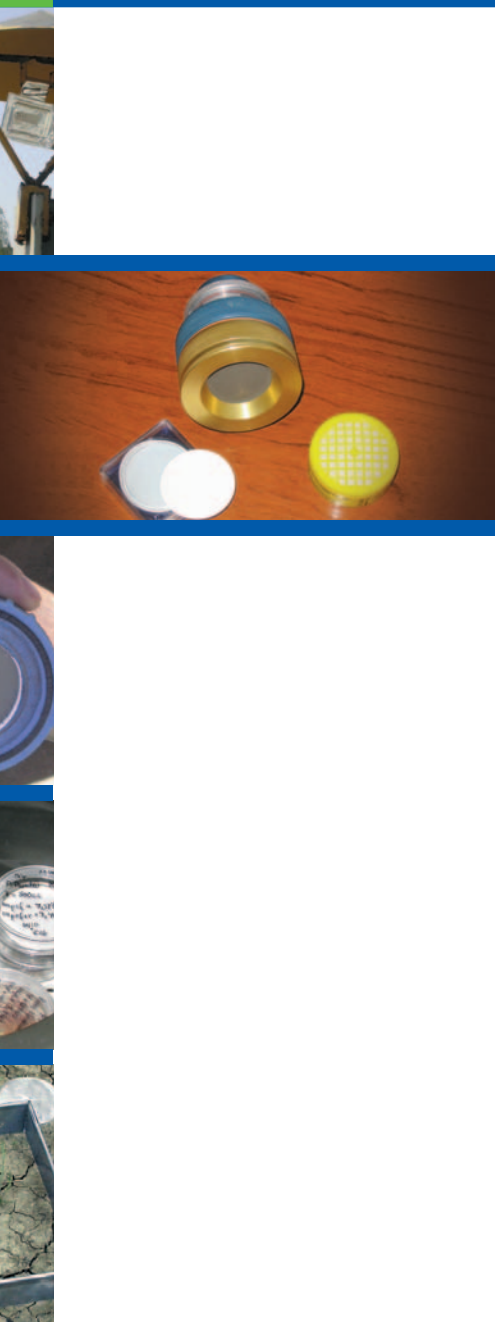


Procedimiento para la recepción, conservación y preparación de muestras de aerosoles en filtros y de radioyodos en carbón activo para la determinación de la radiactividad ambiental

CSN



Colección
Informes Técnicos 11.2005
Serie
Vigilancia Radiológica
Ambiental
Procedimiento 1.8

Procedimiento para la recepción, conservación y preparación de muestras de aerosoles en filtros de radioyodos en carbón activo para la determinación de la radiactividad ambiental

Autores: A. Baeza, coordinador
A. Alonso
M.C. Heras
R. García-Tenorio

Colección
Informes Técnicos 11.2005
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental





Índice

1. Prólogo	6
2. Introducción y justificación	7
3. Campo de aplicación	10
4. Sistemática de trabajo	11
5. Apartados del procedimiento	12
5.1. <i>Sobre los equipos y materiales necesarios</i>	12
5.1.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	12
5.2. <i>Sobre la recepción de la muestra</i>	13
5.2.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	14
5.3. <i>Sobre la conservación de la muestra</i>	17
5.3.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	17
5.4. <i>Sobre la preparación de la muestra</i>	18
5.4.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	20
6. Referencias	27

1. Prólogo

El presente documento permite conocer los objetivos fijados, los procesos seguidos y los contenidos esenciales que el Subgrupo de Conservación y Preparación de Muestras, estiman deben de formar parte del procedimiento a seguir para la correcta recepción, conservación y preparación de muestras de aerosoles en filtros y de radioyodos en carbón activo, antes de efectuar la determinación de su contenido radiactivo, siempre que éste sea calificable de ambiental.

En el presente documento se describen los objetivos establecidos, los criterios aplicados, los procesos seguidos y los contenidos esenciales que se estima deben recogerse en un procedimiento normalizado, en el que se engloben todo el conjunto de acciones necesariamente implicadas para la recepción en el laboratorio de muestras de aerosoles colectados sobre filtros y de radioyodos atrapados en carbón activo. Las etapas de preparación incluidas en este procedimiento, finalizan justo antes del eventual tratamiento radioquímico de las muestras o de sus alícuotas, y en cualquier caso, siempre antes de llevar a cabo la medida de su contenido radiactivo.

Así pues, la aplicación del procedimiento que aquí se describe, permite garantizar al menos los siguientes dos aspectos, los cuales condicionan extraordinariamente la calidad de los resultados que se obtengan en el análisis del contenido radiactivo existente en este tipo de muestras ambientales. En primer lugar, facilita la adecuada preservación temporal de este tipo de muestras, ya que en él se recogen los procesos que deben aplicarse para que las muestras de aerosoles en filtros y de radioyodos en carbón activo mantengan durante el tiempo que permanezcan en el laboratorio, inalterables sus características físico-químicas. En segundo lugar, permite asegurar que los diferentes ensayos que se ejecutan sobre distintas alícuotas de la muestra originalmente recolectada, se llevan a cabo sobre alícuotas que poseen propiedades y composición idénticas entre sí y a su vez idénticas a las de la muestra de aerosoles en filtros y de radioyodos en carbón activo de la que proceden.

El equipo redactor del presente documento y procedimiento es el identificado como Grupo de Preparación y Preservación dentro del proyecto de investigación *Elaboración de procedimientos para la medida de radiactividad ambiental*, financiado por el Programa de Investigación y Desarrollo del Consejo de Seguridad Nuclear, Periodo 2004-2007, y que está formado por las siguientes personas:

- | | |
|-------------------------------------|---|
| • Antonio Baeza | Universidad de Extremadura. Coordinador |
| • Adela Alonso | Geocisa |
| • M ^a . del Carmen Heras | Ciemat |
| • Rafael García-Tenorio | Universidad de Sevilla |

2. Introducción y justificación

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

Una vez recolectada una muestra de aerosoles sobre algún tipo de filtros y/o de radioyodos, utilizando cartuchos de carbón activado, 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 y conservación en el mismo, la eventual extracción de alícuotas para efectuar sobre cada una de ellas las correspondientes separaciones radioquímicas, garantizando en todo caso que cada una de dichas alícuotas son a su vez representativas de la muestra de partida; 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 cada muestra antes de determinar su contenido radiactivo, pueden afectar considerablemente a los resultados. Aspecto éste que tiene una singular relevancia, en el caso de muestras que posean 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 las técnicas utilizadas.

Sin embargo, es fácil apreciar a partir de la lectura del apartado de “material y métodos” u otro equivalente de los trabajos científicos publicados sobre algún aspecto basado en el estudio de este tipo de muestras, que existe una cierta minusvaloración hacia la importancia que tiene el conjunto de actividades que deben desarrollarse con dichas muestras, desde su recepción en el laboratorio hasta su tratamiento radioquímico o análisis. Véase a modo de ejemplo el en otros aspectos excelente trabajo de Cannizzaro et al. 1999, en el que describen en detalle el modo de captación de este tipo de muestras y el de análisis de las mismas y sin embargo omiten totalmente las acciones que aquí se detallan.

