

4.1 การเก็บและการเตรียมตัวอย่าง

4.1.1 ดิน

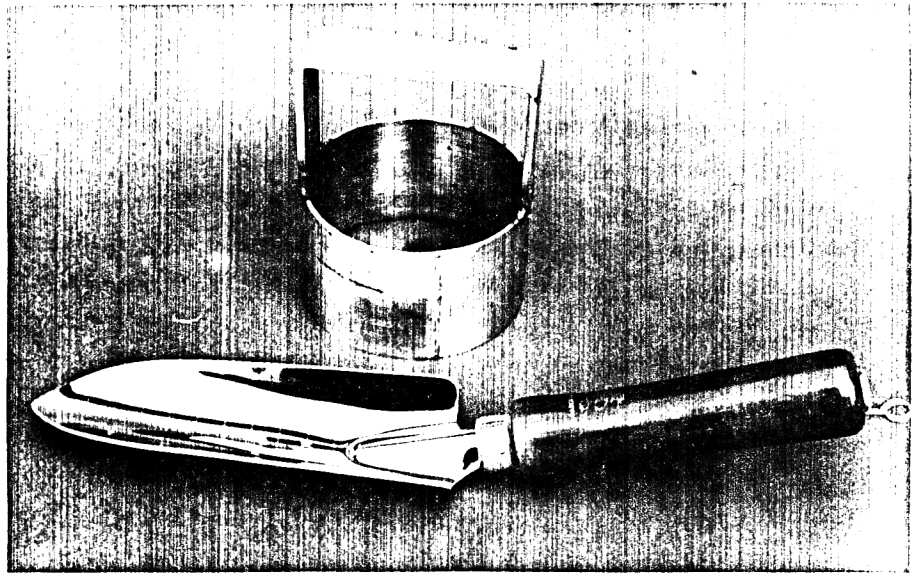
เก็บจากพื้นดินที่อยู่ในอาณาบริเวณที่ได้รับจากพื้นที่ของจังหวัดต่าง ๆ ในเขตภาคกลาง ลงบดลงในรูปที่ 4.1.1.1 โดยชุดดินขนาดกว้าง 9 นิ้ว ยาว 9 นิ้ว และลึก 2 นิ้ว^(27, 31) ในถุงพลาสติก เครื่องมือที่ใช้ในการสุ่มดินแห้งแล้งลงในรูปที่ 4.1.1.2 นำดินที่เก็บมาตากแดดให้แห้ง บดให้ละเอียด คัดหินที่มีขนาดระหว่าง 140-325 เมช⁽³²⁾ ลงให้แห้งที่อุณหภูมิห้อง 110 °C แล้วเก็บใส่ถุงพลาสติกไว้รอทำการวิเคราะห์ต่อไป

น้ำหนักที่เตรียมไว้ 1 กรัมใส่ถ้วยทองคำขาวขนาด 50 มิลลิตร เติมตัวตัดตา: พิวโทเนียม - 24% ลงไปประมาณ 10 dpn เติมน้ำยาเบรียม 2 มิลลิตร กรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิตร กรดทังสเตน 49% 3 มิลลิตร นำไประเหยให้แห้งอย่างช้า ๆ บนเตาไฟฟ้า⁽³³⁾ แล้วทำตามวิธีในข้อ 4.2 ต่อไป

4.1.2 อากาศ

ทำการดูดอากาศที่ศึกษาปริมาณของปรอทเพื่อเก็บที่ 5 โดยดูดอากาศผ่านกระดุมกรองชนิดใยแก้วด้วยเครื่องดูดอากาศชนิด high volume เป็นปริมาณประมาณ 40 ลิบ. เม. ของอากาศ ทำการเก็บตัวอย่างที่ระยะเวลา 2 ครั้งในแง่เดือนกรกฎาคม ถึงเดือนพฤศจิกายน พ.ศ. 2524 เก็บกระดุมกรองไว้ไว้ในถุงพลาสติกเพื่อรอทำการวิเคราะห์ต่อไป

นำกระดุมกรองที่ดูดอากาศแล้วใส่ถ้วยทองคำขาวขนาด 50 มิลลิตร เติมตัวตัดตามพิวโทเนียม - 24% ลงไปประมาณ 10 dpn เติมน้ำยาเบรียม 2 มิลลิตร กรด



รูปที่ 4.1.1.2 เครื่องมือที่ใช้ชุดตัวอย่างดิน

ไนตริกแอมโมเนีย 5 มิลลิกรัม กรดกำมะถัน 48% 3 มิลลิกรัม ปรอทประกอบให้แห้งอย่างช้า ๆ บน เตาไฟฟ้า แล้วกลั่นตามวิธีในข้อ 4.1.2 ต่อไป

