



POLUIÇÃO RADIOACTIVA NAS ÁGUAS NATURAIS ⁽¹⁾

Concentram-se em pequenos volumes os radionúclidos contidos em grandes amostras (50 a 200 litros) de água da natureza. O cézio-137 acompanha os precipitados de hexacianoferrato níquelato de potássio, separando-se do estrôncio-90, que segue os carbonatos alcalinoterrosos, solubilizados por ácido azótico diluído. Na sequência das purificações destes radionúclidos é de destacar a solubilidade do perclorato de níquel na mistura de álcool butílico e acetato de etilo, e também a precipitação do cézio-137 pelo ácido silicomolibdico.

1 — INTRODUÇÃO

A poluição dos meios ambientes, indispensáveis à vida humana, é um gravíssimo problema que está preocupando seriamente a maior parte dos países evoluídos.

As indústrias enviam diàriamente para a atmosfera e para as águas os seus desperdícios. As deflações nucleares dispersam em escala mundial matérias radioactivas que, pouco a pouco, vão tombando no solo e na água do mar, dos rios, lagos, etc. Os detritos, fortemente radioactivos, das indústrias nucleares estão sendo lançados nos grandes fossos oceânicos e, num futuro mais ou menos próximo, podem contribuir perigosamente para um aumento de concentração em radionúclidos nas camadas de água onde vivem as espécies animais que o homem aproveita na alimentação.

No Centro de Estudos de Radioquímica ocupamos-nos desde 1956 da poluição radioactiva (1, 2). Esta é sobretudo devida aos numerosos núclidos resultantes de cisões nucleares, sendo o cézio-137 e o estrôncio-90 dois dos elementos radioactivos que tais reacções originam com elevados rendimentos. Considera-se geralmente que os valores das concentrações em cézio-137 e em estrôncio-90 reflectem o grau de contaminação provocada por todos aqueles núclidos.

O cézio-137 tem um longo período radioactivo (30 anos) e emite um radiamento complexo: β^- de $E_{\max} = 0,514$ MeV, 92,4%; β^- de $E_{\max} = 1,18$ MeV, 7,6%; γ de $E = 0,662$ MeV do Ba-137m. Por estas características, e pelas suas propriedades químicas, o cézio-137 é um dos indicadores mais adequados para averiguações de vigilância da poluição radioactiva, e para investigações de relevância máxima em diferentes domínios, tais como o radiológico em geral, biológico, ecológico, da saúde das populações, hidrológico, económico, etc. Esta referência terá aqui o mérito de salientar que são pluri-disciplinares os aspectos do estudo da poluição radioactiva dos meios aquáticos da natureza.

O estrôncio-90 tem igualmente um longo período radioactivo (28 anos) e, como o cézio-137, um grande período biológico; por isso também é um

⁽¹⁾ Um resumo deste trabalho foi apresentado ao XXIX Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências, realizado em Lisboa em Abril de 1970.

contaminante perigoso para a espécie humana. Trata-se de um emissor β^- , de $E_{\max} = 0,54$ MeV, e o seu descendente directo é o ítrio-90, cujo período radioactivo é de 64,2 horas, apenas. Este nuclido emite um radiamento β^- de $E_{\max} = 2,27$ MeV. O equilíbrio radioactivo do par $^{90}\text{Sr}-^{90}\text{Y}$ atinge-se em cerca de 14 dias.

Nas águas naturais (rios, oceanos, etc.) as concentrações em cézio-137, em estrôncio-90, e em outros radionúclidos provenientes de cisões nucleares, são da ordem de 10^{-13} a 10^{-12} curie por litro. E assim, para as avaliar com exactidão, há que obter amostras de grande volume (50 a 200 litros) (1) e que aplicar métodos especiais para reunir, em volumes de líquido facilmente manipuláveis, os radionúclidos contidos naquelas amostras. É evidente que uma tal diminuição de volume corresponderá sempre a um considerável aumento da radioactividade específica. Essa redução de volume é indispensável, mesmo quando se avaliem as concentrações dos radionúclidos por meio de instalações de «baixo fundo», quer se trate de radiamento β^- ou γ .

Pelo que respeita ao cézio-137, embora se tenha dado publicidade a numerosos trabalhos experimentais sobre os processos de o dosear em diversos produtos naturais, constata-se que o estudo do assunto mantém uma plena actualidade. É frequente notarem-se discrepâncias superiores a 10% nos valores achados, em diferentes laboratórios (3), para as concentrações do cézio-137 contido em amostras obtidas no mesmo local, na mesma data, e até com o mesmo equipamento de colheita (caso das águas oceânicas). As avaliações do estrôncio-90 não têm, nos últimos anos, originado problemas de análoga natureza.

