

BR 530 3814



**DETERMINAÇÃO DE URÂNIO E TÓRIO EM PIROCLORO POR ANÁLISE POR
ATIVAÇÃO COM NÉUTRONS EPITÉRMICOS. SEPARAÇÃO
RADIOQUÍMICA DE ^{239}Np E ^{233}Pa**

Célio S. Requejo

**PUBLICAÇÃO IEA 530
IEA - Pub - 530**

AGOSTO/1979

CONSELHO DELIBERATIVO

MEMBROS

Klaus Reinach - **Presidente**
Roberto D'Utra Vaz
Helcio Modesto da Costa
Ivano Humbert Marchesi
Admar Cervellini

PARTICIPANTES

Regina Elisabete Azevedo Beretta
Flávio Gori

SUPERINTENDENTE

Rômulo Ribeiro Pieroni

**DETERMINAÇÃO DE URÂNIO E TÓRIO EM PIROCLORO POR ANÁLISE POR
ATIVÇÃO COM NÉUTRONS EPITÉRMICOS. SEPARAÇÃO
RADIOQUÍMICA DE ^{239}Np E ^{233}Po**

Célia S. Requejo

**CENTRO DE OPERAÇÃO E UTILIZAÇÃO DO REATOR DE PESQUISAS
COURP - ARQ - 075**

**INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
SÃO PAULO - BRASIL**

Série PUBLICAÇÃO IEA

INIS Categories and Descriptors

B11

B12

Uranium

Thorium

Niobium ores

Activation analysis

Neptunium 239

Protactinium 233

Ion exchange chromatography

Coprecipitation

NOTA: A redacção, ortografia, conceitos e revisão final são de responsabilidade dos autores.

**DETERMINAÇÃO DE URÂNIO E TÓRIO EM PIROCLORO POR ANÁLISE POR
ATIVAÇÃO COM NÊUTRONS EPITÉRMICOS. SEPARAÇÃO
RADIOQUÍMICA DE ^{239}Np E ^{233}Pa**

Célia S. Requejo *

RESUMO

Foram feitas determinações de urânio e tório em amostras de pirocloro, por análise por ativação com nêutrons epitérmicos, utilizando-se métodos destrutivos e não destrutivos.

Em ambos os casos foram feitas irradiações de 8 horas e foram medidas as atividades correspondentes aos radioisótopos ^{239}Np e ^{233}Pa .

As análises não destrutivas foram feitas depois de vários tempos de resfriamento sendo o mínimo de 3 dias, utilizando-se detectores de Ge-Li e também de NaI(Tl) acoplados a analisadores multicanais.

As análises destrutivas foram iniciadas após 60 horas de resfriamento, tendo usado para as medidas apenas o detector de NaI(Tl) acoplado a um analisador multicanal.

A separação radioquímica foi feita após fundir a amostra do mineral com KF e KHSO_4 . O ^{239}Np foi coprecipitado com LaF_3 permanecendo o ^{233}Pa em solução. O precipitado de LaF_3 foi dissolvido com H_3BO_3 e desta solução foi eliminado o ^{140}La . A solução foi concentrada e uma alíquota foi tomada para medida de atividade do ^{239}Np . O ^{233}Pa foi coprecipitado com fosfato de zircônio após eliminação de interferentes presentes na solução, por meio de troca iônica.

Os valores médios obtidos na recuperação dos traçadores adicionados foram, em seis repetições, $95,6\% \pm 3,7$ para o ^{239}Np , e em cinco repetições, $86,6\% \pm 1,8$ para o ^{233}Pa .

Os resultados encontrados para tório são de mesma ordem de grandeza, tanto quando foram feitas as análises destrutivas como as não destrutivas. Os resultados obtidos para o urânio por análise destrutiva são mais altos do que os encontrados pelo método não destrutivo.

INTRODUÇÃO

O mineral denominado pirocloro⁽⁶⁾ é um fluorniobato de sódio e cálcio ($\text{NaCaNb}_2\text{O}_6\text{F}$), que contém ainda Ca, La e outros lantanídeos ao lado de Sn, Ta, Ti, U e Th.