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, contribuyendo además con su utilización sistemática a asegurar un estándar de la calidad en los resultados obtenidos, es conveniente proponer uno que abarcando todos los procesos implicados en la recepción, conservación y preparación de este tipo de muestras, también contemple todas aquellas variantes que son práctica habitual de los laboratorios y que no afectan negativamente a lograr el deseado nivel de calidad. El procedimiento que aquí se desarrolla, se representa esquemáticamente en las figuras 1 y 2, respectivamente para aerosoles en filtros y para radioyodos en carbón activo.

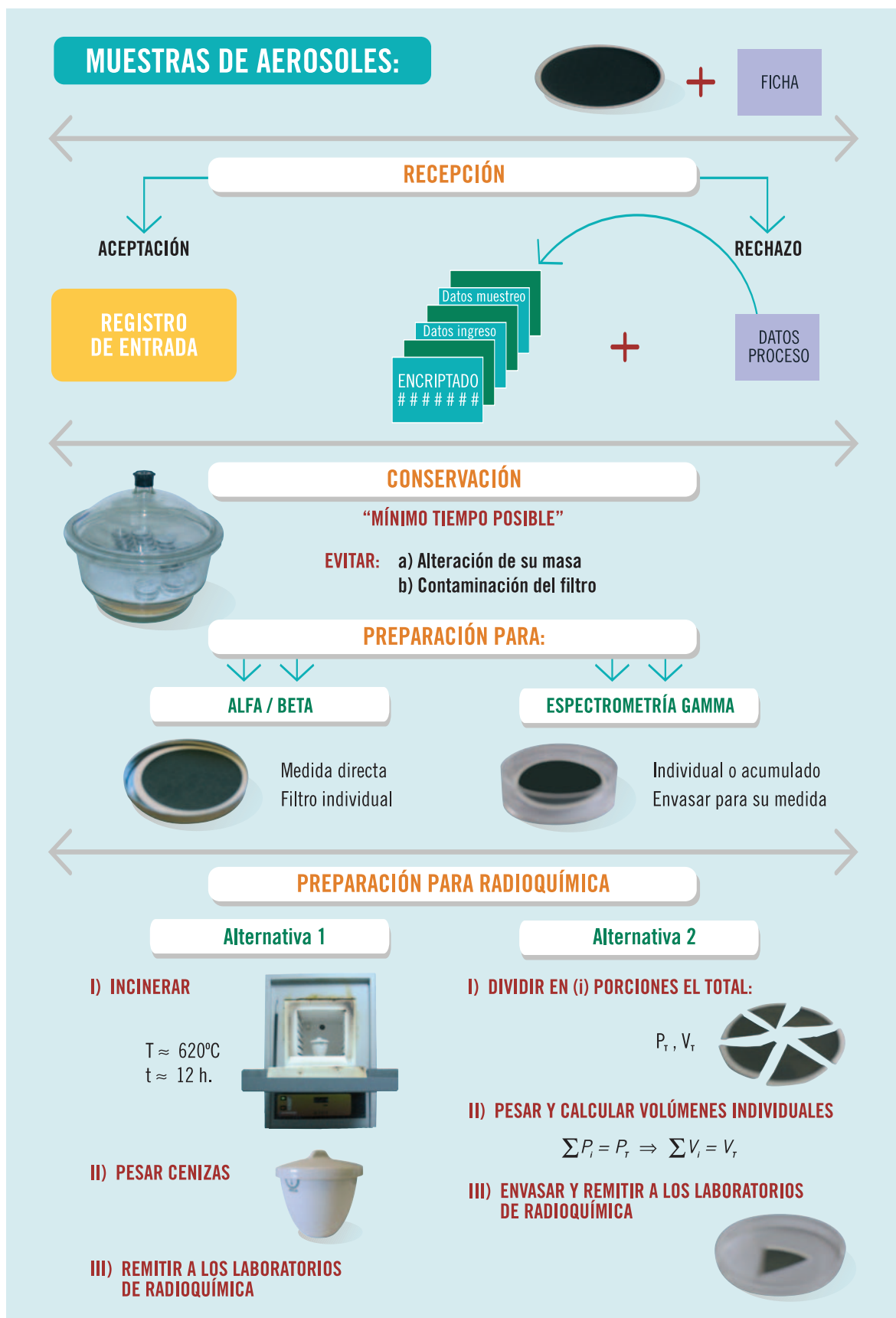


Figura 1. Esquema del procedimiento para la recepción, conservación y preparación de aerosoles

