

# Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en sedimentos acuáticos

# CSN



**Colección**  
**Informes Técnicos 11.2007**  
Serie  
Vigilancia Radiológica  
Ambiental  
**Procedimiento 1.10**  
**(Rev.1, 2025)**

# Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en sedimentos acuáticos

Autores: Margarita Herranz (coordinadora)  
Pablo Belinchón  
David Blázquez  
Rafael García-Tenorio  
Javier Guillén  
María José de Lucas  
Cristina Navas  
Saroa Rozas

Colección  
Informes Técnicos 11. 2007  
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental  
Procedimiento 1.10 (Revisión 1, 2025)  
Anula al procedimiento 1.11 (2005)



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 2009, Consejo de Seguridad Nuclear

Edita y distribuye:  
Servicio de Publicaciones  
Consejo de Seguridad Nuclear  
Pedro Justo Dorado Dellmans, 11. 28040Madrid. España  
[www.csn.es](http://www.csn.es)  
[peticiones@csn.es](mailto:peticiones@csn.es)

Maquetación: Composiciones Rali, S. A.  
I.S.B.N.: 84-95341-41-7  
Depósito legal: M-27852-2007

# Índice

1. Prólogo	5
2. Introducción y justificación	8
3. Sistemática de trabajo	10
4. Objetivos y el campo de aplicación	11
5. Definiciones y terminología	13
5.1. <i>Área de estudio</i>	13
5.2. <i>Zona de muestreo</i>	13
5.3. <i>Punto de muestreo</i>	14
5.4. <i>Muestra</i>	14
5.5. <i>Submuestra</i>	14
5.6. <i>Área o punto testigo</i>	14
5.7. <i>Peso de muestra total (<math>P_t</math>)</i>	14
5.8. <i>Peso de muestra de laboratorio (<math>P_l</math>)</i>	14
5.9. <i>Peso de muestra seca (<math>P_s</math>)</i>	15
6. Programa de muestreo	16
6.1. <i>Sobre el establecimiento del programa de muestreo</i>	16
6.2. <i>Sobre los puntos de muestreo</i>	17
6.2.1 <i>Número de puntos en cada zona</i>	17
6.2.2. <i>Características del punto de muestreo</i>	18
6.3. <i>Sobre las muestras</i>	21
6.4. <i>Sobre los equipos de toma de muestras</i>	22
6.4.1. <i>Descripción de los equipos</i>	23
6.4.2. <i>Elección de los equipos</i>	26
6.5. <i>Sobre la manipulación de la muestra</i>	29
6.6. <i>Frecuencia y secuencia temporal</i>	30
6.7. <i>Personal involucrado, características de formación</i>	30
7. Procedimiento operativo de la toma de muestras	31
7.1. <i>Consideraciones previas / Precauciones</i>	31
7.2. <i>Materiales</i>	31
7.3. <i>Toma de la muestra</i>	32
7.4. <i>Registro de la toma de muestras</i>	34

---

8. Control de calidad del muestreo	37
<hr/>	
9. Procedimiento operativo para la conservación de las muestras	38
9.1. <i>Consideraciones previas/precauciones</i>	38
9.2. <i>Equipamiento y materiales</i>	38
9.3. <i>Procedimiento operativo</i>	39
<hr/>	
10. Procedimiento operativo para la recepción de las muestras	40
10.1. <i>En la base de datos de muestras recepcionadas</i>	41
10.2. <i>Acompañando a la muestra durante su preparación</i>	41
10.3. <i>Información adicional</i>	42
<hr/>	
11. Procedimiento operativo de preparación de las muestras	43
11.1. <i>Consideraciones generales sobre la preparación de muestras de sedimento</i>	43
11.2. <i>Equipamiento y materiales</i>	44
11.2.1. <i>Equipamiento</i>	44
11.2.2. <i>Materiales</i>	44
11.3. <i>Procedimiento operativo</i>	45
<hr/>	
12. Bibliografía	47
<hr/>	
Anexo 1. Ejemplo de etiqueta de muestra	49
<hr/>	
Anexo 2. Ejemplo de hoja de recogida de datos	50

## 1. Prólogo

El proceso de toma de muestras es la pieza angular del programa de muestreo. Este programa de muestreo no solo debe garantizar que el momento y lugar en que una muestra se toma es el adecuado para que los objetivos de dicho programa se cumplan, sino que también debe proporcionar las características que esta muestra debe tener. Sin embargo, los objetivos de este programa no se cumplirían si la muestra no se toma de manera correcta y eficaz, pero también reproducible y sistemática.

Plenamente consciente de ello, el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) decidió en su momento la conveniencia de impulsar el desarrollo de procedimientos de muestreo, para después elevarlos a normas UNE y, así, contribuir también a elevar la capacidad de interlocución de nuestro país a nivel de la normalización europea e internacional. Esta iniciativa fue el origen de la publicación del CSN, INT-04.07 Vigilancia radiológica ambiental que, en diferentes documentos, desarrollaba los siguientes procedimientos:

- 1.1. Procedimiento de toma de muestras para la determinación de la radiactividad en suelos: capa superficial.
- 1.2. Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelos para la determinación de la radiactividad ambiental.
- 1.7. Procedimiento de toma de muestras de aerosoles y radioyodos para la determinación de la radiactividad.
- 1.8. 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.
- 1.10. Procedimiento de toma de muestras de sedimentos para la determinación de la radiactividad ambiental.
- 1.11. Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de sedimentos para la determinación de la radiactividad ambiental.
- 1.12. Procedimiento de toma de muestras de la deposición total para la determinación de la radiactividad.
- 1.14. Procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio.

### 1.15. Procedimiento para el muestreo, recepción y conservación de muestras de agua para la determinación de la radiactividad ambiental.

así como de las normas UNE: UNE 73320-3: Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Toma de muestras. Parte 3: Aerosoles y radioyodos. UNE 73311-1: Procedimiento de toma de muestras para la determinación de la radiactividad ambiental. Parte 1: Suelos, capa superficial. UNE 73320-2: Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Toma de muestras. Parte 2: Sedimentos. UNE 73311-5: Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad ambiental.

Todos estos documentos fueron publicados entre los años 2002 y 2009 y fueron realizados por un Grupo de Trabajo que coordinó Margarita Herranz, de la Universidad del País Vasco (UPV/EHU), y que estuvo formado en sus diferentes temas por: R. Jiménez (U. Autónoma de Madrid), E. Navarro Inglés, (U. de Valencia), J. P. Bolívar Raya (U. de Huelva), E. Liger Pérez (U. de Málaga), J. Payeras Socias (Cedex) y J. L. Pinilla Matos (ENRESA). Y, por el Grupo de trabajo de Conservación y Preparación de Muestras que coordinó Antonio Baeza, de la Universidad de Extremadura (UEX), y que estuvo formado en sus diferentes temas por: A. Alonso (Geocisa), M. C. Heras y M. Pozuelo (Ciemat) y R. García-Tenorio (U. de Sevilla). El procedimiento 1.15 fue realizado de manera conjunta por ambos grupos.

No se puede considerar que la ciencia/tecnología asociada a estos procedimientos haya cambiado sustancialmente en los años transcurridos desde entonces, pero sí se ha incrementado el interés en estos temas y también el reconocimiento de su capital importancia para el correcto desarrollo de los Planes de Vigilancia Radiológica en sus diferentes contextos, tanto los asociados al entorno de las instalaciones nucleares en fase preoperacional, operacional y en desmantelamiento como los puramente ambientales y, de manera paralela, se ha ido incrementando la experiencia de los organismos que realizan muestreos para la determinación de la radiactividad en nuestro país, en la aplicación de estos procedimientos. Todo ello, unido al hecho de que las normas se revisan de manera rutinaria cada cinco años, ha llevado a que el CSN haya considerado necesario abordar una revisión y actualización de dichos procedimientos de muestreo y preparación de muestras.

Para ello, el CSN ha contado esta vez con un nuevo Grupo de Trabajo que, de nuevo coordinado por Margarita Herranz, de la Universidad del País Vasco (UPV/EHU), para dar continuidad a la filosofía que inspiró los documentos originales, ha estado esta vez formado por María José de Lucas (Medidas Ambientales S.L.), Cristina Navas (DRACE-Geocisa), David Blázquez (ENUSA), Pablo Belinchón (ENRESA), Saroa Rozas (UPV/EHU), Javier Guillén (UEX) y Rafael García-Tenorio (U. de Sevilla), para este procedimiento. Este Grupo se ha considerado que reúne las necesarias características de experiencia profesional, capacidad e independencia para abordar esta tarea.

La revisión de estos procedimientos se ha desarrollado partiendo del texto original y teniendo en cuenta la normativa de rango nacional, europeo e internacional aparecida y/o revisada en los años que median entre los documentos originales y estas revisiones, así como los retornos de los usuarios de estos documentos y la propia experiencia profesional de los miembros del Grupo de Trabajo.

En el caso del presente documento “Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en sedimentos acuáticos” su objetivo básico es especificar el procedimiento de muestreo para la toma de muestras de sedimentos acuáticos superficiales y/o profundos, tanto de fondo como de orilla que permita delimitar y/o caracterizar niveles de fondo, posibles anomalías y realizar un seguimiento y evolución sistemáticos de su contenido, todo ello referido a sus características radiactivas.

Este documento pretende poner a disposición de los interesados una descripción de los objetivos planteados, los criterios aplicados y las bases científicas que los sustentan, junto con la toma de decisiones que ha parecido más correcta y que ha conducido a la definición y elaboración del contenido de este procedimiento para el muestreo y preparación de sedimentos.

Este procedimiento describe de manera detallada los diferentes pasos que se han de seguir para la obtención de una muestra de sedimentos y garantizar, al menos, los siguientes aspectos: la obtención de una muestra de sedimento que cumpla los objetivos de control y/o representatividad para los que fue recolectada y con las características necesarias para los análisis radiológicos que en ella se van a desarrollar, la conservación de estas propiedades hasta el momento en que la muestra se entregue a un laboratorio de análisis, los pasos que se deben seguir en el laboratorio para obtener alícuotas de estas muestras en las condiciones adecuadas para poder realizar en ellas las determinaciones radiactivas requeridas y, por último, garantizar el suministro de los datos necesarios para la caracterización radiológica de la muestra y la trazabilidad del proceso de muestreo. Además, el presente documento incluye aspectos relativos al aseguramiento de la calidad y el control de la calidad en el muestreo de sedimentos, ya que no se debe olvidar que los errores provocados por un muestreo no pueden corregirse.