Trata-se de um mineral de composição química complexa e que devido à presença de urânio e tório apresenta interesse estratégico do ponto de vista do campo nuclear. Justamente, devido ao fato de apresentar natureza química complexa, a análise não destrutiva de urânio e tório por ativação com

(*) Área de Radioquímica - Centro de Operação e Utilização do Reator de Pesquisa.

Aprovada para publicação em Fevereiro/1979.

nêutrons epitérmicos, utilizando-se os radioisótopos ^{239}U e ^{233}Th , com meias vidas de apenas 23,5 minutos e 23,3 minutos, respectivamente, sofre interferências grandes. Entretanto, irradiando-se a amostra durante 8 horas com nêutrons epitérmicos, é possível medir a atividade dos radioisótopos ^{239}Np (2,33 dias) e ^{233}Pa (27,4 dias) formados por decaimento do ^{239}U e do ^{233}Th , respectivamente.

Foram feitas determinações de urânio e tório em algumas amostras de pirocloro, por análise não destrutiva, e também por análise destrutiva com separação radioquímica do ^{239}Np e do ^{233}Pa .

PARTE EXPERIMENTAL

Prepararam-se as amostras para análise fazendo quarteação, secagem a 110°C e pulverização em almofariz de ágata. Alíquotas convenientes de soluções padrão de nitrato de urânio e de nitrato de tório foram secadas em papel de filtro, com lâmpada de raios infravermelhos. Em alguns casos foi usado como padrão o U_3O_8 irradiado sob a forma de pó, que foi dissolvido, após a irradiação, com solução de ácido nítrico.

Para irradiação, as amostras e os padrões foram acondicionados em folha de alumínio, e colocados juntos no interior de cápsulas cilíndricas de cádmio. Essas cápsulas tinham 0,8 cm de diâmetro interno e 2 cm de comprimento, sendo de 1 mm a espessura da parede e das tampas das duas extremidades do cilindro. As cápsulas de cádmio foram colocadas dentro de recipientes de alumínio e irradiadas com fluxo de nêutrons térmicos da ordem de $10^{12} \text{ n.cm}^{-2} \text{ seg}^{-1}$, durante 8 horas.

As medidas das atividades do ^{239}Np e do ^{233}Pa referentes às análises não destrutivas, foram feitas utilizando um detector de Ge-Li acoplado a um analisador de radiação de 4096 canais, e também um detector de NaI(Tl) (7 x 7 cm) acoplado a um analisador de 400 canais.

As medidas daqueles radioisótopos, após a separação radioquímica, foram feitas em um detector de NaI(Tl) (5,1 x 4,1 cm) acoplado a um analisador de 400 canais.

As atividades foram calculadas pelo método da área integrada proposto por Covell⁽³⁾.

Análise Não Destrutiva

As massas das amostras de pirocloro que foram irradiadas eram da ordem de 60 mg, e os padrões continham 10 μg de urânio e 200 μg de tório.

As atividades correspondentes aos fotopicos de 228 keV e 278 keV do ^{239}Np foram medidas entre o 3º e o 12º dia de resfriamento.

As atividades correspondentes ao fotopico de 312 keV do ^{233}Pa foram medidas entre o 3º e 100º dia de resfriamento usando o detector de Ge-Li, e após o 30º dia de resfriamento usando o detector de NaI(Tl).

Análise Destrutiva

As massas das amostras de pirocloro que foram irradiadas eram da ordem de 60 mg, e os padrões continham 200 μg de tório e 10 μg de urânio.

Iniciou-se a separação radioquímica de ^{239}Np e ^{233}Pa das amostras irradiadas, após resfriamento de 60 horas.

Fundiu-se a amostra com fluoreto de potássio em cadinho de platina, na presença de 1 mg de pentóxido de tântalo. A massa fundida foi tratada com 2 ml de ácido sulfúrico concentrado e aquecida até nova fusão. Esta massa fundida foi transferida para bequer de teflon com ácido sulfúrico concentrado, ácido fluorídrico e água, até perfazer o volume de 40 ml de solução cuja composição final era: ácido sulfúrico 10% w/v e ácido fluorídrico 10N.