4.1.3 น้ำ

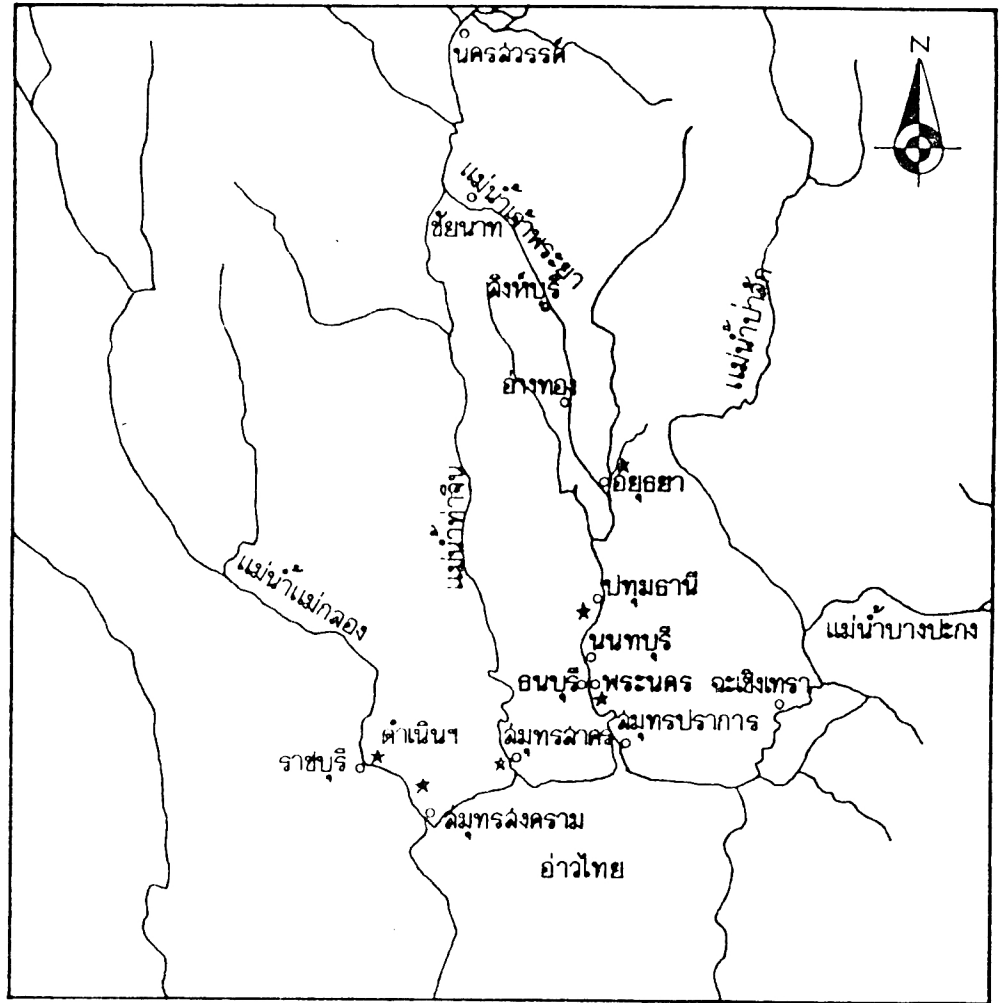
เก็บจากแม่น้ำสายต่าง ๆ ที่มีไนเตรตคลอไรด์และบรอมไคในเขตภาค กลางตามจุดต่าง ๆ เก็บและจัดไว้ในรูปที่ 4.1.3.1 โดย เก็บน้ำให้ปริมาณประมาณ 20 ลิตร ใส่ถังน้ำพลาสติกขนาด 5 ลิตร จำนวน 4 ใบ ทำให้มีโซลูชันเป็นกรดด้วยการเติมกรดไนตริก แอมโมเนียประมาณ 15 มิลลิกรัมต่อลิตร เพื่อทำให้โซลูชันรวมตัวเป็นโพธิโอไดรอกไซด์ หรือตัดเมฆกรดอันตรายจากการเก็บไว้เพื่อรอการวิเคราะห์

น้ำ 20 ลิตรใส่รวมกันในถังน้ำพลาสติก เก็บแล้วติดตามอุณหภูมิ -242 °C ไป ประมาณ 20 dpi เติมตัวรบกวน (III) 1 มิลลิกรัม คนให้เข้ากันให้ทั่ว เติมน้ำละลายจาก ถังตัวละลายที่มีโพธิโอไดรอกไซด์ลงไปเพื่อให้เหล็กและโซลูชันแยกตะกอนรวมกันลงมากในเหล็ก (III) โพธิโอไดรอกไซด์⁽³⁴⁾ ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนแล้วกรอง กิ่งส่วนที่เป็นน้ำ เก็บตะกอนไว้ ทาตามวิธีในข้อ 4.1.2 ต่อไป

4.2 การวิเคราะห์แยกโพธิโอไดรอกไซด์ในตัวอย่างดินและอากาศโดยวิธีการสกัด (34, 35, 36, 37)

4.2.1 เติมน้ำทะเลเชื่อมฟลูออไรด์ 3 กรัมลงในถ้วยทองคำขาวที่ผ่านขั้นตอนตาม วิธีในข้อ 4.1.1 หรือ 4.1.2 แล้วนำไปหลอมในเตาของสารเผาชนิดความร้อนสูง แล้วนำ ไปให้เย็น

4.2.2 เติมน้ำเชื่อมฟลูออไรด์ 55 มิลลิกรัม เพื่อละลายแก้วของโพแทสเซียม ฟลูออไรด์ เมื่อประกอบไฮโดรอกไซด์และซิลิโคนเตตราฟลูออไรด์ (SiF₄) และน้ำบน เตา ไฟฟ้า แล้วนำไปประหมอบบนเบงวาไฟจนกระทั่งครึ่งของสารฟลูออไรด์ออกไซด์ (SO₃) ระเหย และนำแก้วลงลงในถ้วยทองคำขาวมีสีกรมที่ยันค้ำไว้



