บทที่ 3

อุปกรณ์และสารเคมีที่ใช้ในการทดลองและวิธีดำเนินการวิจัย

3.1 อุปกรณ์

1. เครื่องวัดรังสีอัลฟา
2. คอลัมน์โครมาโตรกราฟี
3. เตาให้ความร้อนแบบแผ่นพร้อมเครื่องกวนแม่เหล็ก
4. ชุดกรองโพลีซัลโฟน
5. เครื่องเหวี่ยง
6. ปั๊มดูดอากาศ
7. เครื่องชั่งอย่างละเอียดและอย่างหยาบ
8. เครื่องเซนตริฟิวจ์
9. กระดาษวัดความเป็นกรด-ด่าง
10. ไมโครไปเปต
11. กระดาษกรอง Whatman no. 42 ขนาดเส้นผ่านศูนย์กลาง เซนติเมตร
12. ที่สำหรับวางตัวอย่าง
13. ขวดใส่ตัวอย่างขนาด 1000 มิลลิลิตร
14. ชุดสกัด soxhlet extraction
15. หลอดไฟให้แสงอินฟราเรด
16. เครื่องกรองน้ำปราศจากไอออน
17. หลอดพลาสติกขนาด 10 มิลลิลิตร
18. กรวยแยกขนาด 250 และ 500 มิลลิลิตร

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

19. เครื่องแก้วต่างๆ เช่น บีกเกอร์ขนาด 2000 มิลลิลิตร กรวยกรอง ขวดวัดปริมาตร หลอดเซนตริฟิวจ์ เป็นต้น

3.2 สารเคมี

1. สารละลายตัวพาทอเรียมความเข้มข้น 150 dpm/g
2. สารละลายตัวพาเหล็ก ที่มีความเข้มข้น 5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร
3. กรดไนตริกเข้มข้น
4. สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล
5. สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 2 นอร์มอล
6. น้ำปราศจากไอออน
7. สารละลายตัวพาแคลเซียมเข้มข้น 100 มิลลิกรัม ต่อ มิลลิลิตร
8. กรดออกซาลิก
9. สารละลายกรดออกซาลิกเข้มข้น 1 % pH 3.5
10. สารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์
11. เรซิน Dowex 1x4 (100-200 mesh)
12. กรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น
13. สารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอล
14. สารละลายตัวพานีโอดีเมียม เข้มข้น 1000 ไมโครกรัมนีโอดีเมียมต่อมิลลิลิตร
15. สารละลายตัวพานีโอดีเมียม เข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร
16. สารละลาย substrate suspension neodemium fluoride (NdF_3) เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร
17. สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก เข้มข้น 48 %
18. แอลกอฮอล์
19. สารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก เข้มข้น 0.58 นอร์มอล
20. 40% Aliquat-336

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.3 การเตรียมสารละลาย

1. สารละลายตัวพานีโอดีเมียม เข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร[11]

ดูดสารละลายตัวพานีโอดีเมียม เข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตรปริมาตร 10 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนจนได้ปริมาตร 20 มิลลิลิตร

2. สารละลาย substrate suspension neodemium fluoride (NdF_3) เข้มข้น 10 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร[11]

ดูดสารละลายตัวพานีโอดีเมียม เข้มข้น 1000 ไมโครกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ใส่ลงไปในขวดพลาสติกขนาด 500 มิลลิลิตร แล้วเติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 1 นอร์มอล ปริมาตร 460 มิลลิลิตร ลงในขวดพลาสติก ปิดฝาให้แน่น แล้วเขย่าเพื่อให้เกลือละลาย หลังจากนั้นเติมสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริก เข้มข้น 48 % ปริมาตร 40 มิลลิลิตรลงไป ปิดฝาแล้วเขย่าให้สารละลายผสมกันเป็นเนื้อเดียว

3. สารละลายตัวพาเหล็ก เข้มข้น 5 มิลลิกรัมเหล็กต่อมิลลิลิตร

ชั่ง $Fe(NO_3)_3.9H_2O$ หนัก 9.02 กรัม ละลายด้วยน้ำปราศจากไอออนแล้วเทลงในขวดวัดปริมาตรขนาด 250 มิลลิลิตร แล้วเจือจางด้วยน้ำปราศจากไอออนให้มีปริมาตร 250 มิลลิลิตร

4. 40% Aliquat-336

เตรียมสารละลาย 40% Aliquat-336 ในโทลูอีน ทำการสกัดล้าง 4 ครั้ง ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 2 นอร์มอล ปริมาตรเท่ากับสารละลาย 40% Aliquat-336 หลังจากนั้นทำการสกัดล้างด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1:1 ปริมาตรเท่ากับสารละลาย 40% Aliquat-336

