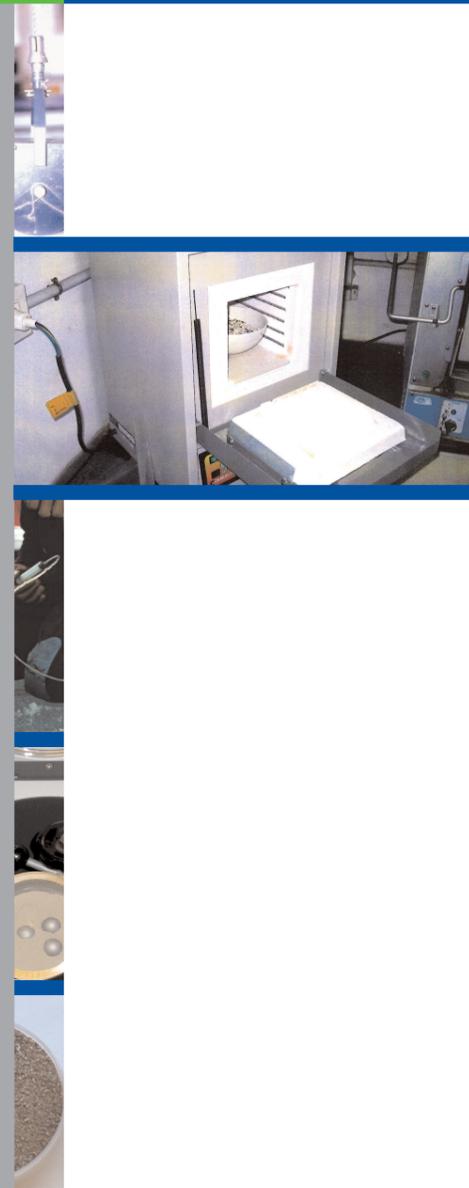


**Procedimiento para la conservación y
preparación de muestras de sedimento
para la determinación de la radiactividad
ambiental**

Colección Informes Técnicos 11.2007
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.11

**Procedimiento para la conservación y
preparación de muestras de sedimento
para la determinación de la radiactividad
ambiental**

CSN



Procedimiento para la conservación y
preparación de muestras de sedimento
para la determinación de la radiactividad
ambiental

Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de sedimento para la determinación de la radiactividad ambiental

Autores: A. Baeza (Universidad de Extremadura),
coordinador
A. Alonso (Geocisa)
R. García-Tenorio (Universidad de Sevilla)
M. C. Heras (Ciemat)
M. Pozuelo (Ciemat)

Colección
Informes Técnicos 11.2007
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental



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 2007, Consejo de Seguridad Nuclear

Edita y distribuye:

Consejo de Seguridad Nuclear

Pedro Justo Dorado Dellmans, 11. 28040 - Madrid-España

www.csn.es

peticiones@csn.es

Maquetación y fotomecánica: Juan Canal

Impreso por:

I.S.B.N.: 84-95341-41-7

Depósito Legal: M-27852-2007

Índice

1. Prólogo	6
2. Introducción y justificación	7
3. Campo de aplicación	9
4. Sistemática de trabajo	10
5. Desarrollo del procedimiento	11
5.1. <i>Sobre los equipos y materiales necesarios</i>	11
5.1.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	12
5.2. <i>Sobre la recepción de las muestras</i>	12
5.2.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	13
5.3. <i>Sobre la conservación de las muestras</i>	15
5.3.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	16
5.4. <i>Sobre la preparación de las muestras</i>	16
5.4.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	23
6. Referencias	29

1. Prólogo

El presente documento informa sobre los objetivos fijados, los procesos seguidos y los contenidos esenciales que el Subgrupo de Conservación y Preparación de Muestras estima deben formar parte del procedimiento a seguir para la correcta recepción, conservación y preparación de muestras de sedimento, antes de efectuar la determinación de su contenido radiactivo, y siempre que éste sea calificable de ambiental.