Neste artigo apresentamos o processo que adoptámos, desde 1966, para obter amostras de dimensões propícias para as operações químicas subsequentes, e para as medições da radioactividade; e indicamos as vantagens que ele oferece em relação àquele que primeiro estabelecemos (4), e aplicámos a algumas amostras de água das chuvas e do rio Tejo.

2 — PARTE EXPERIMENTAL

2.1 — PRIMEIRO TRATAMENTO DAS AMOSTRAS

As amostras de água para as nossas investigações foram colhidas, pelo Instituto Hidrográfico, do Mi-

nistério da Marinha, em posições bem definidas, obedecendo a um programa geral pré-determinado, e atendendo a diversas características hidrográficas. Logo após cada colheita adicionou-se à água a quantidade de ácido clorídrico suficiente para ser atingida aproximadamente uma unidade da escala pH; assim se impede quase totalmente, a fixação dos radionúclidos às paredes dos recipientes de recolha e de armazenamento, de que nos servimos.

Tem importância a natureza da matéria de que são fabricados estes recipientes. Para guardar e armazenar as grandes amostras utilizamos sempre bidões de plástico, de poli-etileno ou de polivinilo, de 50 litros de capacidade, quer a bordo, quer no Laboratório. Quando haja necessidade de recorrer a múltiplos daquele volume, 100 a 200 litros como é frequente, 2 a 4 bidões de 50 litros ficaram ocupados pela água de cada ponto de colheita. Está provado que nas condições de acidez, acima indicadas, o poli-etileno não altera (3) as propriedades da água, enquanto que em vasilhas de aço há perdas de 20% de cézio-137 ao fim de um mês e de 13% ao fim de uma semana em borracha (5). O volume de cada amostra, foi obtido por pesagem de cada bidão vazio e cheio, e entrando com o valor da densidade da água armazenada.

2.2 — TRATAMENTOS QUÍMICOS DE CONCENTRAÇÃO EM RADIONUCLIDOS

Os tratamentos químicos preliminares para reunir os radionúclidos de cada amostra, num volume de matéria facilmente manipulável, foram sempre efectuados a partir de 50 litros de água. Quando haja que utilizar múltiplos deste volume, 100, 200 litros, os concentrados obtidos numa primeira fracção de 50 litros foram adicionados, depois de solubilizados, a uma segunda fracção de igual volume, e assim sucessivamente.

Usaram-se arrastadores, e as suas quantidades variaram em conformidade com a natureza e concentração das substâncias que a água em estudo continha. Por exemplo, na água do mar existe estrôncio inactivo, conhece-se a sua concentração média (uns 13 mg/litro), e sempre se contou com ela. A quantidade de cézio considerada suficiente

(1) Maiores volumes, da ordem de grandeza dos 500 litros, para água de grandes profundidades.

foi de 5 mg por litro de água; também juntámos, a cada amostra inicial, 10 mg/litro de ião férrico na forma de cloreto de ferro III e 11 mg/litro de ião níquel na forma de cloreto de níquel II.

Terminada esta primeira fase do trabalho, elevámos até 8 o valor do pH do líquido, que em seguida submetemos a uma contínua e prolongada agitação (cerca de 1 hora), para uma homogeneização tão perfeita quanto possível. Depois, e mantendo a agitação, precipitámos o ião-níquel pelo hexacianoferrato II de potássio, adicionado em excesso, e deixámos em repouso, à temperatura ambiente, durante cerca de uma hora. Em seguida acrescentámos, ao conteúdo já existente no recipiente, carbonato de amónio em quantidade que fosse em excesso em relação à dos elementos alcalino-terrosos ali contidos, agitando constantemente o líquido, e aquecendo o conjunto até uns 60°C. Um repouso de 24 horas permitiu uma fácil decantação da maior parte do líquido, límpido, sobre-nadante.

A porção restante ocupou um volume apenas de 2 litros, e a ela se juntou ácido azótico diluído. Por centrifugação separou-se entre o líquido (solução A) e o precipitado que encerra o cézio, o níquel, o ferro, o potássio, etc., sob a forma de complexos (5). Estes complexos foram decompostos por acção prolongada de ácido sulfúrico concentrado e quente, resultando sulfatos solúveis em água (solução B).