มาตราส่วน 1:2,500,000

รูปที่ ๒.๑.๑.๑ บริเวณที่เก็บตัวอย่างน้ำ

4.2.3. ผสมแอนไฮดรัสไฮไดรซัลเฟต 2 กรัม เพื่อความร้อนของเปลวเตาเผา ยืนยันเพื่อให้ผลตกตะกอนภายใต้ของเหลวใสสีแดงแก่ของไฮโรซัลเฟต (pyrosulphate fusion) ระหว่างทำให้เย็น เทให้จบอย่างช้า ๆ เพื่อให้ได้ตะกอนกระจายในถ้วยทองกวาว แล้วทำให้เย็นทิ้งสักครู่โดยแตะกันด้วยของสีขาวลงในน้ำเย็นเพื่อให้แยกตัวจากกระบวนการนำออกมา ปล่อยให้เย็น

4.2.4. นำกากที่ได้ให้เหลอสำหรับแห้งบนตะกอนขนาด 50 มิลลิกรัม แล้วละลายด้วยสารละลายของน้ำ 35 มิลลิกรัม และกรดเกลือเข้มข้น 5 มิลลิกรัมที่ร้อน อยู่ในอ่างน้ำร้อน (water bath) ทำให้เย็น นำเข้าเครื่องกรองแยกตะกอน 30 นาทีเพื่อแยกตะกอนแบบ เรียมฟอสเฟตซึ่งมีธาตุพวกเรเดียม ทอเรียม ทังสเตียม พลูโทเนียม อะเมริเชียม แคริปทอนเรียม ฯลฯ และพวกเรธา วิธักโปเนียมอยู่ เก็บตะกอนและทั้งส่วนที่เป็นน้ำ ซึ่งประกอบด้วย ธาตุ บิสฟัก โพรเรียม แลนทา นูเรเนียม (แก๊สยูเรเนียม, UO_2^{2+}) ปั่นออกมา (หรือเก็บส่วนนี้ไว้ทำต่อการศึกษาวิเคราะห์ปริมาณยูเรเนียม)

4.2.5. ละลายตะกอนแบบ เรียมฟอสเฟตด้วยกรดเปอร์คลอริก 70% 20 มิลลิกรัม อยู่ในอ่างน้ำร้อน ปล่อยให้แห้งไว้ให้เย็นในอากาศ 1 นาที เพื่อป้องกันการแตกเพราะการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิที่กะทันหัน แล้วทำให้เย็นถึงอุณหภูมิห้องด้วยน้ำ เติมน้ำกลั่นให้เต็มในไซโคร 250 มิลลิกรัมลงในสารละลายกรดเปอร์คลอริกที่เย็น คนให้ทั่ว

4.2.6. เติมน้ำละลายกรดเปอร์คลอริกลงในกรวยแยกขนาด 100 มิลลิกรัม ซึ่งมีสารละลาย HClO₄ 15% 15 มิลลิกรัมบรรจุอยู่ นำกาก สำหรับแห้งแยกตะกอนด้วยกรด เปอร์คลอริก 70% 10 มิลลิกรัม โดยแบ่ง ไม้เป็น 3 ส่วน (เพื่อล้างเอาทังโทเนียมและธาตุกัมมันตรังสีอื่น ๆ ออกจากไม้มากที่สุดที่จะทำได้) แล้วตรวจสอบกันในกรวยแยก

4.2.7. เติมน้ำด้วยเครื่องเขย่าไฟฟ้า 1 ชั่วโมง ปล่อยให้แห้ง 3-4 นาทีเพื่อให้สารละลายทั้งของผลตกแยกชั้นกับ ชั้นสารละลายอนินทรีย์ (aqueous layer) ส่วนล่างซึ่งมี

แบบรับม เเรเดียม 5 มิลลิกรัม และส่วนที่ไม่ละลายแล้วค้างในของสารอินทรีย์ (organic layer) 2 ครั้งด้วยกรดเปอร์คลอริก 70% 5 มิลลิกรัม ซึ่งมีโพแทสเซียมไนเตรท 50 มิลลิกรัมผสมอยู่ เขย่า 10 นาที ป้อนยี่ห้อยกขึ้นแล้วทิ้งส่วนของสารละลายของโลหะที่มีเบเรียม เเรเดียม และเกลือของธาตุต่าง ๆ ปนอยู่

4.2.8. ปริมาณผสมของกรดไนตริกและไฮโดรเจนไนเตรท (กรดไนตริกเข้มข้น 1 มิลลิลิตร กรดไฮโดรเจน ไนเตรท 10 มิลลิลิตร และไฮโดรเจนไนเตรท 25% 2 มิลลิลิตร) กรดไนตริก (nitrous acid, HNO_2) ซึ่งเกิดจากวิธีป้องกันไม่ให้เกิดพลูโทเนียม (III), พลูโทเนียม (VI) และป้องกันการจับพลูโทเนียม (III) และพลูโทเนียม (VI) ของกรดไนตริก 4 โมลาร์) เขย่า 10 นาทีเพื่อจับธาตุพวกแลนทาไนด์ (lanthanides) และแอกทิไนด์ (actinides) ที่วาเลนซ์ +3 จากสารอินทรีย์ ทั้งไว้ 3 นาทีเพื่อให้แยกชั้น แล้วทิ้งส่วนของน้ำที่ค้างซึ่งมีธาตุอะเมริเชียม คูริแอม และ เทกทอนีเดียม และแกดอลิมัม ปนอยู่ (หรือนำไปวิเคราะห์หาธาตุแอกทิไนด์ +3 ต่อไป)