หมายเหตุ การสกัดล้างด้วยกรดไนตริกนั้น จะสกัดล้างเฉพาะเมื่อก่อนใช้งานเท่านั้น

3.4 การทำเรซินให้บริสุทธิ์[11]

1. ชั่งเรซิน Dowex 1 x 4 (100-200 mesh) น้ำหนักประมาณ 500 กรัม ใส่ลงใน Extraction Thimble แล้วทำการสกัดด้วยสารละลายเอทธิลอัลกอฮอล์ใน soxhlet extractor เป็นเวลา 24 ชั่วโมง แล้วเทเรซินลงในบีกเกอร์ขนาด 3 ลิตร

2. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 2 ลิตร กวนด้วยเครื่องกวนอย่างต่อเนื่องเป็นเวลา 5 นาที ปล่อยให้เรซินตกตะกอนนอนก้น แล้วรินน้ำทิ้ง ทำซ้ำขั้นตอนนี้ 3 ครั้ง

3. เติมสารละลายโซเดียมไฮดรอกไซด์ เข้มข้น 3 โมลาร์ ปริมาตร 1 ลิตร ลงในบีกเกอร์ กวนด้วยเครื่องกวนเป็นเวลา 30 นาที ปล่อยให้เรซินนอนก้น แล้วรินส่วนที่เป็นสารละลายทิ้ง

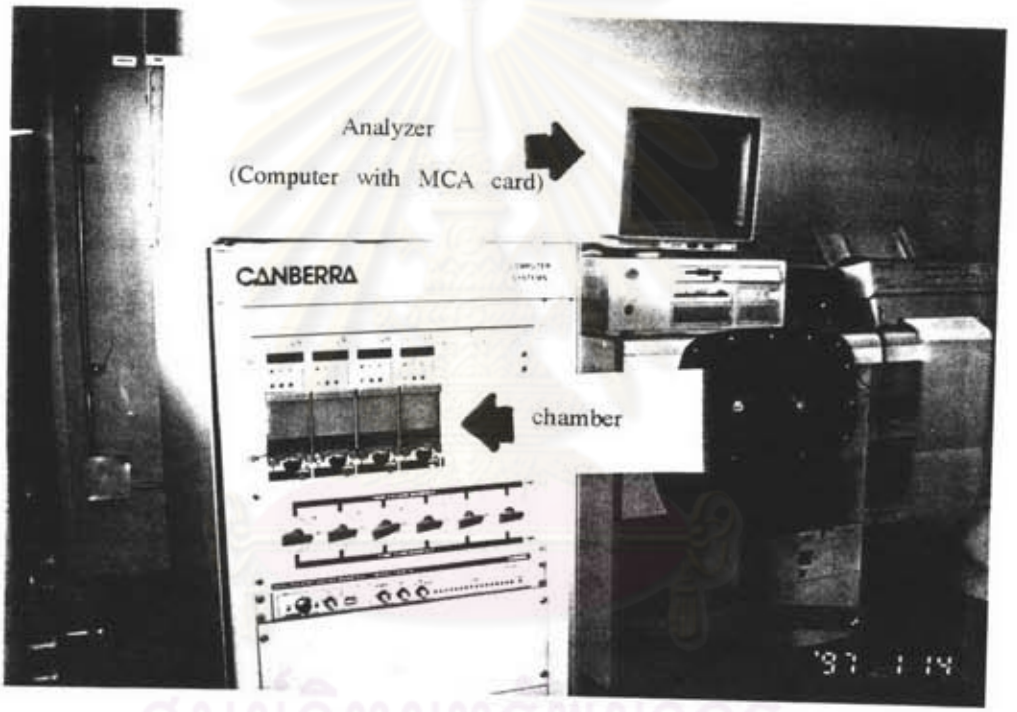
4. เติมน้ำกลั่นปริมาตร 1 ลิตร ลงในบีกเกอร์ กวนด้วยเครื่องกวนเป็นเวลา 10 นาที ปล่อยให้เรซินนอนก้น แล้วรินน้ำทิ้ง

5. เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริก เข้มข้น 1:1 ปริมาตร 2 ลิตร ลงในบีกเกอร์ กวนเป็นเวลา 30 นาที ปล่อยให้เรซินนอนก้น รินสารละลายทิ้ง