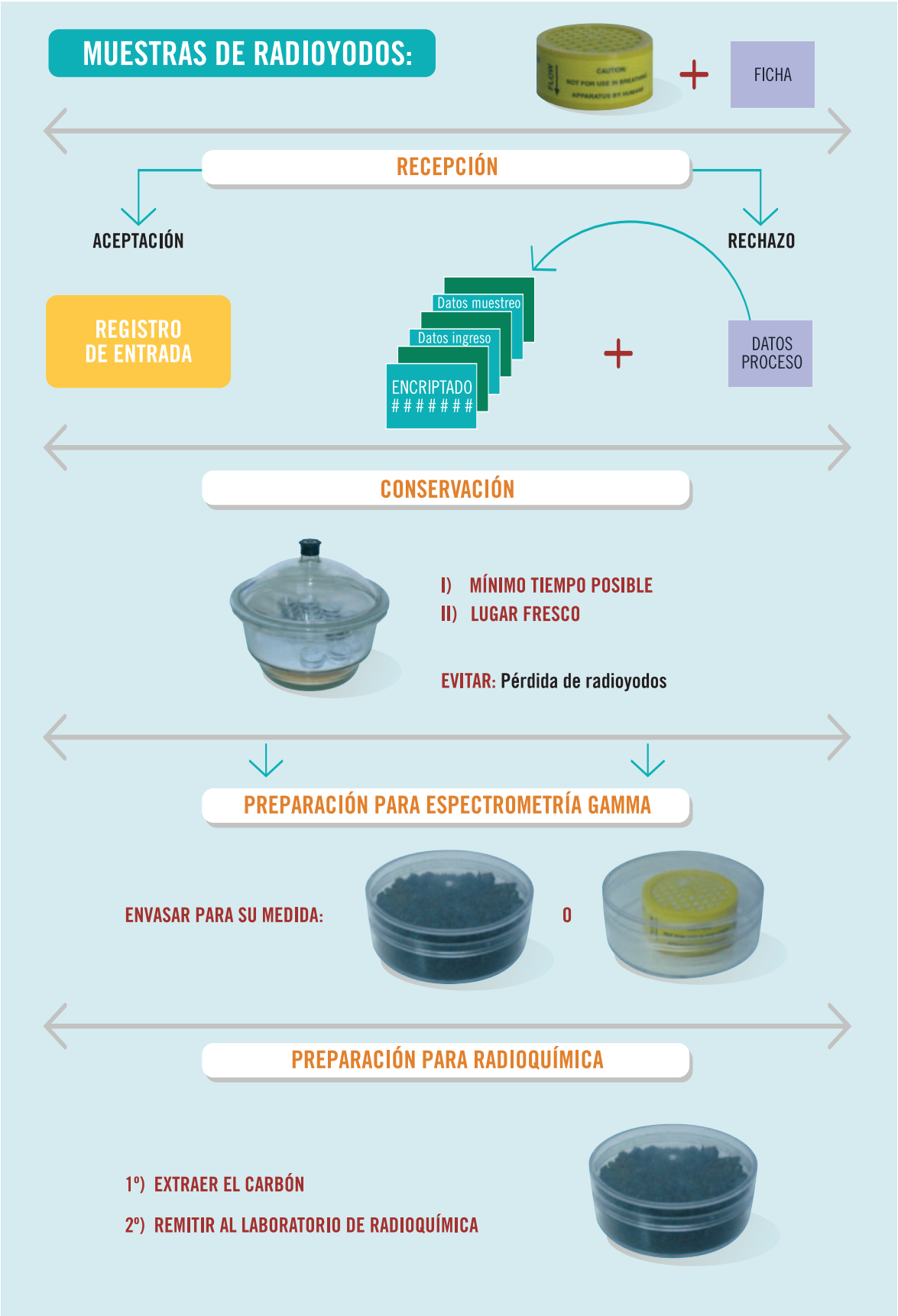


Figura 2. Esquema del procedimiento para la recepción, conservación y preparación de radioyodos

3. Campo de aplicación

El procedimiento que aquí se describe es aplicable a filtros de diversa naturaleza o a cartuchos de carbón activo en los que deseemos determinar 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 en todo 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 o varias muestras de aerosoles recolectadas sobre filtros y/o de radioyodos adsorbidos en carbón activo, captados utilizando bombas de aspiración calificables como de alto o bajo caudal.

El único prerequisite a tener en cuenta es que dichos contenidos radiactivos deben previsiblemente ser calificables de ambientales, es decir, del orden de magnitud de los que normalmente se detectan en aerosoles en filtros y de radioyodos en carbón activo, para ambientes no especialmente contaminados o con elevados contenidos radiactivos naturales. De esta forma, no será preciso adoptar medidas adicionales a las que ya se tienen en cuenta en el procedimiento aquí elaborado, para la protección de personal del laboratorio contra las radiaciones ionizantes, BOE 2001, durante la manipulación de dichas muestras, o para evitar la transferencia dentro del propio laboratorio, de cantidades mesurables de contaminación radiactiva, a través de los materiales y equipos utilizados.



4. Sistemática de trabajo

Para la redacción del presente documento y procedimiento, se han seguido diversas etapas en su desarrollo, partiendo de la constitución del equipo responsable de su ejecución.

El primer paso para la elaboración de un borrador de procedimiento, consistió en la recopilación sistemática y distribución entre los miembros del equipo de trabajo, de todas las normas y los procedimientos de diversos rangos accesibles para los mismos. 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 que obtenga el lector una información adicional a la que aquí se aporta, con el fin de aclarar algunos aspectos complementarios a los abordados en el presente procedimiento, o para fundamentar alguna de las decisiones que finalmente se han adoptado.

Una vez redactado un primer texto, como base de discusión, se procedió al análisis por todos los miembros del equipo, identificando sus posibles puntos débiles, llegando finalmente a la elaboración consensuada del ya citado primer borrador. Tanto este primer borrador, como las sucesivas versiones que del mismo se han ido elaborando, han sido consecuencia del proceso de análisis crítico de los comentarios recibidos, por la difusión de todas las sucesivas versiones a sectores cada vez más amplios de personas, laboratorios o entidades, directamente implicadas en la protección radiológica ambiental en nuestro país. La incorporación de dichas modificaciones ha sido siempre fruto del acuerdo unánime de los cuatro integrantes del equipo de trabajo.

5. Apartados del procedimiento

A continuación, se abordan los apartados en los que hemos dividido el contenido del presente procedimiento, incluyendo al principio de cada uno de ellos una explicación y en su caso justificación, de su contenido. En cada apartado se describe escuetamente el desarrollo concreto del mismo.

5.1. *Sobre los equipos y materiales necesarios:*

El único equipo ciertamente imprescindible para el desarrollo del procedimiento, es una balanza con una sensibilidad tal que permita determinar las masas de los aerosoles depositados, con una incertidumbre relativa despreciable frente a las demás incertidumbres implicadas en el proceso de preparación, análisis y medida de este tipo de muestras. La utilización de hornos y de forma mucho menos frecuente, de digestores de microondas, viene condicionada por el modo de proceder concreto de cada laboratorio.

Por lo que a los materiales se refiere, éstos son de uso muy común en cualquier laboratorio básico de química, debiéndose prestar especial cuidado en la selección de los filtros y cartuchos utilizados para la captación de los aerosoles y radioyodos respectivamente. A tal fin se recomienda seguir las pautas establecidas en la norma, UNE 73320-3:2004, así como las especificaciones de los fabricantes de dichos materiales, en cuanto a sus características y comportamiento para los flujos de aspiración utilizados y para las propiedades de la atmósfera a muestrear.

Seguidamente, en el desarrollo procedimental, se aporta una relación que en nada pretende ser exhaustiva, de los equipos y materiales precisos para poder ejecutar el presente procedimiento. En la mayoría de los casos, se destaca alguna de las características mínimas que deben satisfacer los equipos a utilizar, como puede ser la capacidad y/o la sensibilidad que se recomienda posean las balanzas a utilizar, o la temperatura mínima que debe alcanzar el horno con el que trabajar, aunque de hecho dichos requisitos mínimos son ampliamente satisfechos por la práctica totalidad de las marcas que fabrican esos equipos de laboratorio.

5.1.1. Desarrollo procedimental

5.1.1.1. *Equipos*

- Horno mufla con temperatura regulable hasta al menos 650°C.
- Balanza de al menos 250 g de capacidad y precisión 0,1 mg.

5.1.1.2. *Materiales*

- Filtros adecuados para la captación de aerosoles. Ver UNE 73320-3:2004.

- Cartuchos de carbón activo adecuados para la captación de radioyodos. Ver UNE 73320-3:2004.
- Cápsulas de porcelana con tapadera.
- Desecador y pesafiltros.
- Envases con geometrías adecuadas para los diferentes tipos de medida, tales como: cápsulas plásticas tipo petri, planchetas portafiltros, bolsas de plástico autosellables.
- Material de uso común en el laboratorio: espátula, productos de limpieza, etiquetas autoadhesivas, guantes, rotulador indeleble, etc.⁽¹⁾

5.2. Sobre la recepción de las muestras

Cuatro son los aspectos que deben destacarse sobre la recepción en el laboratorio de las muestras de aerosoles colectados en filtros o de radioyodos en cartuchos de carbón activo.