4.2.9. ค้างชั้นของสารอินทรีย์ด้วยกรดไนตริก 4 โมลาร์ 11 มิลลิลิตร ทำการสกัดแล้วทิ้งชั้นของกรด

4.2.10. ปริมาณกรดไนตริก 4 โมลาร์ 10 มิลลิลิตร และไฮโดรเจนไนเตรท 5.3 โมลาร์ 2 มิลลิลิตรลงในกรวยแยก เขย่า 5 นาทีเพื่อทำลายกรดไนตริกส่วนที่เหลือเล็กน้อย เพื่อป้องกันไม่ให้เกิดไนเตรทไปออกซิไดซ์ตัว ออกออกซิเดชันในเตาของพลูโทเนียม (plutonium reductant) แล้วเติม DSHQ 0.2 โมลาร์ 5 มิลลิลิตร ลงไปโดยไม่แยกชั้นของสารละลายในกรวยทิ้งไว้ เขย่าให้เข้ากัน ตั้งทิ้งไว้ 2 นาที เพื่อออกออกซิเดชันในเตาของพลูโทเนียมในชั้นของสารอินทรีย์ให้เป็น +3 เขย่า 30 นาที ที่ช่องพลูโทเนียม (strip) จากชั้นของสารอินทรีย์มาอยู่ในชั้นของกรด แล้วตั้งทิ้งไว้ 2 นาทีเพื่อให้สารละลายทั้งสองชนิดแยกชั้นกัน เทส่วนของกรดซึ่งมีพลูโทเนียมและ H^{4+} อยู่ ลงในกรวยแยกขนาด 100 มิลลิลิตรอีกใบหนึ่งซึ่งภายในมี HDEHP 15% 15 มิลลิลิตรบรรจุอยู่

4.2.11 เติมนครดาในตริก 4 โนมลาร์ 10 มิลลิเมตร และไฮดราซีนในเตรท 5.3 โนมลาร์ 1 มิลลิเมตร ลงในกรวยแยกซึ่งมีฟลูโอโรเพนออกไซด์ที่เหลือน้อยร่วมกับกรดต่าง ๆ แล้วทำการสกัดฟลูโอโรเพนออกไซด์อีก 30 นาที เกษันของสารละลายกรดที่มีฟลูโอโรเพนรวมกับสารละลายกรดต่อเติมในกรวยแยกใบที่สอง

4.2.12 เติมนครดาในตริกที่ล่องประมาณ 3 นาทีเพื่อสกัดเอาทอริยม เพปทูเนียม และโพแทสเซียม ปริมาณน้อย ๆ ที่ปนมากับ 2-ethyl-1-hexanol ที่ใช้ ละลาย DBHQ ที่เก็บไว้ในชั้นของสารอินทรีย์ แล้วเติม DBHQ 0.2 โนมลาร์ 5 มิลลิเมตร โดยไม่ทิ้งส่วนของสารละลายทั้งสองชนิด ตั้งทิ้งไว้ 2 นาที แล้วเขย่า 5 นาทีเพื่อคัดออกซิเดชันสีแตกของฟลูโอโรเพนและสับฟลูโอโรเพนส่วนในรูปฟลูโอโรเพนกลับในชั้นของสารอินทรีย์ ตั้งทิ้งไว้ 4-5 นาที เพื่อให้สารละลายแยกชั้น และเป็นการลดการเปราะเปื้อนฟอสเฟตให้น้อยลง เกษันของสารละลายกรดในตริกในปั๊มเกอร์ขนาด 100 มิลลิเมตร

4.2.13 เติมนครดาในตริก 4 โนมลาร์ 10 มิลลิเมตร และไฮดราซีนในเตรท 5.3 โนมลาร์ 1 มิลลิเมตร ลงในกรวยแยก เขย่าอีก 5 นาทีเพื่อสกัดเอาฟลูโอโรเพนออกจากชั้นของสารอินทรีย์ให้ได้อย่างสมบูรณ์ ตั้งทิ้งไว้ให้แยกชั้น 5 นาที แล้วเทสารละลายกรดในชั้นล่างร่วมกับสารละลายกรดในปั๊มเกอร์

4.2.14 เติมนครดาเปอร์คลอริก 70% 1 มิลลิเมตร และสารละลายโซเดียมไนเตรด 20% 1 มิลลิเมตร ลงในปั๊มเกอร์ ปิดด้วยกระจกหน้าทึบ นำไปประเหบนเตาไฟฟ้าจนสารละลายในปั๊มเกอร์เกือบจะระเหยแห้งเหลือ 10 มิลลิเมตร

4.2.15 เติมนครดา กรือ 1:1 1 หยดเพื่อให้ดอกซีไดซีไฮดราซีนอย่างสมบูรณ์ จนได้สารละลายที่มีสีเหลืองของกรดกัดทอง (gold solution) เติมนครดา กรือ 1:1 อีก 2-3 หยด แล้วเติมนครดา กรือ เข้มข้น 5 มิลลิเมตร เติมนครดา กรือ เข้มข้น 5 มิลลิเมตร เพื่อป้องกันไม่ให้ก๊าซละลายตัว ออก นำไปประเหบนเตาจนกระทั่งสารอินทรีย์ถูกออกซิไดส์ในปั๊ม เติมนครดาเปอร์คลอริกที่กลับ (reflux)