En el presente documento se propone y explica el contenido de un procedimiento, haciendo especial hincapié en la descripción de los objetivos establecidos, los criterios aplicados, los procesos seguidos y los contenidos esenciales que se estima deben figurar en el mismo, con el fin de englobar todo el conjunto de acciones necesariamente implicadas para la correcta recepción de las muestras de sedimento en el laboratorio, su registro, su conservación y su preparación. Las etapas de preparación incluidas en este procedimiento, finalizan justo antes del eventual tratamiento radioquímico de las muestras o de sus alícuotas, y en cualquier caso, siempre antes de llevar a cabo la medida de su contenido radiactivo.

La aplicación del procedimiento que aquí se describe, permite garantizar al menos dos importantes aspectos, que condicionan extraordinariamente la calidad de los resultados que se pueden obtener en el análisis del contenido radiactivo existente en este tipo de muestras ambientales. En primer lugar, facilita la adecuada preservación temporal de las citadas muestras, pues en él se recogen los procesos que deben ser aplicados para que las muestras de sedimento experimenten durante el tiempo que permanezcan en el laboratorio, antes de su tratamiento químico o medida, la menor variación posible en sus características físico-químicas. En segundo lugar, permite asegurar que los diferentes ensayos que se ejecutan sobre distintas alícuotas de la muestra de sedimentos originalmente recolectada, se llevan a cabo sobre alícuotas con propiedades y composición muy similares entre sí y a su vez representativas de la muestra de sedimentos de la que proceden.

2. Introducción y justificación

Pequeñas variaciones en la forma de manipular, conservar y preparar una muestra de sedimentos antes de su tratamiento radioquímico y/o la medida de su contenido radiactivo, pueden afectar considerablemente a los resultados que se obtengan

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

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

Sin embargo, es fácil apreciar a partir de la lectura del apartado de “materiales y métodos” u otro equivalente en los trabajos científicos publicados sobre algún aspecto basado en el estudio de este tipo de muestras, que existe una cierta minusvaloración de la importancia del conjunto de actividades que deben desarrollarse con las muestras de sedimento, desde su recepción en el laboratorio hasta su tratamiento radioquímico o análisis, ya que éstas frecuentemente no se plasman o se hace de una manera sumamente reducida. Así, a modo de ejemplo, indicaremos que en numerosos casos la información que se cita sobre estas actividades es prácticamente nula (KHA05) (COO00) (DAH04), o se limita a referenciar artículos previos no fácilmente accesibles (MCL04), mientras que en otros casos, aunque se cita por ejemplo la temperatura de secado de las muestras y su tiempo de aplicación (BOL02), o el tamizado de las muestras (GAS02), no se aporta información sobre los controles que se aplican para garantizar que las características de las muestras de sedimentos así obtenidas permanezcan inalteradas.

Por todo lo cual, y dado que la utilización de procedimientos consensuados entre los diferentes laboratorios permiten reducir en gran medida las posibles diferencias que pueden producirse en los resultados obtenidos, contribuyendo además con su utilización sistemática a asegurar un estándar de calidad en los resultados obtenidos, es conveniente proponer uno que abarcando todos los procesos implicados en la recepción, conservación y preparación de muestras de sedimento, también

contemple todas aquellas variantes que siendo práctica habitual en los laboratorios, no influyan negativamente a la hora de lograr el nivel de calidad deseado. El procedimiento que aquí se propone, se desarrolla a continuación y se encuentra representado esquemáticamente en la figura 1.