6. ล้างเรซินดังขั้นตอนที่ 2

7. เติมน้ำกลั่นลงในเรซิน แล้วเทลงในขวดโพลีเอทธิลีนเก็บไว้ใช้งานต่อไป

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

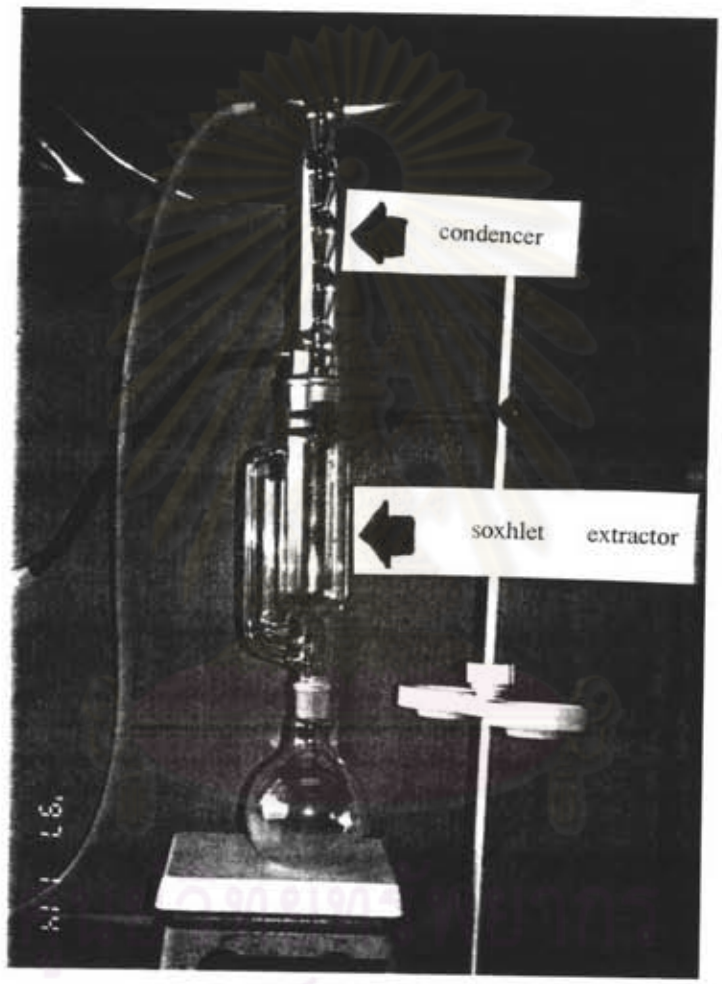


รูปที่ 3.1 ชุดเครื่องวัดรังสีอัลฟา

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.2 เครื่องเขย่าความถี่สูง (Ultrasonic bath)

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.3 ชุดสกัด soxhlet Extraction

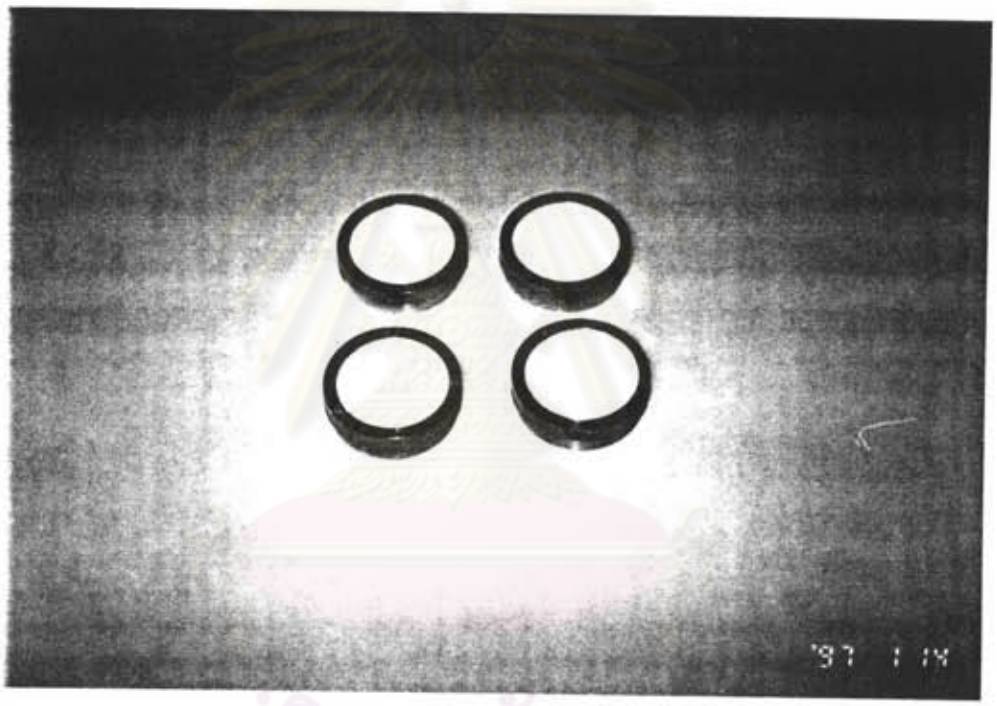
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.4 ชุดกรองโพลีซัลโฟน

