

Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad

CSN



Colección
Informes Técnicos 11.2003
Serie
Vigilancia Radiológica
Ambiental
Procedimiento 1.2

Procedimiento para
la conservación
y preparación de
muestras de suelo
para la determinación
de la radiactividad

Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad

Autores: A. Baeza, coordinador
A. Alonso
M.C. Heras

Colección
Informes Técnicos 11.2003
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.2



Colección Informes Técnicos
Referencia Int-04.07

Agradecemos la colaboración de las instituciones y laboratorios citados en este documento, y de las personas que desarrollan en ellos su labor, gracias a las cuales se dispone de los procedimientos elaborados.

© Copyright 2003, Consejo de Seguridad Nuclear

Edita y distribuye:
Consejo de Seguridad Nuclear
C/ Justo Dorado, 11. 28040 Madrid. España
www.csn.es
peticiones@csn.es

Maquetación: RGB Comunicación, S.L.
Impresión:
I.S.B.N.: 84-95341-41-7
Depósito legal:



Índice

1. Prólogo	6
2. Introducción y justificación	7
3. Campo de aplicación	9
4. Sistemática de trabajo	10
5. Desarrollo del procedimiento	11
5.1. <i>Sobre la recepción de la muestra</i>	11
5.2. <i>Sobre la conservación de la muestra</i>	12
5.3. <i>Sobre la preparación de la muestra</i>	13
6. Referencias	18

1. Prólogo

El fin de este trabajo es informar sobre los objetivos fijados, los contenidos a tener presente y el proceso seguido por el Subgrupo de Conservación y Preparación de Muestras para el desarrollo de un Procedimiento para la Recepción, Conservación y Preparación de muestras de suelo, publicado como Norma UNE.

El *Subgrupo de Conservación y Preparación* es miembro del *Grupo de Normas*, integrado en el Subcomité SC-03 del Comité Técnico de Normalización CTN-73 de AENOR, y está formado por las siguientes personas:

- Antonio Baeza Universidad de Extremadura. Coordinador
- Adela Alonso Geocisa
- Mari Carmen Heras Ciemat

En el presente documento se pretende describir los objetivos establecidos, los criterios aplicados, los procesos seguidos y los contenidos esenciales que se estimaron debían recogerse en un texto para que pudiera constituir un procedimiento normalizado, en el que se englobase el conjunto de acciones necesariamente implicadas para la recepción de las muestras de suelo en el laboratorio, su registro, su conservación y su preparación, previa a la eventual separación radioquímica y en todo caso, previa a la medida de su contenido radiactivo.

Así pues, con la aplicación del precitado procedimiento normalizado se debería poder garantizar al menos los siguientes dos aspectos que condicionan extraordinariamente la calidad de los resultados que se obtengan en el análisis del contenido radiactivo existente en las muestras de suelos. En primer lugar, facilitar la preservación temporal de las citadas muestras, es decir, debe recoger los procedimientos que son precisos aplicar para que las muestras de suelos así tratadas mantengan inalterables con el tiempo sus características físico-químicas. En segundo lugar, asegurar que los diferentes ensayos se ejecutan sobre alícuotas de la muestra de suelos originalmente recolectada, con propiedades y composición idénticas entre sí y a su vez idénticas a las de la muestra de suelos de la que proceden.

2. Introducción y justificación

Variaciones en la forma de manipular, conservar y preparar una muestra previa a la medida de su contenido radiactivo, pueden afectar considerablemente a los resultados que se obtengan.

Una vez recolectada una muestra de suelo, con el objetivo de determinar su contenido radiactivo, debe someterse a una serie relativamente amplia de procesos consecutivos. Éstos van desde su transporte al laboratorio, su recepción, conservación, la eventual extracción de alícuotas para efectuar sobre ellas las correspondientes separaciones radioquímicas, garantizando en todo caso que cada una de dichas alícuotas son a su vez representativas de la muestra de suelo inicial; hasta finalmente la preparación y el acondicionamiento de la muestra o de sus alícuotas para su medida propiamente dicha. Como consecuencia de todos estos procesos, pequeñas variaciones en la forma de manipular, conservar y/o preparar la muestra para determinar su contenido radiactivo, pueden afectar considerablemente a los resultados, aspecto éste que tiene una singular relevancia para muestras de suelos de características radiactivas calificables de ambientales, dado que en ellas las actividades que se pretenden cuantificar, son normalmente muy próximas a los límites de detección de los procedimientos de medida.

Así pues, si siempre es necesario el reducir las posibles fuentes de variabilidad externa, este aspecto cobra aún mayor importancia si cabe, cuando se trata de realizar un seguimiento temporal sistemático del contenido radiactivo presente en el suelo existente en un determinado punto, representativo de una zona geográfica, o cuando se desea efectuar la comparación de los resultados obtenidos para diferentes zonas geográficas, máxime cuando estos valores suelen ser frecuentemente proporcionados por diferentes laboratorios.