## 2. Introducción y justificación

Los sedimentos de los sistemas acuáticos, tales como lagos, embalses, ríos, marismas, pantanos, cenagales y zonas costeras próximas, pueden resultar contaminados por cualquiera de las siguientes vías: descargas líquidas directas, depósitos húmedos o arrastre de contaminantes provenientes de suelos contaminados. Como resultado de diferentes interacciones físico-químicas (co-precipitación, adsorción, intercambio iónico, etc.), los sedimentos tienden a enriquecerse en los radionucleidos que se transportan en disolución en el medio acuático, por lo que constituyen un excelente registro histórico y medio integrador de la contaminación radiactiva existente en un determinado lugar, con gran importancia en el control de la radiactividad en el medio ambiente y, fundamentalmente, en el medio acuático.

Con esto, es evidente para qué se determina el contenido radiactivo de un sedimento: caracterizarlo radiológicamente; analizar su evolución temporal y espacial, lo que posibilitará controlar y estimar los posibles vertidos; disponer de una serie de datos que sirvan como nivel de referencia y que permita detectar posibles anomalías o incidentes y, en su caso, evaluarlos y hacer predicciones evolutivas y dosimétricas; y tener un histórico del contenido radiactivo en el agua sin tener que realizar sobre esta un muestreo continuo.

Aunque el muestreo de sedimentos comparte algunos aspectos con el muestreo de suelos, no se le ha prestado la misma atención que a este, y aunque se encuentra procedimentado tanto a nivel normativo como en la literatura, no lo está de manera tan exhaustiva como el de suelos. A ello contribuye el hecho de que los sedimentos son muestras, en general, no estacionarias e inestables, lo que obliga a la toma de decisiones específicas en cada caso.

Entre las cuestiones fundamentales a decidir en el muestreo de sedimentos están las relacionadas con la elección del punto en que este se va a realizar: lógicamente se precisa un punto que reúna condiciones de representatividad, sin embargo, dado el carácter inestable y estacional del depósito sedimentario, esta elección no siempre es sencilla y, en ocasiones, un punto considerado representativo durante un determinado periodo de tiempo puede dejar de serlo. Para paliar la posible falta de representatividad de una muestra concreta se propone en este documento la obtención de una muestra compuesta. También se tendrá que tomar en consideración el momento en el cual el muestreo se realiza, dado que, en función de las estaciones, un mismo punto puede presentar diferentes características sedimentarias, así como si se debe tener en cuenta la profundidad del sedimento que se desea recolectar y si esta puede o no estar perturbada.

Como en cualquier procedimiento de muestreo, también se deberán tener en cuenta las consideraciones respecto al volumen o masa de muestra requerida y también a la metodología del muestreo, lo que incluye el equipamiento a utilizar.

La toma de decisiones está directamente relacionada con los objetivos del muestreo, con los parámetros que se quieren analizar, el tipo de muestra que se desea obtener, las caracte-

rísticas del sedimento, la posible vegetación asociada y las condiciones ambientales, orográficas y de accesibilidad de la zona.

En cuanto a los objetivos del muestreo, se pueden realizar, entre otras, las siguientes recomendaciones:

Si se pretende controlar el depósito de determinados radionucleidos procedentes de vertidos líquidos, depósitos húmedos o procedentes de la incorporación a ellos de componentes del suelo debido a su arrastre por corrientes de agua, habrá que muestrear de forma periódica una capa superficial de sedimento, cuyo espesor se corresponda con el espesor de depósito esperado entre dos muestreos consecutivos. Si se pretende realizar el inventario del contenido en el sedimento de un determinado radionucleido, habrá que realizar un muestreo en profundidad, recogiendo toda la capa de sedimento. Si se quiere realizar un seguimiento de los depósitos correspondientes a un determinado radionucleido, habrá que realizar un muestreo por capas que permitan analizar el perfil de ese isótopo en el sedimento. Para cualquier otro objetivo, habrá que realizar un planteamiento específico en función de este.

El tema es amplio y complejo, por lo que, en ocasiones, no resulta sencillo para el personal no estrictamente especializado en la materia, programar y realizar un muestreo con unos objetivos parciales, concretos y bien definidos. Por esto se elabora este documento, con el objetivo de constituir un procedimiento general de muestreo de sedimentos de fondo y orilla que ayude a asegurar y controlar la calidad en los análisis radiológicos que sobre ellos se vayan a realizar, que permitan delimitar y/o caracterizar niveles de fondo, posibles anomalías y realizar un seguimiento y evolución sistemático de su contenido de manera que se puedan cumplir los objetivos para los cuales el muestreo se realizó.

También hay que señalar que una vez recolectada la muestra, esta debe mantener las condiciones en que se muestreó hasta el momento en que se vaya a preparar para realizar sobre ella las determinaciones radiológicas requeridas, lo que implica el desarrollo de un procedimiento de conservación. Finalmente, la muestra deberá de seguir todo un procedimiento de preparación que incluye, en primer lugar, definir qué parte de todo aquello que realmente se ha recogido se va a considerar como muestra de sedimento y, a continuación, cómo preparar la muestra antes de tomar de ella las alícuotas necesarias para los diferentes laboratorios involucrados en las determinaciones a realizar o para las propias determinaciones, es decir, también se debe de desarrollar un procedimiento de preparación.

Para cubrir todos estos aspectos se desarrolla este procedimiento. Y hay que reflejar que los autores, en su labor de recopilación de información, no solo se han fijado en la bibliografía adjunta, sino que también han tenido en consideración los procedimientos de muestreo que actualmente se llevan a cabo en nuestro país.

### 3. Sistemática de trabajo

La sistemática ha sido la habitual en este tipo de trabajos y ha cubierto las siguientes fases:

- Análisis del estado del arte en el momento actual: normativa de rango nacional, europeo e internacional; otros documentos procedentes de organismos de reconocido prestigio en el área.
- Confrontación de los documentos obtenidos con los procedimientos a revisar.
- Obtención de información de retorno de entre los usuarios de los procedimientos a revisar.
- Estudio de conclusiones y adopción de decisiones a la luz de la experiencia profesional del grupo de trabajo que permita tener una versión inicial del procedimiento revisado.
- Remisión a comentarios entre usuarios del procedimiento revisado.
- Redacción del procedimiento final.

Todo el proceso se ha realizado de forma coordinada con la Jefatura de Área de Vigilancia Radiológica Ambiental del CSN.

## 4. Objetivos y el campo de aplicación

De entre los posibles, los objetivos que se pretenden cubrir con el desarrollo de este procedimiento de la toma de muestras de sedimentos de fondo y orilla son los de poder conocer la distribución espacial de los radionucleidos de interés y analizar su evolución temporal en el sistema acuático, lo que permitirá delimitar y/o caracterizar niveles de fondo, posibles anomalías y realizar un seguimiento y evolución sistemático de su contenido. Conocer la distribución de los radionucleidos implica poder analizar el impacto ambiental de las descargas de una determinada instalación.

Es necesario señalar que la consecución de estos objetivos con altas cotas de calidad entraña fuertes dificultades. Por una parte, el obtener una muestra representativa de una determinada zona se va a ver claramente dificultado por los siguientes hechos:

- Es difícil delimitar zonas sedimentarias con características comunes, sobre todo cuando se trata de sedimentos de fondo.
- Los sedimentos no tienen una estabilidad espacial que permita asegurar las características de un determinado punto.
- El hecho de muestrear perturba fuertemente el punto de muestreo, por lo que muestras posteriores nunca podrán reproducir exactamente las mismas condiciones de muestreo.

Y, por otra parte, realizar el seguimiento temporal obliga a considerar la siguiente característica:

- Los sedimentos no tienen una estabilidad temporal a medio-largo plazo que permita asegurar las características de un punto para realizar en él un muestreo con el objetivo de analizar a través de él la evolución temporal del sistema.

En el contexto señalado, se delimita el campo de aplicación de este procedimiento, quedando restringido a “el muestreo del sedimento, de orilla o de fondo, estable o en régimen sedimentario, existente en los siguientes sistemas acuáticos: lagos, embalses, ríos, marismas y zonas costeras próximas”.

Lo habitual es restringir este muestreo a la capa superficial, ahora bien, si se pretende realizar un histórico de la contaminación radiactiva o realizar una caracterización o inventario en un determinado sedimento puede ser necesario muestrear y medir en capas profundas.

Para el caso de muestreos de la capa superficial, como se verá más adelante, se considerará esta como la correspondiente a los primeros 5 cm (siempre y cuando sea posible, dependiendo del tipo de instrumento de medida y de si el sedimento está cubierto por una lámina de agua). El muestreo a esta profundidad es además el tipo encontrado con mayor frecuencia entre los muestreos que se realizan en nuestro país.

El procedimiento aquí desarrollado se aplica al muestreo de los sedimentos de fondo y orilla y describe las actividades a desarrollar, desde la definición de los objetivos del muestreo hasta que la muestra está ya preparada para abordar sobre ella las determinaciones conducentes a su caracterización radiológica, bien directas (p. ej. espectrometría gamma) o bien a través de separaciones radioquímicas (p. ej. estroncio), incluyendo los diferentes pasos intermedios a realizar.

## 5. Definiciones y terminología

Utilizar una terminología adecuada y homogénea a la hora de elaborar cualquier procedimiento se revela como condición indispensable para llevar este a buen término, dado el interés en que todo posible usuario de un procedimiento entienda los términos utilizados con la misma intención con la que fueron escritos. En el caso de los sedimentos, la definición de los términos de aplicación general es comúnmente aceptada, sin embargo, a medida que se reduce el campo de aplicación de la terminología, su definición se vuelve más difícil.

La primera cuestión a dilucidar es lo que se va a entender por sedimentos. La definición habitual considera que se trata de: “Materia que, habiendo estado suspenda en un líquido, se posa en el fondo por su mayor peso”. Sin embargo, a efectos de interpretación de los datos a obtener, los sedimentos se van a clasificar en sedimentos de fondo, o aquellos que se puede garantizar que permanecen todo el tiempo cubierto por el agua, y sedimentos de orilla, aquellos que pueden estar o haber estado parte del tiempo sin cubrir por el agua.

Las definiciones de área de estudio y zonas de muestreo son las habituales en este tipo de muestreo y equivalentes a las que utiliza otra normativa nacional e internacional, como ISO 18400-101 o MARLAP.

Otras definiciones como son muestra y punto de muestreo, a pesar de encontrarse bien definidos tanto desde el aspecto metrológico como en diferente normativa, requieren, como pasa en el caso de los suelos, de una discusión y toma de decisiones para su aplicación en casos concretos, como es el muestreo de sedimentos, que se detallan más adelante en este documento. Por lo tanto, con el objetivo de clarificar los usos que a ciertos términos se le da en el presente documento, se presentan algunas definiciones.

### 5.1. Área de estudio

Región geográfica que ha sido delimitada o se va a delimitar para establecer en ella un determinado programa de muestreo, al margen de los objetivos concretos que en este se contemplan.

