

Przygotowywanie prób do oznaczania aktywności ^{210}Pb

Etap I

- Przygotować zestaw pojemników do odważenia i do mineralizacji (wymyć i wysuszyć).
- Postawić pojemnik do odważania na wadze analitycznej, wytarować, umieścić w pojemniku około **0.2 g** suchego osadu i zapisać jego masę.
- Przesypać osad do pojemnika teflonowego do mineralizacji.
- Pobrać **3 cm³** stężonego **HNO₃ (65 %)**, przenieść do pojemnika jednocześnie spłukując ścianki, a następnie przelać do pojemnika teflonowego.
- Pobrać pipetą **200 µl** roztworu wzorcowego **²⁰⁹Po** i przenieść do pojemnika teflonowego.
- Nałożyć korki na pojemniki teflonowe i szczelnie zakręcić. Delikatnie wymieszać i wstawić do mineralizatora, po czym włączyć program (Classical Methods) **Pb-210 HNO₃ (100 °C przez 2 h)**.
- Wystawić pojemniki z mineralizatora, odkręcić ostrożnie (pod dygestorium) i dodać **3 cm³** stężonego **HClO₄ (70 %)**.
- Zakręcić szczelnie pojemniki teflonowe, wstawić do mineralizatora i włączyć program **Pb-210 HClO₄ (100 °C przez 2 h)**.
- Wystawić pojemniki teflonowe z mineralizatora, odkręcić ostrożnie i dodać **3 cm³** stężonego **HF (40 %)**.
- Zakręcić szczelnie pojemniki teflonowe, wstawić do mineralizatora i włączyć program **Pb-210 HF (100 °C przez 4 h)**.

Etap II

- Wystawić pojemniki teflonowe z mineralizatora i przenieść za pomocą **6 mol HCl (5 cm³)** roztwór i pozostałość osadu ilościowo do parowniczek teflonowych (wymieszać osad w pojemnikach teflonowych, przelać do parowniczki, wypłukać pojemnik teflonowy **HCl** i przelać do parowniczki).
- Odparować na płycie grzejnej (**200 °C**, płytę zabezpieczyć folią aluminiową) bez przykrycia do pojawienia się wyraźnie białych dymów, następnie przykryć pokrywką teflonową i ogrzewać dalej pod przykryciem **min. 30 minut**, aż do sklarowania roztworu (**max. 1 h**).
- Odkryć i dodać **3 cm³ 6 mol HCl**, następnie odparować do suchej pozostałości.

Nie prażyć.

- Rozpuścić suchą pozostałość w **27 cm³ 0.5 mol HCl**, dodać ok. **0.1 g kwasu askorbinowego** i **0.1 g hydroksyloaminy**.
- Podgrzać roztwór do temperatury **90 °C**. W międzyczasie opisać blaszki srebrne symbolami prób oraz datą i zamontować w uchwytach (czystą częścią do góry).
- Wrzucić magnesy i zamknąć naczynia do depozycji. Ustawić naczynia na mieszadle magnetycznym, ustawić podgrzewanie na wartość **10** (maksimum) i obroty na wartość **1**.

Proces depozycji powinien trwać co najmniej **4 h**.

- Wyciągnąć blaszki srebrne, spłukać wodą dejonizowaną, przetrzeć **metanolem** lub **etanolem**, sprawdzić podpisy i zabezpieczyć.

Rejestr zmian

01.12.2022, MZ – wersja inicjalna Quarto. Rozwinięcie treści. M zamienione na mol zgodnie z wytycznymi SI.

Wojciech Tylmann, Karolina Molisak, Joanna Piłczyńska, Maurycy Żarczyński 2022-12-06