Procedendo deste modo raramente aparecem vestígios de sulfatos pouco solúveis na água; mas, quando isto sucedeu, esses resíduos foram solubilizados pelo processo usual, e o líquido reunido à fracção azótica,

2.3 — PURIFICAÇÃO QUÍMICA E RADIOQUÍMICA

Conseguidas as duas soluções, (A) a dos azotatos onde está o estrôncio-90, e (B) a dos sulfatos, que encerra o cézio-137, (Quadro I), passámos a tratar da purificação química e radioquímica destes núclidos. Juntámos então, a cada uma delas, (solução A e solução B), amónia em quantidade suficiente para precipitar hidróxidos, principalmente o de ferro III. Como é sabido, este é um arrastador de vestígios de radionúclidos tais como certos descendentes das séries naturais do urânio e do tório,

e ainda lantânidos radioactivos, tais como o promécio-147, o samário-152, etc.

Quando se pretenda isolar o grupo de lantanidos, o hidróxido de ferro III é depois tratado em concordância com esse objectivo.

i) — Soluções B

A solução alcalina resultante da separação dos hidróxidos insolúveis contém os iões níquel, sódio, potássio, cézio, magnésio e também abundância de sais de amónio. Eliminados estes, adições de ácido perclórico, evaporações deste ácido até fumos e extracções dos percloratos solúveis na mistura a 1:1 de acetato de etilo e álcool butílico isolam, após duas ou três extracções, os percloratos dos elementos alcalinos de maior número atómico. Aos ditos percloratos, dissolvidos em solução azótica 3 N, adicionámos solução de ácido silicomolibdico. Este complexo provoca a separação entre o cézio e, praticamente, a totalidade do potássio contaminante, como foi reconhecido pelas nossas investigações sobre o assunto (¹).

ii) — Soluções A

Passamos agora a referir-nos às operações a realizar sobre as soluções azóticas (soluções A).

Sob adequadas condições de trabalho, o clássico processo do ácido azótico fumante permitiu separar entre as espécies cálcio e estrôncio. Está comprovada a sua eficiência, mas o processo tem inconvenientes sob o ponto de vista técnico, e eles são particularmente graves nos casos das amostras muito volumosas em que a percentagem em estrôncio seja muito pequena em relação à do cálcio (amostras de água oceânica por exemplo). Por isso conduzimos recentemente investigações sobre a separação dos ditos elementos por via cromatográfica em coluna, e concluímos que ela é possível por este outro método (6).

Aplicando o processo do ácido azótico fumante, o estrôncio e portanto o extrôncio-90, vêm acompanhados pelo rádio e seus isótopos das séries radioactivas naturais. Esta contaminação foi eliminada recorrendo a precipitação de cromato de bário; o factor de descontaminação é de 400 a pH=4,9 (7).

(¹) Trabalho a publicar.

2.4 — PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS PARA MEDIÇÕES DE RADIOACTIVIDADE E MODOS DE A AVALIAR

O precipitado de silicomolibdato de cézio, conseguido como acima ficou indicado, foi transferido para um porta-amstras circular, em aço inoxidável, de 3 cm de diâmetro, e aí foi seco, sob lâmpada eléctrica e, depois de pesado, mediu-se-lhe a radioactividade, pelo radiamento β^- em instalação de baixo fundo (equipamento Tracerlab) com unidade de anti-coincidência e detector «Omni-Guard» a gás hélio.

O estrôncio-90 avaliou-se pelo radiamento β^- do ítrio-90, extraído do estrôncio-90 pela ortotenoil-trifluoracetona, em solução benzénica (8), acompanhando poucos miligramas de ítrio inactivo previamente adicionado. A extracção foi realizada 15 dias depois da última purificação do estrôncio ou seja quando estava atingido o equilíbrio radioactivo do par $^{90}\text{Sr} - ^{90}\text{Y}$. As preparações, obtiveram-se directamente por vaporização do líquido orgânico e o resíduo medido na instalação acima indicada.

Tanto nas medições da radioactividade do cézio-137, como nas do ítrio-90 fizeram-se as indispensáveis e usuais correcções: do «fundo próprio» da instalação, eficiência desta, absorpção do radiamento pela matéria sólida submetida às medições, e rendimento do método.

3 — CONSIDERAÇÕES FINAIS

Como já aqui registámos, quando haja que recorrer a amostras de grande volume de água, é indispensável e de capital importância proceder à concentração dos radionúclidos a identificar e a dosear. Pela época dos primeiros estudos sobre a poluição devida a radionúclidos, provenientes de cisões nucleares, diversos investigadores adoptaram fazer evaporar a água até à secura, ou até um pequeno volume apropriado às subseqüentes operações a realizar.