Sin embargo, es fácil apreciar a partir de la lectura del apartado de “material y métodos” de un gran número de trabajos científicos publicados en este campo, una cierta minusvaloración hacia la significancia del conjunto de actividades que deben desarrollarse con las muestras de suelos, desde su recepción en el laboratorio hasta su tratamiento radioquímico o análisis. Así, a modo de ejemplo, en algunos casos, los detalles que se citan se circunscriben exclusivamente al tamaño máximo de grano que se selecciona para que integre las muestras de suelo sometidas a análisis (BUN94), (LLA94), cuando éste y su composición es determinante del contenido radiactivo no sólo de origen artificial (BAE95), sino también de origen natural de dichos suelos (BAE95A). En otros casos, se indican las temperaturas de secado o de calcinado de las muestras (BUN94), (LLA94), sin aportar información sobre los tiempos que se emplean en dichos procesos, o las razones y los controles que se aplican para garantizar que las características de las muestras de suelos así obtenidas permanecen inalteradas.

Por todo lo cual, y dado que la utilización de procedimientos normalizados, permiten reducir en gran medida las posibles diferencias que pueden producirse en los resultados obtenidos, ha parecido conveniente diseñar uno de rango nacional UNE73311-5 (UNE02A) aplicable a la utilización de diferentes procesos para la recepción, conservación y preparación de las muestras, el cual se presenta esquemáticamente en la figura 1, contribuyendo además su utilización sistemática a asegurar un estándar de la calidad en los resultados obtenidos.

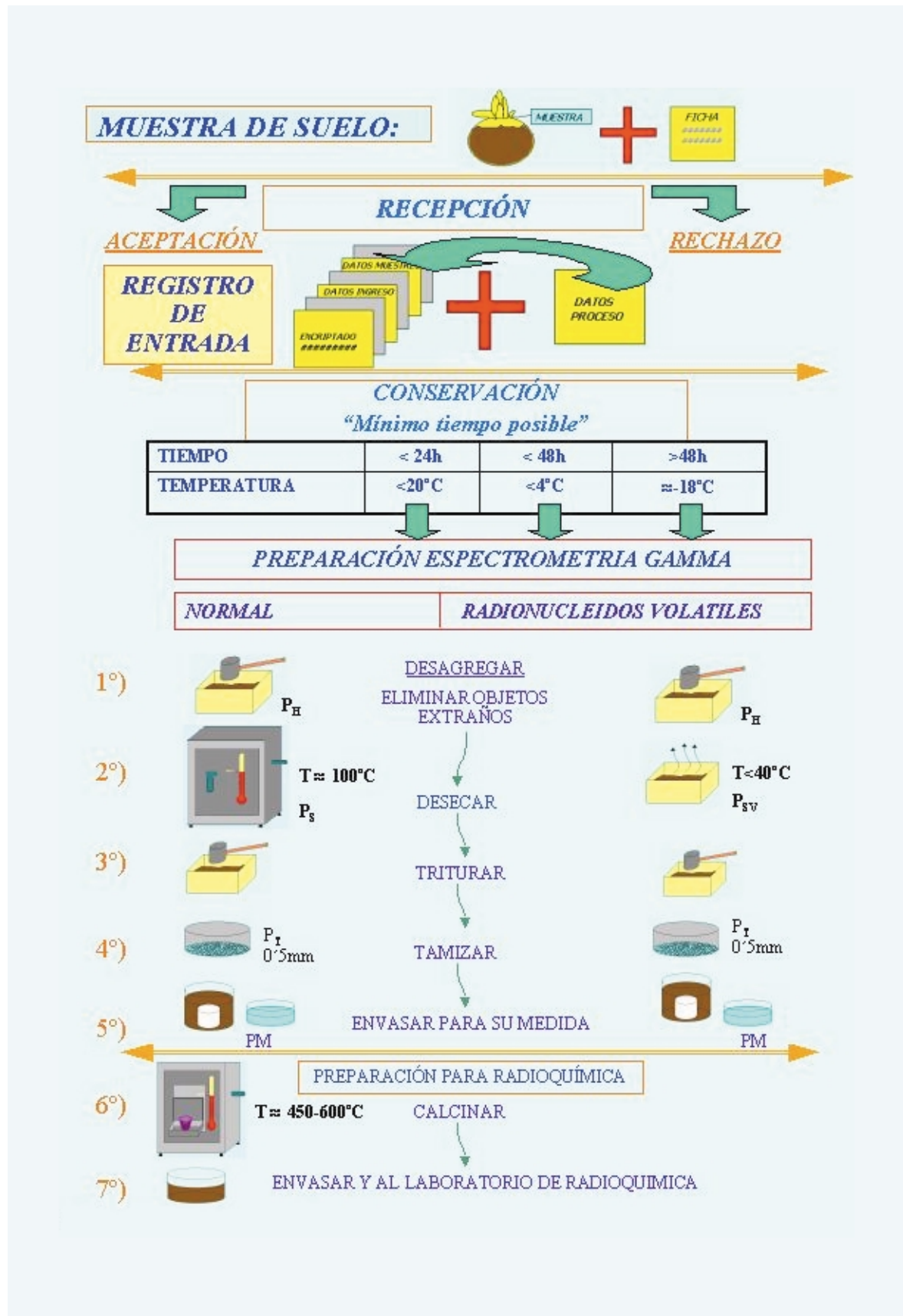


Figura 1. Esquema del procedimiento para la recepción, conservación y preparación de suelos