Adicionaram-se 2 mg de carregador de lantânio a esta mistura, a qual foi aquecida durante 15 minutos e deixada à temperatura ambiente por 2 horas. O precipitado de fluoreto de lantânio, onde ficou retido o ^{239}Np , foi separado da solução por centrifugação, sendo lavado duas vezes com solução de ácido sulfúrico 10% v/v em mistura com ácido fluorídrico 10N. A solução sobrenadante e as lavagens foram reservadas para a determinação do ^{233}Pa .

O precipitado de fluoreto de lantânio foi dissolvido com ácido bórico e ácido clorídrico conforme Smith⁽⁸⁾. A solução de ^{239}Np foi evaporada até resíduo seco, eliminando-se o ácido clorídrico por meio de várias secagens com algumas gotas de ácido nítrico concentrado.

O resíduo foi dissolvido com ácido nítrico e o neptúnio foi levado ao estado de oxidação hexavalente usando-se permanganato de potássio, de acordo com Smith⁽⁸⁾. Desta solução eliminou-se o ^{140}La precipitando o fluoreto de lantânio e lavando o precipitado com mistura de ácido fluorídrico e ácido nítrico conforme o procedimento de Smith⁽⁸⁾. O permanganato de potássio presente em excesso na solução foi reduzido com hidroxilamina e a solução foi concentrada e transferida para balão volumétrico de 10 ml com água. Foi tomada uma alíquota de 1 ml para medida da atividade do ^{239}Np .

A solução sobrenadante que continha o ^{233}Pa foi percolada através de 2 ml de Amberlíte CG 400, 200 "mesh" na forma R-F, contidos em coluna de polietileno de 0,8 cm de diâmetro, com vazão de 1 ml por minuto. Lavou-se a resina iônica com mistura de ácido sulfúrico 10% v/v e ácido fluorídrico 10N mantendo a mesma vazão.

A solução efluente foi concentrada por aquecimento, eliminando-se o ácido fluorídrico. O ^{233}Pa presente na solução foi coletado por arraste na precipitação de fosfato de zircônio que foi feita conforme Vogel⁽⁹⁾, e contado.

O processo de separação radioquímica foi estudado usando traçadores radioativos. A solução de traçador de ^{239}Np foi preparada dissolvendo, com HNO_3 diluído, U_3O_8 irradiado durante 8 horas com nêutrons epitérmicos. A solução de traçador de ^{233}Pa foi obtida por dissolução com ácido sulfúrico diluído, de oxalato de tório irradiado durante 8 horas com nêutrons epitérmicos.

Alíquotas dos traçadores foram adicionadas à amostra de pirocloro não ativada e, a seguir, foi feita a separação radioquímica.

RESULTADOS

Os valores obtidos para a recuperação dos traçadores adicionados encontram-se na Tabela I. Analisados do ponto de vista estatístico, pelo critério "t", os resultados podem ser considerados homogêneos no nível de confiança de 95%, segundo Nalimov⁽⁷⁾. A aplicação do teste "t" mostrou que as diferenças entre o valor real e as médias obtidas são significativas no nível de confiança de 95%. Por este motivo, os resultados obtidos para o urânio e o tório após a separação radioquímica, devem ser corrigidos pelos fatores 0,956 e 0,866, respectivamente.

As Tabelas II, III e IV apresentam os resultados das análises não destrutivas do urânio e do tório em pirocloro, e os respectivos tempos de resfriamento.