Assim, ARRIBAT (9) e colaboradores, GARRIGUE (10), CLARK (11), KURODA e YOKOAMA (12), EMNONS

e LANDERDALE (13); VAUGHN e colaboradores (14) e muitos outros evaporaram a água e mediram a radioactividade do resíduo.

Por 1956, também B. E. MARQUES e M. R. GRADE (1) aproveitaram o mesmo processo para água das chuvas, procurando depois identificar os radionúclidos por meios físicos. Porém cedo reconheceram que o processo da evaporação é inaplicável a amostras de grande volume e a águas muito salinas, e por isso passaram a estudar e a usar o de concentração por via química. Ora, OSMOND, PRATCHETT e WARRICHTER (15) e OSMOND e PRATCHETT (16), partindo de pequenas quantidades de água, oito e trinta litros respectivamente, evaporaram este líquido e em seguida submetiam os resíduos a uma série de operações químicas (anos de 1957 a 1959). Tem havido numerosas tentativas para achar processos eficientes, e de aplicação cómoda, não só para conseguir a concentração dos radionúclidos a partir de amostras de água, e de outros produtos naturais, mas também para isolar cada um desses elementos, e em especial o cézio-137 e o estrôncio-90. Entre elas encontram-se as de SODD, GOLDIN e VETTEN (17) que juntaram arrastadores a um litro de água, e depois ensaiaram distribuir os elementos radioactivos por grupos, seguindo aproximadamente o que se pratica em química analítica. Nós reconhecemos que este caminho é inconveniente por vários motivos.

Tendo por objectivo separar o estrôncio-90, LOVE-RIDGE e THOMAS (7) utilizaram fosfatos como agentes precipitantes dos iões alcalino-terrosos, mas não conseguiram o desejado êxito; e LOVE-RIDGE (18) e outros investigadores (19, 20) recorreram ao oxalato de potássio ou oxalato de sódio. Para o mesmo efeito, OSMOND, PRATCHETT e WARRICHER (15) serviram-se de carbonato de sódio; e para precipitar o cézio estes investigadores usaram o iodeto de bismuto (formação de $\text{Cs}_3\text{Bi}_2\text{I}_9$), com um rendimento de 75% pelo que respeita à separação do cézio (15). Mas a maior parte dos investigadores deram preferência ao hexanitritocobaltato de sódio, como reagente precipitante do cézio e do potássio. Assim aconteceu com KAHN, SMITH e STRAUB (21), YAMAGATA (22), OSMOND, PRATCHETT e WARRICHER (15), SUTTON (23), SCHRODER e CHERRY (25), etc.

Em todos estes trabalhos, excepto nos dois últimos, as amostras tinham volume de líquido que não excedeu

40 litros e só raramente os atingiu. Foram SUGHIARA e colaboradores (24) os primeiros que se ocuparam do estudo de métodos aplicáveis a grandes volumes de água (50 a 200 litros). Começaram por precipitar os iões alcalino-terrosos sob a forma de carbonatos e no líquido decantado fizeram arrastar o cézio-137 pelo hexanitritocobaltato de potássio. Em 1968 SUTTON (22) continuava a aperfeiçoar este processo. Em 1960, FOLSOM, MOHANRAO e WINCHELL (5) publicaram estudos que fizeram com 5 amostras de 200 litros cada uma, e também outros investigadores (19, 23, 26) deram a conhecer resultados obtidos com amostras até 50 litros de água.

Atendendo à grande insolubilidade dos oxalatos alcalino-terrosos, de princípio também nós recorremos aos iões oxalato (4); precipitámos-os a $\text{pH}=9$ pelo oxalato de amónio. No líquido decantado, arrefecido por gelo, formámos os hexanitritocobaltatos de amónio e de cézio. Estas duas precipitações consecutivas, constituíram então as operações preliminares de concentração, com as quais se visavam o estrôncio-90 e o cézio-137. O arrastamento do cézio-137 pelo hexanitritocobaltato de amónio constituiu sem dúvida um progresso em relação ao que foi proposto por SUGHIARA e outros investigadores (23), porque assim diminui a contaminação do cézio-137 pelo potássio-40, também emissor beta. Verificámos que a substituição desse complexo de potássio pelo de amónio não modifica o rendimento da precipitação do cézio-137, que em ambos os casos é elevado se a operação se efectuar a temperatura inferior a 10°C . Achámos interesse em insistir neste facto, porque em alguns tratados de química analítica se pode ler uma afirmação absolutamente oposta a esta (26).

