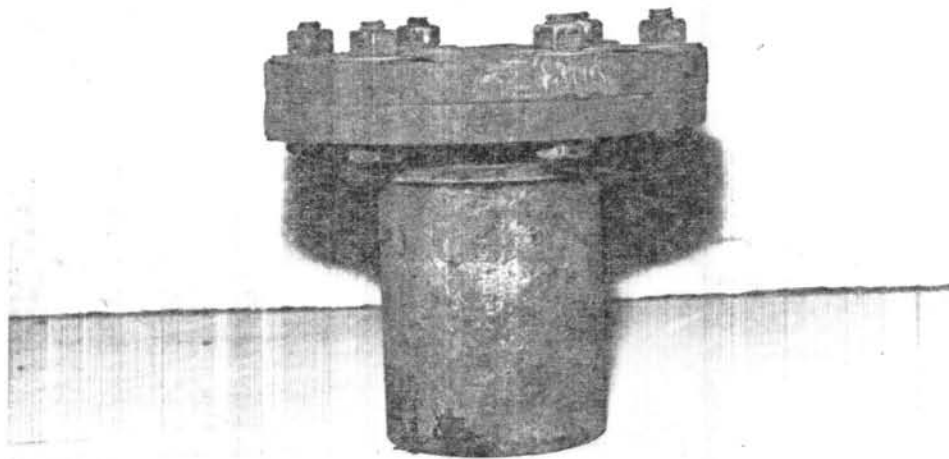
4.6.1.3 นำไปอบในเตาที่อุณหภูมิ 110 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 2 ชั่วโมง เพื่อไล่ความชื้นและอากาศที่อยู่ระหว่างเม็ดแร่ หลังจากนั้นจึงให้เย็นในเตาเคเตอร์ซึ่งได้ผ่านก๊าซอาร์กอนไว้ก่อนแล้ว

4.6.1.4 ค่อย ๆ ดึงท่ออุลมิเนียมออกจากบอมบ์ อย่าให้กระทบกระเทือนแร่ที่ฉาบไว้

4.6.2 การเตรียมสารสำหรับป้อน

ตั้งยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์และแคลเซียมในตู้พลาสติกที่อากาศเข้าไม่ได้ แต่ผ่านก๊าซอาร์กอนให้เข้าทางด้านหนึ่งและออกทางอีกด้านหนึ่ง ผลผสมของแข็งทั้งสองในปิเกตอร์ ปริมาณของแคลเซียมที่ใช้จะต้องมากกว่าปริมาณที่ต้องการตามทฤษฎีร้อยละ 20

บรรจุของผลผสมลงในแบบอัด (die) (รูป 4.7) ซึ่งแม่แบบทำด้วยเหล็กไออัลลอย เกรด XW-5 เส้นผ่าศูนย์กลาง 8 เซนติเมตร สูง 5 เซนติเมตร เจาะรูตรงกลางเส้นผ่าศูนย์กลาง 3.5 เซนติเมตร มีแกนอัดสูง 5 เซนติเมตร และแกนรับสูง 1 เซนติเมตร การบรรจุทำได้โดยใส่แกนรับทางด้านล่างของรู เติมของผลผสมในช่องว่างด้านบนค่อย ๆ วางแกนอัดลงในรู กดให้ของผลผสมยุบตัวลง ถ้ายังมีช่องว่างพอ ให้เติมของผลผสมไปอีก บรรจุแบบอัดนี้ไว้ในถุงโพลีเอทไทลีน ซึ่งภายในถุงมีก๊าซอาร์กอนบรรจุอยู่ รัศปากถุงด้วยเส้นยาง นำแบบอัดไปอัดด้วยเครื่องอัด (รูป 4.8) ใช้แรงอัด 50 กิโลกรัมต่อตารางเซนติเมตร เมื่ออัดเรียบร้อยแล้ว ถอดแกน



รูป 4.9 รูตักขี้นบอมบี้

รูตักขี้นบอมบี้ทำจากกึ่งเหล็กแท่งตัน เส้นผ่าศูนย์กลาง 6 เซนติเมตร ความดันในเป็น
 เบ้า เส้นผ่าศูนย์กลาง 5 เซนติเมตร ความหนาของกันเบ้า 1 เซนติเมตร ความหนาของขอบโดย
 รอบ 0.5 เซนติเมตร ด้านบนมีหน้าแปลนสำหรับรับฝาปิด หนา 1 เซนติเมตร เส้นผ่าศูนย์กลาง
 12.5 เซนติเมตร เชื่อมติดกับตัวเบ้า ฝาปิดเป็นเหล็กแผ่นตัดกลมขนาดเท่ากับหน้าแปลน ที่หน้า
 แปลนเจาะรูสำหรับปิดน๊อต 6 รู ใช้น็อตขนาด $2\frac{1}{2}$ หุน