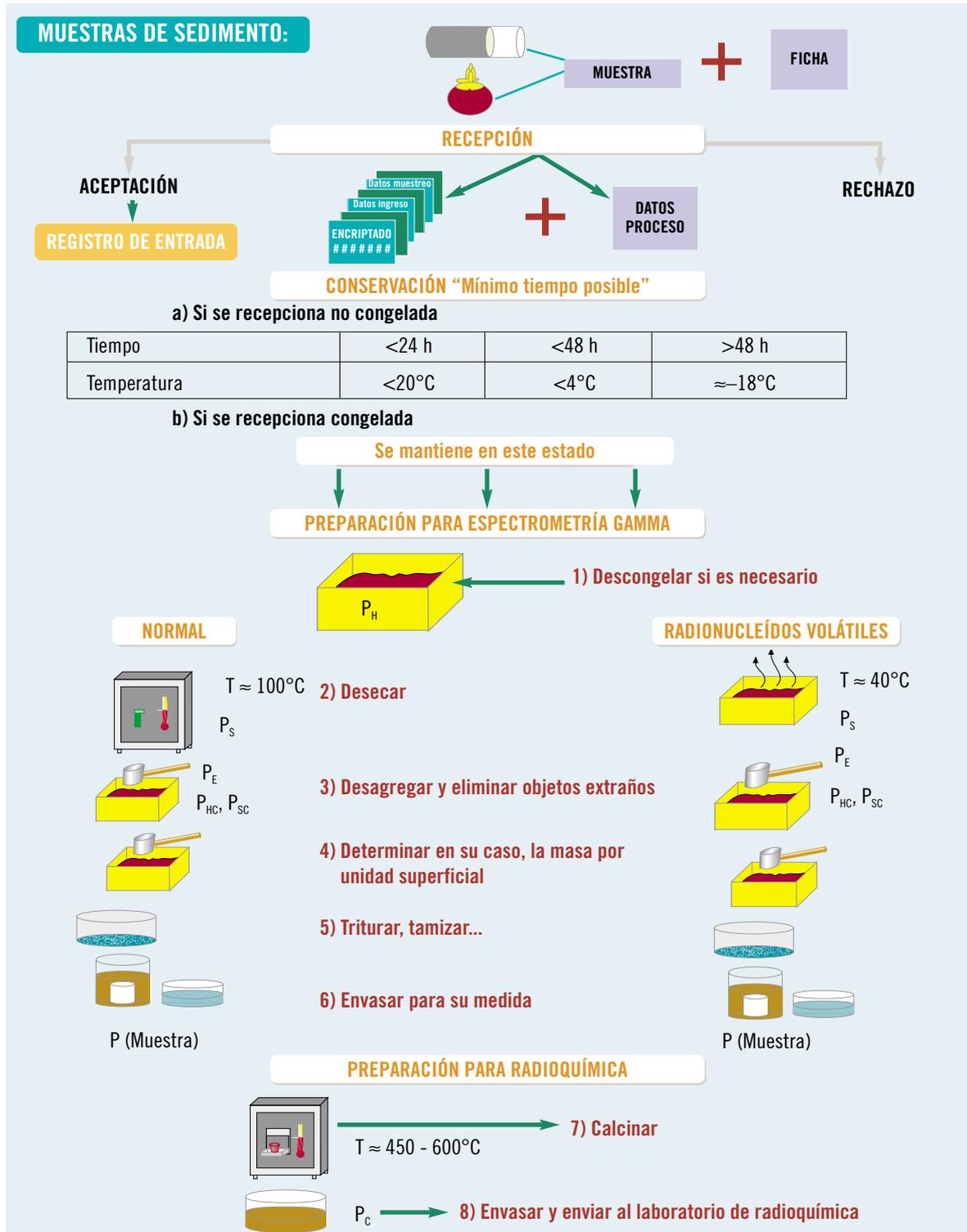


Figura 1. Esquema del procedimiento para la recepción, conservación y preparación de sedimentos



3. Campo de aplicación

El procedimiento que aquí se describe es aplicable a cualquier tipo de muestra de sedimento en la que deseemos determinar su contenido radiactivo, con tal de que éste se sitúe dentro del rango de valores calificable de habitual en muestras ambientales.

El procedimiento elaborado es de aplicación en todo laboratorio que precise efectuar prácticamente cualquier tipo de análisis diseñado para determinar alguno o todos los componentes radiactivos, bien de origen natural o artificial, existentes en la muestra de sedimento objeto de estudio.

El único prerrequisito a tener en cuenta es que dichos contenidos radiactivos deben, previsiblemente, ser calificables de ambientales, es decir, del orden de magnitud de los que normalmente se detectan en sedimentos no especialmente contaminados o con contenidos radiactivos naturales no enriquecidos. En particular, el procedimiento propuesto en este documento no consideramos que sea aplicable cuando sea previsible que las actividades de uno o varios de los radionucleidos a determinar superen los valores de exención establecidos por el Consejo de Seguridad Nuclear en la Instrucción IS/05 (BOE03) derivada del Real Decreto 1836/1999 (BOE99).