Também OSMOND, PRATCHETT e WARRICHER (15) notaram que a temperatura é um factor decisivo para se conseguir um bom rendimento na separação do cézio-137 por meio dessa reacção; e FOLSOM e SARUHASHI (3), trabalhando a bordo de um navio oceanográfico, afirmaram que o arrastamento do cézio pelo hexanitritocobaltato de potássio só é aconselhável nos mares do norte. Pela necessidade do dito arrefecimento e por diversos outros requisitos adiante referidos o tratamento que primeiro estabelecemos (4) revelou-se lento em demasia quando aplicado a amostras de água de grande volume (50 a 200 litros). Além disto contribuem para

a lentidão, dois períodos de repouso, de 24 a 48 horas cada um, respectivamente para a sedimentação dos oxalatos e para a dos nitritocobaltatos, e ainda duas cuidadosas decantações por cada 50 litros de líquido. E decorrida a primeira fase dos tratamentos ainda tem que contar-se com longas digestões com ácido azótico concentrado, assim se solubilizando os oxalatos.

Para a consecução dos nossos propósitos tivemos então que estabelecer o plano de trabalho que apresentamos agora, e no qual primam as questões de eficiência, de reprodutibilidade de resultados e de economia em tempo, mão-de-obra e reagentes. De salientar é que, na mesma grande amostra de 50 litros de água, se passou a efectuar a precipitação sucessiva dos iões cézio-137 e dos iões alcalino-terrosos. É evidente que, no que respeita às reacções a aplicar, a escolha ficou limitada pelas possíveis interacções dos reagentes precipitantes. Ora, BARTON (27) e colaboradores demonstraram que os hexacianoferratos dos metais de transição precipitam os iões cézio quando estes se encontrem em soluções ácidas ou ligeiramente alcalinas.

Por outro lado, parece provado que em tais reacções, com os iões cézio e também com os iões potássio e rubídio, se formam complexos de fórmula $\text{X}_2 [\text{YFe}(\text{CN})_6]$, onde X é o símbolo do metal alcalino e Y o de um metal de transição. Fazendo variar somente o metal alcalino, TANANAEV (28) e colaboradores, acharam que a solubilidade de cada um destes complexos, em relação à dos outros, pode indicar-se pela sequência $\text{Cs}^+ < \text{Rb}^+ < \text{K}^+$. E PROUT, RUSSEL e GROH (29) e BARANOVSKIJ e colaboradores (30) reconheceram que o hexacianocobaltato ferrato II de potássio é um composto altamente selectivo quanto à fixação dos iões cézio por permuta com os iões potássio. O conjunto destas propriedades tornaram os complexos deste género muito atraentes para as investigações sobre a poluição radioactiva das águas naturais.

Já em 1963, MOHANRAO e FOLSOM (31) estudaram as variações da concentração do cézio-137 retido pelo hexaciano-ferrato II níquelato II de potássio, em função da quantidade de níquel presente, em função do pH das soluções, e ainda em função da temperatura, e da quantidade de cézio inactivo. Nós verificamos que o dito complexo, $\text{K}_2[\text{Ni}$

$\text{Fe}(\text{CN})_6]$, tem um elevado rendimento de fixação do cézio-137, mesmo em presença de carbonato de amónio e a uma temperatura de 60°C.

Assim expostos os factos, ficou decerto em evidência que é possível a precipitação sucessiva dos radionúclidos sem intercalar decantações. E parece-nos que são óbvias as vantagens que este nosso método oferece em relação àqueles de que há referências bibliográficas para o caso de amostras de grande volume. Na sequência das operações de purificação, para precipitar os hidróxidos, preferimos usar amónia, porque os sais de amónio podem ser facilmente decompostos. Mas com este reagente, a espécie níquel acompanha a de cézio, e depois vem a aparecer como contaminante inactivo do radionúclido, na forma de perclorato de níquel. Viemos porém a encontrar experimentalmente que este composto pode ser facilmente extraído pela mistura a 1 : 1 de álcool butílico e acetato de etilo, acompanhando o perclorato de sódio. A revelação dessa propriedade tem importância, pois permitiu deixar os percloratos de cézio e de potássio livres de níquel, de sódio, e ainda de algum magnésio que tenha acompanhado os percloratos alcalinos insolúveis.