3. Campo de aplicación

Es de aplicación a cualquier tipo de muestra de suelo en la que deseemos conocer su contenido radiactivo, con tal de que éste se sitúe dentro del rango de valores calificable de habitual en muestras ambientales.

El procedimiento elaborado es de aplicación a todo aquel laboratorio que precise efectuar prácticamente cualquier tipo de análisis diseñado para permitir la medida de alguno o todos los componentes radiactivos, bien de origen natural o artificial, existentes en una muestra de suelo.

El único prerequisite a tener en cuenta es que sea esperable que dichos contenidos radiactivos sean calificables de ambientales, es decir, que sean del orden de magnitud de los que normalmente se detectan en los suelos no especialmente contaminados o con elevados contenidos radiactivos naturales, de forma tal que no se precise adoptar medidas adicionales a las que ya se tienen en cuenta en la Norma elaborada, para la protección personal del laboratorio contra las radiaciones ionizantes (BOE01) durante la manipulación de dichas muestras, o para evitar la transferencia en el propio laboratorio de cantidades mesurables de radiactividad, a través de los materiales y equipos utilizados.

4. Sistemática de trabajo

Para la redacción de la presente norma, se han seguido diversas fases en su desarrollo, partiendo de la constitución del equipo de trabajo.

Se inició con la elaboración de un primer borrador, para lo que fue preciso diseñar la forma de coordinación de las actividades a desarrollar, aspecto que resultó relativamente sencillo debido a lo reducido del subgrupo de trabajo. Se procedió a la recopilación sistemática y distribución entre los miembros del subgrupo, de las normas y de los procedimientos de diversos rangos existentes. Se decidió analizar todos los documentos que tuvieran que ver con el procedimiento a desarrollar, aunque tan sólo fuera de manera tangencial. En las referencias existentes, al final de este documento, se ofrece una lista de parte de la documentación consultada, utilizando como criterio de selección su especial relevancia o utilidad, bien para documentar o para aclarar aspectos complementarios al presente procedimiento normalizado, o bien para apoyar una determinada toma de decisión en la norma elaborada.

Una vez redactado un primer texto como base de discusión, se procedió al análisis de los puntos débiles del texto propuesto y a la elaboración consensuada del ya citado primer borrador. Tanto este primer borrador, como las sucesivas versiones que del mismo se han ido elaborando, como consecuencia del proceso de análisis crítico de los comentarios recibidos, por la difusión del borrador a sectores cada vez más amplios de personas, laboratorios o entidades, directamente implicadas en la protección radiológica ambiental, han sido fruto del acuerdo unánime de los tres integrantes del subgrupo de trabajo.

5. Desarrollo del procedimiento

5.1. Sobre la recepción de las muestras de suelos

Tres son los aspectos que deben destacarse sobre la recepción en el laboratorio de una muestra de suelo.

En primer lugar, la importancia que tiene el registro, la aceptación, el rechazo o la realización de las observaciones que deban efectuarse sobre las muestras de suelos recibidas y sobre la documentación que la acompaña a su llegada al laboratorio.

Este aspecto es clave para asegurar tanto la correcta identificación de la muestra, como para poder garantizar que ésta no ha sufrido alteraciones significativas desde su recolección, o que en cualquier caso, se han documentado convenientemente las deficiencias o anomalías existentes en la misma, de forma que se puedan tener presentes a la hora de valorar los resultados que se obtengan.

En este sentido, es clave la existencia de unos criterios claramente establecidos en cada laboratorio para la aceptación o rechazo de una muestra en el mismo, lo cual en el caso de las muestras de suelos puede ser especialmente sencillo, como es el rechazo que debe producirse cuando la muestra recibida carece de identificación. En cualquier caso, dichos criterios no deben dejarse al libre albedrío de la persona concreta que en cada momento efectúa la recepción de la muestra.

La correcta identificación de la muestra en el laboratorio, se garantiza trasladando a la correspondiente base de datos, a la que se incorpora ésta durante su registro, todas aquellas informaciones relativas al muestreo, que deben venir consignadas en la correspondiente ficha, que debe acompañar a cada muestra de suelo, tal y como se especifica en la norma elaborada al respecto (UNE02). Por ello, para su correcto ingreso en el laboratorio, sólo se precisa completar dichos datos con la fecha de recepción en el mismo, la clave identificativa de la muestra en el laboratorio, que puede coincidir o no con la referencia dada a la muestra durante su recolección y con las observaciones efectuadas durante el muestreo, que deben figurar en la ficha que acompaña a la muestra y / o las que han sido necesario realizar en el acto de su recepción en el laboratorio.

