
**Качество воды. Изотопы урана. Метод
определения с использованием альфа-
спектрометрии**

*Water quality — Uranium isotopes — Test method using alpha -
spectrometry*

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13166:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014>

Ответственность за подготовку русской версии несёт GOST R
(Российская Федерация) в соответствии со статьёй 18.1 Устава



Ссылочный номер
ISO 13166:2014(R)

iTeh STANDARD PREVIEW
(standards.iteh.ai)

ISO 13166:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014>



ДОКУМЕНТ ЗАЩИЩЕН АВТОРСКИМ ПРАВОМ

© ISO 2014

Все права сохраняются. Если не задано иначе, никакую часть настоящей публикации нельзя копировать или использовать в какой-либо форме или каким-либо электронным или механическим способом, включая фотокопии и микрофильмы, без предварительного письменного согласия офиса ISO по адресу, указанному ниже, или членом ISO в стране регистрации пребывания.

ISO copyright office
Case postale 56 • CH-1211 Geneva 20
Tel. + 41 22 749 01 11
Fax + 41 22 749 09 47
E-mail copyright@iso.org
Web www.iso.org

Опубликовано в Швейцарии

Содержание

Страница

Предисловие.....	iv
Введение	v
1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Термины, определения и обозначения.....	2
4 Сущность метода.....	2
5 Химические реактивы и оборудование	3
5.1 Общие положения.....	3
5.2 Химические реактивы	4
5.3 Оборудование	4
6 Отбор проб и пробы.....	4
6.1 Отбор проб	4
6.2 Хранение проб.....	5
7 Разделение и измерение.....	5
7.1 Химические этапы	5
7.2 Измерение	5
8 Обработка результатов.....	6
8.1 Использование спектра	6
8.2 Расчет удельной активности.....	6
8.3 Стандартная неопределенность.....	6
8.4 Порог принятия решения.....	7
8.5 Предел обнаружения	7
9 Протокол испытания.....	8
Приложение А (информативное) Химическое выделение урана	9
Приложение В (информативное) Подготовка источника альфа-частиц электроосаждением.....	14
Приложение С (информативное) Подготовка источника совместным осаждением	17
Приложение D (информативное) Распространение изотопов урана	19
Библиография.....	20

Предисловие

Международная организация по стандартизации (ISO) всемирная федерация национальных органов по стандартизации (комитеты-члены ISO). Работа по подготовке международных стандартов обычно ведется через технические комитеты ISO. Каждый комитет-член ISO, проявляющий интерес к тематике, по которой учрежден технический комитет, имеет право быть представленным в этом комитете. Международные организации, государственные и негосударственные, имеющие связи с ISO, также принимают участие в работе. ISO тесно сотрудничает с Международной электротехнической комиссией (IEC) по всем вопросам стандартизации в области электротехники.

Процедуры, используемые для разработки данного документа, и процедуры, предусмотренные для его дальнейшего ведения, описаны в Директивах ISO/IEC Directives, Part 1. В частности, следует отметить различные критерии утверждения, требуемые для различных типов документов ISO. Проект данного документа был разработан в соответствии с редакционными правилами Директив ISO/IEC Directives, Part 2. www.iso.org/directives.

Необходимо обратить внимание на возможность того, что ряд элементов данного документа могут быть предметом патентных прав. Международная организация ISO не должна нести ответственность за идентификацию таких прав, частично или полностью. Сведения о патентных правах, идентифицированных при разработке документа, будут указаны во Введении и/или в перечне полученных ISO объявлениях о патентном праве. www.iso.org/patents.

Любое торговое название, использованное в данном документе, является информацией, предоставляемой для удобства пользователей, а не свидетельством в пользу того или иного товара или той или иной компании.

Для пояснения значения конкретных терминов и выражений, относящихся к оценке соответствия, а также информации о соблюдении организацией ISO принципов ВТО по ТБТ (Техническим барьерам в торговле). См. URL :Предисловие. [Дополнительная информация.](http://standards.iteh.ai)

Технический комитет, несущий ответственность за данный документ, ISO/TC 147, *Качество воды*, Подкомитет SC 3, *Радиологические методы*.