Não é fácil separar entre potássio e cézio, e em especial entre macroquantidades de potássio e miniquantidades de cézio. Têm sido ensaiados numerosos reagentes, entre os quais se destacam o iodeto de bismuto (15, 32), ácido cloroplátinico (15, 33), ácido fosfomolibdico (34), ácido fosfotungstico (34, 35, 36), ácido silicotungstico (17, 19, 25, 34), etc. Nós também outrora aproveitámos o ácido fosfotungstico em solução azótica 6N (35); mas nas proporções em que se encontram o potássio e o cézio nos concentrados provenientes das grandes amostras, principalmente se forem de água do mar, persiste uma apreciável contaminação do cézio por aquele seu homólogo inferior.

Depois de numerosas pesquisas bibliográficas, e das nossas investigações de carácter experimental, decidimo-nos pela aplicação do ácido silicomolibdico. Este reagente foi preparado no nosso laboratório (37); a sua aplicação conduziu a resultados reprodutíveis, e permitiu a desejada separação com muito bom rendimento. Com a fracção que encerra o estrôncio-90 procedeu-se como já foi aqui escrito e está indicado no esquema apresentado. Depois da decomposição dos sais de

amónio, consequentes da precipitação dos hidróxidos de ferro III, lantânidos, zircónio, urânio, plutónio, etc., separámos entre os iões cálcio e estrôncio pelo ácido azótico fumante. Na sequência das operações realizadas continuará o rádio e os seus isótopos naturais, juntamente com o estrôncio-90. Aqueles núclidos são emissores alfa, mas alguns descendentes emitem radiação beta. Por desconhecermos se estes descendentes dos radionúclidos de número atómico 88 seguirão, ou não, com o ítrio quando da sua extracção pelo T. T. A., o rádio foi sempre co-precipitado com bário, na forma de cromatos.

A verificação da pureza do Y-90 foi observada pelo seu decréscimo radioactivo.

4 — CONCLUSÕES

Apresentam-se sucintamente as vias que seguimos para reunir, em pequenos volumes, os radionúclidos contidos em grandes amostras de água, e também os processos para isolar o cézio-137 e o estrôncio-90. Feita uma comparação com o que a bibliografia faculta acerca destes assuntos, deverá concluir-se o seguinte:

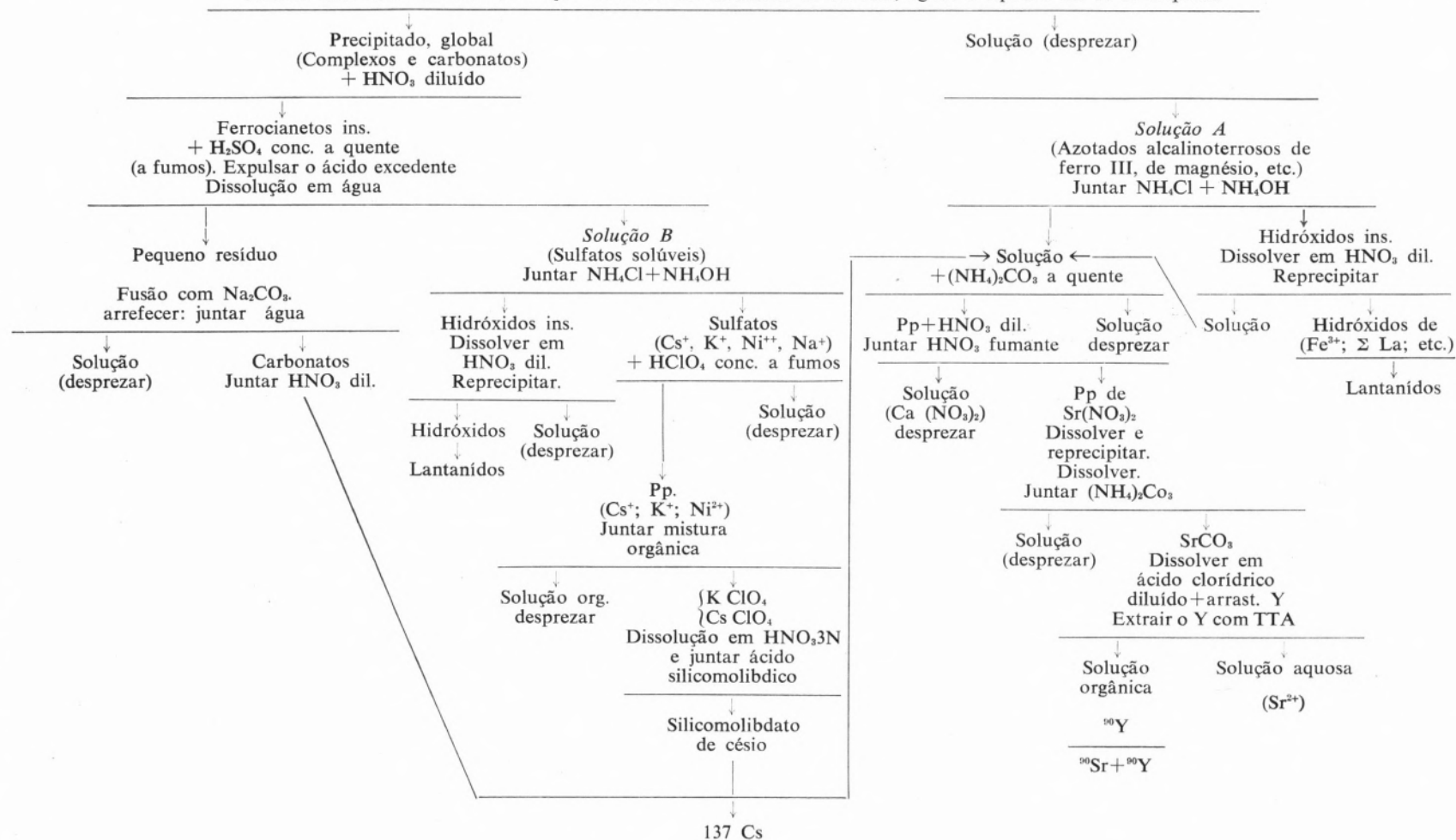
— Estabelecemos um processo de fácil aplicação a grandes volumes de água de qualquer salinidade, e que sem dúvida sobreleva os que são actualmente conhecidos para o mesmo efeito. Efectuando certas precipitações sucessivas, sem intercalar decantações, consegue-se prontamente uma concentração global dos radionúclidos; e depois, por meio de reacções correntes e simples, é possível separar entre os iões alcalino-terrosos e os alcalinos.