รับออก วางแบบอัดลงบนแท่งเหล็กสำหรับรับอยู่ด้านล่าง ใช้เครื่องอัดกดให้แกนอัดต้นก้นที่อัด แล้วออกทางด้านล่างเอาแบบอัดออกจากถุง ผ่านก๊าชอาร์กอนคลุมไว้ ทำเช่นเดียวกันนี้ ประมาณ 3 ก้อน สำหรับใช้ในการรีดักชัน 1 ครั้ง

ใส่ก้อนอัดลงในบอมบ์ที่เตรียมไว้แล้ว 3 ก้อน ผ่านก๊าชอาร์กอนลงในบอมบ์เพื่อให้ แทนที่อากาศที่อยู่ภายใน ปิดด้านบนของก้อนอัดด้วยแผ่นแกรไฟต์ที่บาง ๆ ปิดทับด้วยแร้ฟลูออรัล-ลุปารันถึงขอบของฝาบอมบ์ แกรไฟต์ช่วยป้องกันไม่ให้ออกซิเจนเข้าไปทำปฏิกิริยาภายใน ปิดฝาบอมบ์ชั้นน๊อตทั้ง 6 ตัวให้แน่น

นำบอมบ์ที่บรรจุเรียบร้อยแล้วใส่ในเตาเผา ซึ่งได้ตั้งอุณหภูมิไว้แล้วที่ 800 ถึง 900 องศาเซลเซียส เผาบอมบ์ไว้อย่างน้อย 12 ชั่วโมง เมื่อปฏิกิริยาสิ้นสุด นำบอมบ์ ออกจากเตาเผา ทำให้เย็นในครั้งแรกด้วยพัดลม หลังจากนั้นแช่ลงในน้ำโดยแช่เฉพาะทาง ด้านล่างเท่านั้น เปิดฝาดูออก

4.6.3 การศึกษาคุณสมบัติของโลหะธาตุยูเรเนียม

4.6.3.1 การหาความหนาแน่นของโลหะธาตุยูเรเนียม (15)

4.6.3.1.1 เครื่องมือ

ก. Warden's Pycnometer (รูป 4.5) เป็น pycnometer ทำด้วยแก้วปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข. อ่างแช่น้ำอุณหภูมิคงที่

ค. เทอร์โมมิเตอร์

4.6.3.1.2 การวัด

ก. บรรจุน้ำหนักสั้นลงในขวด pycnometer ให้เต็ม อุดลูกด้านบน สังเกตว่าไม่มีฟอง อากาศภายใน นำไปแช่ในอ่างน้ำ ซึ่งใช้ควบคุมอุณหภูมิของขวด โดยอ่านอุณหภูมิที่เทอร์โมมิเตอร์

ข. เมื่ออุณหภูมิคงที่ นำขวดออก เช็ดด้านบนนอกให้แห้ง นำไปชั่งน้ำหนัก (A)

ค. ชั่งโลหะธาตุยูเรเนียมให้ได้น้ำหนักแน่นอน (B) เปิดลูกขวดออก ใส่โลหะธาตุยูเรเนียม ลงไปในขวดปิดลูกเขย่าให้ฟองอากาศลอยขึ้นมาจนหมด เติมน้ำให้เต็มขวดตั้งเดิม นำไปแช่ในอ่าง น้ำ เมื่ออุณหภูมิคงที่เท่ากับการหาในข้อ ก. นำขวดออกเช็ดด้านบนนอกขวดให้แห้ง นำไปชั่งน้ำหนัก (C)

4.6.3.1.3 การคำนวณ

$$\text{ความหนาแน่น} = \frac{B}{(A+B) - C}$$

(กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)

4.7 การวิเคราะห์

การเตรียมสารละลาย

ก. โลหะธาตุยูเรเนียม เตรียมโดยชั่งโลหะธาตุยูเรเนียมประมาณ 0.3 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอน ใส่ลงในขวดรูปกรวยปริมาตร 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดไนตริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิให้ความร้อนจนเริ่มมีปฏิกิริยา เติมกรดเปอร์คลอริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิจนละลายหมด กิ่งให้เป็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรความจุ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

ข. ยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ เตรียมโดยชั่งยูเรเนียมเตตระฟลูออไรด์ประมาณ 0.5 กรัม ให้ทราบน้ำหนักแน่นอนในถ้วยแพลทินัมความจุ 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรดเปอร์คลอริก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ระเหยบนแผ่นให้ความร้อนจนของแข็งละลายหมด กิ่งให้เป็น เติมกรดไฮโดรคลอริกร้อยละ 25 โดยปริมาตร 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในถ้วย อุณหภูมิละลาย กิ่งให้เป็น ถ่ายใส่ขวดวัดปริมาตรความจุ 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำจนถึงขีดปริมาตร

4.7.1 การวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม⁽¹⁶⁾

4.7.1.1 สารเคมี สารละลาย และการเตรียม

- ก. กรดซัลฟามิก 1.5 โมลาร์ เตรียมโดยละลายกรดซัลฟามิก 150 กรัม ในน้ำ 1 ลิตร
- ข. กรดออร์ทอโทลิวอิกเข้มข้น ความถ่วงจำเพาะ 1.75

- ค. สารละลายเฟอร์รัสซัลเฟตเข้มข้น 1 โมลาร์ เตรียมโดยละลาย 280 กรัมในสารละลายกรดซัลฟูริก ซึ่งเตรียมจากกรดซัลฟูริกเข้มข้น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตรกับน้ำ 750 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ง. สารละลายผล้มของกรดไนตริก 4 โมลาร์ และกรดซัลฟามิก 0.1 โมลาร์ เตรียมได้โดยทำกรดไนตริก 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 930 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผสมให้เข้ากัน เติมกรดซัลฟามิกความเข้มข้น 1.5 โมลาร์ 70 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงไป ผสมให้เข้ากัน
- จ. สารละลายอัมโมเนียม โมลิบเดต ความเข้มข้นร้อยละ 1 โดยน้ำหนัก เตรียมโดยละลายอัมโมเนียมโมลิบเดต 1 กรัมในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ฉ. สารละลายกรดซัลฟูริก 9 นอร์มอล เตรียมโดยเจือจางกรดเข้มข้น 125 ลูกบาศก์เซนติเมตร ให้มีปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยน้ำกลั่น
- ช. สารละลายแบเรียม ไดฟอสฟอไรต์ ความเข้มข้นร้อยละ 0.04 โดยน้ำหนัก เตรียมโดยละลายสารนี้ 0.1 กรัมในน้ำเดือด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร กังไวให้เย็น และเติมน้ำกลั่นจนครบ 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ซ. สารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต ความเข้มข้น 0.05 นอร์มอล เตรียมโดยชั่งโพแทสเซียมไดโครเมต (อบให้แห้งที่ 110 องศาเซลเซียส อย่างน้อย 1 ชั่วโมง) 2.452 กรัม ทำให้มีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตรด้วยน้ำกลั่น
- ญ. สารละลาย วานาดีล ซัลเฟต ความเข้มข้น 0.05 โมลาร์ เตรียมโดยชั่งสารนี้มา 0.84 กรัม ละลายน้ำทำให้มีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.7.1.2 วิธีวิเคราะห์

- ก. ทดสารละลายที่จะวิเคราะห์ 10 ถึง 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร (ปริมาตรยูเรเนียม 150 - 200 มิลลิกรัม) ถ่ายลงให้ขวดรูปแก้วรูปกรวยปริมาตร 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมกรด

ไนตริกแอม്മอน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข. เดิมกรดซัลฟามิก (1.5 โมลาร์) 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร, กรดฟอสฟอริก (แอม്മอน) 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายเฟอร์รัสซัลเฟต (1.0 โมลาร์) 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายจะมีสีเขียว ตั้งทิ้งไว้ 30 วินาที

ค. เดิมสารละลายผล้มของกรดไนตริก (4 โมลาร์) และกรดซัลฟามิก (0.1 โมลาร์) ลงไป 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เดิมอิมโมเนียม โมลิบเดต (แอม്മอนร้อยละ 1) ลงไป 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร ผล้มให้เข้ากัน

ง. ตั้งทิ้งไว้จนสีน้ำตาลของสารละลายจางหายไป ตั้งทิ้งไว้อีก 3 นาที

จ. เดิมกรดซัลฟูริก (3 โมลาร์) 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยเติมทีละครึ่งพร้อมทั้งแกว่งให้ผล้มกัน เดิมน้ำกลั่น 200 ลูกบาศก์เซนติเมตร และอินดิเคเตอร์ (แบเรียม ไดฟอสโฟอามิน ซัลโฟเนต ร้อยละ 0.04) 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร แกว่งให้เข้ากัน

ฉ. ดิเตรทกับสารละลายโพแทสเซียมไดโครเมต (0.05 โมลาร์) ภายใน 10 นาที หลังจากเติมสารละลายในข้อ ค. จนเกิดสีม่วงนาน 1 นาที

ช. เติ้สารละลายวานาดีล ซัลเฟต (0.05 โมลาร์) 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ดิเตรทต่อจนมีสีม่วงตั้งเดิม

ซ. ทำแปลงค้เปรียบเทียบโดยใช้สารเคมี และสารละลายเช่นเดียวกับตัวอย่าง ยกเว้นไม่ต้องใช้ตัวอย่าง