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

รูปที่ 3.5 คอลัมน์โครมาโตรกราฟี

จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.6 ที่สำหรับวางตัวอย่าง

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

3.5 วิธีดำเนินการวิจัย

3.5.1. ศึกษาการแยกทอเรียมออกจากตัวอย่าง และทำให้บริสุทธิ์โดยวิธีการแลกเปลี่ยนไอออนลบ (Anion Exchange) และ วิธีการสกัดด้วยตัวทำละลาย (Solvent Extraction)

3.5.1.1. วิธีการวิเคราะห์แบบ การแลกเปลี่ยนไอออนลบ[2] (Anion Exchange) โดยการเปลี่ยนแปลงตัวชะล้าง

เก็บตัวอย่างปัสสาวะภายใน 24 ชั่วโมง แล้วทำการวิเคราะห์ดังนี้

ก. การเตรียมตัวอย่าง

(i). เติมสารละลายตัวติดตาม Th-229 ประมาณ 2 dpm ในตัวอย่างปัสสาวะทั้งหมด 8 ตัวอย่างคือ S1 , BLK1 , S2 , BLK2 , S3 , BLK3 , S4 และ BLK4

(ii). เติมกรดไนตริก 10% ของปริมาตรปัสสาวะ ระเหยสารละลายให้มีปริมาตรประมาณ 100-200 มิลลิลิตรจนไม่มีควันสีน้ำตาล

(iii). เติมน้ำปราศจากไอออน 500 มิลลิลิตร เติมแคลเซียม 100 มิลลิกรัม และเติมกรดออกซาลิก 1 กรัม คนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก

(iv). ปรับ pH ให้ได้ประมาณ 3.5 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

(v). ทิ้งให้เย็นและกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 42 ล้างตะกอนด้วยสารละลายกรดออกซาลิกเข้มข้น 1% pH 3.5

(vi). วางตะกอนและกระดาษกรองในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริก 50 มิลลิลิตร และย่อยสลายตัวอย่างด้วยการ Reflux จนกระทั่งหมดควันสีน้ำตาล

(vii). เติมน้ำปราศจากไอออน 200 มิลลิลิตร และตัวพาเหล็ก 10 มิลลิกรัม ปรับ pH ให้เป็น 8 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

(viii). ทิ้งให้เย็นและกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน

(ix). วางตะกอนและกระดาษกรองในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร และเติมกรดไนตริก ระเหยให้เกือบแห้งและไม่มีควันสีน้ำตาล

(x). ละลายกากตะกอนด้วยกรดไนตริกประมาณ 1 - 2 มิลลิลิตร และถ่ายใส่หลอดเซนตริฟิวจ์ ขนาด 90 มิลลิลิตร ด้วยน้ำปราศจากไอออน ปรับ pH ให้เท่ากับ 8 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

(xi). เซนตริฟิวจ์

(xii). ละลายตะกอนในหลอดเซนตริฟิวจ์ ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล ปริมาตร 40 มิลลิลิตร

ข. การแลกเปลี่ยนไอออนลบ

(i). เตรียม anion exchange column ด้วยการเตรียม Dowex 1x4 (100-200 mesh) resin 15 มิลลิลิตร ปรับสภาพด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ตรวจดูคอลัมน์ให้แน่ใจว่าปราศจากคลอไรด์ด้วยซิลเวอร์ไนเตรต

(ii). ผ่านตัวอย่างในขั้นตอนที่ (xii) ลงสู่คอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1 มิลลิลิตรต่อนาที

(iii). ล้างคอลัมน์ด้วย สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร

(iv). ชะล้างทอเรียมลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร กับตัวอย่างที่ 1 และ blank 1 สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 2 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร กับตัวอย่างที่ 2 และ blank 2 สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 3 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร กับตัวอย่างที่ 3 และ blank 3 และน้ำปราศจากไอออน ปริมาตร 200 มิลลิลิตร กับตัวอย่างที่ 4 และblank 4 ทิ้งเรซิน

(v). ระเหยสารตัวอย่างให้เกือบแห้ง เติมกรดไนตริกลงในกากที่เหลือ และระเหยให้แห้งอีกครั้งหนึ่ง

(vi). เปลี่ยนสารละลายให้อยู่ในรูปคลอไรด์ ด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 5 มิลลิลิตร ระเหยให้เกือบแห้ง ทำซ้ำขั้นตอนนี้อีก 2 ครั้ง

(vii). เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอล ปริมาตร 1-2 มิลลิลิตร อุ่นให้ร้อน และ ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