— Encontrámos que a mistura do álcool butílico e acetado de etilo dissolve o perclorato de níquel, propriedade não indicada na bibliografia e que permite separar rapidamente entre aquele perclorato e o de cézio (cézio-137 incluído como é óbvio).

— Reconhecemos que o ácido silicomolibdico é um excelente reagente para separar entre as espécies químicas potássio e o cézio. Num estudo, realizado acerca das condições de precipitação,

Esquema geral das operações de concentração de radionuclídeos a partir de amostras de 50 litros de águas naturais

Amostra de água (a pH=1). Juntar arrastadores (Cs^+ , Sr^{2+} ; Fe^{3+} ; Ni^{2+}) e depois NH_4OH até pH=8 e agitar. Juntar ferrocianeto de potássio em solução e agitar durante uma hora. Adicionar solução saturada de carbonato de amônio, agitar e aquecer até 60°C. Repouso



achámos que a contaminação por aquele homólogo do cézio não ultrapassa 1 ‰, mesmo no caso em que as proporções sejam de macroquantidades da espécie potássio e de miniquantidades da de cézio.

BIBLIOGRAFIA

- Marques, B. E. e Grade, M. R. S., *Proc. Intern. Conf. Peaceful Uses At. Energy*, Geneva, **18**, 563 (1958).
Marques, B. E. e Grade, M. R. S., *Ind. Chim. Belge (Science)*, **32**, 522 (1967).
- Marques, B. E., Grade, M. R. S. e Viana, C. N., «XXIV Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências», Madrid 1958.
Marques, B. E., Grade, M. R. S., e Viana, C. N., «XXV Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências», Sevilha, 1960.
Marques, B. E., Grade, M. R. S. e Viana, C. N., *Rev. Port. Quím.*, **9**, 30 (1961).
Marques, B. E., Grade, M. R. S. e Viana, C. N., «XXVI Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências», Porto, tomo 2, 1962, p. 1.
- Folsom, T. R. e Saruhashi, K., *J. Rad. Res.*, **4**, 39 (1963).
- Marques, B. E. e Grade, M. R. S., «XXXVI Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências», Bilbao, tomo 2, 1964, p. 164.
- Folsom, T. R., Mohanrao, G. J. e Winchell, P., *Nature*, **187**, 40 (1960).
- Marques, B. E., Grade, M. R. S. Oliveira, A. M. e Mata, M. M. G., «XXIX Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências (resumo)», Lisboa, 1970.
- Loveridge, B. A. e Thomas, A. M., «At. Energy Res. Estab. (G. Brit.) Rept.», C/R 2294, 1957.
- Grade, M. R. S., *Rev. Port. Quím.*, **4**, 3 (1962).
- Arribat, M. et al., *Compt. Rend.*, **234**, 1161 (1952).
- Carrigue, H., *Compt. Rend.*, **234**, 584 (1956).
- Clark, H. M., *Science*, **119**, 619 (1954).
- Kuroda, P. K. e Yokoama, Y., *Anal. Chem.*, **26**, 1509 (1954).
- Emmons, A. H. e Landerdale, R. A., *Nucleonics*, **10**, 22 (1952).
- Vanghn, J., Schmidt, R. Tenny, A. e Shor, A., *J. Am. Water Works Assoc.*, **7**, 581 (1958).
- Osmond, R. G., Pratchett, A. G. e Warricker, J. B., «At. Energy Res. Estab. (G. Brit.) Rept.», C/R 2165, 1957.