Введение

В окружающей среде присутствует радиоактивность ряда встречающихся в природе и антропогенных источников. Таким образом, водные объекты (например, поверхностные воды, грунтовые воды, морские воды) могут содержать радионуклиды естественного и искусственного происхождения:

- Природные радионуклиды, включая калий 40, и радионуклиды, обязанные происхождением урановому и ториевому радиоактивным семействам, в частности, радий 226, радий 228, уран 234, уран 238, свинец 210, можно обнаружить в воде по естественным причинам (например, в результате десорбции из почвы и вымывания дождевой водой) или в результате технологических процессов, включая встречающиеся в природе радиоактивные материалы (например, разработка и переработка минеральных песков или производство и применение фосфатных удобрений);
- Искусственные радионуклиды, например, трансурановые элементы (амерций, плутоний, нептуний, кюрий), тритий, углерод 14, стронций 90 и некоторые гамма-излучающие радионуклиды, также можно обнаружить в природных водах в результате разрешенных плановых выбросов в окружающую среду в малых количествах вместе со сточными водами производств ядерного топливного цикла. Они также выделяются в окружающую среду после использования в негерметичных источниках для применения в медицине и промышленности. Их также обнаруживают в воде в результате заражения радиоактивными осадками при взрыве в атмосфере ядерных установок и аварий, например, в Чернобыле и Фукусиме.

Питьевая вода, таким образом, может содержать радионуклиды при удельной активности, которая может представлять риск для здоровья людей. Чтобы оценить качество питьевой воды (включая минеральные и родниковые воды) в отношении содержания в ней радионуклидов и представить руководство по уменьшению риска для здоровья посредством принятия мер по снижению удельной активности радионуклидов, водные ресурсы (грунтовые воды, речная, озерная, морская вода и т.д.) и питьевую воду подвергают мониторингу на радиоактивность в соответствии с рекомендациями Всемирной организации по здравоохранению [ВОЗ].

ISO 13166:2014

Международный стандарт на метод определения удельной активности изотопа урана в пробах воды утвержден для испытательной лаборатории, выполняющей такие измерения, иногда требуют национальные органы власти, так как лаборатории могли бы получить специальную аккредитацию для измерений радионуклидов в пробах питьевой воды.

Удельная активность урана может изменяться в зависимости от геологических и климатических характеристик местности (Приложение D). Рекомендованный ВОЗ указательный уровень урана-238 и урана-234 в питьевой воде составляет 10 и 1 Бк · л⁻¹, соответственно. Временное нормативное значение для концентрации урана в питьевой воде составляет 30 мкг · л⁻¹ на основе его химической токсичности, которая превосходит его радиологическую токсичность.

ПРИМЕЧАНИЕ Указательный уровень представляет собой удельную активность (округленную до порядка величины) при потреблении 2 л · д⁻¹ (литров в день) питьевой воды в течение 1 года, что дает эффективную дозу 0,1 мЗв · год⁻¹ для населения; эффективную дозу, представляющую очень низкий уровень риска, который не приведет к обнаружимому неблагоприятному воздействию на здоровье.

Данный международный стандарт является одним из серии международных стандартов на методы испытания, касающихся измерения удельной активности радионуклидов в пробе воды.

Качество воды. Изотопы урана. Метод определения с использованием альфа-спектрометрии

ПРЕДУПРЕЖДЕНИЕ — Пользователи данного международного стандарта должны быть знакомы с обычной лабораторной практикой. Настоящий стандарт не преследует цели рассмотреть все вопросы, связанные с безопасностью, если они возникают при его использовании. Пользователь сам несет ответственность за разработку соответствующих правил техники безопасности и охраны здоровья, а также за обеспечение соответствия условиям национальных регламентов.

ВНИМАНИЕ! – Самое главное, чтобы анализ в соответствии с настоящим международным стандартом выполнялся обученным персоналом.