Tabela I

Recuperação dos Traçadores Após Separação Radioquímica

Traçador Nº do Experimento	^{239}Np (%)	^{233}Pu (%)
1	89,9	85,9
2	93,7	86,2
3	95,8	84,4
4	100,9	96,9
5	97,6	89,6
6	95,6	—
Média e desvio padrão Coeficiente de variação	95,6 ± 3,7 3,9%	86,6 ± 1,8 2,1%

Tabela II

Determinação de Urânio em Pirocloro (pelo ^{239}Np) sem Separação Radioquímica e Usando Detector de Ge-Li

Amostra	Nº do Experimento	ppm U	Tempo de Resfriamento
A	1	37	8 dias
	2	30	7 dias
B	1	31	8 dias
	2	32	7 dias
	3	32	5 dias
C	1	40	7 dias
	2	36	8 dias
D(*)	1	343	7 dias
	2	355	7 dias
E(*)	1	336	10 dias
	2	333	14 dias

(*) Concentrados de pirocloro.

Tabela III

Determinação de Tório em Pirocloro (pelo ^{233}Pa) sem Separação
Radioquímica e Usando Detector de Ge-Li

Amostra	Nº do Experimento	Tempo de Resfriamento			Média dos resultados obtidos entre 31 e 100 dias de resfriamento	Média entre experimentos referentes ao resfriamento de 31 a 100 dias
		3 a 10 dias	11 a 30 dias	31 a 100 dias		
ppm Th						
A	1	203	235-195- 236-233	214-219- 202	212	225 ± 11 V ^(**) = 4,8%
	2	209-242	254	231	231	
	3	215	-	238-226	232	
B	1	218-236	237	237	237	210 ± 25 V = 11,9%
	2	226	214-218	218-193	206	
	3	-	234-209	199-176	188	

continua ...

continuação ...

9

Amostra	Nº do Experimento	Tempo de Resfriamento			Média dos resultados obtidos entre 31 e 100 dias de resfriamento	Média entre experimentos referentes ao resfriamento de 31 a 100 dias
		3 a 10 dias	11 a 30 dias	31 a 100 dias		
ppm Th						
C	1	111	121-120- 122-138- 133	127-135- 113-132	127	129 ± 3 V = 2,3%
	2	119	120-132	129-135	132	
	3	126	—	138-124- 129	128	
D ^(*)	1	393	650-685- 690-706	700-682- 646-685	678	745 ± 62 V = 8,3%
	2	701-626	708-819	757	757	
	3	—	831-818	820-782	801	

continua ...

continuação...

Amostra	Nº do Experimento	Tempo de Resfriamento			Média dos resultados obtidos entre 31 e 100 dias de resfriamento	Média entre experimentos referentes ao resfriamento de 31 a 100 dias
		3 a 10 dias	11 a 30 dias	31 a 100 dias		
ppm Th						
E(*)	1	213	435-494- 513-537	495-553- 491-562	520	478 ± 28 V = 5,9%
	2	354	485-510	459-471	465	
	3	407	—	503-457- 442	467	
	4	—	479-468	440-479	460	

(*) Concentrados de Pirocloro

(**) Coeficiente de variação.

Tabela IV

Determinação de Tório em Pirocloro (pelo ^{233}Pa) sem Separação
Radioquímica e Usando Detector de NaI(Tl)

Amostra	Nº Experimento	Tempo de Resfriamento (dias)	ppm Th	Média
A	1	47	248	242 ± 6 $V^{(***)} = 2,4\%$
	2	43	236	
	3	32	242	
B	1	43	247	222 ± 24 $V = 10,8\%$
	2	43	221	
	3	63	190	
C ^(*)	1	48	-	
	2	44	-	
	3	32	-	
D ^(*)	1	47	737	737 ± 24 $V = 3,3\%$
	2	43	713	
	3	63	781	
E ^(*)	1	47	808	485 ± 29 $V = 6,2\%$
	2	43	463	
	3	32	445	
	4	63	452	

(*) Concentrados de pirocloro.

(**) Interferentes não permitiram a medida desta amostra.

(***) Coeficiente de variação.

As Tabelas V e VI mostram os valores obtidos para o urânio e o tório em pirocloro, com separação radioquímica, devidamente corrigidos.

A Tabela VII apresenta os valores obtidos para a recuperação de traçador de ^{233}Pa adicionado, por arraste pelo precipitado de fosfato de zircônio.

