

4096 canais. Para separar Mo dos elementos interferentes como U, Na, Fe e lantanídeos foi utilizada uma coluna de resina aniónica. Foram examinadas as condições adequadas para esta separação, obtendo-se para pH = 2,0 em meio clorato uma recuperação de (93±3)% de Mo e praticamente todo U passa para efluente. Na análise de Mo em amostras contendo interferentes ^{59}Fe e ^{141}Ce obteve-se uma precisão de 4,8% e um erro relativo de 2,6%. No exame da interferência de U foi verificado que na irradiação com nêutrons térmicos, 1 µg de U produz, por fissão, a mesma atividade produzida por 0,84 µg de Mo. Na irradiação com nêutrons epitérmicos esse valor passa para 0,038 µg de Mo. Concluiu-se que é possível determinar Mo na presença de U pelo método puramente instrumental de ativação fazendo-se correção devida à fissão de ^{235}U , porém, a possibilidade desta determinação depende da relação entre os teores de Mo e U. Os interferentes na análise de Mo em materiais geológicos foram eliminados por meio da ativação com nêutrons epitérmicos e ainda com separação química. O método desenvolvido está sendo aplicado na análise de rocha uranífera de Poços de Caldas-MG. A sensibilidade do método para determinação quantitativa de Mo, na ausência de interferentes é de $1,4 \times 10^{-2}$ µg.

04-D.2.1 "ANÁLISE DE IMPUREZAS AO NÍVEL DE TRAÇOS EM MATRIZES DE NIÓBIO METÁLICO PELO MÉTODO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS INSTRUMENTAL". Deborah Inês Teixeira Fávoro, Marina Beatriz Agostini Vasconcellos e Claudio Santos (Divisão de Radioquímica - Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Sao Paulo; Instituto de Física da UNICAMP).

O interesse na obtenção de nióbio de alta pureza tem aumentado em consequência da necessidade deste material nas tecnologias de vácuo e de altas temperaturas, e do grande potencial no campo da energia atômica. O Brasil possui as maiores reservas mundiais de nióbio, sendo ele extraído de pirocloros e purificado em várias etapas até se chegar ao nióbio eletrolítico. Após a purificação, é importante que se disponha de procedimentos adequados para a análise das impurezas presentes no nióbio metálico, principalmente impurezas de tântalo e tungstênio. Isso nem sempre é fácil, devido aos baixos teores encontrados, que podem estar abaixo dos limites de detecção da maioria dos métodos analíticos. Estabeleceu-se, no presente trabalho, um método de análise de impurezas, a níveis de partes por milhão, em amostras de nióbio eletrolítico e não eletrolítico, utilizando-se o método de análise por ativação com nêutrons seguido de espectrometria γ de alta resolução. Determinam-se os elementos Al, Na, Mn, Cl e In a níveis de ppm e Y ao nível de porcentagem, não destrutivamente, após irradiações curtas, de 1 a 20 minutos, das amostras sob um fluxo de nêutrons térmicos de 10^{11} nêutrons $\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ no reator IEA-R1 do IPEN-CNEN/SP e medindo-se a atividade de seus respectivos radioisótopos por espectrometria γ , usando um detector de Ge(Li), acoplado a um analisador de 4096 canais. Sob um fluxo de 10^{12} nêutrons $\text{cm}^{-2}\text{s}^{-1}$ e com um tempo de irradiação de 8 horas, determinam-se os elementos Ta, Cr e W, a níveis de ppm.

05-D.2.1 "DETERMINAÇÃO DE MERCÚRIO E SELÊNIO EM AMOSTRAS DE ALIMENTOS PELO MÉTODO DE ANÁLISE POR ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS". Vera Akiko Maihara e Marina Beatriz Agostini Vasconcellos (Divisão de Radioquímica do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Sao Paulo)