En segundo lugar, ha de destacarse la necesidad de poseer un sistema eficiente de registro y de documentación de las muestras recepcionadas, que abarque desde que ésta ingresa en el laboratorio, hasta que se efectúa la emisión del correspondiente informe de su contenido radiactivo y el posterior archivo definitivo de todas las determinaciones analíticas realizadas.

En tercer lugar, que debe garantizarse la cripticidad de la muestra durante su tránsito en el laboratorio, de forma que se ignore por los sucesivos operadores y analistas que con ella trabajen, tanto el origen de la muestra, como el destinatario de los análisis realizados. Este requisito se desprende sistemáticamente de las exigencias recogidas en la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 (UNE00) destinadas al aseguramiento de la calidad en los laboratorios de ensayo.

Es por ello que la norma aquí elaborada concretamente especifica que durante el tránsito de la muestra de suelo por los diferentes laboratorios de preparación, de radioquímica y de medida, debe ir acompañada solamente de la información estrictamente necesaria, en primer lugar, para su correcta identificación encriptada, en segundo lugar, para conocer la evolución que ha ido experimentando, como consecuencia de los tratamientos a los que se le ha ido sometiendo, y en tercer lugar, para tener en cuenta los tratamientos y / o análisis que posteriormente se deberán llevar a cabo. Para estos dos últimos aspectos, cobra especial importancia el poseer una información precisa sobre detalles tales como: las sucesivas masas de la muestra original o de sus alícuotas que resultan como consecuencia de los diversos procesos a los que se la somete (eliminación de piedras no porosas y de cuerpos extraños, desecación, tamizado, calcinación, etcétera); la fecha de envasado o de preparación previa a su medida, cuyo conocimiento es preciso a modo de ejemplo, para los análisis espectrométricos gamma, con el fin de garantizar que se ha reestablecido en la muestra el equilibrio radiactivo entre el radón y sus descendientes, antes de proceder a dicha medida; y los posteriores tratamientos o análisis que deben realizarse sobre dicha muestra, para conocer sin ambigüedad si ésta debe remitirse a otro laboratorio o si finalmente debe almacenarse como muestra ya medida.

5.2. Sobre la conservación de la muestra

La regla de oro a seguir en cuanto se recepciona una muestra, es que ésta se prepare para su análisis en el menor tiempo posible. En cualquier caso, durante ese lapsus temporal debe garantizarse que las condiciones para su conservación sean tales que permitan mantener inalteradas sus principales propiedades físico-químicas, con especial hincapié en conservar su porcentaje de humedad relativa y su contenido en materia orgánica. En este sentido, se decidió en concordancia con los procedimientos normalizados elaborados al respecto por otros países (AFN98), detallar en el presente procedimiento unos condicionamientos que fueran progresivamente más exigentes para la conservación de la muestra, cuanto mayor fuese la citada demora previsible hasta su preparación. Estos concretamente hacen referencia a las condiciones ambientales en las que debe encontrarse la muestra, con especial atención a la temperatura ambiente y a los contenedores en los que situarla.

Así pues, la muestra debe situarse simplemente en un lugar fresco, $T < 20^{\circ}\text{C}$, y fuera de la incidencia directa de la luz solar, en el caso de que su preparación se efectúe de forma prácticamente consecutiva a su recepción. Por su parte, debe mantenerse refrigerada, $T^{\circ} - 4^{\circ}\text{C}$, si el lapsus temporal entre ambas actuaciones se va a demorar hasta 48 horas. Por último se especifica que debe conservarse congelada, $T^{\circ} - 18^{\circ}\text{C}$, en el caso de que sea previsible una mayor tardanza en iniciar su preparación y deban efectuarse paralelamente a las determinaciones radiactivas, la cuantificación de parámetros tales como el pH, el contenido en materia orgánica del suelo original o su humedad relativa.

Al respecto debe señalarse que fue especialmente controvertida la conveniencia o no de congelar la muestra de suelo. Las razones en contra iban desde la dificultad práctica de algunos de los laboratorios consultados en disponer de arcones congeladores suficientes para la conservación de este tipo de muestras, hasta la más admisible desde el punto de vista científico, sobre la posible rotura de la estructura del suelo a analizar, por la congelación del agua que dichas muestras pudieran contener. En cuanto a las razones favorables a que se sometan a dichas bajas tem-

peraturas, además de que así lo indican otras normas nacionales sobre este mismo objeto y campo de aplicación (AFN98), está la de que el objetivo perseguido es el de intentar mantener inalteradas las características de las muestras de suelos, por lo que hace referencia al valor de parámetros como los antes citados, que contribuyen a explicar la mayor o menor presencia y consecuentemente, la dinámica de determinados radionucleidos, en particular los de origen artificial, en las muestras de suelo analizadas (BAE95), (BER92).