En consecuencia, no será preciso adoptar medidas adicionales a las que ya se tienen en cuenta en el procedimiento aquí elaborado, para la protección del personal del laboratorio contra las radiaciones ionizantes, (BOE01), durante la manipulación de dichas muestras, ni para evitar la transferencia en el propio laboratorio de cantidades mesurables de contaminación radiactiva, a través de los materiales y de los equipos utilizados.

4. Sistemática de trabajo

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

El paso inicial dado para la elaboración de un primer borrador del procedimiento, consistió en la recopilación sistemática y distribución entre los miembros del subgrupo, de la bibliografía existente sobre el tema que nos ocupa, accesible para los mismos. Se decidió analizar todos los documentos que tuvieran que ver con el procedimiento a desarrollar, aunque tan sólo fuera de manera tangencial. Al final de este documento, se ofrece una lista de parte de la documentación consultada, utilizando como criterio de selección su especial relevancia o utilidad, bien para que el lector pueda obtener una información adicional a la que aquí se aporta, bien para aclarar aspectos complementarios al presente procedimiento, o bien para fundamentar alguna de las decisiones que finalmente se han adoptado.

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

5. Desarrollo del procedimiento

A continuación se abordan los grandes apartados en los que hemos dividido el contenido del presente documento, incluyendo, al principio de cada uno de ellos, una explicación y en su caso justificación de su contenido. Seguidamente, en cada uno de los apartados, se describe de una forma escueta el desarrollo concreto del procedimiento.

5.1. Sobre los equipos y materiales necesarios

Los equipos imprescindibles para el desarrollo del presente procedimiento son muy pocos. Se reducen a una balanza con una sensibilidad tal que permita determinar las masas de los sedimentos, o de algunas de sus alícuotas, con una incertidumbre relativa despreciable frente a las demás incertidumbres implicadas en el proceso de preparación, análisis y medida de muestras, y a una estufa de desecación, con temperatura regulable, que permita el secado de éstas. También es conveniente disponer de: un arcón congelador en el que preservar las muestras que lleguen al laboratorio congeladas, o que tengan que experimentar ese proceso para su preservación; de un horno mufla para la calcinación de alícuotas de sedimentos en caso de que fuera necesario; de un molino de bolas o sistema alternativo para su posible trituración y/o disgregación y finalmente, de un juego de tamices, si se desea realizar su clasificación granulométrica. Por lo que a materiales se refiere, éstos son de uso muy común en cualquier laboratorio básico de química.

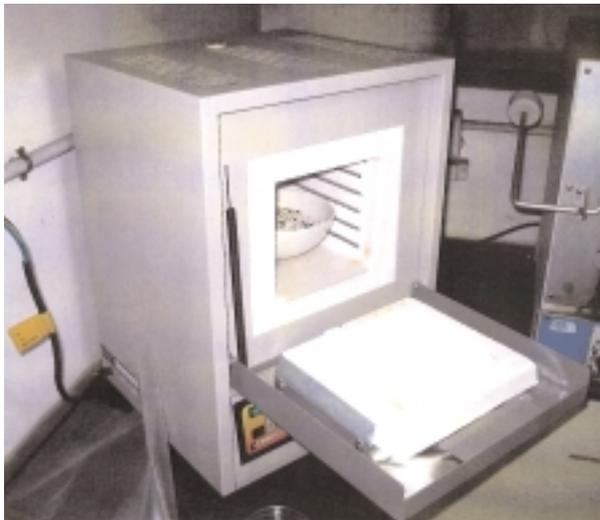


Figura 2. Horno usado frecuentemente en los laboratorios para la calcinación de muestras de sedimentos

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

Seguidamente, en el desarrollo procedimental, se aporta una relación que en nada pretende ser exhaustiva, de los equipos y materiales precisos para poder ejecutar el presente procedimiento. Al respecto tiene que tenerse en cuenta que alguno de los equipos y materiales relacionados, pueden ser necesarios sólo de forma opcional, es decir, dependiendo del tipo de análisis que se va a efectuar con los sedimentos. En la mayoría de los casos, se destaca alguna de las características mínimas que deben satisfacer los equipos a utilizar, como puede ser la capacidad y/o la sensibilidad que se recomienda posean las balanzas a utilizar, o la temperatura mínima que debe alcanzar el horno con el que trabajar, aunque de hecho dichos requisitos mínimos son ampliamente satisfechos por la práctica totalidad de los modelos y marcas dedicadas a la fabricación de esos equipos de laboratorio.