4.7.1.3 การคำนวณ

$$\text{ปริมาณเรเนียม (กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร)} = \frac{C(A - B)}{V}$$

โดย A = ปริมาตรของไตเตรนต์

- B = ปริมาตรของไตเตรนต์ที่ใช้กับแบลงค์
 C = น้ำทัญยูเรเนียมเป็นมิลลิกรัมที่ต้องการสำหรับ
 1 ลูกบาศก์เซนติเมตรของไตเตรนต์ (5.951)
 V = ปริมาตรของสารละลายที่ใช้วิเคราะห์

4.7.2 การหาปริมาณเหล็ก⁽¹⁷⁾

4.7.2.1 สารเคมีสารละลายและวิธีเตรียม

- ก. กรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น (1 + 19) โดยปริมาตร
- ข. สารละลายไฮดรอกซิลามีน ไฮโดรคลอไรด์ ความเข้มข้น 10 กรัมต่อลูกบาศก์-
 เซนติเมตร ละลายไฮดรอกซิลามีน ไฮโดรคลอไรด์ 1 กรัม ในน้ำกลั่น และเจือจางจนปริมาตร
 เป็น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายนี้ต้องเตรียมใหม่ทุก ๆ สัปดาห์
- ค. สารละลายมาตรฐานเหล็ก ความเข้มข้น 0.02 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ละลาย
 ธัมโมเนียมไอโอร้อน (II) ซัลเฟต เอกซะไฮเดรต 0.1405 กรัม ด้วยกรดไฮโดรคลอริก (1 + 19)
 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร สารละลายนี้ต้องเตรียมใหม่
 ทุกครั้ง

สารละลายนี้ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีปริมาณเหล็ก 0.02 มิลลิกรัม

- ง. สารละลายออร์โทไฟแนนโทรสอินดิเกเตอร์ ความเข้มข้น 2 กรัมต่อลูกบาศก์เดซิ-
 เมตร ละลายออร์โทไฟแนนโทรสโมโนไฮเดรต 0.2 กรัมในน้ำกลั่น 90 ลูกบาศก์เซนติเมตร
 อาจใช้แท่งแก้วคนและให้ความร้อนช่วยทำให้เย็นแล้ว เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 100
 ลูกบาศก์เซนติเมตร

- จ. สารละลายบิเฟอโรโซเดียมอะซีเตต-กรดอะซีติก

ละลายฮันไฮดรลัโซเดียมอะซีเตต 270 กรัม ในน้ำกลั่น 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติม
 กรดอะซีติกเข้มข้น 240 ลูกบาศก์เซนติเมตร ทำให้เย็นแล้ว เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น
 1000 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.7.2.2 การเตรียมกราฟมาตรฐาน

ก. สสารละลายมาตรฐาน

ใช้ปิเปตตวลสารละลายมาตรฐานหลักจากข้อ 4.7.2.1 (ค) มา 1.0, 2.0, 4.0, 8.0 และ 12.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร 5 ใบ ตามลำดับ เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนปริมาตรเป็น 60 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำตามข้อ 4.7.2.2 (ค)

ข. สสารละลายอ้างอิง

เติมน้ำกลั่น 60 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำตามข้อ 4.7.2.2 (ค)

ค. การปรับสี

เติมสารละลายฟิฟเฟอร์โซเดียมอะซีเตต-กรดอะซีติก 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วปริมาตรทุกใบ แล้วเขย่าให้เข้ากัน เติมสารละลายไฮดรอกซิลามีนไฮโดรคลอไรด์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เข้ากัน เติมสารละลายออร์โทโทนิแวนโตนินอินดิเกเตอร์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร แล้วเขย่า

ง. การวัดค่าความดูดกลืน

ใส่สารละลายอ้างอิงปริมาตรที่เหมาะสมลงในแอมบ์ซอร์ปชันเซลล์ และปรับโฟโตมิเตอร์ที่ความยาวคลื่น 490 นาโนเมตร ให้ค่าความดูดกลืนเป็นศูนย์ แล้ววัดค่าความดูดกลืนของสารละลายมาตรฐาน

จ. การสร้างกราฟมาตรฐาน

เขียนกราฟระหว่างค่าความดูดกลืนที่อ่านได้จากสารละลายมาตรฐานกับปริมาณเหล็กเป็นมิลลิกรัมของเหล็กต่อ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร โดยให้ค่าความดูดกลืนเป็นแกนยืนและปริมาณเหล็กเป็นแกนนอน