5.3. Sobre la preparación de la muestra

Con el fin de facilitar la correcta utilización del procedimiento propuesto, se detalló éste para distintos supuestos, tales como: la realización de análisis espectrométricos gamma con la determinación o no de radionucleidos volátiles y la preparación previa de la muestra a la realización en la misma de las separaciones radioquímicas precisas para la medida de los emisores alfa o beta, producidas por el elemento químico extraído. Asimismo, se reflejó el cómo operar en el caso de existir una extrema urgencia para obtener un primer valor de su contenido radiactivo, en particular cuando se sospecha la presencia de radionucleidos emisores gamma de vida muy corta, indicando que en cualquier caso y tras dicha primera cuantificación, debe sistemáticamente aplicarse a esa muestra, el procedimiento estándar que corresponda de entre los descritos en la Norma.

Seguidamente identificamos los principales puntos objeto de discusión que surgieron, por lo que a este apartado se refiere, así como el *modus operandi* que finalmente se estimó más conveniente seguir para la correcta preparación de las muestras de suelo previo a su análisis radiactivo.

En primer lugar, la discusión se centró en la propia definición de cuál es la parte de la muestra de suelo recepcionada que será objeto de tratamiento y análisis. Al respecto, es obvio que de la citada muestra deben previamente eliminarse todo lo que pueda genéricamente identificarse como objetos extraños a la misma, tales como: raíces, hojas, insectos, papeles, etcétera. Sin embargo, no existe un consenso universal, en una vez disgregada la muestra mediante un mazo de goma o similar, cuál es el máximo tamaño de grano de las piedras no porosas que no será desechado de la muestra de suelo recolectada previo a su preparación. Este finalmente se fijó en el presente procedimiento en 2 mm, ya que muy frecuentemente se considera a este valor como la frontera entre los llamados elementos gruesos del suelo y las fracciones de arena, limo y arcilla que lo integran (POR99), pareciendo pues constituir una cota superior aceptada por un suficientemente amplio número de laboratorios y de investigadores (BUN94), (LLA94), para extraer de forma previa al análisis radiactivo, las fracciones más finas integrantes de las muestras de suelo.

Así pues, una vez seleccionada la parte de la muestra sobre la que actuar, es el momento en el que se pueden obtener alícuotas de la misma que permitan conocer determinadas propiedades de dichos suelos que faciliten la interpretación de los resultados obtenidos. Al respecto debe prestarse un especial cuidado en la obtención de dichas alícuotas, ya que debe garantizarse que éstas son representativas de la muestra de donde se extrajeron. Obviamente, existe un gran número de procedimientos destinados a poder efectuar el cuarteo de una muestra de suelos, de forma que satisfaga el antedicho requisito. Por nuestra parte y a modo de recomendación indicamos la existencia de la norma UNE 103 100 (UNE95B). De esta forma se estará en condición de determinar entre otros parámetros, el pH de la muestra de suelos, el cual generalmente se efectúa, bien en agua destilada, o bien en una disolución de KCl (JAC82).

Asimismo, con la muestra de suelo que se va a utilizar para determinar su contenido radiactivo, es en este momento cuando se debe determinar su masa, constituyendo ésta lo que se identifica como “peso húmedo”, o P_H en la figura 1, ya que ésta corresponde a la masa del suelo propiamente dicha, incrementada por la del agua libre que ésta pueda contener. Asimismo, y en el caso de existir una extrema urgencia para proporcionar los resultados que se obtendrían tras la realización del oportuno análisis espectrométrico gamma de la muestra de suelo, porque se sospeche la presencia en la misma de radionucleidos de vida extremadamente corta, se puede envasar la muestra en alguno de los contenedores habitualmente empleados para efectuar este tipo de análisis, véase figura 2, teniendo bien presente que las actividades específicas que así se calculen, distarán tanto mas de las realmente existentes en los suelos analizados, cuanto mayor sea su humedad relativa. En todo caso, al finalizar dicha analítica, y en el supuesto de no poseer la cantidad de muestra de suelo suficiente para proseguir paralelamente con ella todo el procedimiento de preparación que se detalla en la Norma UNE 73311-5 (UNE02A), se utilizará la muestra empleada en el antes citado análisis rápido, para aplicar en ella el procedimiento de preparación que finalizará con unos nuevos análisis.



Figura 2. Recipientes de uso común para la espectrometría gamma de muestras de suelos

En segundo lugar, nos centramos en el método a emplear para desecar la muestra de suelo y la temperatura a la que dicha desecación debe realizarse, de forma previa a la determinación de su contenido radiactivo mediante espectrometría gamma. A tal fin se describen dos alternativas. Una para el caso de que en la muestra se sospeche la existencia o se desee cuantificar, aún cuando sea a nivel de actividad mínima detectable, la presencia de radionucleidos volátiles emisores gamma, típicamente los radioyodos.