5.1.1. Desarrollo procedimental

5.1.1.1. Equipos

- Horno mufla con temperatura regulable hasta al menos 650°C.
- Balanza de al menos 2 kg de capacidad y precisión 0,1 g.
- Balanza de al menos 250 g de capacidad y precisión 0,1 mg.
- Arcón congelador que garantice la preservación de muestras de sedimentos a $T = -18^{\circ}\text{C}$.
- Estufa de desecación con temperatura regulable hasta al menos 125°C.
- Molino de bolas.
- Juego de tamices.

5.1.1.2. Materiales

- Envases, con geometrías adecuadas, para la preservación y/o medida de las muestras: bolsas de plástico autosellables, recipientes de polietileno de diferente volumen, cápsulas plásticas tipo Petri, contenedores Marinelli, etc.
- Material de uso normal en el laboratorio: espátulas, productos de limpieza, etiquetas autoadhesivas, guantes, rotuladores indelebles, etc.

5.2. Sobre la recepción de las muestras

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

En primer lugar, la importancia que previo a su registro tiene la aceptación, el rechazo o la realización de las observaciones que se estime necesario efectuar sobre las muestras de sedimento

recibidas y sobre la documentación que las acompaña a su llegada al laboratorio. Este aspecto es clave para asegurar la correcta identificación de cada muestra, para poder garantizar que éstas no han sufrido alteraciones significativas desde su recolección, y para, en cualquier caso, verificar que se han documentado convenientemente las deficiencias o anomalías existentes en la misma, de forma que se puedan tener presentes a la hora de valorar los resultados que se obtengan. En este sentido, es clave la existencia de unos criterios claramente establecidos en cada laboratorio para la aceptación o rechazo de una muestra en el mismo, no debiendo en ningún caso dejarse dichos criterios al libre albedrío de la persona concreta que en cada momento efectúa la recepción de la muestra.

En segundo lugar, es vital la correcta identificación de la muestra ya aceptada en el laboratorio. Este aspecto se garantiza incluyendo a la nueva muestra que se está registrando en la correspondiente base de datos del laboratorio. Durante este registro, deben incorporarse a dicha base de datos todas aquellas informaciones relativas al muestreo que deben venir consignadas en la correspondiente ficha de toma de muestras de sedimento, véase el anexo B de la Norma UNE.73320-2(UNE04). Es decir, para su correcto registro en el laboratorio, al menos debe conocerse la clave identificativa de la muestra en el laboratorio, que puede coincidir o no con la referencia dada durante su recolección, así como los datos recolectados durante el muestreo, que deben figurar en la ficha que acompaña a la muestra a su llegada al laboratorio y/o en las fichas que hayan sido necesario realizar en el acto de su ingreso y aceptación.

En tercer lugar, es necesario poseer un sistema eficiente de registro y de documentación de las muestras recepcionadas, adecuado a las dimensiones del laboratorio. Éste debe comenzar, como ya hemos indicado, con su ingreso y con las posibles observaciones sobre su estado, pero además debe reflejar todo el tránsito de las muestras por el laboratorio, hasta que se efectúa la emisión del correspondiente informe de su contenido radiactivo y se realiza el posterior archivo definitivo de todas las determinaciones analíticas realizadas.

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

Es por ello, por lo que el procedimiento aquí elaborado concretamente especifica que durante el tránsito de una muestra de sedimento por los diferentes laboratorios de preparación, y de medida, debe ésta ir siempre acompañada solamente de la información estrictamente necesaria, en primer lugar, para su correcta identificación encriptada, y en segundo lugar, para conocer los tratamientos que posteriormente se llevarán a cabo.

5.2.1. Desarrollo procedimental

Al recepcionar en el laboratorio una muestra de sedimento, 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 muestreo que la acompaña.