4.7.2.3 วิธีวิเคราะห์

ใช้ปิเปตดูดสารละลายตัวอย่างที่จะวิเคราะห์ และสารละลายแบลงค์ในปริมาตรที่เหมาะสมลงในขวดแก้วปริมาตรขนาด 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางปริมาตรประมาณ 50 ถึง 60 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารละลายฟิฟเฟอร์โซเดียมอะซีเตต-กรดอะซีติก 25 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าและเติมสารละลายไฮดรอกซีลามีโนไฮโดรคลอไรด์ 2 ลูกบาศก์เซนติเมตร เขย่าให้เท่ากัน เติมสารละลายออร์โทโทนิแวนโพรสีน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางจนถึงขีดปริมาตร แล้วเขย่าให้เท่ากัน แล้วนำไปวัดค่าดูดกลืนเช่นเดียวกับข้อ 4.7.2.2 6ง7

4.7.2.4 วิธีคำนวณ

เปลี่ยนค่าความดูดกลืนที่อ่านได้จากสารละลายตัวอย่างเป็นมิลลิกรัมของเหล็ก โดยการอ่านจากกราฟมาตรฐาน แล้วคำนวณหาปริมาณร้อยละของเหล็กจากสูตร

$$\text{ปริมาณเหล็ก ร้อยละของน้ำหนักรวม} = A / (B \times 10)$$

- เมื่อ A คือ น้ำหนักของ เหล็กที่พบในสารละลายส่วนที่นำมาวิเคราะห์เป็นมิลลิกรัม
B คือ น้ำหนักตัวอย่างในสารละลายส่วนที่นำมาวิเคราะห์เป็นกรัม

4.7.3 การหาปริมาณปรอท

4.7.3.1 สาร เคมีและวิธีเตรียม

- ก. สารละลายไดไทโชน (Dithizone) ชั่งไดไทโชน 5.5 มิลลิกรัม ถ่ายใส่ขวด วัดปริมาตรความจุ 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมคลอโรฟอร์ม ปริมาณหนึ่งแก้วให้ของแข็งละลาย
- ข. คลอโรฟอร์ม
- ค. กรดไฮโดรคลอริก 0.25 นอร์มอล กรดไฮโดรคลอริก 7.5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางให้ปริมาตรเป็น 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ง. ไฮดรอกซีลามีโนไฮโดรคลอไรด์ความเข้มข้นร้อยละ 20 เตรียมโดยละลายสารนี้ 25 กรัม ในน้ำ 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

จ. สารละลายมาตรฐานปรอท ชั่งเมคิวริลเฟตหนัก 1.4834 กรัม ละลายน้ำให้
มีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร สารละลายนี้ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีปรอท 1
มิลลิกรัม

4.7.3.2 การเขียนกราฟมาตรฐาน

ดูดสารละลายมาตรฐานปรอทมา 1, 2, 3 และ 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่น้ำกรวย
แยกปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำตามข้อ 4.7.3.3 เขียนกราฟเปรียบเทียบค่าความดูด-
กลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลาย

4.7.3.3 การทดลอง

ก. เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.25 นอร์มอล ปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติ-
เมตร ลงในกรวยแยก (separating funnel) ปริมาตร 125 ลูกบาศก์
เซนติเมตร เติมสารละลายที่ต้องการวัดลงไป

ข. เติมสารละลายไฮดรอกซีลามีน ไฮโดรคลอไรด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ
สารละลายไดไทโชน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ค. ปิดจุก เขย่าเป็นเวลา 1 นาที กิ่งให้แยกชั้น

ง. ถ่ายชั้นของคลอโรฟอร์มใส่ในเซลล์สำหรับวัด อ่านค่าความดูดกลืนแสงที่ความยาว
คลื่น 450 นาโนเมตร

4.7.3.4 สารละลายแบลนด์

ทำเช่นเดียวกับ 4.7.3.2 แต่ไม่ใส่ตัวอย่าง

จ. สารละลายมาตรฐานปรอท ชั่งเมคิวริซัลเฟตหนัก 1.4834 กรัม ละลายน้ำให้
มีปริมาตร 1 ลูกบาศก์เดซิเมตร สารละลายนี้ 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร มีปรอท 1
มิลลิกรัม

4.7.3.2 การเขียนกราฟมาตรฐาน

ดูดสารละลายมาตรฐานปรอทมา 1, 2, 3 และ 4 ลูกบาศก์เซนติเมตร ใส่น้ำในกรวย
แยกปริมาตร 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วทำตามข้อ 4.7.3.3 เขียนกราฟเปรียบเทียบค่าความดูด-
กลืนแสงกับความเข้มข้นของสารละลาย

4.7.3.3 การทดลอง

ก. เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก 0.25 นอร์มอล ปริมาตร 50 ลูกบาศก์เซนติ-
เมตร ลงในกรวยแยก (separating funnel) ปริมาตร 125 ลูกบาศก์
เซนติเมตร เติมสารละลายที่ต้องการวัดลงไป