### 5.2. Zona de muestreo

Parte del área de estudio que presenta un conjunto de características homogéneas propias relevantes en el programa de muestreo, definidas en función de su entorno terrestre y acuático, y que hacen suponer que, en toda ella, el contenido radiológico será similar. El área de estudio puede estar compuesta por varias zonas de muestreo con características propias definidas.

### **5.3. Punto de muestreo**

Es el lugar elegido en la zona de muestreo para tomar una muestra sobre la cual realizar los análisis radiactivos pertinentes. Debe ser representativo de la zona y, en esta, pueden existir uno o más puntos de muestreo, en función de los objetivos concretos de este y de las características de la zona. Se definirá por su altitud y sus coordenadas geográficas, de acuerdo con el sistema internacional de coordenadas tal y como contempla la norma UNE-EN ISO 19112, y, en su caso, por su profundidad.

### **5.4. Muestra**

Porción representativa del medio de interés, o de uno o más componentes de este medio, que posee las mismas cualidades y características del todo y que se va a utilizar para determinarlas. En este procedimiento, resultado de la extracción de un número determinado de submuestras que se juntan, mezclan y homogeneizan, preferentemente ya en el laboratorio.

### **5.5. Submuestra**

Cada una de las extracciones unitarias de sedimentos realizadas en el punto de muestreo, que constituyen la muestra final.

### **5.6. Área o punto testigo**

Cuando el objetivo del programa de muestreo sea la vigilancia en el entorno de una instalación, sería el lugar donde se recolectan idénticos tipos de muestras que las que se van a recoger en el punto de muestreo, pero que no estén afectadas por las emisiones de la instalación objeto de interés.

### **5.7. Peso de muestra total ( $P_t$ )**

Peso de la muestra total tomada, antes de tomar alícuotas, para su remisión a los diferentes laboratorios o antes de desechar parte de la muestra tomada (en su caso). Dato necesario solo si se van a remitir los resultados en Bq/m<sup>2</sup>.

### **5.8. Peso de muestra de laboratorio ( $P_l$ )**

Peso de la muestra que se receptiona en el laboratorio, se corresponderá con el peso de la muestra total si no hay toma de alícuotas para su reparto entre diferentes laboratorios o si no se desecha parte de la muestra total. Se debe determinar en las mismas condiciones que el

peso de la muestra total ( $P_t$ ), de modo que ambos tengan las mismas unidades (kg fresco o kg seco). Dato necesario solo si se van a remitir los resultados en Bq/m<sup>2</sup>.

### ***5.9. Peso de muestra seca ( $P_s$ )***

Peso de la muestra de laboratorio después de seguir el proceso de preparación descrito en el apartado 11.3 de este procedimiento. Dato necesario solo si se van a remitir los resultados en Bq/m<sup>2</sup>.

## 6. Programa de muestreo

### 6.1. Sobre el establecimiento del programa de muestreo

Antes de proceder a la realización del muestreo, es necesario tener establecido un programa de muestreo, no solo como guía para la realización de este, sino también como marco necesario donde se plasmen las decisiones que es necesario adoptar para alcanzar los objetivos con los cuales este se desarrolla.

Aunque no es objeto de este procedimiento indicar cómo debe desarrollarse un programa de muestreo de sedimentos, sí es necesario señalar que se deberá partir, al menos, de los siguientes conocimientos y estudios previos:

1. Objetivos del muestreo, análisis radiactivos que se quieren realizar, precisión requerida y límites de detección a alcanzar.
2. Investigación inicial del área de estudio. Para poder definir el contenido de un programa de muestreo es necesario llevar a cabo una investigación inicial del área de estudio, que permita conocer características como tipo de sistema acuático, afluentes, usos del sistema o de su entorno (orillas), posibles fuentes de contaminación radiactiva (industrias, poblaciones), características geoquímicas y radiológicas de los terrenos, tráfico marítimo o fluvial, etc., que nos permitan definir claramente las zonas de muestreo.
3. Características del sistema acuático objeto de estudio: posibles corrientes y mareas, avenidas, caudales medios, estiajes, etc.

Todo ello con objeto de que el programa de muestreo pueda contener al menos la siguiente información: definición de las áreas, zonas y puntos de muestreo, las características específicas de las muestras a tomar (p. ej. la masa requerida, la necesidad o no de recolectar la vegetación asociada, etc.), el equipamiento a usar y el procedimiento específico de toma de muestras y su conservación, siguiendo las directrices y recomendaciones de este documento, así como los requisitos de seguridad y de personal. También deberá contener la planificación temporal de dicha toma de muestras, que se respetará siempre que las condiciones meteorológicas no sean adversas (por altas temperaturas, lluvias torrenciales, etc.) y se garantice la seguridad del personal que la realice.

## 6.2. Sobre los puntos de muestreo

Una vez definida y caracterizada el área objeto de estudio, se procederá, en caso de estimarse conveniente, a la definición en ella de zonas de muestreo, atendiendo a la existencia de afluentes, usos del sistema o de su entorno (orillas), posibles fuentes de contaminación radiactiva (industrias, poblaciones), características geoquímicas y radiológicas de los terrenos, puntos de tráfico marítimo o fluvial, etc. Después de la división del área en zonas de muestreo, es necesario determinar no solo en cuántos puntos de cada zona se va a realizar el proceso de toma de muestras, sino también qué características deben tener estos puntos de muestreo. Ambas cuestiones dependerán de los objetivos del programa y de las características de la zona.

Obviamente se puede muestrear en cualquier punto en el que se precise o se desee conocer su contenido radiológico. Pero es importante seleccionar estos de forma que posean las características adecuadas para que se puedan cumplir los objetivos para los cuales la toma de muestras ha sido prevista y con las mismas características de la zona de muestreo que representen; por lo tanto, estas deberán ser definidas para cada programa de muestreo concreto.

### 6.2.1 Número de puntos en cada zona

Después de la división del área en zonas de muestreo, es necesario determinar en cuántos puntos de ella se va a realizar el proceso de extracción de muestra, esta cuestión dependerá fuertemente del tipo de sistema acuático de que se trate y también de los objetivos del programa. De forma general se puede establecer que:

- a. Si se trata de analizar el impacto ambiental de las descargas líquidas procedentes de una determinada instalación, se pueden dar dos situaciones en función de cuál sea el tipo de sistema acuático:
  - Si el sistema acuático es un lago (natural o artificial), pantano o el mar, habrá que muestrear al menos en un punto, que deberá estar situado cerca del lugar donde se produzca la descarga, pero alejado de las turbulencias producidas por aquella. Si las orillas son utilizadas para actividades recreativas, se deberá también muestrear los sedimentos de los puntos donde estas se desarrollen.
  - Si el sistema acuático es un río, se tendrá que muestrear en al menos tres puntos. Uno aguas arriba de la descarga para que sirva como punto de control o testigo, otro en las inmediaciones de la descarga, pero fuera de las turbulencias creadas por ella, y un tercero aguas abajo para analizar el impacto.

Consideración aparte merece el hecho de si el impacto procede de descargas gaseosas procedentes de una instalación. En este caso, para una determinada zona se deberán elegir tantos puntos como se considere necesario, de forma que se tengan controladas las áreas donde se espera que el depósito sea máximo, en función de la dirección del viento, de la vegetación y orografía de la zona y del tipo de emisiones, y mayor vaya a ser la sedimentación, en función de las características del sistema acuático.

- b. Si se trata de realizar un seguimiento sistemático, una vez definida la zona habrá que seleccionar en ella un determinado número de puntos, en función del tamaño de esta, del tipo de sistema acuático y de la mayor o menor estabilidad de las características físico-químicas e hidrológicas de este. Lo que es importante es que los puntos se elijan de manera que se pueda suponer que estas características permanecen estables en ellos, de forma que el seguimiento de su contenido radiactivo pueda considerarse representativo.

Obviamente, en este caso bastará con muestrear en un solo punto de cada zona, si las características edáficas del sedimento son tales que permiten deducir que no habrá variaciones importantes del contenido de radionúclidos, ni de su migración, de un punto a otro de la zona.

- c. Para el establecimiento de niveles de fondo se tendrá que establecer una malla regular y rectangular que permita definir un determinado número de puntos de muestreo, en función de las características de la zona, para cada una de las zonas definidas en el área de estudio. En este caso no sería necesariamente de aplicación la característica a) del punto de muestreo.
- d. Cuando se trate de una posible anomalía, habrá que analizar en cada caso la situación. No obstante, se definirá el número de puntos de muestreo en cada una de las zonas, de forma que su densidad sea mayor en la zona en que se espere una influencia mayor de la anomalía. En este caso tampoco sería necesariamente de aplicación la característica a) del punto de muestreo.

### 6.2.2. Características del punto de muestreo

Una vez decidido el número de puntos en cada zona, es importante seleccionar estos de forma que posean las características adecuadas para que se puedan cumplir los objetivos para los cuales la toma de muestras ha sido prevista; por lo tanto, estas deberán ser definidas para cada programa de muestreo concreto.

En cuanto al punto de muestreo, para este documento hay consenso en considerar que su característica fundamental deberá ser su carácter representativo, por lo que lógicamente en

la zona pueden existir uno o más de ellos, en función de los objetivos concretos del muestreo y de las características del sedimento.

Es necesario puntualizar que, para caracterizar un punto de muestreo, se tendrán que indicar sus coordenadas y su altitud y, en el caso de sedimentos de fondo, también su profundidad. La necesidad, tanto de la altitud como de la profundidad, no aparece tan clara como la de las coordenadas, sin embargo, pueden aportar información adicional sobre, por ejemplo, variaciones en depósitos puntuales según la altitud del punto o la lámina de agua existente sobre el sedimento. Otros sistemas de localización del punto, de tipo visual, como pueden ser las referencias tomadas con árboles, casas, son desechadas por la posible variación de estos a lo largo del tiempo, lo que las inhabilita como referencias para muestreos dilatados en el tiempo.

Hay que resaltar la importancia de realizar evaluaciones hidrogeomorfológicas antes de seleccionar cualquier punto de muestreo, considerándose la disponibilidad de muestra dependiente de los problemas espacio temporales específicos de cada punto de muestreo; siendo recomendable priorizar el muestreo en la época estival o cuando se estime más óptimo en cada punto, de manera que se garantice la disponibilidad de muestra de sedimentos.