จากกระจกนาฬิกา จนกระทั่งเกิดควันสีขาวในปดเกอร์

4.2.16 เปิดกระจกนาฬิกาออก แล้วให้ความร้อนต่อจนกระทั่งกรดเปอร์คลอริก ระเหยหมด ให้ความร้อนต่อไปอีกจนกระทั่งกรดซัลฟูริกระเหย และเกิดการละลายตัวของ พลูโทเนียมโดยความร้อน ทำให้พลูโทเนียม (VI) เป็นพลูโทเนียม (IV) ทำให้เป็นที่อุดมกัมมิ ห้อง จะได้โซเดียมไบซัลเฟตเค้ก (NaHSO_4 cake)

4.2.17 ละลายเค้กด้วยน้ำ 2 มิลลิลิตร เติมกรดเกลือเข้มข้น 5 หยด เติม ไฮดรอกซีไฮโดรคลอไรด์ 25% 2 หยด แล้วปิดด้วยกระจกนาฬิกา นำไประเหยบนเตาไฟฟ้า จนแน่ใจว่าเค้กละลายหมดและเกิดริตักขึ้นของฟอสเฟต และแตกตัวด้วยน้ำ แล้วเติมน้ำ ละลายต่าง EDTA 0.05 โมลาร์ 6 มิลลิลิตร

4.2.18 เติมตัวพาซีเรียม (III) 0.01 มิลลิลิตร เติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์ 5 หยด ต้มให้เดือด 2 นาที แล้วเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โมลาร์อีก 2 มิลลิลิตร ต้มให้เดือดต่ออีก 10 นาที ทำให้เป็นด้วยน้ำเย็น แช่ทิ้งไว้ 1 ชั่วโมงเพื่อให้แน่ใจว่าตะกอน ของซีเรียมไฮดรอกไซด์ ($\text{Ce}(\text{OH})_3$) ตกตะกอนโดยสมบูรณ์และได้ตะกอนที่ละเอียด

4.2.19 กรองตะกอนซีเรียมไฮดรอกไซด์ผ่านกระดาษกรองชนิดเมมเบรน ที่อุดรู ของเมมเบรนด้วย substrate suspension ด้วยอัตราการใช้ 1 หยดต่อวินาที โดยใช้ กรวยกรองชนิดที่ทำด้วยพลาสติก ขนาด 50 มิลลิลิตร พร้อมแผ่นรองสแตนเลส (stainless support screen) ต่อกับเครื่องดูดอากาศ

การอุดรูกระดาษกรองเมมเบรน ทำโดย

- นำแผ่นกระดาษกรองเมมเบรน ขนาดเส้นผ่าศูนย์กลาง 25 มิลลิเมตร วางบน แผ่นสแตนเลสของกรวยกรองที่ทำด้วยพลาสติก โดยวางกระดาษกรองให้กระดาษกรองหงาย ส่วนบนขึ้น เหมือนกับที่วางอยู่ในกล่อง (โดยระวังอย่าวางกระดาษกรองให้ผิด -

บ้าน) แล้วทำให้เปียกด้วยเอธิลแอลกอฮอล์ 2-3 วันแล้ว

- นำ substrate suspension ที่มีตะกอนสีเหลืองของซีรัลไฮดรอกไซด์แขวนลอยอยู่ 10 มิลลิกรัมของซีเรียต่อมิลลิเมตร ลงบนกระดาษกรอง 2 ครั้ง กรองผ่านตัวชั่งที่ความละเอียดที่สุด แล้วปล่อยให้ดูดจนแห้ง 10 วินาที ซึ่งพร้อมที่จะนำไปกรองตะกอนซีรัลไฮดรอกไซด์ได้จากตัวอย่าง

4.2.20 นำตะกอนที่ตกกับแก้วด้วยไซโคลไฮดรอกไซด์ 10 มิลลิกรัม 0.5 มิลลิเมตร และน้ำ 5 มิลลิเมตร แล้วเทลงในกระดาษกรอง จากนั้นแห้งกับแก้วด้วยเอธิลแอลกอฮอล์ 80% 5 มิลลิเมตร 3 ครั้ง ปล่อยให้ดูดสารละลายผ่านกระดาษกรองจนแห้งประมาณ 15 วินาที