(viii). ถ่ายสารละลายทอเรียมลงในหลอดพลาสติกขนาด 10 มิลลิลิตร

(ix). เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอล ปริมาตร 2 มิลลิลิตร ลงในบีกเกอร์ นำไปให้ความร้อนเล็กน้อย แล้วถ่ายสารละลายลงในหลอดพลาสติก ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง เขย่าสารละลายให้เข้ากัน

(x). นำไปทำต่อในกระบวนการ microprecipitation

(xi). นำตัวอย่างที่ได้ไปวัดรังสีแอลฟา ด้วยเครื่องแอลฟาสเปกโตรเมตรี

3.5.1.2. วิธีการวิเคราะห์แบบ Solvent extraction

ก. การเตรียมตัวอย่าง

(i). เตรียมตัวอย่างเช่นเดียวกับการเตรียมตัวอย่าง ข้อ i - vi ในข้อ ก หัวข้อ 3.5.1.1

(ii). เปลี่ยนให้อยู่ในรูปของคลอไรด์

(iii). เติมน้ำปราศจากไอออน 500 มิลลิลิตร เติมกรดออกซาลิก 1 กรัม คนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก

(iv). ทำซ้ำ 3 ครั้ง ในขั้นตอนที่ iv - vi ในหัวข้อ ก. หัวข้อ 3.5.1.1

(v). เติมสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1:1 ปริมาตร 100 มิลลิลิตร ให้ความร้อนเล็กน้อยเพื่อละลายเกลือแคลเซียม

(vi). ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง แล้วนำไปทำต่อในกระบวนการสกัดด้วยตัวทำละลาย

ข. การสกัดด้วยตัวทำละลาย

(i). เติม aliquat-336 ที่ทำการสกัดล้างแล้ว ปริมาตร 50 มิลลิลิตร ลงในกรวยแยกขนาด 250 มิลลิลิตร 2 อัน

(ii). ใส่ตัวอย่างลงในกรวยแรก แล้วล้างบีกเกอร์ด้วย สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1:1 หรือ สารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล แล้วเติมน้ำล้างลงในกรวยแรก

(iii). เขย่ากรวยแยก 5 นาที ทิ้งให้แยกชั้น ไขส่วนล่าง (ชั้นน้ำ) ลงในกรวยแยกที่สอง เก็บชั้นอินทรีย์เอาไว้

(iv). เขย่ากรวยแยกที่สอง 5 นาที ทิ้งให้แยกชั้น ไขส่วนล่างลงในบีกเกอร์เพื่อสามารถนำไปวิเคราะห์หาเรเดียมต่อได้

(v). รวมชั้นสารอินทรีย์จากกรวยที่ 2 ลงในในกรวยแยกอันแรก

(vi). ล้างชั้นสารอินทรีย์ ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 1:1 ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เขย่าเป็นเวลา 5 นาที ไขส่วนล่างเอาไว้หาปริมาณเรเดียม

(vii). สกัดทอเรียมที่อยู่ในชั้นสารอินทรีย์ ด้วยกรดไฮโดรคลอลริก ปริมาตร 50 มิลลิลิตร เขย่า 5 นาที ทิ้งให้แยกชั้นไขชั้นน้ำลงในกรวยแยกที่ว่าง

(viii). ทำขั้นตอนที่ vii ซ้ำ เก็บทอเรียมที่อยู่ในชั้นน้ำ ทิ้งชั้นสารอินทรีย์

(ix). เติมไอโซโปรปิลอีเธอร์ปริมาตร 25 มิลลิลิตร ลงในตัวอย่าง เขย่า 3 นาที ขั้นตอนนี้ต้องลดความดันบ่อยๆ และห้ามสูบบุหรี่หรือมีเปลวไฟขณะใช้ไอโซ-โปรปิลอีเธอร์

(x). เติมโทลูอีนลงในกรวยแยก ปริมาตร 25 มิลลิลิตร เขย่า 3 นาที

(xi). ทิ้งให้แยกชั้นถ่ายส่วนที่เป็นชั้นน้ำ ลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ทิ้งชั้นสารอินทรีย์

(xii). ให้ความร้อนแก่สารละลายทีละน้อยเพื่อไล่สารอินทรีย์

(xiii). ลดปริมาตรให้เหลือประมาณ 10 มิลลิลิตร แล้วเติมกรดไนตริก 10 มิลลิลิตร เพื่อย่อยสลายสารอินทรีย์ออกให้หมด

(xiv). เปลี่ยนให้อยู่ในรูปคลอไรด์ด้วยกรดไฮโดรคลอริกปริมาตร 5 มิลลิลิตร ลดปริมาตรให้เกือบแห้ง ทำขั้นตอนนี้ 3 ครั้ง