En principio, parece evidente que se puede muestrear en cualquier punto en el que se precise o se desee conocer su contenido radiológico. Sin embargo, si un punto va a representar a toda una zona y se desea realizar un muestreo sistemático a lo largo del tiempo o establecer comparaciones entre distintas zonas geográficas, es preciso que los puntos cumplan unos requisitos mínimos comunes a todos ellos y que, además, dichos requisitos contribuyan a minimizar la variabilidad espacial y temporal de su contenido radiactivo. Dichas características deben ser, como mínimo:

- 1) El punto deberá ser representativo de la zona de muestreo, aunque en ocasiones, para tener analizada una zona, es necesario definir en ella más de un punto de muestreo, en función de los objetivos concretos de este y de las características del terreno, y deberá reunir las condiciones adecuadas para poder extraer en él una muestra de las características requeridas.
- 2) Los puntos previstos para realizar en ellos la toma de muestras deberán estar siempre cubiertos por el agua (sedimentos de fondo) o al menos se deberá poder asegurar que la mayor parte del tiempo permanecen o han permanecido cubiertos por el agua, esto es, han estado en interacción máxima con ella (sedimentos de orilla). En el caso de las playas se consideran sedimentos de orilla los localizados en la zona intermareal.
- 3) Las concentraciones de actividad en la capa de agua que cubre los puntos de muestreo previstos no deberá variar fuertemente en pequeñas distancias. En el caso de los ríos, esta propiedad se deberá poder garantizar tanto a lo largo como a lo ancho de la capa

de agua. Para poder cumplir con este requisito y en función de cómo sea el sistema acuático objeto del muestreo, se deberán adoptar las siguientes precauciones:

- Si el sistema es un río, la toma de muestras se deberá realizar y, por lo tanto, el punto de muestreo deberá estar localizado, aguas abajo de vertidos, turbulencias, meandros, etc., aguas arriba de confluencias e influencias de mareas y buscando siempre zonas en las cuales la composición de los sedimentos se prevea uniforme.
  - Si el sistema es el mar, un lago o un embalse, la toma de muestras se deberá realizar y, por lo tanto, el punto de muestreo deberá estar localizado, en puntos alejados (en su caso) de corrientes principales o afluencias.
- 4) Los puntos previstos para realizar en ellos la toma de muestras deberán ser tales que en ellos se prevea una acumulación de radionucleidos máxima. Este hecho se suele garantizar si se muestrea en puntos donde los sedimentos sean de textura fina, ya que, como el enriquecimiento del material particulado que forma el sedimento se produce a través de la superficie del grano, al disminuir el tamaño de este aumenta la relación superficie/volumen y, por tanto, la concentración de actividad del respectivo radionucleido. Además, esta garantía se maximiza si el muestreo se realiza, dependiendo del sistema acuático que se trate, en las siguientes condiciones:
- Si el sistema es un río, el punto deberá estar situado aguas abajo, pero cerca de los vertidos, y ubicados en lugares por donde el agua circule lentamente. Esto será así si la toma de muestras se localiza cerca de las orillas o en las caras internas de las curvas y alejado de obstáculos y presas.
  - Si el sistema es el mar, un lago o un embalse, el punto deberá estar situado cerca de los vertidos, si los hubiera, pero en puntos alejados de su zona de turbulencia para evitar la perturbación que esta produce en los sedimentos. En caso de embalses situados aguas abajo de un vertido, se tomará una muestra en la cola del embalse más próximo al punto de vertido. Para el muestreo concreto de sedimentos de orilla de la costa, teniendo en cuenta que este debe localizarse en una zona que parte del tiempo haya permanecido cubierta de agua y, en lo posible, alejada de afluencias y tránsito humano, se aconseja seleccionar una zona alejada del área de acceso a la playa y ubicada entre la línea de costa y la marca de máxima subida de la marea, de manera que se pueda garantizar que durante parte del tiempo habrá estado cubierto por el agua.
- 5) Por otra parte, si en la zona de muestreo definida hay localizaciones en las cuales se mezclan aguas de diferentes procedencias y que presumiblemente van a tener también diferentes propiedades fisicoquímicas, se deberá ubicar un punto de muestreo en cada una de esas localizaciones.

- 6) Si en la zona de muestreo el sedimento presenta diferencias de textura apreciables (por ejemplo, una localización donde predomina el grano fino y otra de grano grueso), se deberá ubicar un punto de muestreo en cada una de esas localizaciones.
- 7) Si la zona de muestreo incluye puntos donde se muestrea agua, es conveniente también recolectar en ellos sedimentos.
- 8) Por otra parte, si el muestreo va a ser sistemático, es importante que se pueda muestrear siempre en los mismos puntos, con objeto de poder analizar la variación del contenido radiactivo. Para ello, es importante que el punto sea de fácil acceso, que este esté garantizado a lo largo de las estaciones y que no se vea perturbado por actividades humanas, como por ejemplo el tráfico fluvial.
- 9) Por último, para el caso del muestreo superficial, se intentará que la muestra se corresponda con la capa de sedimento extraída a no más de 5 cm, por lo que se debe garantizar que el punto de muestreo permita esta posibilidad.

### **6.3. Sobre las muestras**

El punto de muestreo es el lugar elegido que reúna las condiciones adecuadas para poder extraer de él una muestra de las características requeridas.

Para el caso de las muestras de sedimentos se ha decidido seguir un razonamiento similar al seguido en el caso de las muestras de suelos, que aparece reflejada en el documento correspondiente, lo que conduce a una muestra, sobre la que realizar los análisis, obtenida a partir de la mezcla y homogeneización de un determinado número de submuestras, extraídas de una superficie definida y controlada alrededor del punto de muestreo elegido y que debe oscilar entre 1 y 10 m<sup>2</sup> (4 m<sup>2</sup> para el caso de los suelos).

Para muestreo de sedimentos de superficie se intentará que la muestra se corresponda con la capa de sedimento extraída a no más de 5 cm de espesor vertical, compatible con la masa requerida y procurando la reproducibilidad del impacto en el último año si se trata de un muestreo sistemático. Si la toma de muestras es en profundidad, esta vendrá definida por los objetivos del muestreo.

Ahora bien, el muestreo de sedimentos se diferencia del de suelos en dos características concretas: en primer lugar, si la toma va a realizarse en sedimentos de fondo, siempre cubiertos por las aguas, tanto si se realiza con una aproximación al punto vadeando como si se realiza desde una embarcación, es muy difícil que se pueda definir y controlar una superficie de sedimento sobre la que realizar las extracciones. En segundo lugar, durante el proceso de extracción, se realice esta con el instrumento que se realice, pero sobre todo si se hace con

“recogedor”, se perturba la superficie del sedimento de forma no controlable y, en muchos casos, no despreciable.

Atendiendo a la documentación analizada y a la experiencia del equipo en este tipo de muestreos, se opta por recomendar la toma de muestras compuestas por, al menos, cuatro submuestras, tomadas todas ellas de forma aleatoria en el entorno del punto de muestreo y con las debidas precauciones para minimizar la perturbación de cada extracción sobre la siguiente. Si se trata de una toma de muestras en un área de estudio submarina, en la que se ha definido una malla compuesta por diferentes puntos de muestreo representativos de dicha área, no será necesaria la toma de al menos cuatro submuestras en cada punto.

En cuanto a los sedimentos de orilla, se considera que la muestra es el resultado de la extracción de cinco submuestras en el entorno del punto de muestreo, obtenidas de los vértices y el centro de un cuadrado de al menos 2 m x 2 m u obtenidas a lo largo de una línea recta y distanciadas entre si aproximadamente 50 cm.

Si la cantidad total requerida de muestra, que se definirá en función de los análisis a realizar y los límites de detección que se deban obtener, es tal que no se alcanza con la cantidad resultante de la suma de las cuatro o cinco submuestras suministradas por el instrumento de muestreo, el número de submuestras se ampliará hasta alcanzar la cantidad de muestra requerida.

#### ***6.4. Sobre los equipos de toma de muestras***

El equipo de toma de muestras responderá al especificado en este apartado y se indicarán las mejoras que se vayan a incluir, según necesidades justificadas.

El equipo de toma de muestras o instrumento utilizado para recoger una muestra es fundamental a la hora de definir la matriz objeto del procedimiento. Deben estar adaptados a las necesidades y objetivos especificados en el programa de muestreo y a las condiciones en que se pueden desarrollar.

El equipamiento necesario para realizar un muestreo de sedimentos incluye el instrumental propio de esta tarea, como son los recipientes para almacenar las muestras, los registros y etiquetas, material de limpieza, métodos de localización del punto, en ocasiones balanza, etc. Sin embargo, el componente más específico es el instrumento de extracción del sedimento.

### 6.4.1. Descripción de los equipos

Existe una amplia variedad de instrumentos de muestreo de sedimentos, tanto comerciales como de elaboración propia. Algunos de ellos son de utilización manual y otros están total o parcialmente automatizados. El uso de unos u otros viene definido en función de la profundidad de la capa de agua existente en el punto en el cual se va a realizar la toma de muestra, del espesor de capa de sedimento que se quiera recolectar y de la cantidad de este que se precise para realizar las determinaciones. En el caso del muestreo de la capa superficial de sedimentos, los instrumentos necesarios se encuentran entre los más sencillos del mercado, sobre todo si además los sedimentos son de orilla, como los descritos en la norma UNE-EN ISO 5667-19.

En este documento se presentan las características más someras de los dos tipos de instrumentos de muestreo más ampliamente utilizados, como son los de tipo “recogedor” y los de tipo “cilindro”. Cada uno de ellos, a la hora de diseñarlo o comprarlo, se puede obtener con toda una serie de complementos o modificaciones adecuados a las necesidades de cada muestreo, que completan y amplían las características aquí presentadas.

#### 6.4.1.1. Instrumentos tipo “recogedor”

Son los más sencillos, entre ellos están las palas de sedimentos y las dragas.

Las palas siempre son de utilización manual, mientras que las dragas pueden ser manuales o de accionamiento dirigido.

Las primeras se utilizan para el muestreo de sedimentos de orilla o con muy poco espesor de capa de agua por encima, las segundas se utilizan normalmente para muestreos de sedimentos de fondo, sobre todo las de accionamiento dirigido.

Las ventajas que presenta el muestreo realizado con este tipo de instrumentos están relacionadas con la posibilidad de obtener fácilmente grandes cantidades de muestra y, además, sobre todo sus versiones manuales, ser de muy fácil manejo.

Sin embargo, las muestras recogidas con este tipo de instrumentos se caracterizan por estar perturbadas y no tener bien definida lo que es la profundidad de muestreo, con lo cual no son aptas para realizar, por ejemplo, análisis de perfiles. Por otra parte, si el sedimento tiene grandes proporciones de arcilla o de piedras, la draga suele tener problemas de penetración. En cualquiera de sus versiones, cuando se muestrea hay que adoptar precauciones para evitar las pérdidas de sedimento correspondientes a la capa más superficial y a los componentes más finos de este.