Tabela V

Determinação de Urânio em Pirocloro (pelo ^{239}Np) com Separação Radioquímica e Usando Detector de NaI(Tl)

Amostra	Nº do Experimento	ppm U	Média
A	1	47	50,0 ± 4,2
	2	53	
B	1	45	46,5 ± 2,1
	2	48	
C	1	63	65,5 ± 2,1
	2	68	
D(*)	1	602	577,5 ± 34,6
	2	553	
E(*)	1	616	601,5 ± 20,5
	2	587	

(*) Concentrados de pirocloro.

Tabela VI

Determinação de Tório em Pirocloro (pelo ^{233}Pa) com Separação Radioquímica e Usando Detector de NaI(Tl)

Amostra	Nº do Experimento	ppm Th	Média
A	1	252	242 ± 15 $v^{(**)} = 6,2\%$
	2	231	
B	1	221	221
C	1	116	100 ± 11 $V = 10,1\%$
	2	101	
D ^(*)	1	728	747 ± 27 $V = 3,6\%$
	2	785	
	3	728	
	4	746	
E ^(*)	1	448	433 ± 22 $V = 5,1\%$
	2	417	

(*) Concentrados de pirocloro.

(**) Coeficiente de variação.

Tabela VII

Arraste de ^{233}Pa pelo Precipitado de Fosfato de Zircônio

Nº do Experimento	Recuperação de ^{233}Pa adicionado (%)
1	97,0
2	98,7
3	98,1
4	97,6
5	97,4
6	98,0
7	98,4
Média e Desvio Padrão	$97,9\% \pm 0,6$
Coefficiente de Variação	$V = 0,6\%$

DISCUSSÃO

Comparando-se os valores obtidos para o urânio nas várias amostras, sem e com separação radioquímica do ^{239}Np (Tabelas II e V, respectivamente), nota-se que os resultados obtidos com separação radioquímica são mais altos do que os obtidos por análise não destrutiva.

Ao acompanhar o decaimento do ^{239}Np contido na amostra irradiada e não processada quimicamente verificou-se que depois de 8 dias de resfriamento o valor da meia vida começava a se modificar tornando-se mais longo do que o correspondente à meia vida do ^{239}Np . Pode-se concluir que, devido à complexidade da composição química do mineral, houve interferência nos fotopicos do ^{239}Np . Removidas as impurezas interferentes, pela separação radioquímica, foi possível medir a atividade do ^{239}Np usando o detector de NaI(Tl).

Comparando-se os resultados da análise não destrutiva do tório, apresentados nas Tabelas III e IV, com os resultados obtidos com separação radioquímica (Tabela VI), verifica-se que os valores são da mesma ordem de grandeza e que a maior parte dos coeficientes de variação estão abaixo de 10%, e portanto, dentro dos erros normais de análise por ativação. Os valores das repetições de contagem da mesma amostra apresentados na Tabela III, mostram resultados dispersos, apesar de que, em média, os resultados são da mesma ordem de grandeza daqueles obtidos por análise destrutiva.

O número de experimentos realizados, tanto quando foi usada análise instrumental direta como a análise destrutiva, foi pequeno, o que conduziu a desvios padrão grandes.

A análise destrutiva permite obter resultados em tempo menor do que o tempo de resfriamento necessário para que seja possível realizar a análise não destrutiva. A separação radioquímica usada consiste de operações químicas comuns de laboratório analítico de radioquímica e o processamento de uma amostra pode ser completado em 4 períodos de 8 horas de trabalho.

A contagem do ^{239}Np foi feita em uma alíquota correspondente à décima parte da amostra que foi irradiada, o que diminuiu a sensibilidade do método. Para atingir uma sensibilidade maior seria necessário reter o radioisótopo em um precipitado o qual seria contado.