ข. เติมสารละลายไฮดรอกซิลามีน ไฮโดรคลอไรด์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และ
สารละลายไดไทโชน 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ค. ปิดจุก เขย่าเป็นเวลา 1 นาที กิ่งให้แยกชั้น

ง. ถ่ายชั้นของคลอโรฟอร์มใสในเซลล์สำหรับวัด อ่านค่าความดูดกลืนแสงที่ความยาว
คลื่น 450 นาโนเมตร

4.7.3.4 สารละลายแบลนด์

ทำเช่นเดียวกับ 4.7.3.2 แต่ไม่ใส่ตัวอย่าง

4.7.4 การหาปริมาณแคลเซียมฟลูออไรด์⁽¹⁷⁾

4.7.4.1 เครื่องมือ

- ก. ตู้บไฟฟ้า ที่สามารถควบคุมอุณหภูมิได้ที่ 105 ± 2 องศาเซลเซียส
- ข. เบ้าแพลทินัม ขนาด 30 ถึง 40 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ค. เครื่องกวนด้วยแม่เหล็ก
- ง. เครื่องวัดความเป็นกรด-ด่าง ซึ่งประกอบด้วยแก้วและคาโลเมลอิเล็กโตรดอิ่มตัว (glass and saturated calomel electrodes)
- จ. บุเรตต์ ขนาด 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร อ่านค่าละเอียดถึง 0.01 ลูกบาศก์เซนติเมตร

4.7.4.2 สารเคมี สารละลายและวิธีเตรียม

- ก. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.19 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือความเข้มข้นร้อยละ 36 โดยน้ำหนัก
- ข. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น (1 + 3) โดยปริมาตร
- ค. สารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น (1 + 50) โดยปริมาตร
- ง. กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น ความเข้มข้นร้อยละ 46 โดยน้ำหนัก
- จ. กรดเปอร์คลอริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.54 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือความเข้มข้นร้อยละ 60 โดยน้ำหนัก
- ฉ. กรดซัลฟูริกเข้มข้น ความหนาแน่น 1.84 กรัมต่อลูกบาศก์เซนติเมตร หรือความเข้มข้นร้อยละ 96 โดยน้ำหนัก
- ช. สารละลายโพแทสเซียมไฮดรอกไซด์ ความเข้มข้นร้อยละ 30 โดยน้ำหนัก

ข. สสารละลายโพแทสเซียมไอโอดีนต์ ความเข้มข้นร้อยละ 20 โดยน้ำหนัก

ฅ. สสารละลายไตรเอทานอลามีน ความเข้มข้น (1 + 1) โดยปริมาตร

ฉ. สสารละลายมาตรฐานสังกะสี ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร

ชั่งสังกะสีบริสุทธิ์ 3.27 กรัม อ่านน้ำหนักละเอียดถึง 0.0001 กรัม ลงในปิเกตอร์ ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 20 ลูกบาศก์เซนติเมตร และกรดไนตริก (1 + 1) 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร ปิดปิเกตอร์ด้วยแผ่นกระจกแล้วนำไปตั้งบนเครื่องอังไอน้ำจนสังกะสีละลายหมด แล้วต้มให้เดือดประมาณอีก 2 ถึง 3 นาที ทำให้เย็นก่อนใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร คำนวณหาค่าตัวประกอบรวมของสสารละลายมาตรฐานสังกะสีนี้ได้จากสูตร

$$f = \frac{a \times m_0}{3.2685 \times 100}$$

เมื่อ f คือ ค่าตัวประกอบรวมของสสารละลายมาตรฐานสังกะสี
 a คือ ความบริสุทธิ์ของสังกะสี เป็นร้อยละ
 m_0 คือ น้ำหนักของสังกะสี เป็นกรัม

ฎ. สสารละลายบิฟเฟออร์ มีความเป็นกรด-ด่าง 10

ละลายฮัมโมเนียมคลอไรด์ 70 กรัมด้วยน้ำกลั่น แล้วเติมน้ำฮัมโมเนีย 570 ลูกบาศก์เซนติเมตร เจือจางด้วยน้ำกลั่นจนมีปริมาตร 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เก็บสสารละลายนี้ไว้ในขวดโพลีเอทาลีน

ฏ. สสารละลายอีรีโอโครม แบลค ที อินดิเกเตอร์

ละลายอีรีโอโครมแบลคที อินดิเกเตอร์ 0.50 กรัม และไฮดรอกซีลามีโนไฮโดรคลอไรด์ 4.5 กรัมในเอทานอล (ความเข้มข้นร้อยละ 95 โดยปริมาตร) 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ฐ. สสารละลายมาตรฐานไดโซเดียมเอทิลีนไดอะมีเตตระอะซีเตต (EDTA) ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตร ละลายไดโซเดียมเอทิลีนไดอะมีนเตตระอะซีเตต ไดไฮเดรต