En primer lugar, la importancia que tiene previo a su registro, la aceptación, el rechazo o la realización de las observaciones que sean necesarias efectuar sobre las muestras recibidas y sobre la documentación que las acompaña a su llegada al laboratorio. Este aspecto es clave para asegurar la correcta identificación de la muestra, para garantizar que ésta no ha sufrido alteraciones significativas desde su recolección y para, en cualquier caso, verificar que 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 aceptar o rechazar una muestra al ingreso en el mismo. 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. Un ejemplo típico de rechazo es el que debe inexorablemente producirse cuando la muestra recibida carece de identificación.

En segundo lugar, la correcta identificación de la muestra ya aceptada en el laboratorio. Éste aspecto se garantiza incluyendo a la nueva muestra que se está registrando en la correspondiente base de datos del laboratorio. En ese momento, ha de incorporarse a la base de datos todas aquellas informaciones relativas al muestreo, que deben venir consignadas en la correspondiente ficha de toma de muestras de aerosoles en filtros y/o de radioyodos en carbón activo, véase norma UNE 73320-3:2004, que sean relevantes para la preparación de la muestra. Por ello, para su correcto registro en el laboratorio, al menos debe conocerse la clave identificativa de la muestra en el laboratorio, que puede coincidir o no con la referencia dada durante su recolección, así como las observaciones efectuadas durante el muestreo, que en su caso figuran en la ficha que acompaña a la muestra y/o a las que hayan sido necesario cumplimentar en el acto de su ingreso en el laboratorio.

¹ Se debe evitar la transferencia del contenido radiactivo de unas muestras a otras. Para ello, los aparatos y materiales que se empleen en la preparación de estas muestras, se mantendrán siempre limpios y en perfecto estado de uso, verificando este aspecto rigurosamente con anterioridad a la preparación de cada una de ellas.

En tercer lugar, es necesario poseer un sistema eficiente de registro y de documentación de las muestras recepcionadas, adecuado a las dimensiones del laboratorio. En todo caso, éste debe abarcar todo el tránsito de las muestras por el mismo, desde que ingresa en el laboratorio, con las posibles observaciones sobre su estado: para los aerosoles (filtro roto, mancha desplazada, partículas externas a la mancha, período continuo o discontinuo de muestreo,...) y para los cartuchos de radioyodos (período continuo o discontinuo de muestreo, cartucho deteriorado, ...), 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 cuarto lugar, debe garantizarse la cripticidad de la muestra durante el precitado tránsito en el laboratorio, de forma que se ignore por los sucesivos operadores y analistas que con ella trabajan, 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 66501:1991 o mas recientemente en la UNE-EN ISO/IEC 17025:1999, destinadas a asegurar la calidad en los laboratorios de ensayo.

5.2.1. Desarrollo procedimental

5.2.1.1. Filtros para la recolección de aerosoles

Al recepcionar en el laboratorio una muestra de aerosoles sobre un filtro, previo a su aceptación y registro, debe verificarse su correcta identificación. Es decir, deben ser coincidentes los datos que figuran en la etiqueta autoadhesiva existente en el recipiente que contiene la muestra, con los de la ficha de muestreo que la acompaña, norma UNE 73320-3:2004.

Seguidamente se procede al registro de la muestra en el impreso (electrónico y/o papel) previsto al efecto en cada laboratorio, en el que al menos deben figurar los datos que a continuación se relacionan.

- En la base de datos de muestras recepcionadas.
 - Tipo de muestra.
 - Referencia de la muestra. Referencia asignada durante la toma de muestra.
 - Clave de la muestra. Conjunto de números y/o letras que identifica unívocamente a la muestra en el laboratorio y que puede coincidir o no con la referencia de la muestra.
 - Fecha de recepción en el laboratorio.
 - Peticionario. Nombre de la persona física, institución, empresa y/o programa destinatario de las analíticas a efectuar en la muestra.
 - Punto de muestreo.

- Fecha y hora de inicio de la captación de aerosoles.
- Fecha y hora de fin de la captación de aerosoles.
- Volumen de aire nominalmente filtrado.
- En el caso de realizar la determinación del índice de actividad alfa total, la masa del filtro antes de su exposición y tras la recolección de los aerosoles.⁽²⁾
- En el caso de muestreo discontinuo, debe detallarse los períodos de funcionamiento del captador.
- Observaciones sobre el estado en que se recibe la muestra. Entre otras: a) el estado del filtro (roto, mancha desplazada o no homogénea, partículas fuera de la mancha); b) si el volumen de aire nominalmente filtrado se encuentra dentro de los volúmenes aceptables, es decir, si está en el rango definido por el volumen de aire requerido por la legislación, norma o procedimiento $\pm$ un porcentaje definido (función de la incertidumbre de calibración y de la deriva del equipo). etcétera.
- Observaciones relevantes que en su caso figuran en la ficha de muestreo.
- Observaciones relevantes a tener presentes para su preparación.

No obstante lo anterior, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se tenga un conocimiento sobre aspectos tales como:

- El muestreador utilizado: tipo, modelo, serie, sensibilidad y precisión con la que proporciona los valores de caudal, etc.
- El tipo de filtro utilizado, en particular las características de la eficiencia de colección de aerosoles para las condiciones de trabajo.
- La superficie de captación del filtro.
- Acompañando a la muestra durante su preparación.
 - Clave de la muestra.
 - Fecha y hora de inicio de la captación de aerosoles.
 - Fecha y hora de fin de la captación de aerosoles.
 - Tipo de filtro utilizado.

² A este efecto debe tenerse presente que las condiciones ambientales que debe cumplir el laboratorio en donde se realicen la pesada de los filtros vienen reglamentadas en el BOE 1976 y en la DIR 80/779.

- Volumen de aire filtrado
- En caso de determinar el índice de actividad alfa total, el espesor másico de los aerosoles recolectados
- En el caso de muestreo discontinuo, debe detallarse los períodos de funcionamiento del captador.
- Observaciones relevantes a tener presentes para su preparación
- Relación de las anomalías habidas durante la preparación.
- Registro de otros datos relevantes obtenidos durante la preparación.
- Ensayos a realizar.

De esta forma y antes de iniciar la preparación de la muestra de aerosoles, se ha conseguido obviar toda indicación sobre el punto de muestreo o el peticionario del análisis.

5.2.1.2. Cartuchos de carbón activo para la recolección de radioyodos

Al recepcionar en el laboratorio una muestra de radioyodos gaseosos recolectada sobre un cartucho de carbón activo, su registro debe procederse de idéntica manera a como se describe en el apartado 2.1.1. para las partículas de polvo atmosférico, teniendo en cuenta las siguientes modificaciones.

- Modificaciones en la base de datos de muestras recepcionadas.
 - Fecha y hora de inicio de la captación de radioyodos, que suele coincidir con la de los aerosoles.
 - Fecha y hora de fin de la captación de radioyodos, que suele coincidir con la de los aerosoles.
 - Observaciones sobre el estado en que se recibe la muestra. Entre otras, si el volumen de aire que nominalmente ha pasado a través del carbón activado se encuentra dentro de los volúmenes calificable de aceptables, es decir, si está en el rango definido por el volumen de aire requerido por la legislación, norma o procedimiento $\pm$ un porcentaje definido (función de la incertidumbre de calibración y de la deriva del equipo).

