



FICHE TECHNIQUE

Nucfilm Discs

Ra-NucfilmDiscs

Applications Majeures

- Détermination des isotopes de Ra dans des échantillons d'eau par spectrométrie alpha
- Détermination du Ra-228 via Th-228 et spectrométrie alpha

Conditionnement

Références

NU-D20-RA

NU-D100-RA

Forme

Box of 20 Ra-NucfilmDiscs

Box of 100 Ra-NucfilmDiscs

Propriétés physiques et chimiques

Diamètre disque : 24.5 mm

Diamètre active: 24 mm,

Epaisseur disque : 1.6 mm

Face devant adsorbant, face derrière descriptible

Option :

Diamètre disque : 26.5 mm

Diamètre active: 26 mm,

Epaisseur disque : 1.6 mm

Face devant adsorbant, face derrière descriptible

Support : Polyamid66

Composant active: MnO₂

Conditions opératoires

Température d'utilisation conseillée : /

Valeur pH d'utilisation conseillée : 4 - 8

Stockage : Dans un endroit sec et à l'abri de la lumière

Plus d'informations dans l'étude bibliographique ci-joint

Méthodes¹

Référence	Description	Matrice	Analytes	Support
app_note_ra_disc	Nucfilm application note: "How to use Ra-NucfilmDiscs"	eau	Ra-226, Ra-224 Ra-228	Disque

¹ Disques et méthodes développés par Nucfilm GmbH.



FICHE TECHNIQUE

Nucfilm Discs

U-NucfilmDiscs

Applications Majeures

- Détermination des isotopes d'uranium dans des échantillons d'eau par spectrométrie alpha

Conditionnement

Références

NU-D20-U

NU-D100-U

Forme

Box of 20 U-NucfilmDiscs

Box of 100 U-NucfilmDiscs

Propriétés physiques et chimiques

Diamètre disque : 24.5 mm

Diamètre active: 24 mm,

Epaisseur disque : 1.1 mm

Face devant adsorbant, face derrière descriptible

Support: Polycarbonate

Composant active: Résine Diphonix®

Conditions opératoires

Température d'utilisation conseillée : /

Valeur pH d'utilisation conseillée : 2 - 3

Stockage : Dans un endroit sec et à l'abri de la lumière

Plus d'informations dans l'étude bibliographique ci-joint

Méthodes²

Reference	Description	Matrix	Analytes	Support
app_note_u_disc	Nucfilm application note: "How to use U-NucfilmDiscs"	eau	U-234/235/238	Disque

² Disques et méthodes développés par Nucfilm GmbH.

Nucfilm Discs

Disques d'adsorption Ra (Ra-NucfilmDiscs)

MnO₂ est renommé pour l'adsorption très efficace du Ra même en présence des concentrations élevées du Ca. Des améliorations récentes sur la fabrication des couches MnO₂, basées sur les travaux antérieurs (1-5), permettent maintenant la synthèse de MnO₂ sous forme d'une couche mince sur la surface d'un disque de polyamide. Ces substrats sont désormais disponibles sous le nom de 'Ra-NucfilmDiscs'.

En raison de leur sélectivité élevée pour le Ra les disques permettent la détermination directe des isotopes de Ra dans des échantillons d'eau sans appliquer des méthodes de séparation radiochimique additionnelles. Les disques sont entrés en contact avec les échantillons d'eau non traités (pH 4 - 8, volume typique = 100 ml) sous agitation pour 6h. Dans ces conditions l'extraction de Ra est de l'ordre de plus de 90%.

Les disques peuvent après séchage être mesuré avec un détecteur alpha semi-conducteur. La résolution des sources obtenues est très bonne comme démontré dans la Fig.1.

Pour un détecteur d'une surface de 900 mm² et une distance entre le détecteur et la source de 10 mm le pic du Ra-226 à 4780 keV peut être considéré comme un pic type gaussien avec un tailing exponentielle. Cette pic peut donc être deconvolué par la somme d'un fit type pic gaussien et un tailing exponentiel avec les paramètres suivantes : pic gaussien : FWHM 30 à 40 keV et tailing exponentielle : 20 à 30 keV au 1/2 maximum du pic.

Pour l'analyse d'un échantillon de 100 ml (temps de comptage t = 80000 s, détecteur alpha en Si avec une surface de 900 mm² à une distance de la source de 10 mm) on obtient typiquement une limite de détection (LLD) de 5 mBq.L⁻¹ pour le Ra-226.