(xv). เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอลปริมาตร 1-2 มิลลิลิตร อุ่นให้ร้อน และ ทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

(xvi). นำไปวิเคราะห์ต่อภายใต้หัวข้อ microprecipitation

3.5.1.3. <u>วิธีการวิเคราะห์ปริมาณทอเรียมในปัสสาวะ</u>

เก็บตัวอย่างปัสสาวะภายใน 24 ชั่วโมง โดยเก็บตัวอย่างปัสสาวะกับกลุ่มคน 2 กลุ่ม คือ กลุ่มคนทั่วไป และ กลุ่มคนที่ทำงานเกี่ยวข้องกับกระบวนการสกัดแร่โมนาไซต์ โดยคนหนึ่งคนเก็บตัวอย่างปัสสาวะจำนวน 3 ครั้ง ตัวอย่างปัสสาวะแต่ละครั้งนำมาทำการวิเคราะห์ดังนี้

ก. การเตรียมตัวอย่าง

(i). เติมสารละลายตัวติดตาม Th-229 ประมาณ 2 dpm ในตัวอย่างปัสสาวะ

(ii). เติมกรดไนตริก 10% ของปริมาตรปัสสาวะ ย่อยสลายสารละลายให้มีปริมาณเล็กน้อยจนไม่มีควันสีน้ำตาล หากไม่หมดควันสีน้ำตาลให้เติมกรดไนตริกซ้ำอีก 100 มิลลิลิตร

(iii). เติมน้ำปราศจากไอออน 500 มิลลิลิตร เติมสารละลายแคลเซียม 100 มิลลิกรัม และเติมกรดออกซาลิก 1 กรัม คนด้วยแท่งคนแม่เหล็ก

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย

(iv). ปรับ pH ให้ได้ประมาณ 3.5 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

(v). ทิ้งให้เย็นและกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 42 ล้างตะกอนด้วยสารละลายกรดออกซาลิกเข้มข้น 1% pH 3.5

(vi). วางตะกอนและกระดาษกรองในบีกเกอร์ขนาด 400 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกประมาณ 50 มิลลิลิตร ย่อยสลายโดยการ Reflux จนไม่มีควันสีน้ำตาล

(vii). เติมน้ำปราศจากไอออน 200 มิลลิลิตร และตัวพาเหล็ก 10 มิลลิกรัม ปรับ pH ให้เป็น 8 ด้วยแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ ทิ้งให้เย็นและกรองด้วยกระดาษกรอง Whatman 42 ล้างตะกอนด้วยน้ำปราศจากไอออน

(viii). วางตะกอนและกระดาษกรองในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร เติมกรดไนตริกประมาณ 50 มิลลิลิตร ย่อยสลายโดยการ Reflux จนไม่มีควันสีน้ำตาล

(ix). ละลายกากตะกอนด้วยกรดไนตริกประมาณ 1 - 2 มิลลิลิตร และถ่ายใส่หลอดเซนตริฟิวจ์ขนาด 90 มิลลิลิตร ล้างส่วนที่เหลือในบีกเกอร์ด้วยน้ำปราศจากไอออน ถ่ายใส่หลอดเซนตริฟิวจ์เดิม ปรับ pH ให้เท่ากับ 8 ด้วย แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์

(x). เซนตริฟิวจ์

(xi). ละลายตะกอนในหลอดเซนตริฟิวจ์ ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล ปริมาตร 40 มิลลิลิตร

ข. การวิเคราะห์ตัวอย่าง

(i). เตรียม anion exchange column ด้วยการเตรียม Dowex 1x4 (100-200 mesh) resin ที่ล้างเรียบร้อยแล้วปริมาตร 15 มิลลิลิตร ปรับสภาพด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร ตรวจดู column ให้แน่ใจว่าปราศจากคลอไรด์ด้วยซิลเวอร์ไนเตรต

(ii). ผ่านตัวอย่างในขั้นตอนที่ xi ในข้อ ก หัวข้อ 3.5.1.3 ลงสู่คอลัมน์ด้วยอัตราเร็ว 1 มิลลิลิตรต่อนาที

(iii). ล้างคอลัมน์ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 8 นอร์มอล ปริมาตร 200 มิลลิลิตร

(iv). ชะล้างทอเรียมลงในบีกเกอร์ขนาด 250 มิลลิลิตร ด้วยสารละลายกรดไนตริกเข้มข้น 2 นอร์มอล ทิ้งเรซิน

(v). ระเหยสารตัวอย่างให้เกือบแห้ง เติมกรดไนตริกลงในกากปริมาตรเล็กน้อย และระเหยให้แห้งอีกครั้งหนึ่ง