En dicho caso, el proceso de desecación propuesto es paradójicamente el más lento de los dos inicialmente contemplados, al deberse efectuar de forma natural a la temperatura ambiente del laboratorio o en estufas de desecación a temperaturas relativamente bajas (40 ± 5) °C, para poder garantizar que no se produce la pérdida por evaporación de los radionucleidos que se desean detectar. Por su parte, dicha temperatura puede elevarse hasta los (105 ± 5) °C en el caso contrario, acortándose en consecuencia el tiempo preciso para provocar la pérdida total de la humedad existente en la muestra. El tiempo necesario para el secado de la muestra, lógicamente depende principalmente de sus características, de su humedad relativa y de la temperatura de secado. Con la experiencia adquirida, cada laboratorio debe conocer la duración estandar de este proceso, en cualquier caso y hasta estimar un tiempo mínimo que garantice dicho secado, debe verificarse la constancia en el peso final de la muestra de suelos, lo cual indicaría que ya se ha realizado la pérdida de humedad. A la masa de la muestra así obtenida se le identifica como “peso seco”, o P_S y P_{SV} en la figura 1.

Frecuentemente se requiere conocer el contenido radiactivo específico de los suelos, expresando éste en unidades de superficie, como por ejemplo en Bq/m^2 , lo cual es generalmente muy útil para comprender la distribución de los radionucleidos de origen artificial depositados en los mis-



Figura 3. Tamizadora vibratoria para muestras de suelos



Figura 4. Molino de bolas para el triturado de muestras de suelos

mos, como pueden ser los radiocesios (DEC98), los radioestroncios (SHA99) o los diferentes isótopos del plutonio (MIC02). Para ello, se debe conocer la densidad de los suelos, siendo este el momento del procedimiento en el que de nuevo puede obtenerse una alícuota para tal fin. En cuanto a la densidad de un suelo, generalmente se la clasifica ésta en real o aparente (MAP94), (MAP94A). La densidad real o máxima de un suelo, es la relación existente entre la masa y el volumen macroscópico ocupado exclusivamente por las partículas del suelo, mientras que la aparente o mínima, es la relación existente entre la masa del suelo y el volumen macroscópico ocupado por las partículas del mismo más el espacio poroso existente entre ellas. Como puede verse, la distinción entre ambas definiciones determina el procedimiento por el que se cuantifica dicha densidad, existiendo de hecho en la bibliografía un gran número de métodos válidos e incluso normalizados (MAP94), (MAP94A), (UNE93A) para poder determinarla.

Asimismo, este es también el momento en que deben efectuarse un gran número de lo que pueden identificarse como otros análisis complementarios a la determinación del contenido radiactivo en la muestra global del suelo, tales como el conocimiento de la distribución granulométrica del suelo considerado, ver figura 3, su contenido en materia orgánica o incluso una especiación más o menos amplia del mismo, todos ellos son sumamente útiles para entender la dinámica de los radionucleidos en el medio suelo.

En tercer lugar, prestamos una especial atención en analizar la conveniencia o no de triturar la muestra de suelo tras su desecación y de forma previa a su análisis espectrométrico gamma. Este aspecto es recogido por diversas normas nacionales sobre este mismo objetivo global y campo de aplicación (AST90), (ISO99) y con ello se pretende conseguir la homogeneización de la muestra a analizar, evitando las indeseables sedimentaciones y el consiguiente fraccionamiento de la muestra, que en mayor o menor medida se va produciendo en la alícuota ya preparada para su análisis, a medida que transcurre el tiempo entre la preparación y la medida. Lamentablemente no existe un consenso universal sobre el tamaño de grano al que debe reducirse por molienda, véase figura 4, las muestras de suelo. A modo de ejemplo puede citarse que los suelos de referencia distribuidos por el OIEA (Organismo Internacional de Energía Atómica), poseen un tamaño mayoritario de grano, entendiéndose como tal que porciones superiores al 90 % de su masa posean un tamaño de grano igual o inferior a 71 μm . En este sentido, la presente norma establece que dicho tamaño de grano final mayoritario sea de 0.5 mm. Para ello, deberá triturarse la muestra, pudiéndose utilizar para tal fin un molino de bolas, véase figura 4, debiendo consecuentemente co-

nocerse la masa de la fracción de la muestra que pasa dicho tamiz, y que corresponde a la que en la figura 1 se identifica como P_T “peso fracción tamizada”, ya que es ésta sobre la que se continuará el procedimiento previo a su análisis.