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

5.2.1.1. En la base de datos de muestras recepcionadas

- Tipo de muestra (sedimento lacustre, marino, de río, etc.).
- Referencia de la muestra. Referencia asignada durante la toma de muestra.
- Clave de la muestra. Conjunto de números y/o letras que identifica unívocamente a la muestra en el laboratorio, y que puede coincidir o no con la referencia de la muestra.
- Fecha de recepción en el laboratorio.
- Peticionario. Nombre de la persona física, institución, empresa y/o programa destinatario de las analíticas a efectuar en la muestra.
- Punto de muestreo.
- Fecha de recolección de la muestra.
- Procedimiento de toma de muestras empleado. Se detallará, si se conoce, el instrumento de muestreo utilizado.
- Observaciones sobre el estado en el que se recibe la muestra. Entre otras es vital la información sobre si el sedimento se recibe húmedo o congelado.
- Otras observaciones relevantes que figuren en la ficha de muestreo. Entre ellas, si los datos están disponibles: la masa total de muestra (sedimento + agua intersticial colectada con la muestra) determinada *in situ* tras su colección si ésta se recibe no congelada, la superficie total muestreada y/o la profundidad de la extracción. Estos datos, como veremos posteriormente, tienen su relevancia para determinar la cantidad de sedimento extraído por unidad de superficie.
- Observaciones relevantes a tener presentes durante su preparación.

5.2.1.2. Acompañando a la muestra durante su preparación

- Clave de la muestra.
- Fecha de recogida
- Observaciones relevantes a tener presentes durante la preparación. Entre ellas, si los datos están disponibles: la masa total de muestra (sedimento + agua intersticial colectada en la

muestra) determinada *in situ* tras su colección si ésta se recibe no congelada, la superficie total muestreada y/o la profundidad de la extracción.

- Relación de las anomalías habidas durante su preparación.
- Registro de otros datos relevantes obtenidos durante la preparación.
- Ensayos a realizar.

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

5.3. Sobre la conservación de las muestras

La regla de oro a seguir en cuanto se recepciona una muestra de sedimento, es que ésta se prepare para su análisis en el menor tiempo posible, ya que debe ser en las propias áreas del laboratorio en donde se efectúa la medida de las radiaciones o el tratamiento radioquímico en donde, si es el caso, se indique y controle el tiempo de espera aconsejable tras la recolección de la muestra, antes de efectuar con ella dicha medida o tratamiento. En cualquier caso, durante el lapsus temporal que transcurre entre su recepción y la preparación, debe garantizarse que las condiciones para su conservación sean tales que aseguren la menor variación posible en sus propiedades físico-químicas, con especial hincapié en conservar su contenido en materia orgánica y, si es posible, su contenido en agua.

Por ese motivo, se ha decidido detallar en el presente procedimiento unos condicionamientos que fueran progresivamente más exigentes para la conservación de la muestra de sedimento, cuanto mayor fuese la demora previsible desde su recepción 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.

Así pues, si la muestra de sedimento se recibe no congelada, debe situarse simplemente en un lugar fresco, $T < 20^{\circ}\text{C}$, y fuera de la incidencia directa de la luz solar, en el caso de que su preparación se efectúe de forma prácticamente consecutiva a su recepción. Por su parte, debe mantenerse refrigerada, $T \approx +4^{\circ}\text{C}$, si el lapsus temporal entre ambas actuaciones se va a demorar hasta 48 horas. Por último debe conservarse congelada, $T \approx -18^{\circ}\text{C}$, en el caso de que sea previsible una mayor tardanza en iniciar su preparación y deban efectuarse paralelamente a las determinaciones radiactivas, la cuantificación de parámetros tales como el pH, el contenido en materia orgánica del sedimento original o su contenido en agua. En el caso de que la muestra o el testigo sedimentario se recepcione congelado, debe inmediatamente mantenerse en este estado en arcones congeladores hasta su preparación.

Una discusión, totalmente aplicable a este procedimiento, sobre la conveniencia o no de congelar las muestras de sedimento se puede encontrar en el documento técnico análogo a éste dedicado a exponer el procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad ambiental (ITT03). Dicho documento ha sido elaborado por el mismo equipo de trabajo. En la citada discusión se remarca que el objetivo perseguido con la congelación es el de mantener inalteradas las características de las muestras, por lo que hace

referencia al valor de parámetros como pH, porcentaje de materia orgánica y contenido en agua, que contribuyen a explicar la dinámica seguida por determinados radionucleidos, en particular los de origen artificial, en este tipo de muestras.