O presente trabalho faz parte de um projeto financiado pela Agência Internacional de Energia Atômica (AIEA), dentro de um programa coordenado de pesquisas sobre aplicações de técnicas nucleares para a análise de elementos tóxicos em alimentos. Esse programa tem como objetivo obter dados dos níveis dos elementos potencialmente tóxicos presentes nos alimentos mais consumidos em diversos países. Como primeira parte desse trabalho é aplicado o método de análise por ativação com nêutrons para determinar as concentrações dos elementos mercúrio e selênio em padrões biológicos (Bovine Liver e Bowen's kale). Como esses elementos estão presentes a níveis extremamente baixos nesse tipo de matriz, é necessário fazer uso de um processo de separação radioquímica, devido às altas atividades de alguns radioisótopos interferentes que se formam a partir dos elementos constituintes da amostra. O procedimento de separação química utilizado é baseado na digestão da amostra irradiada em mistura de HNO_3 , H_2SO_4 e H_2O_2 130 vol., em sistema fechado. Após destilação dos brometos de selênio e mercúrio, o selênio é precipitado sob a forma elementar e o mercúrio como sulfeto, a partir da solução já isenta de selênio. Obteve-se rendimentos de separação médios de 97,3%, quando se usou o pico de 279 keV do ^{203}Hg e 97,1%, usando o pico de 77 keV do ^{197}Hg . Para o selênio, o rendimento médio foi de 99,5%, medindo o pico de 279 keV do ^{75}Se . Foram realizadas 4 análises do padrão Bovine Liver utilizando esse processo de separação. As concentrações de Se obtidas foram da ordem de (0,60 a 0,77) µg/g, que estão próximos do valor certificado (0,71 µg/g). (AIEA).

06-D.2.1 "ESTUDO DE UM MÉTODO DE SEPARAÇÃO RADIOQUÍMICA PARA A DETERMINAÇÃO DE IRÍDIO EM MATERIAL GEOLÓGICO". Maria José Aguirre Armelin, Marina Beatriz Agostini Vasconcellos, Enio Bueno Pereira e Francisco Sircilli Neto. (Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares-IPEN-CNEN/SP; INPE - Sao José dos Campos).

A existência de concentrações anômalas de elementos do grupo da platina, principalmente irídio, em certas regiões da Terra, pode contribuir para confirmar a hipótese do impacto de asteroide sobre a Terra, que teria como consequência a extinção em massa, principalmente dos grandes répteis como os dinossauros. Um dos métodos mais adequados para a determinação de irídio é a análise por ativação com nêutrons, visto que o irídio tem uma alta seção de choque de ativação para nêutrons térmicos. Dando continuação ao trabalho desenvolvido por Sircilli Neto, Pereira e Vasconcellos, estudou-se um procedimento de separação radioquímica para a determinação de irídio em rochas sedimentares porque nessas rochas, os picos correspondentes ao irídio eram mascarados pelos picos dos ou-

tros elementos presentes nas amostras. O procedimento se inicia com a dissolução da amostra. A etapa de dissolução consistiu em atacar a amostra com uma mistura de ácidos: fluorídrico, nítrico e perclórico. Após eliminação dos ácidos, o resíduo foi retomado em HCl diluído (pH: 1-2), com adição de H_2O_2 . A solução resultante foi percolada por uma coluna contendo uma resina catiônica forte. Com esse processo ficaram retidos na resina os principais interferentes (lantânídeos, escândio, sódio, ferro, cobalto). A solução efluente contendo o irídio foi concentrada por evaporação e medida num detector semi-condutor de Ge-Li. A eficiência do procedimento foi comprovada aplicando-se esse método na determinação de irídio na rocha padrão PCC-1 (valor tabelado: $4,8 \pm 1,9$ ppb Ir). A concentração média obtida de 6 determinações para a rocha PCC-1 foi $(5,1 \pm 0,7)$ ppb Ir. Portanto o método proposto é viável para a determinação de irídio em material geológico e foi aplicado para a determinação de irídio em sedimentos marinhos da Baía de Campos-RJ, tendo sido encontrados valores de concentração que variaram de: 05, a 2,5 ppb Ir (CNEN, FAPESP).

07-D.2.1 "ESTABELECIMENTO DE UM MÉTODO RADIOQUÍMICO PARA A SEPARAÇÃO DE ^{90}Sr DE MISTURAS DE PRODUTOS DE FISSÃO". Leonardo Gondim de Andrade e Silva e Ieda Irma Lamas Cunha (Divisão de Radioquímica do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares - Sao Paulo).