Figura 1: Instrumentos tipo recogedor: draga y pala

#### 6.4.1.2. *Cilindros o sacabocados*

También pueden ser manuales o de accionamiento dirigido, utilizándose los segundos preferentemente para muestreos a mayor profundidad. Los manuales siguen básicamente el mismo principio que los descritos en el documento de toma de muestras de suelos de esta misma serie. Las ventajas que presenta el muestreo realizado con este tipo de instrumentos están relacionadas con la posibilidad de obtener muestras “no perturbadas”, lo que permite realizar análisis de perfiles radiactivos de los sedimentos así obtenidos y, adoptando las debidas precauciones, el análisis de los depósitos más recientes. Sin embargo, al contrario que en los instrumentos tipo recogedor y, dado que el diámetro del cilindro está limitado aproximadamente a 10 cm, salvo en los instrumentos muy sofisticados, también lo va a estar la cantidad de muestra que se puede recoger con una sola extracción. Por lo tanto, grandes volúmenes de muestra solo se pueden obtener si se realizan repetidas extracciones en el entorno de la primera de ellas. No obstante, esto no es recomendable, salvo que se pueda asegurar que el procedimiento de extracción no altera las condiciones de los sedimentos de su entorno, lo que no siempre es fácil, sobre todo en muestreos realizados a una cierta pro-

fundidad. Otro inconveniente relacionado con este instrumento de muestreo está relacionado con las características del punto de muestreo: si el sedimento contiene muchas piedras puede ser difícil llevar la extracción a buen término. En ciertos casos es interesante que el sistema permita la evaluación de la compactación, la cual se realizará sin más midiendo la distancia entre el cero (considerado este como la superficie exterior al sacabocados) y la altura a la que queda el cilindro recolectado.

#### 6.4.1.3. Plantillas

También se puede plantear la posibilidad de utilizar algunos de los tipos de instrumentos que habitualmente se utilizan en el muestreo de suelos (plantillas, anillos o caja kubiena) (figura 2) y que se encuentran descritos en el documento de toma de muestras de suelo de esta misma serie.

Sin embargo, hay que considerar que estos instrumentos, los cuales solo permiten el muestreo superficial, aunque con la ventaja de que la profundidad de este puede estar controlada, no son operativos cuando el sedimento está cubierto por una lámina de agua, con lo que su utilización está bastante restringida.



Figura 2: Utilización de plantilla para la extracción de sedimento de orilla (arena de playa).

Obviamente existen más sistemas de muestreo, tanto comerciales como de diseños más o menos particulares, pero todos ellos acaban reduciéndose a uno de estos modelos fundamentales.

### 6.4.2. Elección de los equipos

La elección del instrumento de entre los tipos arriba presentados, así como sus características, por ejemplo, si debe ser manual o dirigido, su tamaño y el grado de sofisticación en su manipulación, van a depender fundamentalmente del tipo de sedimento a muestrear, de las condiciones climatológicas, hidrográficas y de navegación de la zona (sobre todo en casos de muestreo en profundidad) y de los objetivos del muestreo.

1. Atendiendo al tipo de sedimento y de forma general, los instrumentos de muestreo recomendados, tal y como figuran en la norma ISO 5667-12, aparecen reflejados en la siguiente tabla:

Tipo de sedimento	Instrumento de muestreo
Grava	Sistema tipo recogedor. Las partículas de gran tamaño pueden requerir equipos más resistentes.
Arena	Sistemas tipo recogedor o cilindro. En arena muy compactada, usar recogedores pesados o cilindros no operados manualmente. Para sedimento de orilla (arena de playa), se puede utilizar una plantilla cuadrada, teniendo cuidado de no sobrepasar la profundidad requerida.
Arcilla	Sistemas tipo cilindro porque los sistemas de tipo recogedor no pueden penetrar la arcilla fácilmente.
Lodo	Se pueden utilizar sistemas de tipo recogedor y de tipo cilindro, pero se deben tomar precauciones para evitar las pérdidas de muestra y la penetración excesiva.
Turba	Es un medio difícil de tomar muestras, pero a veces es posible utilizar un cilindro operado manualmente o un barrenador de turba especial.
Es posible que sea necesario determinar mediante experimentación el tipo de equipo adecuado para un determinado sedimento.	

2. En cuanto a cómo las condiciones climatológicas, hidrográficas y de navegación de la zona condicionan el equipo de muestreo, no se puede hacer una recomendación de tipo general, sino que habrá de analizarse la situación caso a caso.

3. Los objetivos del muestreo son los que van a definir, por una parte, los análisis a realizar, así como los límites de detección a alcanzar y, por tanto, la cantidad de muestra que se precisa; y, por otra parte, van a señalar si se precisa, por ejemplo, una muestra de un de-

terminado espesor controlado, si puede estar perturbada o no, en función de si se quiere hacer un análisis de perfil, etc.

En función de ello se tendrá que elegir el muestreador. A continuación, se presentan algunos ejemplos:

- Si se necesitan grandes cantidades de muestra, lo mejor es un tipo recogedor y, si se quieren analizar perfiles, un cilindro (figuras 3 y 4).



Figura 3: Extracción con muestreador tipo “cilindro”

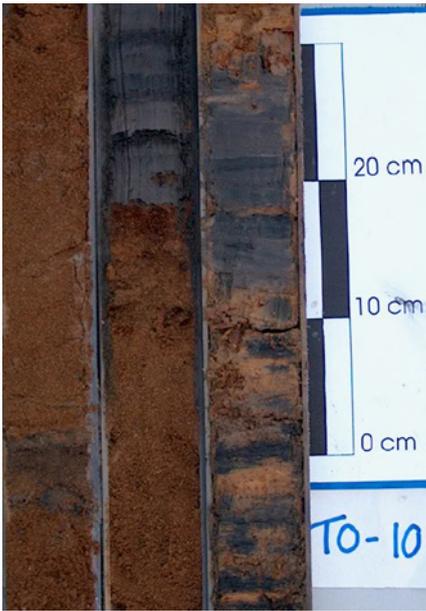


Figura 4: Muestra “no perturbada” obtenida con muestreador tipo “cilindro”

Es recomendable que, en el caso de elegir un instrumento de muestreo tipo “recogedor”, estas muestras se completen cada cierto número de años con muestras tipo “cilindro”.

- Los instrumentos más comúnmente utilizados para el muestreo de sedimentos de fondo son los dos primeros de entre los descritos. Tras comparar las ventajas e inconvenientes de ambos, basados además en las experiencias de utilización, se llegó a la conclusión de que, en el procedimiento descrito, cada uno de ellos es adecuado en función del tipo de sedimento que se desee muestrear.
- Si se trata de sedimentos particularmente arenosos o pedregosos, el cilindro no funciona correctamente, perdiéndose parte del sedimento en el propio proceso de extracción (aunque bocas adaptadas permiten minimizar esas pérdidas) o impidiendo las piedras su correcta penetración. Sin embargo, en sedimentos que no reúnan estas condiciones es mucho más fácil de introducir y de obtener la muestra con el cilindro que con la plantilla. Por otra parte, este instrumento permite definir una profundidad de muestreo. También el cilindro permite no solo obtener muestras no perturbadas, sino que permite que la misma llegue al laboratorio sin sufrir alteraciones (p. ej. pérdida de humedad) y el segundo no.
- Los instrumentos más comúnmente utilizados para el muestreo de sedimentos de orilla, cuando este se vaya a realizar en el momento en que estos no se encuentran cubiertos por la lámina de agua, son la plantilla, el anillo y la caja Kubiena, los cuales tienen la ventaja de que permiten definir exactamente la profundidad del muestreo y, en el tercer caso, tiene la ventaja adicional de proporcionar un recipiente en el cual la

muestra permanece debidamente aislada hasta su llegada al laboratorio. Sin embargo, el procedimiento operativo es más laborioso. Para el muestreo de sedimentos de orilla (arena de playa), la práctica habitual en nuestro país ha sido utilizar una plantilla cuadrada de 20x20 cm<sup>2</sup> (figura 2), aunque como se describe en el documento correspondiente al muestreo de suelos, bastaría con una plantilla de 10x10 cm<sup>2</sup>.

En conclusión, hay que incidir en que cada usuario, a la hora de muestrear, debe plantearse, en función de los objetivos del muestro, del tipo de sedimento y de las características del punto de muestreo y de su sistema organizativo de remisión de muestras, cuál es el instrumento más adecuado para realizar el muestreo.

### 6.5. Sobre la manipulación de la muestra

El principio general es que cuanto menos se manipulen las muestras en campo, mejor; la idea es que estas se deben enviar al laboratorio lo antes posible, donde se deberán preparar para obtener las alícuotas necesarias para realizar los diferentes análisis, en la forma física que estos requieran. Solo en el laboratorio esta preparación se podrá realizar en las debidas y controladas condiciones para garantizar que las propiedades de la muestra son las mismas que esta tenía en el momento de ser tomada.

Ahora bien, pueden existir situaciones en que es necesario, o al menos conveniente, realizar una cierta preparación en campo, o en un almacén intermedio, bien porque la muestra se debe repartir entre varios laboratorios, bien porque solo se desee remitir una parte de ella al laboratorio o bien porque se desee reducir su volumen para facilitar su transporte (retirando piedras y otros objetos, por ejemplo). Además, hay que considerar que preparar la muestra en el momento de la recolección posibilita que ciertas características no tengan tiempo ni ocasión de verse alteradas, por ejemplo, el contenido en agua, el pH, etc. No obstante, debe tenerse en cuenta que, en ocasiones, las ventajas obtenidas con la preparación *in situ* se ven compensadas por algunos inconvenientes, relacionadas generalmente con las peores condiciones en que el trabajo va a desarrollarse y con la menor calidad del instrumental que se va a utilizar cuando la preparación se realiza en el punto de muestreo (por ejemplo, balanzas). Además, en ocasiones la preparación *in situ* resulta prácticamente imposible, como cuando se tiene que cortar en secciones un cilindro de sedimento.

Esta situación lleva a la imposibilidad de recomendar un modo de actuación referente a la preparación de muestras que sea válido para cualquier situación y circunstancia. Por lo tanto, la recomendación es que, en el programa de muestreo y atendiendo a los objetivos de este, a los criterios de calidad y precisión a alcanzar y a las condiciones del lugar donde esté ubicado el punto de muestreo, se deberá definir si la muestra se debe preparar *in situ* o en el laboratorio. Por tanto, en este documento se darán unas recomendaciones operativas sobre cómo actuar en ambos casos: manipulación *in situ* y en el laboratorio.

Estas recomendaciones tienen tres ejes fundamentales: la manipulación en campo debe ser la mínima posible; si la muestra se va a dividir en alícuotas o si solo una parte de ella se va a remitir al laboratorio, es imprescindible una muy correcta homogeneización de la muestra total antes de tomar las alícuotas correspondientes; y es conveniente pesar la alícuota o alícuotas que se envíen al laboratorio, así como la muestra total recolectada justo antes de su separación en alícuotas.