1 Область применения

Данный международный стандарт устанавливает условия определения удельной активности изотопов урана в пробах природных вод (включая морскую воду) методом альфа-спектрометрии и ^{232}U в качестве индикатора. Требуется химическое разделение для выделения и очистки урана из пробы.

Изотопы плутония, если присутствуют в обнаруживаемой концентрации в пробе, могут помешать определению.

Предел обнаружения для измерения пробы объемом примерно 500 мл составляет приблизительно $5 \text{ мБк} \cdot \text{л}^{-1}$ с временем подсчета порядка 200 000 с. [2014](https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014)

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014>

2 Нормативные ссылки

Нижеследующие нормативные документы являются обязательными для применения настоящего документа. В отношении датированных ссылок действительными являются только указанные издания. В отношении недатированных ссылок применимо последнее издание ссылаемого документа, включая любые изменения к нему.

ISO 3696, *Вода для лабораторного анализа. Технические условия и методы испытаний*

ISO 5667-1, *Качество воды. Отбор проб. Часть 1: Руководство по составлению программ и методик отбора проб*

ISO 5667-3, *Качество воды. Отбор проб. Часть 3: Консервация и обработка проб воды*

ISO 11929, *Определение предельных характеристик (порога принятия решения, предела обнаружения и пределов доверительного интервала) для измерений ионизирующего излучения. Основы и применение*

ISO/IEC 17025, *Общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий*

ISO 80000-10, *Величины и единицы. Часть 10. Атомная и ядерная физика*

3 Термины, определения и обозначения

В данном документе используются термины, определения и обозначения, приведенные в ISO 80000-10 и ISO 11929, а также следующие.

Таблица 1 — Обозначения и определения

Обозначение	Определение
A	активность добавленного индикатора ^{232}U , в беккерелях, на момент измерения
c_A	удельная концентрация ^{238}U или ^{235}U или ^{234}U , в беккерелях на литр
c_A^*	порог принятия решения, в беккерелях на литр
$c_A^\#$	предел обнаружения, в беккерелях на литр
$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleright}$	верхняя и нижняя граница доверительного интервала, в беккерелях на литр
R	общий результат измерений
r_0, r_{0T}	скорость счета фона в секунду для урановых аналитов и индикатора в соответствующих исследуемых областях (ROI) спектра холостой пробы
R_c	химический выход
r_g, r_{gT}	общая скорость счета в секунду для урановых аналитов и индикатора в соответствующих исследуемых областях (ROI) спектра измеряемой пробы
t_0	время счета фона, в секундах
t_g	время счета пробы, в секундах
U	расширенная неопределенность, рассчитанная по $U = ku(c_A)$ при $k = 1, 2, \dots$, в беккерелях на литр
$u(c_A)$	стандартная неопределенность, связанная с результатом измерения; в беккерелях на литр
V	объем испытываемой пробы, в литрах
ε	эффективность счета

4 Сущность метода

Испытуемую пробу смешивают с аликвотным количеством индикатора ^{232}U , после доведения пробы до равновесного состояния перед анализом. После цикла оценки валентности для согласования состояний окисления, химически выделяют уран посредством концентрирования (например, осаждения) с последующим выделением конкретных изотопов (например, используя метод ионообменной хроматографии).

Торий-230, ^{226}Ra и ^{228}Th могут присутствовать в воде и мешать счету изотопов урана, если не провести химическое разделение для удаления этих радионуклидов из пробы для анализа.

Тонкий источник (альфа-частиц) для измерения готовят посредством электролитического осаждения или совместным осаждением и измеряют методом альфа-спектрометрии, используя приборы с сетчатой камерой или полупроводникового типа. Принцип измерения основан на взаимодействии альфа-частиц со средой обнаружения. При таком взаимодействии создается заряд, который усиливается, и выходной сигнал в форме импульса напряжения, пропорционального энергетической входящей альфа-частицы.

Электрический импульс от детектора анализируют с помощью электронных систем. Программа анализа данных дает спектр, в котором показано число зарегистрированных в каждом диапазоне энергии импульсов (счет).