Com o objetivo de colaborar para a solução dos problemas de disposição de rejeitos radioativos, vem sendo desenvolvida uma linha de pesquisas que tem como objetivo estabelecer métodos radioquímicos para a separação de produtos de fissão de rejeitos radioativos. O conceito comum é que com a retirada dos produtos de fissão de meias vidas longas, ^{137}Cs e ^{90}Sr do rejeito, este pode ser disposto após um período de estocagem relativamente curto durante o qual outros radioisótopos de meias vidas curtas decaem para níveis permissíveis de atividade. Em trabalho anterior e já apresentado no XVI Congresso Latino Americano de Química-Rio de Janeiro (1984) foram mostrados os resultados obtidos no estudo da recuperação de ^{137}Cs de misturas de produtos de fissão. No presente trabalho é apresentada a sequência de passos necessários a recuperação de ^{90}Sr de soluções simuladas do processo purex, que contém além do urânio, os produtos de fissão ^{95}Zr , ^{95}Nb , ^{144}Ce , ^{106}Ru , ^{90}Sr e ^{137}Cs . A primeira etapa consiste na separação do zircônio, nióbio e cério com o emprego dos trocadores inorgânicos sílica gel e fosfato de zircônio. A seguir, procede-se à extração do urânio e do cério com o emprego do agente extrator TBP. Para a separação do estrôncio do rutênio utiliza-se o pentóxido de antimônio hidratado (HAP) que possibilita a retenção quantitativa e seletiva do estrôncio. A recuperação média obtida para o estrôncio foi de 80%.

08-D.2.1 ESTUDO COMPARATIVO DE METODOLOGIAS PARA DETERMINAÇÃO DE NITRATO EM ÁGUAS NATURAIS. Jorge José O. do Vale, Maria Isabel Vallilo, Nilva Ap. R. Pedro e Odair Zenebon (Instituto Adolfo Lutz - São Paulo, SP).

Concentrações elevadas de nitrato em alimentos e águas constituem risco à saúde por causar metahemoglobinemia, principalmente em crianças de até três meses. Por esta razão o "International Standards for Drinking Water" recomenda nível de até 45 mg/L, calculado em NO_3^- .

Efetou-se o estudo comparativo de quatro métodos para a determinação dos níveis de nitrato em dez amostras de águas naturais. Os métodos estudados foram: método do ácido fenoldissulfônico, da espectrofotometria direta de absorção na região ultravioleta, do resorcinol e da redução em coluna de cádmio. Os valores obtidos apresentaram-se satisfatórios entre si, evidenciando que qualquer um dos métodos poderia ser recomendado para análise de rotina. Algumas restrições são feitas com relação à operacionalidade e a interferentes e concluindo-se que o método mais apropriado para determinação de nitratos em águas potáveis é o do ácido fenoldissulfônico e como alternativo o método da redução em coluna de cádmio.

09-D.2.1 DETERMINAÇÃO FLUORIMÉTRICA DO ALUMÍNIO COM VERMELHO DE ALIZARINA PS. Teresa Cristina Rodrigues Santos e Leopoldo Hainberger. (Departamento de Química da Pontifícia Universidade Católica do Rio de Janeiro).

O vermelho de alizarina PS é o ácido 1,2,4-trihidroxi-9,10-antraquinona-3-sulfônico ou o seu sal sódico. Foi utilizado por Eegriwe (1) para reconhecer alumínio pela cor rosa ou vermelho alaranjado do seu complexo. Menciona também a formação de uma fluorescência amarela em solução de ácido acético e breve aquecimento. Chegou a reconhecer desta maneira 0,4 mg/ml de alumínio. Os nossos estudos mostraram que por fluorimetria o alumínio pode ser determinado por este reagente dentro de um limite de 0,004 até 0,4 $\mu g/ml$. O procedimento é o seguinte. A 2 ml de amostra acrescentam-se 2 ml de solução de tampão pH 3,5 (ácido clorídrico-cloreto de sódio em solução de glicina), 2 ml de NH_4OH 0,005 N e 2 ml de solução de reagente a 0,02%. Guarda-se a solução em lugar escuro durante 20 a 30 minutos e mede-se a fluorescência a 558 nm usando-se para a