En el caso de los análisis espectrométricos gamma, sólo resta introducir la fracción tamizada de la muestra de suelo en alguno de los recipientes para los que se posea calibrado en eficiencias el correspondiente detector de germanio, véase figura 2. En ese momento debe determinarse el peso de la muestra introducida en el recipiente, P_M en la figura 1. Una vez sellado e identificado de forma críptica dicho contenedor, se remite para su oportuno análisis gamma. Aun cuando excede del ámbito concreto de la norma que nos ocupa, debe tenerse en cuenta que en cada laboratorio debe existir la suficiente coordinación y el correspondiente procedimiento interno, que permita garantizar que la muestra llega al laboratorio de análisis con la suficiente información para proceder al mismo. Así deberá poder conocerse entre otros aspectos: la clave de la muestra; la masa de la muestra envasada para su análisis, P_M ; el momento en que éste se selló, ya que esta fecha es clave si se desea que los descendientes radiactivos de las series naturales presentes en la muestra recuperen su equilibrio radiactivo previo a su análisis; en algunos casos, la densidad de la muestra analizada, para tener en cuenta los efectos de autoabsorción a la hora de seleccionar la curva de calibrado en eficiencias más adecuada; y el destino de la muestra una vez finalizado el citado análisis espectrométrico gamma.

En cuarto lugar, se abordó la calcinación de la muestra de suelo como paso previo a la realización sobre la misma del correspondiente procedimiento por el cual extraer de forma selectiva determinados radionucleidos emisores alfa o beta. Al respecto se encontró que las prácticas puestas a punto por los distintos laboratorios eran relativamente similares entre sí, aunque básicamente diferían en la temperatura de calcinación, situada sistemáticamente por encima de los 450 °C y el tiempo de calcinación a dicha temperatura, desde unas pocas horas a un día. Es por ello que no se propone en la norma un valor concreto para los antes dos citados parámetros, temperatura y tiempo, si no que en su lugar se indica un rango de valores para los mismos, entre 450° y 650°C y durante 24 horas. Con ello se deja libertad a cada laboratorio para que seleccione el valor que responde de forma más adecuada a la característica de los suelos por ellos tratados. En cualquier caso, se indica explícitamente que el resultado de dicho proceso de calcinación debe ser una muestra de color homogéneo y con total ausencia de manchas o puntos de color negro, que delatarían la presencia de materia orgánica en estado carbonoso aún no destruida.

Obviamente, una vez finalizada la calcinación, la muestra resultante se introduce en el oportuno recipiente para su traslado al laboratorio, en donde se efectuará la correspondiente separación radioquímica. En dicho momento debe determinarse la masa calcinada remitida, que genéricamente se identifica como “peso muestra” o P_M . En este momento es cuando de nuevo debe resaltarse la necesidad de que exista en cada laboratorio la suficiente coordinación y el correspondiente procedimiento interno, que permita garantizar que la muestra llega al laboratorio de radioquímica con la suficiente información para proceder a la oportuna separación.

Por último, y como hemos ido indicando a lo largo del presente documento, en el procedimiento normalizado que se ha elaborado se aportan asimismo referencias de otras normas complementarias a la presente para abordar, en el caso de que sea preciso, problemas tales como el del cuarteo de la muestra, (UNE95B), aspecto éste que ineludiblemente tiene que ser abordado en el caso de que el tamaño de la muestra de partida supere notablemente las necesidades que se

poseen para su análisis y siempre que ésta deba dividirse en alícuotas para ejecutar sobre cada una de ellas distintas determinaciones. Asimismo, en la bibliografía que integra el procedimiento propuesto, se aportan tanto normas, como procedimientos oficiales o ampliamente admitidos, para entre otros aspectos poder realizar, en caso de que sea preciso, las determinaciones de: a) la densidad aparente o la real de la muestra de suelo (MAP94), (MAP94A) y (JAC82), aspecto éste necesario para expresar el contenido radiactivo de un suelo en unidades de superficie del mismo; b) la composición granulométrica de dicho suelo (UNE95), (UNE95A) y (JAC82); c) su contenido en materia orgánica (UNE93) y (JAC82).

Como en cualquier otro procedimiento normalizado, el presente se acompaña de una relación de los aparatos y materiales precisos para poder ejecutarlo. Al respecto, debe señalarse que ésta no constituye una relación pormenorizada y excluyente de dichos equipos y materiales. En algunos casos se identifica una característica mínima, como es la capacidad y sensibilidad que se recomienda posean las balanzas a utilizar, o la temperatura mínima que deben alcanzar la estufa o el horno con el que trabajar, cuando de hecho dichos requisitos mínimos son ampliamente satisfechos por la práctica totalidad de marcas dedicadas a la fabricación de esos equipos de laboratorio. En otros casos, se distingue como optativo la utilización o no de algunos de dichos equipos, como es el caso del congelador, el cual no es en absoluto necesario si se puede garantizar que el tiempo que transcurre desde la recepción de la muestra hasta el inicio de su preparación no supera las 48 horas.

Asimismo, se indica explícitamente la necesidad de adoptar todas aquellas medidas que sirvan para evitar la transferencia de contenidos radiactivos entre muestras. Para ello, se hace hincapié en la necesaria limpieza que deben tener todos los aparatos y materiales que se utilicen durante la preparación de cada muestra.