Puesto que el muestreo se corresponde a sedimentos, el agua recogida junto a la muestra se eliminará siempre y cuando dicha exclusión no suponga pérdida de finos o de sedimentos. Si no se puede garantizar que dicha pérdida no va a ocurrir, se remitirá toda la muestra al laboratorio, donde se hará esta separación.

### ***6.6. Frecuencia y secuencia temporal***

La frecuencia del muestreo dependerá tanto de los objetivos del programa de muestreo como de las características de la zona a muestrear, fundamentalmente de la tasa de sedimentación, dato que habitualmente suele ser desconocido. Como recomendación general, una frecuencia anual es suficiente en los casos más habituales, ya que es el plazo temporal medio necesario para que se alcance una nueva capa de sedimentos que se pueda muestrear.

Asimismo, para el caso de sedimentos en aguas marinas, tanto de orilla como de fondo, se propone priorizar el muestreo en otoño o invierno, cuando la presencia y/o impacto antropogénico es menor que en la época estival.

Si el muestreo se realiza en ríos, el momento del muestreo no deberá coincidir con ciclos naturales en este (avenidas, lluvias torrenciales, heladas, etc.), ya que durante estos ciclos se pueden perturbar las características medias del sedimento, por lo que la muestra obtenida dejaría de ser representativa. En cualquier caso, tanto se trate de lagos como de ríos, si el muestreo es de tipo sistemático, deberá realizarse al menos todos los años y en las mismas fechas, salvo excepciones que impidan el muestreo, en cuyo caso se realizará en las fechas más próximas que permitan la recogida de muestra de sedimento.

### ***6.7. Personal involucrado, características de formación***

Se considera que el programa de muestreo debe incluir qué personal (o empresa) va a ser el encargado de la toma de muestras y también qué formación mínima va a tener con sus correspondientes registros. Ello no implica que esta formación deba ser más que el conocimiento del procedimiento, pero ciertamente deberá figurar en algún documento que esto es así.

En el programa de muestreo, y en función de al menos las citadas consideraciones, se deberá referenciar el procedimiento a seguir, así como los correspondientes registros a completar.

## 7. Procedimiento operativo de la toma de muestras

### 7.1. Consideraciones previas / Precauciones

De entre los diferentes sistemas de toma de muestras previamente detallados, se recomienda el uso de la plantilla (circular o cuadrada) para el muestreo de sedimentos de orilla, y el de tipo recogedor o cilindro para el muestreo de sedimentos de fondo.

- Todo el equipo de toma de muestras tiene que estar escrupulosamente limpio y repetirse la limpieza, de manera más somera, tras cada extracción individual, con el objeto de evitar contaminaciones cruzadas.
- Antes de realizar la toma de muestras, el personal encargado debe asegurarse de que el punto de muestreo estará accesible y que las condiciones climatológicas vayan a permitir esta.
- Antes de realizar la toma de muestras, el personal encargado debe asegurarse de que todo el instrumental se encuentra en perfectas condiciones y que responde al especificado en el programa de muestreo.
- El personal a cargo de la realización de la toma de muestras tiene que estar suficientemente formado y entrenado en las técnicas específicas a utilizar, que deben incluir aquellas destinadas a garantizar su seguridad física personal.

### 7.2. Materiales

Para la toma de muestras de sedimentos se recomienda disponer de los siguientes utensilios:

- Instrumento para la extracción de muestras.
- En caso de utilizar plantilla: azada pequeña o cualquier sistema para retirar el sedimento del interior de esta.
- En su caso, balanza.
- Bolsas de plástico resistente o un recipiente de boca ancha con posibilidad de cerrarse herméticamente.

- Etiquetas adhesivas y registros de muestreo.
- Rotulador indeleble.
- Guantes.
- En su caso, botas y traje de neopreno, por ejemplo, para recoger sedimentos de río.
- Utensilios de limpieza, en su caso, si se va a realizar más de una toma.
- Sistema de localización geográfica.

### 7.3. Toma de la muestra

Una vez definidas las características de las muestras a obtener y el instrumento de muestreo a utilizar, la extracción de las submuestras deberá realizarse con los siguientes criterios:

1. Los recipientes a utilizar deberán estar convenientemente limpios y etiquetados. Asimismo, el instrumento de muestreo también deberá limpiarse para evitar la contaminación cruzada.

El recipiente donde se almacenarán los sedimentos para su remisión al laboratorio será bien una bolsa de plástico resistente o bien un recipiente de boca ancha; en cualquier caso, este debe quedar bien cerrado y precintado, para minimizar las pérdidas de humedad y las posibles manipulaciones durante el transporte al laboratorio.

2. Si al punto de muestreo se va a acceder vadeando, esta aproximación deberá hacerse contra corriente para evitar la perturbación de los sedimentos que se van a muestrear.
3. El instrumento de muestreo deberá manejarse siguiendo siempre las instrucciones que el fabricante proporciona para su uso. Además:
  - Asegurarse de recoger la muestra con la profundidad requerida.
  - Si el instrumento es de tipo “cilindro”, asegurarse de que la penetración en el sedimento se realiza de forma perpendicular.
  - Si el instrumento es de tipo “recogedor”, asegurarse de que el contacto con el sedimento se realiza suavemente para minimizar las posibles perturbaciones.



Figura 5: Pala de mediacaña con una altura de 5 cm.

- En el momento de la extracción, si el instrumento es una draga (figura 6), hay que asegurarse de que entre sus mandíbulas no haya quedado retenido ningún objeto que haya dificultado su perfecto cierre y posibilitado la pérdida de la parte fina del sedimento; de ser este el caso, se debe repetir la toma de muestra.



Figura 6: Extracción con muestreador tipo “draga”

- Repetir la penetración y extracción tantas veces como sea necesario hasta alcanzar la cantidad de muestra requerida y un mínimo de cuatro veces si se trata de sedimentos de fondo y cinco veces si se trata de sedimentos de orilla, salvo en las situaciones descritas en el apartado 6.3. de este documento.

Se recogerá el sedimento del interior del instrumento de muestreo, depositándolo en los recipientes ya preparados.

Puesto que el muestreo se corresponde a sedimentos, el agua recogida junto a la muestra se eliminará siempre y cuando dicha exclusión no suponga pérdida de finos o de sedimentos.

En este momento, los dos posibles caminos a seguir son:

1. Preparación en laboratorio: En este caso, se depositará cada submuestra en un contenedor diferente, debidamente etiquetado, que se cerrará herméticamente, remitiéndose todos ellos al laboratorio, salvo que las muestras se hayan tomado con instrumentos tipo cilindro dotados de camisa interna o caja kubiena, en cuyo caso serán los propios cilindros o cajas los que actúen como contenedores para el transporte.

Si el objetivo del muestreo contempla el estudio de los diferentes perfiles, es mejor remitir al laboratorio todos los “cilindros” para que allí se proceda a su “corte” y posterior preparación. Si los sedimentos tuviesen un alto contenido en agua, esto posibilitaría su congelación previa a su corte.

2. Preparación *in situ*: En este caso, se depositarán los sedimentos procedentes de cada submuestra en un contenedor adecuado, donde se procederá a la extracción de piedras y otros objetos extraños, y se mezclará a continuación con una espátula para garantizar la homogeneidad de la muestra total, verificando que el sedimento quede convertido en una masa homogénea, con color y textura uniformes. A partir de este momento, bien se remite toda la muestra al laboratorio de análisis o almacén intermedio o bien se toman alícuotas. En su caso, se deben pesar las alícuotas que se remiten al laboratorio, donde habitualmente se realizará el proceso de homogeneización final. También es conveniente pesar la muestra total recolectada antes de la toma de alícuotas.

Respecto al transporte de las muestras al laboratorio, tanto si hay una etapa intermedia en un almacén como si se remite directamente, la cuestión fundamental es el hecho de que no altere las características de las muestras. Para ello, es necesario que se reúnan dos condiciones, la primera es que el traslado deberá realizarse con el sedimento introducido en un recipiente bien cerrado, para evitar la pérdida de humedad y las posibles manipulaciones; y la segunda es que el traslado se realizará en el menor tiempo posible.

#### **7.4. Registro de la toma de muestras**

Dada su importancia, es necesario considerar el registro de la información referente a un muestreo concreto como contenido fundamental del procedimiento. Las ideas básicas que se deben respetar son las siguientes:

a) Se pegará una etiqueta adhesiva en el/los contenedor/es de transporte de la muestra que, al menos, contendrá la siguiente información:

- Referencia de la muestra y del punto de toma.
- Tipo de muestra.
- Fecha de recogida de la muestra.
- Datos del destinatario, laboratorio al cual se debe remitir la muestra.
- Identificación de la persona y/o entidad responsable de la toma de muestras.

NOTA: Cuando el destinatario coincida con la entidad que toma la muestra, se hará constar en el programa de muestreo y no será necesario rellenar ambos.

b) Por otra parte, se deberá registrar, como mínimo, la siguiente información en una ficha de toma de muestra, información que, total o parcialmente, deberá acompañar a la muestra en su envío al laboratorio de análisis:

- Referencia de la muestra y del punto de muestreo.
- Tipo de muestra.
- Procedimiento de muestreo.
- Profundidad del agua (en su caso).
- Número de submuestras tomadas.
- Fecha de recogida de la muestra.
- Datos del destinatario, laboratorio al cual se debe remitir la muestra.
- En su caso, masa remitida al laboratorio.
- Régimen hidráulico estimado (en su caso).

- Observaciones.
- Firma de la persona que ha tomado la muestra, reflejando su nombre y apellidos o sus iniciales identificativas.
- Identificación de la persona y/o entidad responsable de la toma de muestras.

NOTA: Cuando el destinatario coincida con la entidad que toma la muestra, se hará constar en el programa de muestreo y no será necesario rellenar los datos del destinatario.

De esta ficha debe conservar copia la persona o entidad responsable de la toma de muestras.

Debe tenerse en cuenta que los reflejados en este punto son contenidos que se han considerado mínimos. Cada entidad responsable de la toma de muestras deberá adecuar los registros a sus necesidades. Por ejemplo, no se ha considerado, en este registro de mínimos, que se deba incluir el tipo de equipo de toma de muestras, ya que deben figurar detallados en el procedimiento correspondiente.

En los anexos 1 y 2 se incluyen ejemplos de etiquetas y registros, respectivamente.

## 8. Control de calidad del muestreo

Un programa de calidad de muestreo deberá comprender todas las etapas necesarias para garantizar la obtención de resultados válidos (personal competente, métodos de recogida y manipulación de muestras apropiados, registros completos y seguros, etc.).

La competencia del personal se debe garantizar a través de las correspondientes actividades de formación que se consideran fuera del alcance de este procedimiento. Los otros dos aspectos se consideran cubiertos si el proceso de muestreo se realiza siguiendo este procedimiento.