No obstante lo anterior, siempre debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se tenga un conocimiento sobre aspectos tales como:

- El tipo de cartucho de carbón activo utilizado, en particular las características de la eficiencia de colección de los radioyodos para las condiciones de trabajo.
- Las dimensiones del cartucho de carbón activo.

- Modificaciones en los datos acompañando a la muestra durante su preparación
 - Fecha y hora de inicio de la captación de radioyodos, que suele coincidir con la de los aerosoles
 - Fecha y hora de fin de la captación de radioyodos, que suele coincidir con la de los aerosoles

De esta forma y antes de iniciar la preparación de la muestra de radioyodos, se ha conseguido obviar toda indicación sobre el punto de muestreo o el peticionario del análisis.

5.3. 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, ya que debe ser en la propia área del laboratorio que efectúe la medida de las radiaciones o su tratamiento radioquímico, donde si es el caso, se controle el tiempo de espera aconsejable tras la recolección de muestra, para antes de realizar con ella dicha medida o tratamiento. En el caso de los radioyodos adsorbidos en cartuchos de carbón activo, esta regla se convierte en fundamental, ya que se pretende cuantificar la actividad de los radioyodos atrapados, y muy frecuentemente efectuar de forma sistemática el seguimiento del I-131, radioisótopo con un periodo de semidesintegración de 8,04 días. En cualquier caso, durante el tiempo que transcurre entre el ingreso de la muestra en el laboratorio y su medida, debe garantizarse que las condiciones para la conservación tanto de los filtros, como la de los cartuchos, son tales que permitan mantener inalteradas sus principales propiedades físico-químicas, evitando su posible contaminación. Estos aspectos son particularmente importantes en los filtros con aerosoles, ya que con frecuencia puede prolongarse su conservación, al ser necesario efectuar algún tipo de análisis sobre un conjunto de los mismos.

5.3.1. Desarrollo procedimental

5.3.1.1. Filtros para la recolección de aerosoles

Debe limitarse al mínimo tiempo posible la duración del almacenamiento de la muestra en el laboratorio, previo a su preparación y puesta a disposición para su medida o tratamiento radioquímico, momento en el que se analizará si existe algún tiempo de espera aconsejable antes de efectuar determinados tipos de medidas o de tratamientos, o si deben acumularse varios filtros para su posterior medida o tratamiento conjunto.

En todo caso, su almacenamiento en el laboratorio se realizará siempre en lugares frescos, dentro de recipientes cerrados, situados en el interior de un desecador, de forma que se evite la alteración de la masa recolectada y se les proteja de toda contaminación.

5.3.1.2. Cartuchos de carbón activo para la recolección de radioyodos

Debe limitarse al mínimo tiempo posible la duración del almacenamiento de la muestra en el laboratorio, previo a su preparación y puesta a disposición para ser medido o tratado radioquímicamente, ya que se pretende cuantificar la actividad de los isótopos radioactivos del yodo recolectados en el carbón, que suelen tener periodos de semidesintegración muy pequeños.

En todo caso, debe mantenerse la muestra hasta su preparación radioquímica y/o análisis, en lugar fresco, herméticamente cerrada y dentro de un desecador, para evitar las pérdidas de radioyodos colectados o alteraciones en el sustrato.

5.4. Sobre la preparación de la muestra

En el apartado 5.2 del presente documento se especificaba que durante el tránsito por los diferentes laboratorios de preparación, de radioquímica y de medida, tanto de las muestras de aerosoles, como de las de radioyodos, éstas deben ir siempre acompañadas de la información estrictamente necesaria para conocer: a) su correcta identificación encriptada; b) la evolución que han ido experimentando como consecuencia de los tratamientos a los que se le ha ido sometiendo y c) los tratamientos y/o análisis que posteriormente se deberán llevar a cabo o si finalmente debe almacenarse como una muestra ya medida. Estos dos últimos aspectos cobran especial importancia en el caso de los aerosoles recolectados sobre los filtros. De hecho, en estas muestras es necesario 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 (calcinación, divisiones en porciones o en sectores circulares, etcétera); la fecha de envasado o de preparación previa a su medida, entre otros.

La preparación a la que hay que someter los filtros en los que se han recolectado los aerosoles, depende tanto del tipo, como del número de las diferentes determinaciones que deban realizarse sobre cada uno de estos. Por ello, para facilitar el seguimiento de la ejecución del procedimiento y con el espíritu de dotarle de la máxima generalidad posible, lo hemos desarrollado bajo el supuesto de que sobre cada filtro o conjunto de los mismos se van a efectuar consecutivamente alguna o todas las siguientes determinaciones: la medida alfa y/o beta total del filtro individual, el análisis espectrométrico gamma de un filtro individual o de un conjunto de éstos, y finalmente la determinación de uno o varios radionucleídos específicos emisores alfa y/o beta, no concretados a priori.

Normalmente, la determinación de los índices de actividad alfa y/o beta total presentes en los aerosoles, se lleva a cabo sobre filtros instalados en bombas de aspiración de bajo caudal. En tal caso, y como se detalla en el desarrollo procedimental, la preparación de la muestra previa a su medida es prácticamente nula, limitándose al conocimiento de la cantidad de depósito a medir, tras lo cual, se remite cada filtro individual para su medida en el correspondiente sistema de contaje, normalmente un contador proporcional o un detector de ZnS.

En el caso de los análisis espectrométricos gamma, la preparación se limita a introducir los filtros a medir en un contenedor de forma que para la geometría resultante se tenga calibrado en eficiencias el correspondiente espectrómetro gamma. Este aspecto es relativamente automático para los filtros utilizados en bombas de bajo caudal, véase la figura 3.B), mientras que para los utilizados en bombas de alto caudal, existen como vemos en la figura 4 diferentes alternativas, dado el relativamente gran tamaño de los filtros que en este caso se utilizan. Todas estas alternativas en su preparación, persiguen su adaptación final a una geometría para la que se posea calibrado el detector en el que se realiza la espectrometría, bien por el plegado manual o con sobrepresión del filtro, o calcinándolo a baja temperatura. En el caso de filtros de aerosoles acumulados debe conocerse la fecha identificativa del periodo durante el que se recolectaron los aerosoles en los filtros a medir, así como el volumen total de aire aspirado por ellos. Una vez sellado e identificado de forma críptica dicho contenedor, se remite para su oportuno análisis gamma.