6. Referencias

- AFN98. “Energie nucléaire – Mesure de la radioactivité dans l’environnement –sol– partie 2: Guide pour la sélection des zones de prélèvement, l’échantillonnage, le transport et la conservation des échantillons de sol”. Norma AFNOR número NF M 60-790-2. 1998. Francia.
- AST90. “Standard Practice for Soil Sample Preparation for the Determination of Radionuclides”. Norma ASTM número C 999-90. Reaprobada en 1995. USA.
- BAE95. A. Baeza, L.M. del Río, A. Jiménez, C. Miró y J.M. Paniagua. “Relative sorption of ^{137}Cs and ^{90}Sr in soil: influence of particle size, organic matter content and pH”. *Radiochimica Acta* 68(1995) 135.
- BAE95A. A. Baeza, L.M. del Río, A. Jiménez, C. Miró, J.M. Paniagua. “Influence of geology and soil particle size on the surface-area/volume activity ratio for natural radionuclides”. *Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry* 189(1995)289-299.
- BER92. K.E. Van Bergeijk, H. Noordijk, J. Lembrechts, M.J. Frissel. “Influence of pH, soil type and soil organic matter content on soil to plant transfer of radiocaesium and strontium as analysed by a nonparametric method”. *Journal of Environmental Radioactivity* 15(1992)265.
- BOE01. Real Decreto 783/2001 sobre Protección Sanitaria contra las Radiaciones Ionizantes. Boletín Oficial del Estado número 178, de 26 de Julio de 2001, página 27284.
- BUN94. K.Bunzl, W. Kracke, W.Scimmack and K. Auerswald. “Migration of fallout $^{239+240}\text{Pu}$, ^{241}Am and ^{137}Cs in upper horizons of an undisturbed grassland soil”. *Journal of Environmental Radioactivity* 22 (1995) 11.
- DEC98. M. De Cort, G. Dubois, Sh. D. Fridman, M.G. Germenchuk, Yu. A. Izrael, A. Janssens, A.R. Jones, G.N.Kelly, E.V.Kvasnikova, I.I.Matveenkov, I.M.Nazarov, Yu.M. Pokumeiko, V.A.Sitak, E.D.Stukin, L.Ya. Tabachnyi, Yu.S. Tsaturov, S.I. Avdyushin. “Atlas of caesium deposition on Europe after the Chernobyl Accident”. EUR Report 16733, EC, Office for Official Publications of the European Communities. 1998. Luxembourg.
- ISO99. “Radiation protection –Measurement of radioactivity in the environment–soil”. Norma ISO número 85 N 543 E. Año 1999.
- JAC82. M.L. Jackson “Análisis químicos de suelos”. Editorial Omega S.A., Barcelona 1982.
- LLA94. M. Llauradó, M. Vidal, G. Rauret, C. Roca, J. Fons y V.R. Vallejo. “Radiocaesium behaviour in mediterranean conditions”. *Journal of Environmental Radioactivity* 23 (1994) 81.
- MAP94. Método físico número 4 para suelos. “Densidad aparente”. Métodos Oficiales de Análisis, tomo III, Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación. Madrid 1994. página 314.

- MAP94A. Método físico número 5 para suelos. “Densidad real”. Métodos Oficiales de Análisis, tomo III, Ministerio de Agricultura, Pesca y Alimentación. Madrid 1994. página 315.
- MIC02. H. Michel, G. Barci-Funel, J. Dalmasso, G. Ardisson, P.G. Appleby, E. Haworth, F. El-Daoushy. “Plutonium and Americium inventories in atmospheric fallout and sediments cores from Blelham Tarn, Cumbria (UK)”. *Journal of Environmental Radioactivity* 59(2002)127-137.
- POR99. J. Porta, M. López-Acevedo, C. Roquero. “Edafología”. Editorial Mundi Prensa. Madrid 1999.
- SHA99. S. Shawky, M. El-Tahawy. “Distribution pattern of ^{90}Sr and ^{137}Cs in the Nile delta and adjacent regions after Chernobyl accident”. *Applied Radiation and Isotopes* 50(1999)435-443.
- UNE93. “Determinación del contenido en materia orgánica oxidable de un suelo por el método del permanganato potásico”. Norma UNE número 103 204. Año 1993.
- UNE93A. “Determinación de la densidad mínima de una arena”. Norma UNE número 103 105. Año 1993.
- UNE95. “Análisis granulométrico de suelos por tamizado”. Norma UNE número 103 101. Año 1995.
- UNE95A. “Análisis granulométrico de suelos por sedimentación. Método del densímetro”. Norma UNE número 103 102. Año 1995.
- UNE95B. “Preparación de muestras para ensayos de suelos”. Norma UNE número 103 100. Año 1995.
- UNE00. “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración”. Norma UNE-EN ISO/IEC 17205. Año 2000.
- UNE02. “Procedimiento de toma de muestras para la determinación de la radiactividad ambiental. Parte 1: Suelos, capa superficial”. Norma UNE número 73311-1. Año 2002.
- UNE02A. “Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad ambiental”. Norma UNE número 73311-5. Año 2002.