Le rendement mentionné auparavant de >90% a été établi pour des échantillons d'eau de qualité d'une eau potable. En prenant des précautions adaptées d'autres types d'eau peuvent être analysés aussi, mais il faut tenir compte que l'efficacité d'adsorption dépend de la composition chimique de l'échantillon. Le MnO₂ a une sélectivité élevée non seulement pour le Ra mais également pour le Ba. Le Ba, si présent à une concentration de l'ordre de mg.L⁻¹, entre en concurrence avec le Ra pour les sites d'adsorption, résultants dans des rendements d'extraction du Ra inférieurs. En cas des doutes l'efficacité d'absorption peut être déterminée en

exposant successivement au moins deux disques au même échantillon ('template exposition'). Chaque disque adsorbe toujours la même fraction du Ra encore présent en solution, il est ainsi possible de calculer l'activité des isotopes de Ra dans l'échantillon basé sur les taux de comptage de chacun des ces disques.

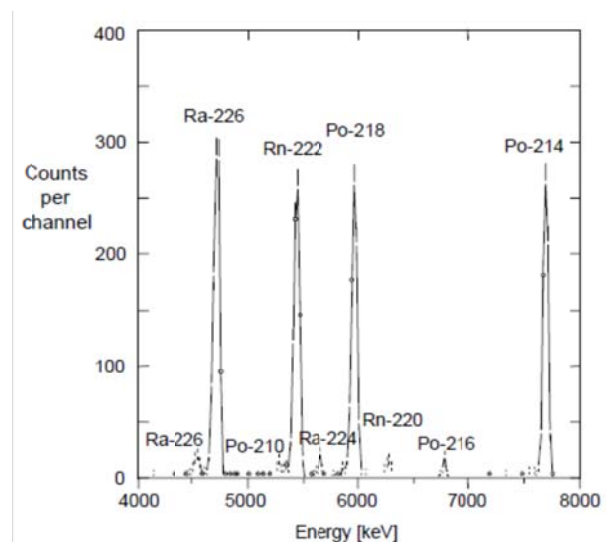


Fig. 1 : Spectrum d'un Ra-NucfilmDisc exposée à un échantillon d'une eau minérale portugaise.

Pour des échantillons de basse activité (dans l'ordre des quelques dizaines de mBq.L⁻¹) les taux de comptage sont trop bas pour employer cette méthode, dans ce cas-ci une activité Ra-226 connue (un dizaine de mBq) peut être ajoutée à l'échantillon avant d'exposer le deuxième disque. Il est essentiel d'employer une solution étalon Ra-226 avec un bas contenu de Ba (concentration finale en Ba dans l'échantillon à analyser << mg.L⁻¹).

Dans le cas des eaux pétillantes avec une teneur en minéraux élevée Na₂EDTA est ajouté afin de complexer le calcium. Ceci empêche la précipitation du Ca due à la perte de CO₂. On n'observe aucun effet apparent de cette complexation sur l'efficacité d'adsorption de Ra (pour des ajouts jusqu'à 1g.L⁻¹ Na₂EDTA).

En plus du Ra, le Po est également adsorbé avec un rendement élevé. L'adsorption de l'uranium est en général basse, moins de 5% des activités U-238 ou U-234 présent dans l'échantillon sont adsorbés. L'efficacité d'adsorption peut varier fortement d'un échantillon à l'autre, ces variations peuvent être dû aux différences sous la forme chimique dans laquelle l'uranium est présent dans l'échantillon; CO₃²⁻ forme les complexes anioniques ou neutres très stables avec le cation d'uranyle (UO₂²⁺). Ce complexes ne sont pas adsorbés par le MnO₂; le carbonate aide ainsi à

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

éviter l'adsorption d'U; le même est vrai pour le Th (6).

Les Ra-NucFilmDiscs peuvent également être employés pour la détermination de Ra-228 en suivant la croissance de Th-228 sur une période prolongée (7).

Disques d'adsorption d'U (U-NucfilmDiscs)

Les disques d'U-Nucfilm sont basés sur la résine Diphonix® (8, 9) finement moulu qui a été immobilisé sur un disque de polycarbonate sous forme de couche mince (l'uranium est adsorbé très près de la surface, à environ 1 µm.). La résine Diphonix® est une résine d'échange cationique avec une très haute acidité contenant les groupes de diphosphonate, qui déterminent la sélectivité de la résine pour les actinides, et des groupes de sulfonate pour l'amélioration de la cinétique d'absorption. La résine a la sélectivité exigée pour l'U, alors que la sélectivité pour le Ra est très basse (8, 9). En plus elle permet de travailler à des valeurs pH basse, ainsi éliminant l'interférence potentielle de l'extraction d'U due à la complexation par CO_3^{2+} dissous.

L'adsorption d'U est considérablement plus lente sur ces films que l'adsorption de Ra sur les disques MnO_2 ; il faut 20h pour que l'équilibre d'extraction soit atteint (4h pour 50% de l'équilibre). Pendant 20h un disque d'un diamètre de 24mm exposé à un échantillon acidifié et remué de 100 ml adsorbe en général plus de 90% de l'U présent dans échantillon.

Le valeur pH peut être ajustée en utilisant des différents acides (p.e. l'acide formique, citrique ou nitrique) et devrait être gardé au-dessous du pH 3, de préférence à pH 2. L'utilisation de l'acide formique est recommandée.