Анализ скорости счета в окнах энергии альфа-частиц для изотопов урана позволяет определить удельную активность испытуемой пробы для урана-238, урана-235 и урана-234, после введения поправки на скорость счета в холостом опыте, объем испытуемой пробы и общий результат измерения (химический выход и эффективность обнаружения).

Химический выход и эффективность обнаружения необязательно определять по отдельности, можно определить их вместе измерением общего результата измерения по чистой скорости счета для ^{232}U , добавленного в качестве индикатора химического выхода.

Чтобы количественно определить все потенциальные помехи от реактивов, готовят холостую пробу, также как испытуемую пробу. Эту холостую пробу готовят на базе эталонной воды.

Для контроля качества, чтобы количественно определить потенциальные примеси в растворе индикатора, необходимо приготовить еще одну холостую пробу с добавлением индикатора.

Характеристики радиоактивности основных изотопов урана приведены в Таблице 2 (Ссылки [7][8]).

Таблица 2

Изотоп урана	Период полураспада лет	Энергия основного излучения кэВ	Интенсивность %
232	70,6 ($\pm 1,1$)	5 263,48	30,6
		5 320,24	69,1
233	$159,1 (\pm 0,2) \times 10^3$	4 783,5	13,2
		4 824,2	84,3
234	$2,455 (\pm 0,006) \times 10^5$	4 722,4	28,42
		4 774,6	71,37
235	$704 (\pm 1) \times 10^6$	4 366,1	18,8
		4 397,8	57,19
		4 414,9	3,01
236	$23,43 (\pm 0,06) \times 10^6$	4 445	26,1
		4 494	73,8
238	$4,468 (\pm 0,005) \times 10^9$	4 151	22,33
		4 198	77,54

При спектральном разрешении (FWHM полная ширина, на середине максимальной высоты) порядка 20 кэВ в лучшем случае, альфа-спектрометрия с трудом различает ^{233}U и ^{234}U , и не различает ^{235}U и ^{236}U , ввиду схожести их соответствующих энергий излучения; в то же время, ^{233}U и ^{236}U обычно не встречаются в пробах из окружающей среды.

5 Химические реактивы и оборудование

5.1 Общие положения

Химические реактивы и оборудование, используемые для химической обработки и подготовки источника, описаны в Приложениях А - С, дающих различные варианты. Там где существуют варианты, необходимо использовать, по крайней мере, один из представленных вариантов.

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты.

5.2 Химические реактивы

5.2.1 Вода для лабораторного анализа, используемая в качестве холостой пробы, максимально свободная от химических или радиоактивных примесей (например, изотопов урана), соответствующая классу 3 по ISO 3696.

Свежая дождевая вода является примером воды с очень низкой удельной активностью урана. Удельную активность урана в такой воде можно оценить одновременно как помехи от реактивов или, с помощью другого типа прецизионного измерения, например, масс-спектрометрию с термоионизацией или ионизацией в индуктивно связанной плазме.

5.2.2 Раствор индикатора урана-232, используется для определения общего выхода. Его также можно использовать для расчета химического выхода. Этот раствор готовят разбавлением подходящего стандарта, что обеспечивает прослеживаемость до национальных или международных стандартов. Раствор индикатора должен быть однородным и стабильным.

Следует рассчитать удельную активность раствора индикатора и добавлять небольшие количества этого раствора, чтобы оставаться в диапазоне активности, присущей испытываемой пробе. Например, удельная активность раствора индикатора может быть от $0,05 \text{ Бк} \cdot \text{г}^{-1}$ до $1 \text{ Бк} \cdot \text{г}^{-1}$.

Рекомендуется проверять активность и чистоту разбавленного раствора индикатора до использования и через равномерные интервалы после приготовления. Это можно осуществить, например, посредством жидкостного сцинтилляционного счетчика, но при этом необходимо учесть прирост продуктов распада радионуклидов. Выполнение холостого опыта с индикатором изотопов является потенциальным путем идентификации любого присутствия аналитов изотопов урана в индикаторе.