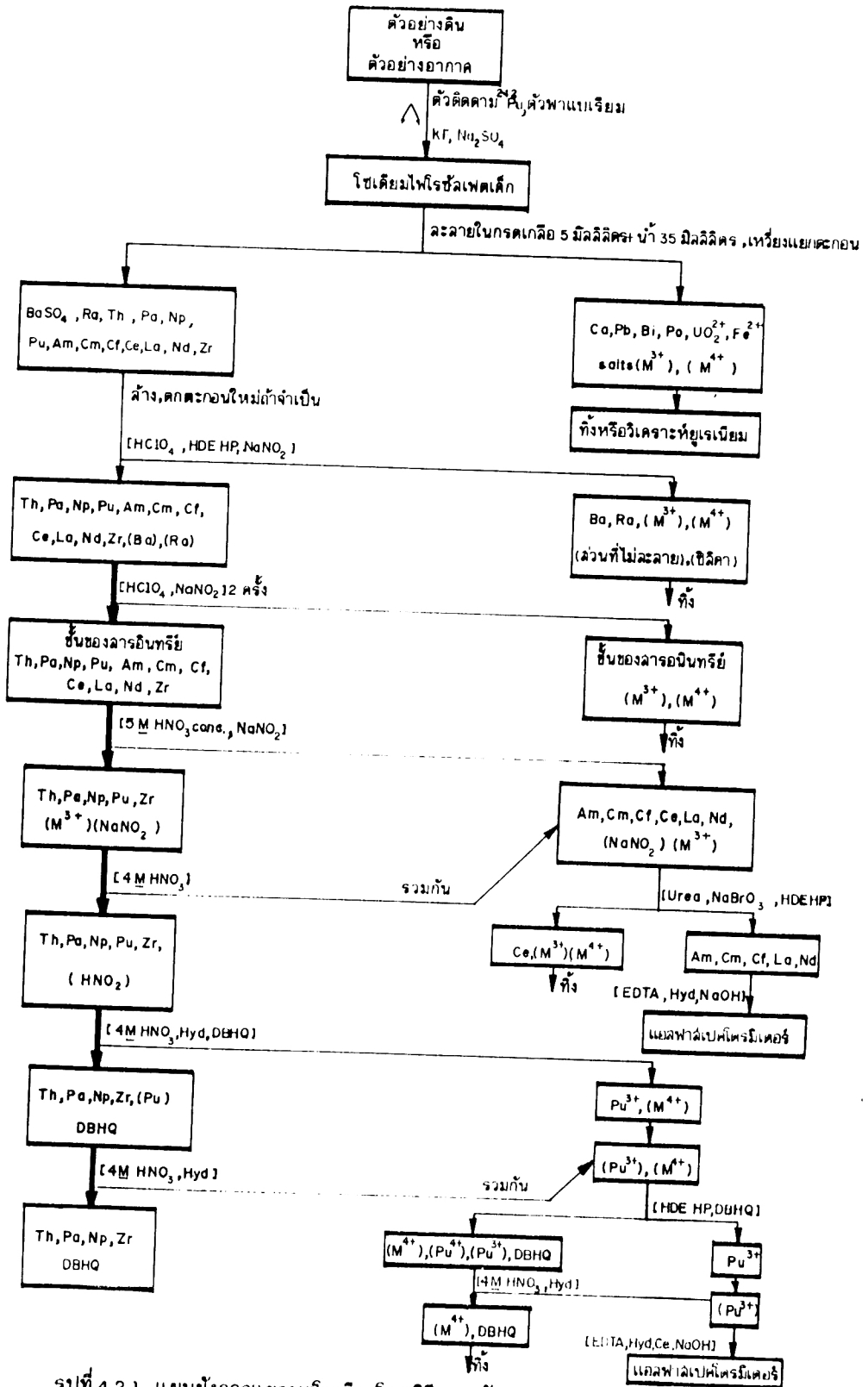
4.2.21 นำกระดาษกรองพร้อมตะกอนไปทำให้แห้งภายใต้แสงอินฟราเรด 250 วัตต์ ซึ่งแห้งแบบที่คนสามารถทนความร้อนได้สูงถึง 155°C แล้วนำไปวางไว้ในที่วางตัวอย่าง

4.2.22 นำไปวัดความแรงรังสีแอลฟา เพื่อหาปริมาณยูเรเนียมโดยใช้หัววัด surface barrier

แผนผังของการแยกพลูโทเนียมโดยวิธีการดังกล่าว แสดงไว้ในรูปที่ 4.2.1

4.3 การวิเคราะห์แยกพลูโทเนียมในตัวอย่างน้ำโดยวิธีแยกเปลี่ยนอนุบาล (31)

4.3.1 ละลายตะกอนของเหล็ก (II) ไฮดรอกไซด์ด้วยกรดไนตริก 8 มิลลิกรัม 200 มิลลิกรัมในปิเปตเตอร์ขนาด 500 มิลลิเมตร ถ่ายใส่ในขวดล้างเรียบร้อยแล้วแยกตะกอนแล้วนำไปเข้าเครื่องชั่งแยกตะกอน เก็บสารละลายได้จำนวน (supernatant) ในปิเปตเตอร์ขนาด 400 มิลลิกรัม แล้วล้างตะกอน (residue) ด้วยกรดไนตริก 8 มิลลิกรัม 100 มิลลิกรัม นำไปเข้าเครื่องชั่งแยกตะกอน แล้วเก็บสารละลายได้จำนวนรวมในปิเปตเตอร์ 400



รูปที่ 4.2.1 แผนผังการแยกพลูโทเนียมโดยวิธีการสกัด

ผลิตภัณฑ์

4.3.2. ละลายสารละลายในปิเปตเตอร์จนเกือบแห้ง แล้วจะละลายเกลือแห้งด้วย น้ำกลั่น 30 มิลลิกรัม นำไปทำให้ร้อนเพื่อให้เกลือละลายได้ดียิ่งขึ้น ปล่อยให้เย็น ปล่อยให้ตกตะกอนสำหรับเครื่องแยกตะกอน แล้วนำไปเข้าเครื่องเหี่ยวแยกตะกอน

4.3.3. ละลายสารละลายแอมโมเนียมไฮดรอกไซด์เข้มข้นลงไปที่กะหยด ปรับ ความเป็นด่างให้ได้ pH 9 เพื่อตกตะกอนเหล็ก (Fe) ในกรดไฮโดรคลอริกอีกครั้งหนึ่ง นำไปเข้า เครื่องเหี่ยวแยกตะกอน เก็บส่วนของน้ำทิ้งแล้วเก็บตะกอน

4.3.4. ละลายตะกอนด้วยกรดไนตริกเข้มข้น ถ่ายใส่ปิเปตเตอร์ขนาด 100 มิลลิกรัม นำไประเหยให้แห้งจนเป็นเกลือ