(vi). ทำสารละลายให้อยู่ในรูปคลอไรด์ด้วยการเติมกรดไฮโดรคลอริก ปริมาตร 5 มิลลิลิตร ระเหยให้เกือบแห้ง ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง

(vii). เติมสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอล ปริมาตร 1-2 มิลลิลิตร อุ่นให้ร้อน และทิ้งให้เย็นที่อุณหภูมิห้อง

(viii). ถ่ายสารละลายทอเรียมลงในหลอดพลาสติกขนาด 10 มิลลิลิตร

(ix). ล้างบีกเกอร์ด้วยสารละลายกรดไฮโดรคลอริกเข้มข้น 1 นอร์มอลปริมาตร 1-2 มิลลิลิตร นำไปให้ความร้อนเล็กน้อย แล้วถ่ายสารละลายลงในหลอดพลาสติก ทำซ้ำอีก 2 ครั้ง เขย่าสารละลายให้เข้ากัน

(x). นำไปทำต่อในกระบวนการ microprecipitation

ค. Microprecipitation

(i). เติมสารละลายตัวพานีโอดีเมียมเข้มข้น 0.5 มิลลิกรัมต่อมิลลิลิตร ปริมาตร 100 ไมโครลิตร ด้วย eppendorf micro pipette เขย่าให้สารละลายผสมกัน

(ii). เติมกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 48% 10 หยด (0.5ml) เขย่าให้เข้ากันดี

(iii). แช่หลอดพลาสติกในอ่างน้ำแข็งและนำไปแช่ตู้เย็นอย่างน้อย 30 นาที เพื่อให้ตกตะกอนอย่างสมบูรณ์

(iv). ใส่ชุดกรองโพลีซัลโฟนใน vaccuum flask ขนาด 250 มิลลิลิตร วาง stainless steel screen ไว้บนชุดกรอง

(v). วางกระดาษกรองลงบน stainless steel screen

(vi). ทำให้กระดาษกรองชุ่มด้วย 100 % ethyl alcohol เปิดเครื่องดูดความดัน

(vii). สวม filter chimney ให้ติดแน่นกับก้านของกรวยกรอง เพื่อป้องกันการรั่วของสารละลาย

(viii). ล้างกระดาษกรองด้วย 100 % ethyl alcohol ตามด้วย filterated deionized water

(ix). ดูดสารละลาย neodemium substrate solution ด้วย plastic pipette 10 มิลลิลิตร

(x). เติม 5 มิลลิลิตร neodemium substrate solution ลงด้านข้างของ filter chimney รอให้สารละลายแห้ง อย่างน้อย 15 วินาที

(xi). ทำซ้ำ ขั้นตอนที่ (x) ด้วย neodemium substrate solution ที่เหลือ

(xii). วางตัวอย่างที่อยู่ในหลอดพลาสติกลงในบีกเกอร์ขนาด 150 มิลลิลิตร ที่มีน้ำ 25 มิลลิลิตร วางลงบนเครื่องเขย่าความถี่สูงที่มีน้ำลึก 2.54 เซนติเมตร

(xiii). ทำการเขย่าด้วยเครื่องเขย่าความถี่สูงเป็นเวลา 1 นาที

(xiv). เทตัวอย่างลงด้านข้างของ filter chimney และทำการดูดสารละลายให้แห้ง

(xv). ล้างหลอดด้วยสารละลายกรดไฮโดรฟลูออริกเข้มข้น 0.58 นอร์มอล ประมาณ 2 มิลลิลิตร และทำการเขย่าด้วยเครื่องเขย่าความถี่สูง แล้วเทลงด้านข้างของ filter chimney

(xvi). ทำซ้ำขั้นตอนที่ (xv)

(xvii). ล้างหลอดด้วย filterated deionized water ประมาณ 2 มิลลิลิตร และทำการเขย่าด้วยเครื่องเขย่าความถี่สูง แล้วเทลงด้านข้างของ filter chimney

(xviii). ทำซ้ำขั้นตอนที่ (xvii)

(xix). ล้างหลอดด้วย 80% ethyl alcohol ประมาณ 2 มิลลิลิตร และทำการเขย่าด้วยเครื่องเขย่าความถี่สูง เทลงด้านข้างของ filter chimney

(xx). ทำซ้ำขั้นตอนที่ (xix)

(xxi). ล้างหยดของสารละลายบางหยดที่ยังคงเหลืออยู่ที่ด้านข้างของ chimney ลงบนกระดาษกรองด้วย 80% ethyl alcohol