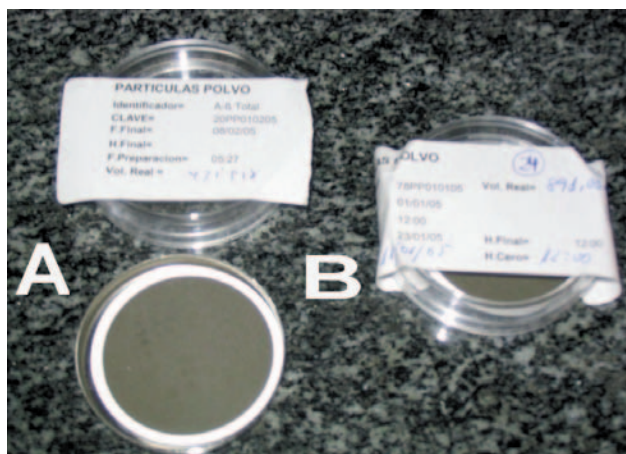


Figura 3. Ejemplos de recipientes de uso común para la determinación de: A) los índices de actividad alfa/beta y B) los emisores gamma presentes en los aerosoles colectados en uno o varios filtros como los utilizados con muestreadores de bajo caudal.

El principal objeto de discusión puede centrarse en dónde concluye la preparación de este tipo de muestras y dónde se inicia su tratamiento radioquímico. En lo que sigue asumiremos que la preparación de la muestra de aerosoles recolectada sobre uno o varios filtros, concluye cuando tras aplicarle o no diversos tratamientos exclusivamente físicos, se pone a disposición del correspondiente laboratorio para ejecutar el o los procedimientos de separación radioquímica de uno o varios radionucleidos específicos emisores alfa y/o beta. La selección de la alternativa de preparación mas adecuada de entre las descritas en el procedimiento, debe tomarla cada laboratorio en base a una serie de consideraciones: 1) El número de radionucleidos diferentes a determinar sobre cada muestra; 2) Los límites de detección exigidos; 3) La disponibilidad o no de procedimientos validados de separación radioquímica para la determinación secuencial de los radionucleidos a analizar; 4) etcétera. En su caso, debe prestarse un especial cuidado en la obtención de las alícuotas con las que trabajar, ya que se debe garantizar que éstas son representativas de la muestra original de donde se extrajeron.

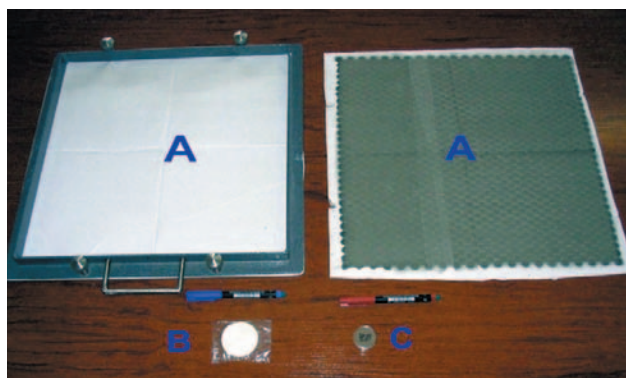


Figura 4. Ejemplo de A) filtros antes y después de su uso para la recolección de aerosoles en bombas de alto caudal, B) geometría adoptada por los mismos tras su plegado mediante prensa hidráulica y C) geometría adoptada por los mismos tras su calcinación a baja temperatura.

En consecuencia, en el presente procedimiento se describen dos alternativas, para la obtención de alícuotas de la muestra original: a) La división física de la misma en distintas fracciones, una para cada una de las diferentes separaciones radioquímicas que se vayan a realizar. Su aplicación sólo es recomendable con los filtros circulares de relativamente pequeño tamaño que se emplean en las bombas de bajo caudal, ya que previo a su utilización debe asegurarse que la mancha depositada en el o los filtros está perfectamente centrada, es muy homogénea y claramente circular. b) La separación de la muestra de la matriz que la soporta, al eliminar a esta última por calcinación. En este caso, debe ponerse atención en que la muestra resultante ha de poseer un color homogéneo y ausencia de restos de carbón, delatada por puntos negruzcos.

Por el contrario y en base a los anteriores planteamientos, la digestión ácida de los aerosoles depositados en los filtros, entendemos que constituye el primer paso del procedimiento radioquímico, ya que ésta va indisolublemente ligada al conocimiento profundo de las separaciones radioquímicas a realizar, puesto que en gran medida condicionan a los ácidos que deben utilizarse en dicha digestión y frecuentemente coincide dicho momento con la adición a la muestra de portadores y/o trazadores radiactivos o no.

Para el caso de los radioyodos recolectados en cartuchos de carbón activado, se contempla una doble alternativa para la preparación de la muestra, en base a que la determinación de la actividad de dichos radionucleidos vaya a efectuarse de manera directa, mediante espectrometrías gamma, o tras la oportuna separación radioquímica.

Como el análisis de radioyodos por espectrometría gamma se realiza directamente sobre el carbón activo utilizado en la recolección, la preparación tan sólo consiste en introducirlo en un recipiente con la geometría adecuada para su medida en el correspondiente detector, sellándolo posteriormente para evitar las posibles pérdidas de radioyodos. Por su parte, la separación radioquímica consiste en la extracción del yodo de su soporte de carbón, por lo que la preparación en este caso consiste en sacar el carbón del cartucho y remitirlo al oportuno laboratorio de radioquímica, véase figura 5. En ambos casos, debe remitirse a la muestra para su medida en el menor tiempo posible.

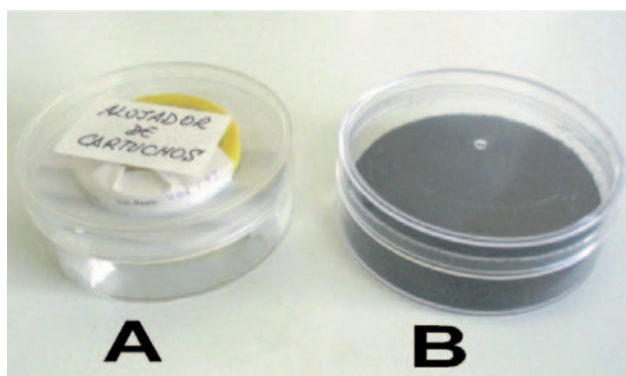


Figura 5. Ejemplos de recipientes de uso común para A y B) la determinación directa de radioyodos por espectrometría gamma o B) para la remisión del carbón al laboratorio, para extraer los radioyodos por radioquímica.

5.4.1. Desarrollo procedimental

5.4.1.1. Filtros para la recolección de aerosol atmosférico

- Preparación para la medida alfa y/o beta total.

Su medida se realiza directamente sobre cada uno de los filtros individuales. Estos filtros son los que normalmente se utilizan con muestreadores identificables como de bajo caudal, ya que deben poseer un tamaño tal que permita su alojamiento en contadores proporcionales o de Zns.

- Introducir el filtro a medir en un contenedor adecuado para su traslado al laboratorio de medida, indicando como mínimo la clave de la muestra. Se recomienda el uso de una caja tipo Petri, de diámetro acorde al tamaño del filtro, para evitar que la materia particulada quede adherida al medio de transporte.