4.3.5. ละลายเกลือที่ได้ด้วยกรดไนตริก 8 โมลาร์ ปรับปริมาตรให้ได้ 75-100 มิลลิกรัม เติมน้ำกลั่นในปิเปต 200 มิลลิกรัม ลงในปิเปตละลาย แล้วนำไปต้มน้ำให้เดือดอย่างเร็ว 2 นาที ทำให้เย็นด้วยน้ำ เพื่อป้องกันมิให้ เกิดความร้อนต่อไป

4.3.6. ละลายสารละลายผ่านคอลัมน์ (รูปที่ 1.1.2) ที่เปลี่ยนอนุภาคของเรซินจากรูปของคลอไรด์เป็นรูปของไนเตรทแล้ว ปล่อยให้สารละลายผ่านคอลัมน์ด้วยอัตราการไหลที่เร็วที่สุด รวบรวมสารละลายไหลผ่านจนถึงส่วนบนของเรซิน เปลี่ยนถังเรซินด้วยกรดไนตริก 8 โมลาร์ ในปริมาตร 2 เท่าของปริมาตรของเรซิน คอยล์ 3 ครั้งเพื่อใส่ยูเรเนียม แล้วล้างด้วยกรดเกลือเข้มข้นในปริมาตร 2 เท่าของปริมาตรของเรซิน คอยล์ 3 ครั้งเพื่อใส่ทอเรียม รวบรวมเกลือเข้มข้นในส่วนบนของเรซิน

4.3.7. ใส่หลอดแก้วที่เชื่อมออกจากเรซินรักษาการ ละลายสารละลายผสมระหว่าง แอมโมเนียมไฮดรอกไซด์ 1 โมลาร์ และกรดเกลือเข้มข้นที่เตรียมขึ้นใหม่ ๆ 63 มิลลิกรัม ($\text{NH}_4\text{I}:\text{HCl}, 1:20$) เก็บส่วนของสารละลายที่ผ่านคอลัมน์ (eluate) ในปิเปตเตอร์ขนาด

100 มิลลิเมตร

4.3.8 ผ่าสารละลายภายในปิด กอรั้งซึ่งมีรูโหว่เรียบอยู่หน้าประมาณจนเหลือปริมาตร 5 มิลลิเมตร แล้วล้างซ้ำ ๆ ปิดกอรั้งด้วยกระดาษไนตริกเข้มข้น 1-2 มิลลิเมตรที่สะอาด

4.3.9 เติมน้ำกรดเกลือเข้มข้น 6 หยด ลงในหลอดสารละลายที่อ่อนแอเกือบแห้ง

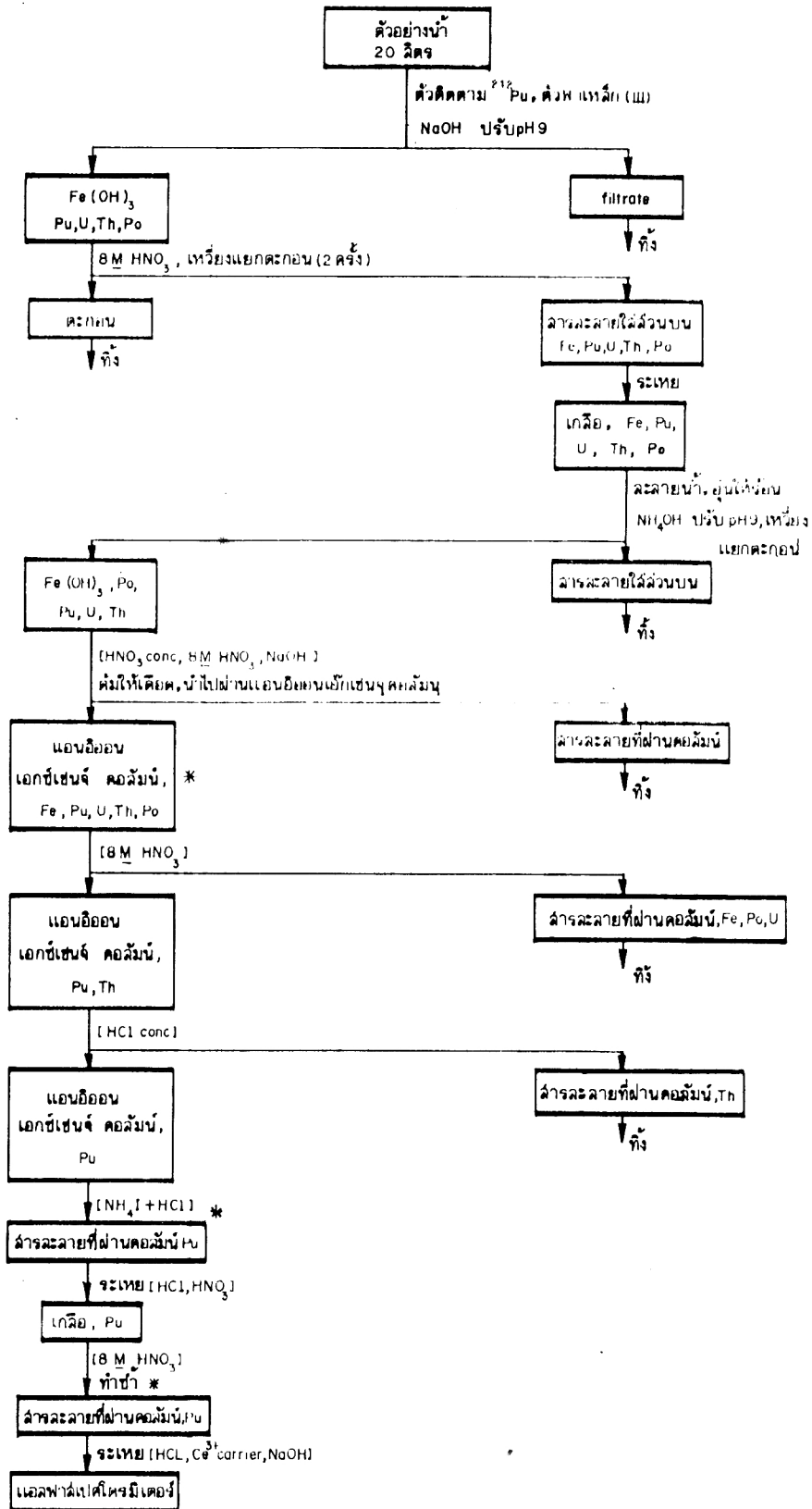
4.3.10 เติมน้ำกรดไนตริก 8 โบลาร์ 50 มิลลิเมตร ลงในปิด กอรั้ง แล้วผ่านสารละลายนี้ลงในขวดสีอ่อน-เอกซ์เพนดิกของชั้นที่สอง ทิ้งไว้ในชั้นที่ 4.3.6-4.3.8