- Osmond, R. G. e Pratchett, A. G., «At. Energy Res. Estab. (G. Brit.) Rept.», AM-51, 1959.
- Sodd, V., Goldin, A. S. e Velten, R. J., *Anal. Chem.*, **32**, 25 (1960).
- Loveridge, B. A., «At. Energy Res. Estab. (G. Brit.) Rept.», C/M 380, 1959.
- United Kingdom Atomic Auth. Production Group, «P. G. Report», 155 W, 1960.
- Lay, M. G. e Goya, H. A., «U. S. Naval Radiological Defense Lab.», TR, 912, 1965.
- Kahn, B., Smith, D. K. e Straub, C. P., *Anal. Chem.*, **29**, 1210 (1957).
- Yamagata, N., *Japan Analyst*, **5**, 37 (1956).
- Suton, D. C. e Kelly, J. J., «New York Operations Office, Health and Safety Lab., HASL, 1968, p. 196.
- Sugihara, T. T. et al., *Anal. Chem.*, **31**, 44 (1959).
- Schroeder, B. W. e Cherry, R. D., *Nature*, **194**, 669 (1962).
- Furman, N. H., «Scott's Standard Methods on Chemical Analysis», 5.^a ed., Vol. 1, D. Van Nostrand Co. Inc., New Iork, 1945, p. 312.
Vogel, A. I., «A Text Book of Macro and Semimicro-qualitative Inorganic Analysis», 4.^a ed., Longmans Green, London, 1962, p. 315.
Hillebrand, W. F. e Lundell, G. E. F., «Applied Inorganic Analysis», 2.^a ed., J. Wiley, New York, 1955, p. 418.
- Barton, G. B., Hepworth, J. D., Meclanahan, F. D., Moore, R. L. e Van Tuyl, H. H., *Ind. Eng. Chem.*, **50**, 212 (1958).
- Tananaev, J. V., citado em *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **27**, 473 (1965).
- Prout, W. E., Russel, E. R. e Groh, H. J., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **27**, 473 (1965).
- Baranovskij, V. J. et al., *Radiochimie*, **9**, 740 (1967).
- Mohanrao, G. J. e Folsom, T. R., *Analyst*, **88**, 105 (1963).
- Evans, H. B., em Coryell, C. D. (Editor), «Radiochemical Studies: The Fission Products», Nat. Nucl. Energy Ser., Dic. IV, 9, Livro 3, McGraw Hill Co. Inc., New York, Art.º 284, 1951, p. 1646.
- «Report de Service», *World Health Organ. Tech. Rep. Ser.*, **173**, 67 (1959).
- Krtil, J. e Prahy, R., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **24**, 1139 (1962).
Smit, I., Jacob, J. J. e Wobb, W., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **12**, 95 (1959).
Kourim, V., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **12**, 370 (1959).
- Viana, C. N., «XXVI Congresso Luso-Espanhol para o Progresso das Ciências», Porto, 1962.
Viana, C. N., *Rev. Port. Quím.*, **5**, 153 (1963).
- Krtil, J. e Kourim, V., *J. Inorg. Nucl. Chem.*, **12**, 367 (1960).
- Booth, H. S., *Inorg. Syn.*, **1**, 127 (1939).

ABSTRACT

Radionuclides from 50 to 200 litres of nature water are concentrated. Cesium is precipitated with nickel ferrocyanide. Separation of cesium-137 from strontium-90 is performed by a described analytical procedure. Nickel perchlorate formed is dissolved in a butylic alcool-ethyl acetate mixture for its separation from cesium. The final cesium purification is performed by silicomolibdic acid.