En todo caso, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se pueda conocer al menos:

- La fecha y hora del fin de la captación de aerosoles.
- El volumen de aire filtrado.
- En el caso de realizar la determinación del índice de actividad alfa total, la masa o el espesor másico de los aerosoles recolectados.
- Si ésta es o no la única medida a realizar sobre el filtro, quedando establecido en cada caso a donde remitir el filtro una vez medido.
- Remitir la muestra para su medida.
- En el caso de que deba realizarse tras la determinación alfa/beta otra medida o tratamiento sobre estos filtros, deben ser reubicados en un desecador con sus contenedores para el traslado, a fin de lograr su adecuada conservación. Véase apartado 5.3.1.1.

- Preparación para espectrometría gamma

Su medida se realiza directamente sobre un filtro individual o sobre un conjunto de éstos.

- En el caso de aerosoles recolectados sobre filtros con bombas identificables como de bajo caudal, es decir con diámetros inferiores a 9,5 cm, introducir el (los) filtro(s) cuya actividad se vaya a determinar en un recipiente con la geometría adecuada al tamaño del filtro original, para realizar su medida en el detector, indicando en él, como mínimo la clave de la muestra.
- En el caso de filtros de gran superficie, como los utilizados para la recolección de aerosoles con bombas de alto caudal, existen dos alternativas:
 - Primera alternativa: plegar el filtro cuya actividad se va a determinar hasta hacerle adoptar una geometría para la que se posee calibrado en eficiencias el detector con el que se va a realizar la espectrometría gamma.⁽³⁾
 - Segunda alternativa: calcinar, a baja temperatura, el filtro cuya actividad se va a determinar.⁽⁴⁾

³ Esta alternativa puede llevarse a cabo manualmente o con la ayuda de una prensa hidráulica.

⁴ Esta alternativa puede utilizarse siempre que se esté seguro de que la temperatura utilizada en la calcinación es inferior a la de pérdida de los radionucleidos cuya actividad se desea conocer.

Se parte del (los) filtro(s) recepcionado(s), de los que entre otros datos se conoce la masa del (los) filtro(s) mas la de los aerosoles recolectados (P_{F+A}) y el correspondiente volumen de aire filtrado (V).

- Pesar la cápsula de porcelana con tapadera de tamaño adecuado para situar en su interior los filtros a calcinar.
 - Colocar el (los) filtro(s) en la cápsula de porcelana de tamaño adecuado, tapándola a continuación.
 - Incinerarlos en un horno mufla siguiendo las siguientes pautas.
 - Subir paulatinamente la temperatura, durante 24 horas, desde la ambiente o mínima del horno, hasta la temperatura de incineración seleccionada.
 - Incinerar el (los) filtro(s) durante 12 horas a 400 °C.
 - Bajar paulatinamente la temperatura, durante 12 horas, desde la de incineración seleccionada a la mínima del horno.
 - Sacar la cápsula de porcelana del horno y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.
 - Obtener la masa de las cenizas de los filtros calcinados, $P_c(400)$.
- Introducir el filtro plegado o las cenizas resultantes de la calcinación en un recipiente, con la geometría adecuada para ser medido en el correspondiente detector, indicando sobre él como mínimo la clave de la muestra.

En todo caso, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se pueda conocer al menos:

- La fecha y hora del inicio de la captación de aerosoles correspondiente al primer o al único filtro que se mide.
 - La fecha y hora del fin de la captación de aerosoles correspondiente al último o al único filtro que se mide.
 - Si el muestreo ha sido discontinuo, o se han producido interrupciones en la captación, la fecha y hora representativa del momento medio de la captación.
 - El volumen de aire filtrado por el filtro o conjunto de filtros que se miden.
 - Si sobre el (los) filtro(s) medidos debe realizarse o no alguna otra determinación con posterioridad, quedando establecido en cada caso a donde remitir el filtro una vez medido.
- Remitir la muestra para su medida.

— En el caso de que deba realizarse tras la espectrometría gamma otra medida o tratamiento sobre el (los) filtro(s), deben ser reubicados con sus contenedores para el traslado, en un desecador para su adecuada conservación. Véase apartado 5.3.1.1.

- Preparación para la separación de radionucleidos específicos emisores alfa y/o beta

La preparación de un filtro individual o de un conjunto de éstos, previa a su remisión al correspondiente laboratorio de radioquímica para la realización del procedimiento de separación concreto que permita cuantificar la actividad de, entre otros, el Sr, Ra, U o Th en los mismos, depende de:

1. El tipo (fibra de celulosa, fibra de vidrio, ...) y el tamaño (los típicamente utilizados con bombas de bajo o de alto caudal) del filtro usado.
2. El número de separaciones radioquímicas a efectuar.
3. El modo de, en su caso, dividir la muestra en alícuotas para las diferentes separaciones radioquímicas.

Es por ello que seguidamente se proponen dos procedimientos alternativos, para el caso de tener que efectuar diversas separaciones radioquímicas no consecutivas sobre el (los) filtro(s), los cuales se diferencian en la técnica por la que se divide el filtro en diversas alícuotas. En el caso de que sólo deba efectuarse un único procedimiento de separación radioquímica, se remite tal cual el filtro o filtros para su posterior digestión ácida o se procede como indica el método segundo. Véase página 24.

— Primer método.⁽⁵⁾

Se parte del (los) filtro(s) recepcionado(s), para los que entre otros datos se conoce la masa del filtro mas la de los aerosoles recolectados (P_{F+A}) y el correspondiente volumen de aire filtrado (V).

- Cortar el filtro, ANSI 1991, en al menos tantos sectores circulares como diferentes separaciones radioquímicas deban efectuarse.
- Pesar cada una de las porciones de filtro (P_{mi}), obteniendo a partir de estas masas, de la masa total de los aerosoles recolectados (P_{F+A}) y del volumen de aire filtrado (V), los volúmenes de aire (V_i) que corresponden a cada porción de filtro.
- Introducir cada porción de filtro en un contenedor adecuado para su traslado al correspondiente laboratorio de radioquímica, indicando como mínimo la clave de la muestra. Se recomienda el uso de una caja Petri de diámetro acorde al tamaño del filtro para evitar que la materia particulada quede adherida al medio de transporte.

⁵ Este método no podrá aplicarse cuando se observe una falta de homogeneidad en la mancha de los aerosoles recolectados sobre el (los) filtro(s). Asimismo, tampoco es aconsejable en filtros de gran tamaño como los típicamente utilizados en las bombas de alto caudal.

En todo caso, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se pueda conocer al menos:

- La fecha y hora del inicio de la captación de aerosoles correspondiente al (los) filtro(s) dividido(s) en porciones.
- La fecha y hora del fin de la captación de aerosoles correspondiente al (los) filtro(s) dividido(s) en porciones.
- Si el muestreo ha sido discontinuo, o se han producido interrupciones en la captación, la fecha y hora representativa del momento medio de la captación.
- La fracción del volumen de aire filtrado que corresponde a cada porción de filtro(s).
- La masa de los aerosoles recolectados en cada porción de filtro(s).
- Remitir cada alícuota de la muestra al correspondiente laboratorio para su separación radioquímica.