Ahora bien, dentro de este programa deben plantearse medidas de control de calidad para la identificación y posibilidad de cuantificación de errores asociados al muestreo. Dicho control de calidad en el muestreo tiene tres objetivos principales:

1. Proporcionar un modo de monitorizar y detectar el error de muestreo, así como los medios para el rechazo de datos inválidos.
2. Actuar como demostración de que los errores de muestreo han sido controlados adecuadamente.
3. Indicar la variabilidad del muestreo y, por lo tanto, proporcionar indicación de este importante aspecto del error.

Estos principios fundamentales del control de calidad en el muestreo, que alcanzan el acuerdo unánime por parte de todos los miembros del grupo, no siempre tienen una aplicación práctica sencilla que se traduzca en actividades a realizar para las distintas matrices a muestrear. Ahora bien, se considera que, para cualquier procedimiento de toma de muestras, entre estas actividades se debe incluir, al menos:

- El intercambio de información entre el cliente, el personal de muestreo y el personal de laboratorio como pieza clave para mejorar la calidad del muestreo y del análisis.
- La supervisión y auditoría independientes del proceso de toma de muestras.

Como ejemplo de medida específica para el caso de la toma de muestras de la capa superficial de sedimentos, se puede citar el uso de mecanismos para garantizar la profundidad requerida, como una hélice que gire dentro de la plantilla o una estructura cuya altura esté graduada.

## 9. Procedimiento operativo para la conservación de las muestras

### 9.1. Consideraciones previas/precauciones

Durante el lapsus temporal que transcurre entre su muestreo y la preparación, debe garantizarse que las condiciones para su conservación sean tales que aseguren la menor variación posible en sus propiedades físico-químicas p. ej. contenido en materia orgánica y, si se considera necesario, su contenido en agua).

Por ese motivo, detallamos en el presente procedimiento unos condicionamientos que son progresivamente más exigentes para la conservación de la muestra de sedimento, cuanto mayor sea la demora previsible desde su muestreo hasta su preparación. Estos condicionantes concretamente hacen referencia a las condiciones ambientales en las que debe mantenerse la muestra, con especial atención a la temperatura ambiente.

### 9.2. Equipamiento y materiales

En el caso más sencillo en el cual el lapso temporal entre muestreo y preparación sea breve, los equipos necesarios para la conservación de las muestras, antes de su preparación, son únicamente dos: contenedores adecuados y balanza. Si hay que tomar alícuotas antes de la recepción de la muestra en el laboratorio o si el plazo para el tratamiento va a ser elevado, será necesario mayor equipamiento y materiales de uso común en cualquier instalación básica.

En el manejo y uso de estos equipos y materiales se debe evitar la posible transferencia por contaminación de unas muestras a otras. Para ello, los aparatos y materiales que se empleen para garantizar la conservación de estas muestras se mantendrán siempre limpios y en perfecto estado de uso, verificándose este aspecto rigurosamente con anterioridad a su utilización con cada muestra.

Según el tipo de muestras, el lugar donde se realice la extracción de muestras y los plazos de remisión al laboratorio, serán o no necesarios los equipos y materiales listados a continuación. El programa de muestreo debe contener las oportunas indicaciones al respecto.

- Balanza con rango entre el gramo y varios kilos.
- Envases con geometrías adecuadas para la preservación de las muestras: recipientes de polietileno de diferente volumen con cierre son los más recomendados.
- Frigorífico.

- Arcón congelador.
- Material de uso común, si se debe de realizar la separación en alícuotas antes de la entrega de la muestra al laboratorio de análisis: bandejas metálicas, espátulas, productos de limpieza, etiquetas autoadhesivas, guantes, rotuladores indelebles, etc.

### 9.3. *Procedimiento operativo*

De manera general, basta con que la muestra de sedimentos permanezca en un lugar fresco,  $T \approx 20^{\circ}\text{C}$ , y fuera de la incidencia directa de la luz solar si su tratamiento de laboratorio se va a realizar en un plazo máximo de 1 semana. Si el plazo para ser tratada va a ser mayor, la muestra deberá de refrigerarse,  $T \approx +4^{\circ}\text{C}$ , para periodos de espera ligeramente superiores a la semana o congelarse, para periodos mayores.

Como caso especial, las muestras de sedimentos de fondo procedentes de lagos o embalses, se mantendrán refrigeradas a partir de las 48 horas.

Es muy importante insistir en la idea de que estos plazos aplican desde el momento de su toma hasta el momento de su preparación en el laboratorio, independientemente de que exista o no un almacenamiento intermedio, con lo que es imprescindible la correcta comunicación entre el laboratorio de análisis y los responsables del muestreo para asegurarse de que los plazos se cumplen. Si, por ejemplo, el plazo de una semana se agota en el almacenamiento intermedio, la muestra ya deberá o ser inmediatamente tratada tras su entrega al laboratorio o bien refrigerada o congelada en función del plazo previsto para su tratamiento.

También es importante señalar la importancia de que no se rompa la cadena de conservación, si una muestra se refrigera o congela en el almacenamiento intermedio, así deberá transportarse y el laboratorio, tras su recepción, deberá mantenerla en las mismas condiciones hasta su tratamiento.

## 10. Procedimiento operativo para la recepción de las muestras

Tres son los aspectos que deben destacarse sobre la recepción en el laboratorio de las muestras de sedimentos para la posterior medida de su contenido radiactivo.

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

Este aspecto es clave para asegurar tanto la correcta identificación de la muestra, como para poder garantizar que esta no ha sufrido alteraciones significativas desde su toma, 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 importante la existencia de unos criterios claramente establecidos en cada laboratorio, para aceptar o rechazar una muestra en el mismo, lo cual, en el caso de las muestras a las que este procedimiento se refiere, puede ser especialmente sencillo, como es el rechazo que debe producirse cuando la muestra recibida carezca de una correcta identificación o cuando no se ha cumplido el proceso de preservación adecuado antes de su llegada al laboratorio. 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 registrando en su base de datos toda aquella información relativas a la toma de muestras, la cual debe venir consignada en la correspondiente ficha (véase anexo 2), que debe acompañar a cada muestra a su llegada al laboratorio. Por ello, para su correcto ingreso en el laboratorio, solo 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 toma, y con las observaciones efectuadas durante el muestreo, que deben figurar en la ficha que acompaña a la muestra. Así mismo, deben reflejarse los comentarios que haya 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 esta ingresa en el laboratorio, hasta que se efectúa la emisión del correspondiente informe de su contenido radiactivo y el posterior archivo definitivo de los datos correspondientes a la determinación realizada.

En tercer lugar, debe garantizarse la integridad y la confidencialidad de los datos en los diferentes procesos realizados en el laboratorio. Sería suficiente con que los trabajadores del laboratorio firmen un documento de confidencialidad; una alternativa a la firma de ese do-

cumento podría ser la encriptación de la referencia de la muestra, de forma que los operadores y analistas que trabajan con ella ignoren tanto el origen de la muestra, como el destinatario final de los datos obtenidos.

Por lo tanto, al recepcionar en el laboratorio una muestra, y como paso 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 toma de muestra que la acompaña.

Seguidamente se procede al registro de la muestra en el sistema previsto al efecto en cada laboratorio, en el que al menos deben figurar los datos que a continuación se relacionan.

### ***10.1. En la base de datos de muestras recepcionadas***

- Datos que figuran en la hoja de toma de muestra (anexo 2), salvo los referentes a la persona/entidad responsable de la toma de muestra, además de:
  - Observaciones sobre el estado en que se recibe la muestra.
  - Observaciones relevantes que figuran en la ficha de muestreo.
  - Observaciones relevantes a tener presentes para su preparación.

### ***10.2. Acompañando a la muestra durante su preparación***

- Clave identificativa de la muestra.
- Fecha y hora de la toma de muestra.
- Masa de muestra.
- 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.

### ***10.3. Información adicional***

Hay que considerar que el laboratorio solo se puede responsabilizar de la muestra que recepciona a la hora de proporcionar sus resultados en cuanto a su contenido de radiactividad, por lo tanto si la entidad que realiza la toma de muestras no es el mismo laboratorio, a este se le debe de proporcionar información adicional respecto al procedimiento de toma de muestras.

## 11. Procedimiento operativo de preparación de las muestras

### 11.1. Consideraciones generales sobre la preparación de muestras de sedimento

La preparación a la que hay que someter a las muestras de sedimento presenta una casuística muy elevada, pues puede depender del tipo de instrumento utilizado para su extracción, del estado en que se recepcionen y conserven las muestras y del tipo de preparación. Por ello, para facilitar el seguimiento de la ejecución del procedimiento y con el espíritu de dotarle de la mayor generalidad posible, se ha desarrollado éste bajo los siguientes supuestos:

a) Muestras de sedimentos extraídas con instrumentación que impide asegurar tanto la recogida de toda el agua intersticial del sedimento como el conocimiento de la superficie muestreada, tipo de muestreo habitual en el caso de los sedimentos de fondo (supuesto 1).

b) Muestras de sedimentos extraídas con instrumentación que permite el conocimiento de la superficie muestreada, con independencia de asegurar o no tanto la recogida de toda el agua intersticial del sedimento como el conocimiento preciso de la profundidad de extracción, tipo de muestreo habitual en los sedimentos de orilla (supuesto 2).

Habitualmente el contenido en radiactividad de estas muestras se proporciona en Bq/kg de masa seca, ahora bien, si se deseara obtener en Bq/m<sup>2</sup> hay que tener en cuenta que en el caso del supuesto 1, es decir, cuando se utilizan palas o dragas para la extracción de sedimentos, esto es imposible, sin embargo, en el caso del supuesto 2, esta determinación se puede realizar simplemente conociendo la superficie muestreada y la masa en seco del sedimento extraído. Obviamente, si se desean los datos en Bq/peso húmedo, sería necesario conocer la masa en húmedo del sedimento.

En los párrafos siguientes se va a considerar que la muestra se deseca como paso previo a la obtención de los resultados, situación más habitual y también la más compleja.

El método a emplear para desecar la muestra de sedimento y la temperatura a la que dicha desecación debe realizarse depende de que se desee cuantificar o no la presencia de radionucleidos volátiles. En cualquier caso, debe verificarse la constancia en el peso final de la muestra de sedimento al aumentar el tiempo de desecación, lo cual indicaría que ya se ha producido la pérdida de toda el agua que contenía. A la masa de la muestra así obtenida se le identifica como “peso seco”.

También hay que señalar que si se deben tomar alícuotas de la muestra para su remisión a diferentes laboratorios, tanto si este paso se realiza *in situ* en el mismo punto de muestreo como si se realiza en el almacén intermedio, o directamente en uno de los laboratorios de análisis, lo fundamental es homogeneizar previamente la muestra y, a ser posible, realizar

esta separación después de haber retirado aquellos componentes que no forman parte del sedimento: piedras de gran tamaño, raíces, palos, insectos, papeles y residuos en general. Si el resultado se debe proporcionar en Bq/m<sup>2</sup>, es imprescindible pesar la muestra total antes de la separación en alícuotas y también pesar las alícuotas que se van a remitir.