18.612 กรัม ด้วยน้ำหนักสิ้นในปิแกอร์ขนาด 500 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วถ่ายยี่ไข้ววดแก้วปริมาตรขนาด 1,000 ลูกบาศก์เซนติเมตร เสิ้อจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร เก็บสำรละลายมาตรฐานน้ำไว้ในขวดแก้วโพลีเอทิลีน

ล่อบเทียบมาตรฐานโดย ใช้ปีเปตลุตสำรละลายมาตรฐานสังกะสี (ข้อ ฃ.) 25.0 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในขวดแก้วรูปกรวย ขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 150 ลูกบาศก์เซนติเมตร สำรละลายบัพเฟออร์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร และสำรละลายฮิริโครม-แบลกที่ อินดิเกเตอร์ 3 ถึง 4 หยด ตีเตรตกับสำรละลายมาตรฐานไดโอะเดียมเม อกิสันไดอะมินเตตระอะอะซีเตดที่เตรียมไว้ จนถึงจุดยุติสำรละลายจะเปลี่ยนจากสีม่วง-แดงเป็นสีน้ำเงิน คำนวณน้ำหนักของแคลเซียมฟลูออไรด์ที่สัมพันธ์กับสำรละลายมาตรฐานไดโอะเดียมเม อกิสันไดอะมินเตตระอะอะซีเตด ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซีเมตร ใน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร จากสูตร

$$m_1 = \frac{0.1003904 \times 25 \times f}{V_1}$$

เมื่อ f คือ ค่าตัวประกอบร่วมของสำรละลายมาตรฐานสังกะสีที่คำนวณได้จากข้อ ฃ.

V_1 คือ ปริมาตรของสำรละลายมาตรฐานไดโอะเดียมเม อกิสันไดอะมินเตตระอะอะซีเตดที่ใช้ในการตีเตรตเป็นลูกบาศก์เซนติเมตร

ฃ. สำรผสมแคลเซียม-โทโมทาสิน อินดิเกเตอร์

บดสำรผสมของแคลเซียม 1 กรัม โทโมทาสิน 1 กรัม และโพแทสเซียมคลอไรด์ 100 กรัม ให้เข้าเป็นเนื้อเดียวกัน

4.7.4.3 วิธีวิเคราะห์

ชั่งตัวอย่าง (ที่อบเป็นเวลาประมาณ 2 ชั่วโมงที่อุณหภูมิ 150 ± 2 องศาเซลเซียสแล้ว) 0.5 กรัม ลงในเบ้าแพลทินัม ทำให้อตัวอย่างมีความชื้นด้วยน้ำกลั่นจำนวนเล็กน้อย เติมกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร กรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร

นำไปประเหยให้แห้งบนแผ่นให้ความร้อนทำให้เป็น เติมกรดเปอร์คลอริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปตั้งบนแผ่นให้ความร้อนที่อุณหภูมิ 200 ถึง 300 องศาเซลเซียส และระเหยให้แห้งจนหมดควันกรดเปอร์คลอริก ทำให้เป็นเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก ความเข้มข้น (1 + 1) โดยปริมาตร 70 ลูกบาศก์เซนติเมตร นำไปให้ความร้อนอ่อนจนกระทั่งสารละลายหมด กรองสารละลายผ่านกระดาษกรองวัดแฉม เบอร์ 40 หรือเทียบเท่า ลงในปิเกอร์ขนาด 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร ล้างเข้าแฟล็กมี้มด้วยกรดไฮโดรคลอริกความเข้มข้น (1 + 50) โดยปริมาตร อุ่น 5 ถึง 6 ครั้ง ลงในกระดาษกรอง ทำสารละลายที่กรองได้และนำล้างให้เป็นจนถึงอุณหภูมิห้อง ถ่ายใส่ขวดแก้วปริมาตรขนาด 250 ลูกบาศก์เซนติเมตร แล้วเจือจางด้วยน้ำกลั่นจนถึงขีดปริมาตร

ใช้ปิเปตดูดสารละลายนี้ 50 ลูกบาศก์เซนติเมตร ลงในปิเกอร์ขนาด 300 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมน้ำกลั่น 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร สารละลายไตรเอทาโนลามีน 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร คนให้เข้ากัน เติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอไดรอกไซด์ประมาณ 15 ลูกบาศก์เซนติเมตร เพื่อปรับสารละลายให้มีค่าความเป็นกรด-ด่างในช่วง 12 ถึง 13 และเติมสารละลายโพแทสเซียมไอโอะไนต์ 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร เติมสารผสมแคลเซียม-โทโมทาสีน อินดิเกเตอร์ 0.05 ถึง 0.1 กรัม เขย่าให้เข้ากันแล้วติเตตรตหันทันทีกับสารละลายมาตรฐานไดโซเดียมเอทิลีนไดอะมีนไนโมโคร-บูเรตต์ จนถึงจุดยุติสารละลายจะเปลี่ยนจากสีเขียวเป็นสีม่วง