4.3.11 ละลายสารละลายต่อจนแห้งพอดี แล้วล้างซ้ำ ๆ ปิด กอรั้งด้วยกระดาษไนตริกเข้มข้น 2-3 มิลลิเมตร นำไปประมาณเกือบแห้ง แล้วเติมน้ำกรดเกลือเข้มข้น 5 มิลลิเมตร

4.3.12 เติมน้ำกรดไนตริก (III) 0.1 มิลลิเมตร แล้วเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์ 10 โบลาร์ 1 มิลลิเมตร นำไปตั้งให้เดือด แล้วเติมโซเดียมไฮดรอกไซด์อีก 6 มิลลิเมตร เพื่อให้สารละลายมีฤทธิ์ใช้ต่างมากเกินพอที่จะตกตะกอนไฮดรอกไซด์ ต้มต่ออีก 10 นาทีเพื่อให้เกิดปฏิกิริยาโดยสมบูรณ์

4.3.13 ทิ้งให้เย็นด้วยน้ำเย็นจืด (โดยระวังปิด กอรั้งแตกเพราะการเปลี่ยนแปลงอุณหภูมิกระชาก) เพื่อให้ตกตะกอนโดยสมบูรณ์ และใส่ตะกอนที่ละเอียด นำไปกรองผ่านกระดาษกรองแบบธรรมดา ที่อุดรูแล้วด้วยกรวยกรองพลาสติก เหมือนขั้นตอนที่ 4.2.19 ถึง 4.2.22

เติมสารละลายแยกโดยการแลกเปลี่ยนไอออนแบบ แลนด์ไวท์ในรูปที่ 4.3.1



รูปที่ 4.3.1 แผนผังการแยกพลูโทเนียมโดยวิธีการแลกเปลี่ยนอนุมูล

4.4 การควบคุมคุณภาพของสารวิเคราะห์พืชมุขโทเนียม

- ในการวิเคราะห์หัตถ์ ทำโดยใช้สารเคมีดังนี้ ๆ กล่าวคือใช้เฉพาะตัวติดตามพืชมุขโทเนียม -242 ประมาณ 10 dpm ส่วนยาเบเรียม 2 มิลลิกรัม กรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิกรัม และกรดกำมะถัน 48% 3 มิลลิกรัม ผงในถ้วยทองคำขาว นำไประเหยให้แห้งบนเตาไฟฟ้า แล้วทำตามวิธีในข้อ 4.2 ต่อไป

- ในการวิเคราะห์อากาศ ทำโดยใส่กระดาษกรองชนิดใยแก้วที่ยังไม่ได้ใช้ดูดอากาศลงถ้วยทองคำขาว เติมห่วงดูดสารพืชมุขโทเนียม -242 ประมาณ 10 dpm ส่วนยาเบเรียม 2 มิลลิกรัม กรดไนตริกเข้มข้น 5 มิลลิกรัม และกรดกำมะถัน 48% 3 มิลลิกรัม นำไประเหยให้แห้งบนเตาไฟฟ้า แล้วทำตามวิธีในข้อ 4.2 ต่อไป

- ในการวิเคราะห์น้ำ ทำโดยใช้กรดไนตริก 8 มิลลิกรัม 100 มิลลิกรัม น้ำในขวดกรองขนาด 500 มิลลิกรัม แทนตัวอย่างน้ำ เติมห่วงดูดสารพืชมุขโทเนียม -242 ประมาณ 20 dpm แทนตัวอย่างน้ำ (III) 1 มิลลิกรัม คนให้อำมันในแก้ว เติมน้ำละลายยาอื่นตัวไอโซโทปไฮดรอกไซด์เข้าไปเพื่อให้เหล็กและพืชมุขโทเนียมตกตะกอนร่วมกับเจมาโนเหล็ก (III) ไฮดรอกไซด์ ตั้งทิ้งไว้ให้ตกตะกอนแล้วกรอง ทั้งสองส่วนนี้เข้าแก้วตะกอนไว้ทำตามวิธีในข้อ 4.3 ต่อไป