5.3.1. Desarrollo procedimental

5.3.1.1. En el caso de muestras de sedimento recepcionadas en estado de no congelación

Debe limitarse al mínimo el tiempo de almacenamiento de la muestra en el laboratorio, antes de su preparación y puesta a disposición para su medida o tratamiento radioquímico, momento en el que se analizará si existe algún tiempo de espera aconsejable antes de efectuar estas medidas o tratamientos. En todo caso:

- a) Si la preparación de la muestra se realiza de forma prácticamente consecutiva a su recepción, es suficiente con situar a ésta en un lugar fresco, $T < 20^{\circ}\text{C}$, y fuera de la incidencia directa de la luz solar.
- b) Si el lapsus entre la recepción y la preparación de la muestra puede demorarse hasta 48 horas, ésta debe mantenerse refrigerada, $T \approx +4^{\circ}\text{C}$.
- c) Si el lapsus entre la recepción y la preparación de la muestra es superior a las 48 horas, ésta debe mantenerse congelada, $T \approx -18^{\circ}\text{C}$.

5.3.1.2. En el caso de muestras de sedimento recepcionadas en estado de congelación

En este caso, el sedimento o testigo sedimentario debe inmediatamente ser introducido en arcones congeladores para mantener ese estado hasta su preparación.

5.4. Sobre la preparación de las muestras

En el apartado 5.2 del presente documento se especificaba que durante el tránsito de las muestras de sedimento por los diferentes laboratorios de preparación, de radioquímica y de medida, éstas deben ir siempre acompañadas de la información estrictamente necesaria para conocer:

- a) Su correcta identificación encriptada.
- b) La evolución que han ido experimentando como consecuencia de los tratamientos a los que han ido siendo sometidas.
- c) Los tratamientos o análisis que posteriormente se deberán llevar a cabo o si finalmente debe almacenarse como una muestra ya medida.

Estos dos últimos aspectos cobran especial importancia en el caso de muestras de sedimento, pues es necesario poseer una información precisa sobre detalles como: masa de la muestra original o de sus alícuotas tras su desecación y tras su posible posterior calcinación, cantidad de muestra envasada para su medida y fecha de envasado, etc.

La preparación a la que hay que someter a las muestras de sedimento presenta una casuística muy elevada, pues puede depender, como veremos a continuación, del tipo de instrumento utilizado para su extracción, del estado en que se recepcionen y conserven las muestras (congeladas y no congeladas) y del tipo y el número de determinaciones que deban realizarse. Por ello, para facilitar el seguimiento de la ejecución del procedimiento y con el espíritu de dotarle de la mayor generalidad posible, hemos 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 (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 todo el agua intersticial del sedimento, como el conocimiento preciso de la profundidad de extracción (supuesto 2).
- c) Muestras de sedimentos extraídas con instrumentación que asegura, la recogida de todo el agua intersticial del sedimento y el conocimiento de la profundidad de extracción, pero en las que por el tratamiento a que son sometidas no se conoce su superficie asociada (supuesto 3).

Para todos estos casos, detallaremos los procedimientos propuestos cuando en la correspondiente muestra recolectada se vayan a efectuar análisis espectrométricos gamma, con la determinación o no de radionucleidos volátiles, y cuando sea necesaria la preparación previa de la muestra a la realización en la misma de las separaciones radioquímicas precisas para la medida de emisores alfa y beta no concretados *a priori*. Así mismo, reflejaremos cómo operar en el caso de existir una extrema urgencia para obtener un primer valor de su contenido radiactivo, en particular cuando se sospecha la presencia de radionucleidos emisores gamma de vida muy corta, aunque en cualquier caso y tras dicha primera cuantificación, debe sistemáticamente aplicarse a esa muestra, el procedimiento estándar que corresponda de entre los descritos en este documento técnico.

Frecuentemente, se requiere conocer el contenido radiactivo específico de los sedimentos, expresando éste en unidades de superficie, como por ejemplo en Bq/m², lo cual es generalmente muy útil para comprender la distribución de los radionucleidos de origen artificial acumulados en los mismos, como pueden ser los radiocesios, los radioestroncios o los diferentes isótopos del plutonio (GAS02) (MIC02), o para explicar la distribución de radionucleidos naturales como el Pb-210 y aplicar el método de fechado basado en este último radionucleido (APP78) (ELD88)(SAN03). Para ello, se debe conocer la masa de sedimento seco por unidad de superficie, y como consecuencia, se debe conocer o bien el valor de la superficie total muestreada y de la masa total de sedimento seco extraída, o como alternativa, la profundidad de la extracción y la proporción en peso del agua asociada al sedimento analizado (ELD88) (SAN03).