Après séchage le disque exposé peut être mesuré avec un détecteur semi-conducteur. La résolution d'énergie des spectres obtenus n'est pas aussi bonne que pour les films MnO_2 , néanmoins les pics d'U-234 et d'U-238 sont clairement séparés. En utilisant un détecteur d'une surface de 900 mm^2 et une distance entre le détecteur et la source de 10 mm les pics d'U peuvent être déconvolué comme des pics type gaussien avec un tailing exponentielle avec des paramètres de déconvolution suivantes : pic gaussien : FWHM 30 à 40 keV et tailing exponentielle : 30 à 50 keV au $\frac{1}{2}$ maximum du pic.

Pour l'analyse d'un échantillon de 100 ml (temps de comptage $t = 80000$ s, détecteur alpha en Si avec une surface de 900 mm^2 à une distance de la source de 10 mm) on obtient typiquement une

limite de détection (LLD) de 10 mBq.L^{-1} pour l'U-234 et l'U-238.

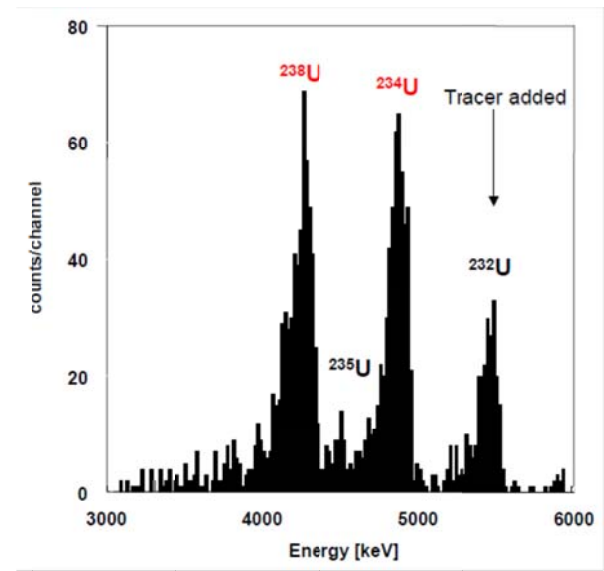


Fig 2: Spectrum d'une eau minérale („Aproz Ancienne“, Valais, Suisse) obtenu en utilisant des Disques U-Nucfilm; Conditions de comptage: 900 mm^2 Si-détecteur, distance détecteur – source : 11 mm, temps de comptage : 80'000 s. L'activité du traceur U-232 est de 200 mBq.L^{-1} .

Bibliographie

- (1) Glöbel, B. and Berlich, J., Eine einfache und schnelle Methode zur Bestimmung von ^{226}Ra in wässrigen Proben, In: Proc. Fachgespräch Ueberwachung der Umweltradioaktivität, 22-24 March 1983, Karlsruhe, 1983
- (2) Moore, W.S. and Reid, D.F., Extraction of Radium from Natural Waters Using Manganese Impregnated Acrylic Fibers, J. Geophys. Res. 78, 8880-8886, 1973
- (3) Surbeck H., Piller, G. and Ferreri, G., Die Suche nach Radonquellen, In: Tagungsbericht "Radon und die Strahlungsbelastung der Lunge", Cramer, R. and Burkart, W.(Eds.), PSI-Bericht Nr.22, Villigen, Switzerland, 1989.
- (4) Surbeck, H., Determination of natural radionuclides in drinking water, a tentative protocol, Sci.Total Environment, 173/174, 91-99, 1995.
- (5) Moon D.S., Burnett W.C., Nour S., Horwitz E.P., Bond A., Preconcentration of Radium Isotopes from Natural Waters Using MnO_2



ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

- resin, *Applied Radiation and Isotopes*, 59, 255 – 262, 2003
- (6) Morvan K., Andres Y., Mokili B. and Abbe J.C., Determination of Radium-226 in Aqueous Solutions by α -Spectrometry, *Anal. Chem.*, 73 (17), 4218–4224, 2001
 - (7) Eikenberg, J., Tricca, A., Vezzu, G., Bajo, S., Ruethi, M. and Surbeck, H., Determination of Ra-228, Ra-226 and Ra-224 in natural water via adsorption on MnO₂-coated discs, *J. Environmental Radioactivity*, 54, 109-131, 2001
 - (8) Horwitz, E.P., Chiarizia, R., Diamond, H. Gatrone, R.C., Alexandratos, S.D., Trochimzuk, A.Q. and Creek, D.W., Uptake of Metal Ions by a New Chelating Ion Exchange Resin, *Solv. Extr. Ion Exch.*, 11, 943ff, 1993
 - (9) Diphonix® Resin: A Review of its properties and applications Chiarizia R. et al., *Sep. Sci. Technol.*, 32, 1 – 35, 1997