## ***11.2. Equipamiento y materiales***

Seguidamente se indica una relación de los equipos y materiales que deben existir en los laboratorios para preparar los distintos tipos de sedimentos que se han considerado. Las características que deben satisfacer dichos equipos son relativamente comunes en los laboratorios. En cualquier caso, se destacan en la citada relación algunas de ellas.

Como ya se ha señalado, el principal cuidado que debe tenerse con el empleo de estos equipos y materiales es el de extremar su limpieza, a fin de garantizar la no transferencia de contaminación entre las diferentes muestras que se preparen en el laboratorio.

### **11.2.1. Equipamiento**

Arcón congelador.

Frigorífico.

Balanza granataria.

Equipo de filtración.

Filtros de 45 µm.

Estufa de desecación con temperatura regulable hasta al menos 110 °C.

Tamiz de 2 mm de luz de malla.

### **11.2.2. Materiales**

Envases con geometrías adecuadas para la preservación y/o medida de las muestras: recipientes de polietileno de diferentes volúmenes, cápsulas plásticas tipo Petri, contenedores Marinelli, etc.

Material de uso normal: bandejas metálicas, espátulas, productos de limpieza, etiquetas autoadhesivas, guantes, rotuladores indelebles, bolsas de plástico, film transparente, etc. En el caso de tener que prepararse estratos de un sedimento, se deberá usar un material específico en función de sus características de conservación; p. ej. sierras, guillotinas, etc.

### 11.3. Procedimiento operativo

1. En el caso de que la muestra de sedimento estuviera congelada, se procede en primer lugar a su descongelación a temperatura ambiente en un recipiente adecuado.

2. Se elimina de la muestra aquellos componentes que no forman parte del sedimento: piedras de gran tamaño, raíces, palos, insectos, papeles y residuos en general, si no se hubiera hecho previamente durante el muestreo.

3. Se decide si se va a realizar una eliminación del agua por filtración o no. En caso de realizarse una filtración el filtro a utilizar será de 0,45  $\mu\text{m}$  de tamaño de poro y, a continuación, el depósito en el filtro o el propio filtro se añadirá a la muestra de sedimento.

4. Para proceder a la desecación de las muestras de sedimento, y de ser necesario, tras su pesada, existen dos alternativas:

- Primera: si se desea la posterior cuantificación de radionucleidos volátiles, se realiza la desecación a temperatura ambiente en el laboratorio o en estufas seleccionando una temperatura relativamente baja, en torno a 40 °C, poniendo especial cuidado en someter toda la muestra recepcionada a este proceso.
- Segunda: Si no se desea la cuantificación de radionucleidos volátiles, la temperatura de desecación se puede elevar en torno a 105 °C, poniendo también especial cuidado en someter toda la muestra recepcionada a este proceso.

5. El desecado total de la muestra de sedimento debe verificarse comprobando la constancia en el peso final de la misma al incrementar el tiempo de desecación espontánea, a temperatura ambiente o inducida en estufa, según el caso.

6. Una vez desecada la muestra hay que proceder al homogeneizado del sedimento, para ello, en primer lugar, se disgregarán los aglomerados existentes o que se pueden haber formado en el proceso de desecación y, en función del tipo de sedimento, se retirarán aquellos componentes que se considere no forman parte de él en función del tipo y origen del sedimento; p. ej. para retirar piedras pequeñas se procederá como si se tratara de un suelo y se tamizará por tamiz con luz de malla adecuado, de modo que solo la parte que pase por el

mismo se considerará sedimento. El peso de este sedimento al final del proceso es lo que se conoce con el nombre de peso seco. A continuación, se homogeneizará con un procedimiento de cuarteo, por ejemplo.

7. Una vez obtenida esta muestra de sedimento, desecada y, en su caso, tamizada, se podrá realizar, por pesada, la toma de alícuotas para las diferentes determinaciones. Estas alícuotas podrán seguir, a continuación, otro proceso de preparación, específico de la determinación que sobre ella vaya a realizarse. Los resultados de estas determinaciones se reportarán, de forma general, en Bq/kg (peso seco).

En el supuesto 2, si se desea reportar resultados en Bq/m<sup>2</sup>, hay que considerar que esta muestra, desecada y tamizada, corresponde a la superficie muestreada ( $S_m$ ). Por tanto, habrá que pesarla ( $P_s$ ) antes de la toma de alícuotas. El cambio de unidades se realizará con la siguiente expresión:

$$A \frac{Bq}{kg(seco)} \frac{P_s(kg)}{S_m(m^2)} = A' \frac{Bq}{m^2}$$

Si lo que se preparó en el laboratorio ya era una alícuota de la muestra total tomada, habrá que considerar para el paso de Bq/kg seco a Bq/m<sup>2</sup> el porcentaje de masa que se preparó en el laboratorio, es decir la masa que se remitió al laboratorio, o tomada por el laboratorio, ( $P_l$ ) frente a la masa total muestreada ( $P_t$ ). El cambio de unidades se realizará con la siguiente expresión:

$$A \frac{Bq}{kg(seco)} \frac{P_s(kg)}{S_m(m^2)} \frac{P_l(kg)}{P_t(kg)} = A' \frac{Bq}{m^2}$$

Consideraciones aparte merece el hecho de si la muestra obtenida es un perfil del sedimento obtenido de manera no perturbada (p. ej. con un penetrómetro). En este caso, en función de los objetivos del muestreo, deberá diseñarse una metodología específica para la preparación de estas muestras, pero siguiendo las líneas básicas de este documento.

## 12. Bibliografía

- Andreu, Enrique; Camacho González, Antonio. 2003. Recomendaciones para la toma de muestras de agua, biota y sedimentos en humedales Ramsar. Ed.: Ministerio de Medio Ambiente, Secretaria General de Medio Ambiente, Dirección General de Conservación de la Naturaleza.
- EPA/540/P-91/005. 1991. Compendium of ERT Surface Water and Sediment Sampling Procedures. Ed.: Emergency Response Team, Emergency Response Division, Office of Emergency and Remedial Response, U. S. Environmental Protection Agency.
- HASL – 300. The Procedures Manual of the Environmental Measurements Laboratory. U.S. Department of Energy. 28th Edition, 1997.
- Herranz, M.; Jiménez, R.; Navarro, E; Payeras, J.; Pinilla, J.L.: Procedimiento de toma de muestras para la determinación de la radiactividad en suelos: capa superficial. Colección Informes Técnicos 11.2003, procedimiento 1.1, Consejo de Seguridad Nuclear, 2003.
- IAEA. (International Atomic Energy Agency). Measurement of Radionuclides in Food and the Environment. Technical Report Series N°. 295. Viena, 1989.
- ISO 5667-12:2017 Water quality — Sampling — Part 12: Guidance on sampling of bottom sediments from rivers, lakes and estuarine areas.
- ISO 5667-19: 2004 Guía para el muestreo de sedimentos marinos.
- ISO 18400-101: 2022: Soil Quality – Sampling – Part 101: Framework for the preparation and application of a sampling plan.
- MARLAP (Multi-Agency Radiation Laboratory Analytical Protocols). 2004. Manual, volume II, chapter 10: field and sampling issues that affect laboratory measurements.
- MARSSIM. 2000. Multi-Agency Radiation Survey and Site Investigation Manual, Revision 1. NUREG-1575 Rev 1, EPA 402-R-97-016 Rev1, DOE/EH-0624 Rev1. August. Available from <https://www.epa.gov/radiation/multi-agency-radiation-survey-and-site-investigation-manual-marssim>
- Mudroch, Alena; José M. Azcue. 1995. Manual of aquatic sediment sampling. Ed.: CRC-Press.

- Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad sedimentos acuáticos
  
- Mudroch, Alena; Scott D. MacKnight. 2019. Handbook of Techniques for Aquatic Sediments Sampling. Ed.: Taylor & Francis Group.
  
- Simpson, Stuart; Batley, Graeme. 2016. Sediment Quality Assessment: A Practical Guide. Ed. CSIRO Publishing.
  
- UNE-EN ISO 5667-19, 2004: “Calidad del agua. Muestreo. Parte 19: Guía para el muestreo de sedimentos marinos”.
  
- UNE-EN ISO 5667-15, 2010: “Calidad del agua. Muestreo. Parte 15: Guía para la conservación y manipulación de muestras de lodo y sedimentos”.
  
- UNE-EN ISO 5667-13, 2011: “Calidad del agua. Muestreo. Parte 13: Guía para el muestreo de lodos”.
  
- UNE-EN ISO 5667-19: 2004: Water quality -- Sampling -- Part 19: Guidance on sampling of marine sediments.
  
- UNE-EN ISO 19112:2019. Información geográfica. Sistemas de referencia espaciales por identificadores geográficos.
  
- UNE-EN ISO 18589-2, 2018: Medición de la radiactividad en el medio ambiente. Suelo. Parte 2: Recomendaciones para la selección de la estrategia de muestreo, muestreo y pretratamiento de muestras.
  
- UNE 73320-2, 2004: “Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Toma de muestras. Parte 2: Sedimentos”.
  
- UNE 73311-5:2002. Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad ambiental.
  
- U. S. Environmental Protection Agency. 1999. Innovative Technology Verification Report: Sediment Sampling Technology. Ed. DIANE Publishing.
  
- U. S. Environmental Protection Agency. 2010. Sediment Sampling Operating Procedure. <https://www.epa.gov/foia/sediment-sampling-operating-procedure>



## Anexo 1. Ejemplo de etiqueta de muestra

Tipo de muestra:  
Referencia de la muestra:  
Punto de muestreo:  
Destinatario:  
Dirección postal:  
Entidad que toma la muestra:  
Fecha y hora:

NOTA: Cuando el destinatario coincide con la entidad que toma la muestra, se hará constar en el programa de muestreo y no será necesario rellenar ambos.

## Anexo 2. Ejemplo de hoja de recogida de datos

Tipo de muestra:	
Punto de muestreo:	
Laboratorio destinatario (si procede):	
Dirección Postal (si procede):	
Referencia muestra:	Fecha de recogida:
Procedimiento de toma de muestras:	
Nº de submuestras:	
Peso de muestra remitido (si procede):	
Régimen hidráulico estimado (si procede):	Avenida, Caudal medio, Estiaje:
Observaciones:	
Entidad responsable toma de muestras:	Firma y fecha:

# Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en sedimentos acuáticos

**Colección Informes Técnicos 11.2007**  
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental  
**Procedimiento 1.10 (Rev.1, 2025)**