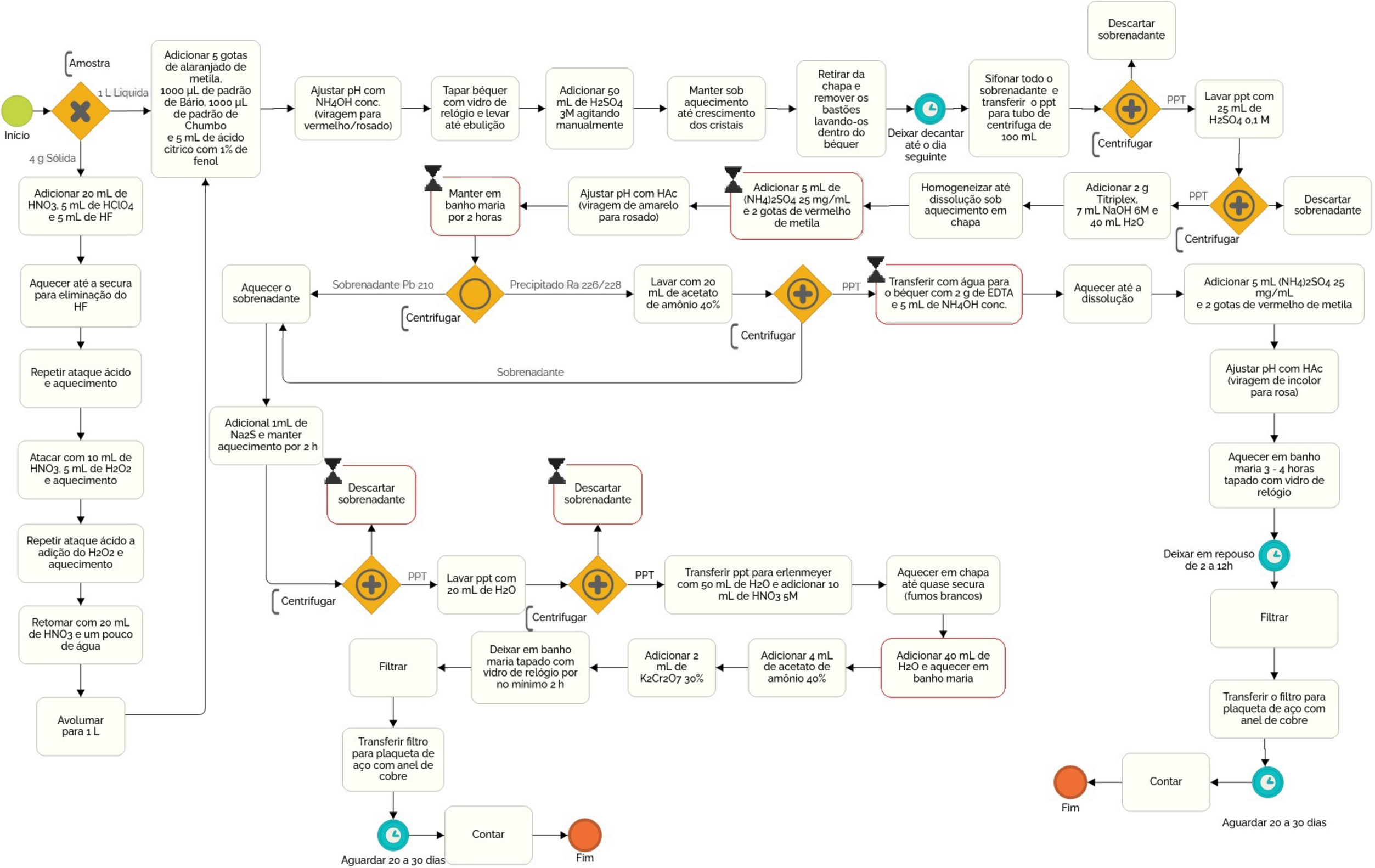
Início
Amostra
1 L Liquida
4 g Sólida
Adicionar 20 mL de HNO3, 5 mL de HClO4 e 5 mL de HF
Aquecer até a secura para eliminação do HF
Repetir ataque ácido e aquecimento
Atacar com 10 mL de HNO3, 5 mL de H2O2 e aquecimento
Repetir ataque ácido a adição do H2O2 e aquecimento
Retomar com 20 mL de HNO3 e um pouco de água
Avolumar para 1 L
Adicionar 5 gotas de alaranjado de metila, 1000 µL de padrão de Bário, 1000 µL de padrão de Chumbo e 5 mL de ácido citrico com 1% de fenol
Ajustar pH com NH4OH conc. (viragem para vermelho/rosado)
Tapar béquer com vidro de relógio e levar até ebulição
Adicionar 50 mL de H2SO4 3M agitando manualmente
Manter sob aquecimento até crescimento dos cristais
Retirar da chapa e remover os bastões lavando-os dentro do béquer
Deixar decantar até o dia seguinte
Sifonar todo o sobrenadante e transferir o ppt para tubo de centrifuga de 100 mL
Centrifugar
PPT
Descartar sobrenadante
Lavar ppt com 25 mL de H2SO4 0,1 M
Centrifugar
PPT
Descartar sobrenadante
Adicionar 2 g Titriplex, 7 mL NaOH 6M e 40 mL H2O
Homogeneizar até dissolução sob aquecimento em chapa
Adicionar 5 mL de (NH4)2SO4 25 mg/mL e 2 gotas de vermelho de metila
Ajustar pH com HAc (viragem de amarelo para rosado)
Manter em banho maria por 2 horas
Centrifugar
Sobrenadante Pb 210
Precipitado Ra 226/228
Aquecer o sobrenadante
Lavar com 20 mL de acetato de amônio 40%
Centrifugar
PPT
Sobrenadante
Transferir com água para o béquer com 2 g de EDTA e 5 mL de NH4OH conc.
Aquecer até a dissolução
Adicionar 5 mL (NH4)2SO4 25 mg/mL e 2 gotas de vermelho de metila
Ajustar pH com HAc (viragem de incolor para rosa)
Aquecer em banho maria 3 - 4 horas tapado com vidro de relógio
Deixar em repouso de 2 a 12h
Filtrar
Transferir o filtro para plaqueta de aço com anel de cobre
Aguardar 20 a 30 dias
Contar
Fim
Adicional 1mL de Na2S e manter aquecimento por 2 h
Centrifugar
Descartar sobrenadante
PPT
Lavar ppt com 20 mL de H2O
Centrifugar
Descartar sobrenadante
PPT
Transferir ppt para erlenmeyer com 50 mL de H2O e adicionar 10 mL de HNO3 5M
Aquecer em chapa até quase secura (fumos brancos)
Adicionar 40 mL de H2O e aquecer em banho maria
Adicionar 4 mL de acetato de amônio 40%
Adicionar 2 mL de K2Cr2O7 30%
Deixar em banho maria tapado com vidro de relógio por no mínimo 2 h
Filtrar
Transferir filtro para plaqueta de aço com anel de cobre
Aguardar 20 a 30 dias
Contar
Fim