Pode-se reter o ^{239}Np , quando no seu estado de oxidação tetravalente, em precipitados tais como fluoreto de lantânio, sulfato de bário, sulfato de lantânio, iodato de tório, sílica e outros. Com o fluoreto de lantânio, coprecipita o composto insolúvel $\text{La}_2\text{NpF}_{10} \cdot x \text{H}_2\text{O}$. Quando precipitado de solução saturada de sulfato de potássio, à qual é adicionado ácido sulfúrico suficiente para torná-la 10% v/v o Np IV adapta-se à estrutura cristalina do sulfato de bário.

A Tabela I apresenta os resultados obtidos para a recuperação de ^{239}Np adicionado, cuja média é $95,6\% \pm 3,7$.

No método que foi usado, o ^{239}Np foi separado por retenção no fluoreto de lantânio. O resultado apresentado na Tabela I indica que o ^{239}Np formado por irradiação de U_3O_8 com neutrons epitérmicos, encontra-se quase todo no estado de oxidação tetravalente. Segundo Burney e Harbour⁽²⁾, quando o ^{239}Np é preparado por irradiação neutrônica de sais de urânio, de 80 a 90% do neptúnio formado encontra-se no estado tetravalente. O resultado obtido neste trabalho é superior ao mencionado na literatura.

Durante o processo de separação radioquímica há necessidade de oxidar o neptúnio até o estado de oxidação hexavalente a fim de eliminar o ^{140}La da solução. Para coletá-lo em precipitado de fluoreto de lantânio ou de sulfato de bário, para contagem, é preciso reduzir novamente o neptúnio até o estado de oxidação tetravalente.

No presente trabalho, vários experimentos foram feitos para determinar a recuperação de traçador de ^{239}Np adicionado, por coprecipitação com sulfato de bário. Obteve-se o valor de $94,5\% \pm 0,8$

para a retenção do Np IV pelo sulfato de bário, portanto com boa reprodutibilidade. No entanto, quando a solução foi oxidada e depois reduzida não foi possível obter resultados reprodutíveis, porque a operação de redução de neptúnio IV não leva facilmente ao estado de oxidação tetravalente. Segundo Magnusson e outros⁽⁵⁾, a redução de neptúnio ocorre rapidamente do estado VI para V, mas é extremamente vagarosa do estado V para IV, seja qual for o redutor usado. Por esta razão, não tendo sido encontrada a condição necessária para reduzir quantitativamente o neptúnio ao estado tetravalente, passou-se a medir a atividade de uma alíquota da solução de neptúnio em seus estados de oxidação V e VI.

Sendo o pirocloro um mineral que contém de 40 a 65% de pentóxido de nióbio⁽⁴⁾ e valores menores do que 2% de pentóxido de tantálio, torna-se necessário evitar que o ^{239}Np e o ^{233}Pa presentes na solução, sejam arrastados, quando na ausência dos respectivos carregadores, pelos produtos insolúveis formados na hidrólise do nióbio e do tantálio. Por este motivo a dissolução da massa fundida da amostra com KF e KHSO_4 foi feita com ácido fluorídrico e ácido sulfúrico em presença de carregador de lantânio. Desta maneira formaram-se íons complexos de flúor contendo os elementos nióbio, tantálio e protoactínio, solúveis, e fluoretos de lantânio e de neptúnio e lantânio, insolúveis.

Quando o ^{233}Pa encontra-se em solução na mistura formada por ácido sulfúrico 10% v/v e ácido fluorídrico 10N, obtém-se, de acordo com Bautista⁽¹⁾, a retenção total de nióbio e tantálio na resina iônica enquanto que o ^{233}Pa passa para o efluente, livre destes e de outros contaminantes. Segundo Bautista⁽¹⁾, a presença de ácido sulfúrico impede a retenção de protoactínio devido à competição do íon sulfato o qual possui maior afinidade pela resina do que o íon fluoreto.

Foi feito, neste trabalho, um estudo do comportamento dos radioisótopos ^{239}Np e ^{233}Pa em separações químicas, quanto ao rendimento e a reprodutibilidade, para aplicação na determinação de urânio e de tório em rochas, quando não for possível a análise pela medida das atividades dos radioisótopos ^{239}U e ^{233}Th .