4.7.4.4 วิธีคำนวณ

$$\text{แคลเซียมฟลูออไรด์ ร้อยละโดยน้ำหนัก} = \frac{M_1 \times V_2}{m_2 \times \frac{1}{5}} \times 100 - \text{CaCO}_3 (\%) \times 0.7801$$

- เมื่อ m_1 คือ น้ำหนักของแคลเซียมฟลูออไรด์ที่สัมพันธ์กับสารละลายมาตรฐานไดโซเดียมเอทิลีนไดอะมีน ความเข้มข้น 0.05 โมลต่อลูกบาศก์เดซิเมตรใน 1 ลูกบาศก์เซนติเมตร (ข้อ 4.7.4.2 ก.)
- m_2 คือ น้ำหนักตัวอย่างส่วนที่นำมาวิเคราะห์ เป็นกรัม
- V_2 คือ ปริมาตรของสารละลายมาตรฐานไดโซเดียมเอทิลีนไดอะมีนที่ใช้ในการติเตตรต เป็นลูกบาศก์เซนติเมตร
- $\text{CaCO}_3 (\%)$ คือ ร้อยละของแคลเซียมคาร์บอเนต

4.7.5 การหาปริมาณแคลเซียมคาร์บอเนต

4.7.5.1 สสารเคมี

กรดอะซิติกเข้มข้นร้อยละ 10 เตรียมโดยเจือจางกรดอะซิติกเข้มข้นปริมาตร 10

ลูกบาศก์เซนติเมตรให้มีปริมาตร 100 ลูกบาศก์เซนติเมตร ด้วยน้ำกลั่น

4.7.5.2 เครื่องมือ

ก. ถ้วยแพลทินัม ความจุ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ข. เต้าเผา

4.7.5.3 การทดลอง

ก. ชั่งแร่ (อบที่ 105 องศาเซลเซียสอย่างน้อย 2 ชั่วโมง หนัก 1 กรัม ให้ได้น้ำหนักแน่นอนใส่ลงในถ้วยแพลทินัม)

ข. เติมกรดอะซิติกลงไป 10 ลูกบาศก์เซนติเมตร อุณหภูมิเครื่องชั่งน้ำเดือด เป็นเวลา 30 นาที

ค. ทิ้งไว้ให้เป็น กรองผ่านกระดาษกรอง (Whatman เบอร์ 40) ล้างด้วยน้ำกลั่น 70 ลูกบาศก์เซนติเมตร

ง. เอากระดาษกรองและตะกอนใส่ลงในถ้วยแพลทินัม ค่อย ๆ เผาให้กระดาษกรองไหม้ในเต้าเผาและเผาต่อไปจนถึงอุณหภูมิ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 30 นาที ทิ้งไว้ให้เป็นในเตช็เกเตอร์

จ. ชั่งหาน้ำหนัก และตะกอนที่ได้

4.7.5.4 การคำนวณ

$$\text{CaCO}_3 \text{ (ร้อยละ)} = \frac{S - B}{S} \times 100$$

เมื่อ B ถึง น้ำหนักของตะกอนที่ได้ในข้อ ก.

S กับ น้ำหนักของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์

4.7.6 การหาปริมาณซิลิกอนไดออกไซด์

4.7.6.1 เครื่องมือ

- ก. ถ้วยแพลทินัม ความจุ 30 ลูกบาศก์เซนติเมตร
- ข. เต้าเผา

4.7.6.2 การทดลอง

- ก. ทำตะกอนที่ได้ในข้อ 4.7.5.3 (จ) ให้ชื้นด้วยน้ำปริมาณเล็กน้อย เดิมกรดไฮโดรฟลูออริก 5 ลูกบาศก์เซนติเมตร ระเหยให้แห้งบนแผ่นให้ความร้อน ทำซ้ำอีกครั้งหนึ่ง
- ข. เผาตะกอนที่เหลือในเต้าเผาที่ 650 องศาเซลเซียส เป็นเวลา 5 นาที ทำให้เย็นในเดซีเคเตอร์ ینگหน้ำหมัก

4.7.6.3 การคำนวณ

$$\text{ซิลิกอนไดออกไซด์ (ร้อยละ)} = \frac{B - D}{S} \times 100$$

- เมื่อ
- B คือน้ำหนักของตะกอนที่ได้ในข้อ 4.7.5.3 (จ)
 - D คือน้ำหนักของตะกอนที่ได้ในข้อ 4.7.6.2 (ข)
 - S คือน้ำหนักของตัวอย่างที่นำมาวิเคราะห์ในข้อ 4.7.5.3 (ก)