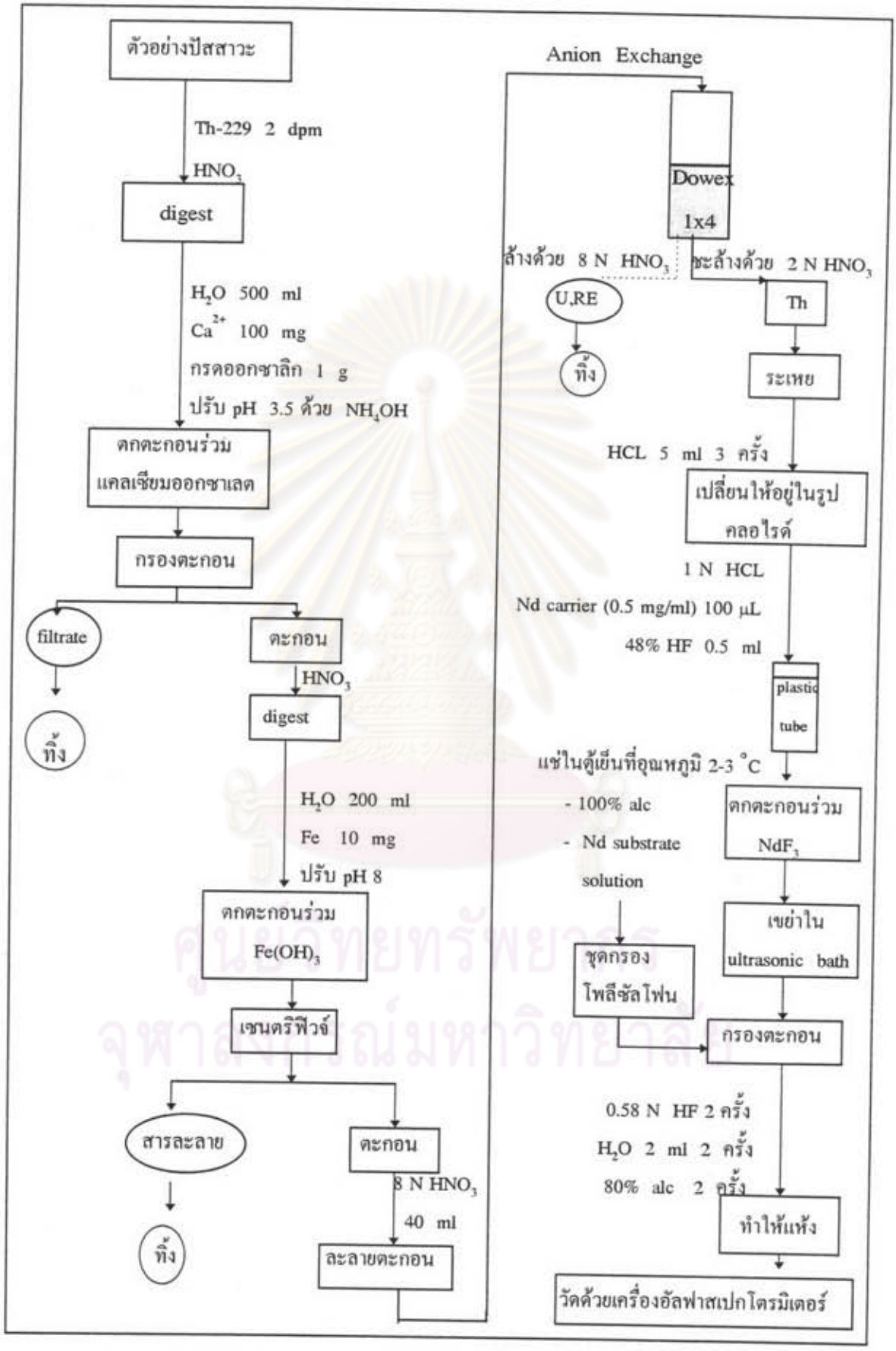
(xxii). ถอด filter chimney ออกจากก้านกรวยกรองโดยที่ยังไม่ปิดเครื่องดูดอากาศ

(xxiii). ปิดเครื่องดูดอากาศเอากระดาษกรองออกจาก stainless steel screen

(xxiv). นำกระดาษกรองวางบนที่วางตัวอย่าง และไปทำให้แห้งภายใต้แสงอินฟราเรดโดยวางห่างจากแสงอินฟราเรดประมาณ 10 เซนติเมตร เป็นเวลา 10 นาที จากนั้นจึงนำไปวัดด้วยเครื่องอัลฟาสเปกโตรมิเตอร์

(xxv). วัดด้วยเครื่องอัลฟาสเปกโตรมิเตอร์

ศูนย์วิทยทรัพยากร
จุฬาลงกรณ์มหาวิทยาลัย



รูปที่ 3.7 แผนภาพแสดงการวิเคราะห์ปริมาณทอเรียมในปัสสาวะ