|  |
| --- |
|  |

Zakład Geomorfologii i Geologii Czwartorzędu — PROCEDURA

# Przygotowywanie prób do oznaczania aktywności 210Pb

## 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 2022-12-08