Торий-228 может присутствовать в растворе индикатора ^{232}U и обладает энергией, очень близкой к материнскому изотопу ^{232}U . Поэтому требуется разделить Th и U (Ссылки [11],[12]) для минимизации влияния ^{228}Th , так чтобы результат счета ^{232}U не оказался завышенным (см. Раздел 4).

5.3 Оборудование

ISO 13166:2014

<https://standards.iteh.ai/catalog/standards/sist/1f8df720-38b3-4132-baaf-7cccd3c2d06c/iso-13166-2014>

Обычное лабораторное оборудование и, в частности, следующее:

5.3.1 Альфа-спектрометр, с сетчатой ионизационной камерой (с высоким уровнем детектирования, но более низким разрешением) или полупроводникового типа (с более низким уровнем детектирования, но более высоким разрешением). Рекомендуется работа при постоянной температуре. Необходимо следовать инструкциям изготовителя.

Для прибора полупроводникового типа измерения методом альфа-спектрометрии зависят от взаимодействия альфа-частиц с кремнием с имплантированными ионами. Такое взаимодействие постоянно изменяет проводимость кремния, пропорциональную энергии входящей альфа-частицы. Чтобы получить спектры с хорошим разрешением, необходимо поддерживать детекторную систему при давлении $<1 \text{ Па}$. Далее разрешение можно улучшить, увеличивая расстояние между источником и детектором.

5.3.2 Пипетка, пригодная для точного переноса (например, 100 мкл) раствора индикатора урана-232 при общей точности в пределах $\pm 1 \%$.

5.3.3 Весы, например, дающие точность взвешивания $\pm 0,1 \text{ мг}$.

6 Отбор проб и пробы

6.1 Отбор проб

Условия пробоотбора должны соответствовать требованиям ISO 5667-1.

Фильтруют пробу, чтобы удалить твердые частицы, затем подкисляют до $< \text{pH } 2$ азотной кислотой или соляной кислотой, максимально быстро после отбора пробы перед анализом, в соответствии с ISO 5667-3. Подкисление перед фильтрованием может привести к вымыванию урана из твердых компонентов пробы.

Важно, чтобы лаборатория получила репрезентативную пробу, не претерпевшую изменения в процессе транспортирования и хранения, и в неповрежденном контейнере.

6.2 Хранение проб

Если требуется, пробу необходимо хранить в соответствии с требованиями ISO 5667-3.

7 Разделение и измерение

7.1 Химические этапы

Предложенные стратегии разделения и подготовки источника описаны в приложениях А, В и С соответственно.

7.2 Измерение

7.2.1 Контроль качества

Необходимо измерить источники для контроля качества оборудования, чтобы подтвердить, что измерительное оборудование работает в согласованных пределах.

Тонкий источник $^{239/240}\text{Pu}$ (также можно пользоваться другими излучателями альфа-частиц, такими как ^{230}Th , ^{239}Pu , ^{244}Cm , и ^{241}Am) можно применить для проверки калибровки энергии и разрешения (альфа-излучатели находятся в диапазоне от 5,10 МэВ до 5,20 МэВ), и значительной задержки на протяжении срока службы источника не наблюдается.

7.2.2 Химический выход

Химический выход можно рассматривать как параметр контроля качества. Обычно химический выход получается порядка 90 %. При очень низких химических выходах лаборатория может принять решение о повторном выполнении анализа пробы.

Химический выход R_c процесса можно рассчитать по формуле (1):

$$R_c = \frac{R}{\varepsilon} \quad (1)$$

Общий выход R представляет собой произведение химического выхода на эффективность счета ε .

Общий выход, R , вычисляют по спектру пробы, используя формулу (2):

$$R = \frac{(r_{gT} - r_{0T})}{A} \quad (2)$$

7.2.3 Фон

Фоновая величина каждого детектора определяется с пустой подставкой для источника, а продолжительность определения должна быть не меньше продолжительности измерения пробы.