

ДОДАТОК 7.С
(довідковий)
ЛАБОРАТОРНІ ПРОЦЕДУРИ ПОПЕРЕДНЬОГО ОЧИЩЕННЯ ОБЛАДНАННЯ ДЛ
ВІДБИРАННЯ ПРОБ І ВСТАНОВЛЕННЯ ЕФЕКТИВНОСТІ КОЕФІЦІЄНТА
АБСОРБЦІЇ

7.С.1 Загальні положення

Попереднє очищення слід проводити в лабораторії відповідно до найкращої лабораторної практики. У 7.С.3 та 7.С.4 наведено можливі способи очищення обладнання, а також миття та зберігання флаконів.

7.С.2 Реактиви

7.С.2.1 Загальні положення

Ступінь чистоти реактивів наведено в пункті 7.5.2.

7.С.2.2 Розчин для ополіскування

Приготуйте суміш із рівних об'ємів азотної кислоти та перекису водню і розбавте одну об'ємну частину цієї суміші дев'ятьма об'ємними частинами води. У результаті утворюється розчин із масовою часткою $w(\text{HNO}_3) \approx 4,4\%$ and $w(\text{H}_2\text{O}_2) \approx 1,6\%$.

7.С.2.3 Розбавлена «розбавлена суміш хлороводневої та азотної кислот (3:1)

Обережно змішайте три об'ємні частини хлороводневої кислоти з однією об'ємною частиною азотної кислоти. Азотну кислоту завжди слід додавати до хлороводневої. Отриманий розчин є «царською водкою». Далі його розбавляють таким самим об'ємом води. З міркувань безпеки кислоту слід додавати у воду. У результаті отримують масові концентрації: $w(\text{HNO}_3) \approx 8\%$ та $w(\text{HCl}) \approx 13\%$.

7.С.2.4 Лабораторний мийний розчин

Азотна кислота HNO_3 з масовою часткою $w \approx 10\%$ — для попереднього очищення тих частин відбірного обладнання, які контактують із газовою пробою. Ретельно змішайте приблизно 150 мл HNO_3 з 500 мл води та доведіть об'єм водою до 1 000 мл.

7.С.2.5 Розбавлений перекис водню

H_2O_2 з масовою часткою $w \approx 3\%$. Ретельно змішайте приблизно 100 мл H_2O_2 з 500 мл води та доведіть об'єм водою до 1 000 мл.

7.С.2.6 Кислота для ополіскування

HNO_3 з масовою часткою $w \approx 5\%$ — для ополіскування обладнання для мінералізації. Обережно додайте 80 мл HNO_3 до 300 мл води та доведіть об'єм водою до 1 000 мл.

7.С.3 Обладнання

7.С.3.1 Процедура А

Сопло, зонд (внутрішню трубку) та корпус фільтра очищують шляхом циркуляції розчину для ополіскування протягом приблизно 15 хв за кімнатної температури.

7.С.3.2 Процедура В

7.С.3.2.1 Корпус фільтра

- За необхідності виконати грубе очищення в ультразвуковій ванні та висушити;
- ополоснути лабораторним мийним розчином (С.2.4) та водою (5.2.7), після чого висушити.

7.С.3.2.2 Зонд, сопло

- Циркулювати лабораторним мийним розчином (С.2.4) протягом 1 години за кімнатної температури та 10 хв за температури 60 °С;
- ополоснути водою (5.2.7);
- висушити чистим повітрям, вільним від часток.

7.С.3.3 Процедура С

Будь-яка інша процедура очищення відповідно до найкращої лабораторної практики.

7.С.4 Флакони для абсорбції та зберігання

7.С.4.1 Процедура А

Флакони ополіскують розбавленим перекисом водню (С.2.5) та, за необхідності, обробляють в ультразвуковій ванні.

7.С.4.2 Процедура В

- Виконати грубе очищення та ополіскування водою (5.2.7);
- заповнити флакони «царською водкою» (С.2.3) та залишити на добу;
- вилити «царську водку» та заповнити флакони водою (5.2.7);
- ополоснути флакони та фільтри водою (5.2.7);
- висушити флакони.

7.С.4.3 Процедура С

- Заповнити машинно виміті флакони кислотою для ополіскування (С.2.6) вище рівня синтеру;
- струсити флакони;
- повторно струсити флакони;
- залишити на ніч за кімнатної температури;
- ополоснути флакони водою (5.2.7);
- повторити процедуру ще раз;
- висушити флакони в печі за температури 110 °С.

7.С.4.4 Процедура D

Будь-яка інша процедура очищення відповідно до принципів належної лабораторної практики (GLP).