— Segundo método.

Se parte del (los) filtro(s) recepcionado(s), o de las cenizas obtenidas si se ha realizado la alternativa de calcinación a baja temperatura, para el caso de los filtros usados con bombas de alto flujo. En el primer caso, entre otros datos se conoce la masa del (los) filtro(s), la de los aerosoles recolectados (P_{F+A}) y el correspondiente volumen de aire filtrado (V). En el segundo, se conoce la masa del polvo resultante tras la citada calcinación, $P_c(400\text{ }^{\circ}\text{C})$.

- Pesar la cápsula de porcelana con tapadera de tamaño adecuado para situar en su interior los filtros a calcinar.
- Colocar el (los) filtro(s) o las cenizas obtenidas en la calcinación a baja temperatura, en una cápsula de porcelana de tamaño adecuado, tapándola a continuación.
- Incinerarlos en un horno mufla siguiendo las siguientes pautas.
 - Subir paulatinamente la temperatura, durante 24 horas, desde la ambiente o mínima del horno, hasta la temperatura de incineración seleccionada.
 - Incinerar el (los) filtro(s) durante 12 horas a $620\text{ }^{\circ}\text{C}$.
 - Bajar paulatinamente la temperatura, durante 12 horas, desde la de incineración seleccionada a la mínima del horno.
- Sacar la cápsula de porcelana del horno y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.

- Obtener la masa de las cenizas de los filtros calcinados, $P_c(620^\circ\text{C})$.⁽⁶⁾
- Trasladar la cápsula con la muestra al laboratorio de radioquímica que corresponda, indicando como mínimo la clave de la muestra.

En todo caso, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se pueda conocer al menos:

- La fecha y hora del inicio de la captación de aerosoles correspondiente al (los) filtro(s) calcinado(s).
- La fecha y hora del fin de la captación de aerosoles correspondiente al (los) filtro(s) calcinado(s).
- Si el muestreo ha sido discontinuo, o se han producido interrupciones en la captación, la fecha y hora representativa del momento medio de la captación.
- La masa de las cenizas obtenidas, P_c .
- El volumen de aire filtrado por el filtro o conjunto de filtros calcinados.

5.4.1.2. Cartuchos de carbón activo para la recolección de radioyodos

- Preparación para espectrometría gamma.

Su medida se realiza directamente sobre el carbón activado utilizado en la recolección.

- Introducir el carbón activado cuya actividad se va a determinar en un recipiente con la geometría adecuada para su medida en el detector, sellándolo posteriormente para evitar las posibles pérdidas de radioyodos. En función de las geometrías para las que se posea calibrado el espectrómetro gamma, puede ser necesario, abrir el cartucho, distribuyendo su contenido en el precitado recipiente.
- Indicar en el recipiente que contiene el carbón activado a medir, como mínimo la clave de la muestra. En todo caso, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se pueda conocer al menos:
 - La fecha y hora del inicio de la captación de radioyodos correspondiente al carbón activado a medir.
 - La fecha y hora del fin de la captación de radioyodos correspondiente al carbón activado a medir.

⁶ En este momento debe garantizarse la existencia en el laboratorio del correspondiente procedimiento interno por el que se establece el laboratorio de radioquímica que se responsabiliza del ataque ácido de las cenizas o de los filtros remitidos enteros o en porciones. En dicho procedimiento debe tenerse en cuenta las diferentes determinaciones radioquímicas que sobre los mismos van a efectuarse y en consecuencia, los portadores y trazadores que son precisos adicionar, para efectuar en su caso la correcta distribución de las alícuotas.

- En el caso de efectuar un muestreo discontinuo, debe calcularse la fecha de referencia del muestreo.
- El volumen de aire que ha atravesado al carbón activado que se va a medir.
- Remitir la muestra para su medida.
- Preparación para radioquímica.

Su medida se realiza tras la extracción del yodo del carbón activado utilizado en la recolección.

- Abrir el cartucho de carbón activado e introducirlo en un recipiente con cierre estanco.
- Indicar en el recipiente en el que se ha introducido el carbón activado, como mínimo la clave de la muestra. En todo caso, debe establecerse el correspondiente procedimiento interno por el que adicionalmente se pueda conocer al menos:
 - La fecha y hora del inicio de la captación de radioyodos correspondiente al carbón activado a medir.
 - La fecha y hora del fin de la captación de radioyodos correspondiente al carbón activado a medir.
 - En el caso de efectuar un muestreo discontinuo, debe calcularse la fecha de referencia del muestreo.
 - El volumen de aire que ha atravesado al carbón activado que se va a tratar.
- Remitir la muestra para su separación radioquímica.

6. Referencias

Como hemos ido indicando a lo largo del presente documento, aportamos un conjunto de referencias complementarias y/o explicativas del mismo.

- ANSI 1991. “Calibration and use of germanium spectrometers for the measurement of gamma-ray emission rates of radionuclides”. American National Standard. Norma 42.14-1991.
- BOE 1976. “Las normas técnicas para el análisis y la valoración de los contaminantes de naturaleza química en la atmósfera”. Orden de 10 de agosto de 1976 (BOE núm. 266, de 5 de noviembre de 1976; c.e. BOE núm. 8, de 10 de enero de 1977).
- BOE 2001. “Protección Sanitaria contra las Radiaciones Ionizantes”. Real Decreto 783/2001. Boletín Oficial del Estado número 178, de 26 de Julio de 2001, página 27284. Madrid.
- F. Cannizzaro, G. Greco, M. Raneli, M.C. Spitale, E. Tomarchio. “Determination of ^{210}Pb concentration in the air at ground-level by gamma-ray spectrometry”. Applied Radiation and Isotopes 51(1999)239-245.
- DIR 80/779. “ Los valores límites y los valores guía de la calidad atmosférica para el anhídrido sulfuroso y las partículas en suspensión”. Directiva de la Comunidad Económica Europea. Bruselas. 1980.
- V. Gómez. “Procedimiento para la preparación de muestras”. Procedimiento específico nº PR-X2-08. Revisión 0. Centro de investigaciones Energéticas Medioambientales y Tecnológicas. Madrid. 1995.
- J.P. Lodge “Methods of air sampling and analysis”. Lewis Publish inc. Michigan, 3ª Edición. 1989.
- A. Travesí “Normalización de procedimientos y medidas en el plan REVIRA. Preparación de muestras ambientales. Practica 1”. Instituto de Estudios de la Energía. Centro de Investigaciones energéticas Medioambientales y Tecnológicas. Madrid.
- UNE 66501:1991 “Criterios generales para el funcionamiento de los laboratorios de ensayo”. Norma UNE número 66-501-91. Año 1991.
- UNE-EN ISO/IEC 17025:1999. “Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”. Norma UNE número 17025. Año 2000.
- UNE 73320-3:2004. “Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Toma de muestras. Parte 3: Aerosoles y radioyodos”.