ABSTRACT

Pyrochlore samples were analyzed to determine uranium and thorium by epithermal neutron activation analysis using destructive and non-destructive methods.

The samples were irradiated during 8 hours and the activities of the radioisotopes ^{239}Np and ^{233}Pa were measured.

After various cooling times, the shortest being of 3 days, the non-destructive analyses were made by using multichannel analyzers coupled to Ge(Li) and NaI(Tl) detectors.

After a cooling time of 60 hours the destructive analyses were started and the measurements were carried out by means of a multichannel analyzer coupled to a NaI(Tl) detector.

Fusion of the mineral sample with KF and KHSO_4 was carried out before the radiochemical separation. ^{239}Np was separated from the irradiated matrix by coprecipitation with LaF_3 , leaving ^{233}Pa in solution. LaF_3 was dissolved with H_3BO_3 and after a scavenging step, the solution was concentrated and counted. After elimination of interfering elements by anion exchange, ^{233}Pa was coprecipitated with zirconium phosphate and counted.

The mean value for the recovery of added tracer found for six replicate analyses, was $95,6\% \pm 3,7$ for ^{239}Np , and for five replicates was $86,6\% \pm 1,8$ for ^{233}Pa .

The results obtained for thorium by destructive and non-destructive analyses were on the same level, and the results obtained for uranium by destructive analysis were higher than those obtained by using non-destructive method.

REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS*

1. BAUTISTA BAUTISTA, E. R. *Separacion y purificacion de protactinio 233 por intercambio anionico em medio SO_4H_2 -FH y extraccion con disobutilcarbinol. Aplicacion al analisis por activation de torio en minerales de uranio.* Madrid, 1970. p.46, 54, 118-23. (Tese de doutoramento, Facultad de Ciencias – Seccion de Quimicas, Universidad de Madrid).
2. BURNEY, G. A. & HARBOUR, R. M. Radiolysis of neptunium solutions. In: BURNEY, G. A. & HARBOUR, R. M. *Radiochemistry of neptunium.* sem local, U.S. Atomic Energy Commission, 1974. p.29. (NAS-NS-3060).
3. COVELL, D. F. *Analyt. Chem.*, 31:1785-90, 1959 apud BOWEN, H. J. M. & GIBBONS, D. *Radioactivation analysis.* Oxford, Clarendon, 1963. p.55.
4. KIRK, R. & OTHMER, D. *Encyclopedia of chemical technology.* v.13: *manganese compounds to nitrophenols.* 2.ed. New York, N. Y., Interscience, 1967. p.768.
5. MAGNUSSON, L. B.; HINDMAN, J. C.; LA CHAPPELLET T. J. Chemistry of neptunium. Kinetics and mechanics of aqueous oxidation-reduction reactions of neptunium. In: SEABORG, G. T.; KATZ, J. J.; MANNING, W. M. *The transuranium elements. Research papers.* New York, N. Y., McGraw-Hill, 1949. p.1134-48. (NNES-4, paper 15.11).
6. MEITES, L. *Handbook of analytical chemistry.* New York, N. Y., McGraw-Hill, 1963. p.108.
7. NALIMOV, V. V. *The application of mathematical statistics to chemical analysis.* Reading, Mass., Addison-Wesley, 1963. p.106.
8. SMITH, H. L. Determination of ^{239}Np in samples containing U, Pu, and fission products. In: BURNEY, G. A. & HARBOUR, R. M. *Radiochemistry of neptunium.* sem local, U.S. Atomic Energy Commission, 1974. p.145-9. (NAS-NS-3060).
9. VOGEL, A. I. *Quimica analítica cuantitativa, v.1.* Buenos aires, Kapelusz, 1960. p.668.

(*) As referências bibliográficas relativas a documentos localizados pelo IEA foram revistas e enquadradas na NB-66 de ABNT.

INSTITUTO DE ENERGIA ATÔMICA
Caixa Postal, 11049 - Pinheiros
CEP 05508
01000 - São Paulo - SP

Telefone: 211-6011
Endereço Telefônico - IEATOMICA
Telex - 011-23592 IENA BR