Figura 3. Ejemplo de draga para la recolección de sedimentos

En el caso del supuesto 1 indicado anteriormente, es decir, cuando se utilizan palas o dragas para la extracción de sedimentos (figura 3), es imposible efectuar la determinación de su contenido radiactivo, expresado en unidades de superficie, sin embargo en el caso de los supuestos 2 y 3, esta determinación se puede realizar simplemente procediendo a la desecación de la totalidad de la muestra de sedimento extraída.

Efectivamente, en el supuesto 2 al conocerse la superficie total muestreada, basta con determinar la masa total de sedimento seco, tras proceder a su desecación, para poder determinar la masa de sedimento seco por unidad de superficie. En el supuesto 3 se puede conocer el valor de ese mismo parámetro (ELD88)(SAN03) mediante la determinación de la proporción en peso del agua asociada al sedimento, la profundidad de su extracción y la densidad real o máxima del sedimento seco, entendiendo esta última magnitud como la relación existente entre la masa y el volumen macroscópico ocupado exclusivamente por las partículas del sedimento una vez desecadas.

En este supuesto 3, la determinación *in situ* de la masa total de la muestra inmediatamente después de su colección, es decir, sedimento + agua intersticial colectada con la muestra, es esencial si la muestra es recepcionada no congelada, pues en el lapsus temporal transcurrido entre la colección del sedimento y su recepción en el laboratorio, una fracción significativa de agua puede experimentar su evaporación o perderse, especialmente si no es transportada en condiciones ambientales apropiadas.

El supuesto 3, se corresponde generalmente con testigos sedimentarios tomados en profundidad, y que son divididos en diversos estratos para el posterior análisis de la presencia en dichos perfiles de diferentes contaminantes y para su datación (figura 4). Si la división en estratos es realizada *in situ* tras su colección, se suele eliminar inmediatamente la capa más superficial de cada estrato, ya que al encontrarse en contacto con las paredes del colector utilizado, esta capa pue-

de estar contaminada con una mezcla de materiales procedentes de otros estratos. Si la división en estratos se realiza en el laboratorio, el testigo sedimentario se suele recibir congelado, y se procede a la división en estratos en dicho estado, para proceder antes de su descongelación a la eliminación en cada uno de ellos de la capa superficial en contacto con las paredes del colector (FIS03), (LIM05). En ambos casos, la superficie final de la muestra representativa de cada estrato no se corresponde con la superficie del colector utilizado, pero preserva su proporción agua-sedimento seco original, lo que permite, como se indicó en el párrafo previo, determinar la masa de sedimento seco por unidad de superficie.



Figura 4. Extracción de un perfil de sedimentos

A la vista de lo indicado en los párrafos anteriores, es claro que con independencia del supuesto en el que se enmarque la muestra de sedimento a preparar (supuesto 1, 2, o 3), el siguiente paso a realizar es su desecación. Sólo en el caso de que las muestras estuvieran congeladas, se procedería previamente a su descongelación a temperatura ambiente en un recipiente adecuado. Obviamente, antes de la desecación se procede a determinar su masa, si no se ha determinado *in situ*, constituyendo este dato lo que se identifica como “peso húmedo”, y que corresponde a la masa de sedimento propiamente dicha, incrementada por la del agua libre que éste pueda contener. Posteriormente, y en el caso de existir una extrema urgencia para proporcionar los resultados que se obtendrían tras la realización del oportuno análisis espectrométrico gamma de la muestra de sedimento, porque se sospeche la presencia en la misma de radionucleidos de vida extremadamente corta, se puede envasar una alícuota de toda la muestra antes de su desecación, en alguno de los contenedores habitualmente empleados para efectuar este tipo de análisis, tenien-

do bien presente que las actividades específicas que así se calculen, se deben expresar por unidad de peso húmedo. En todo caso, si en el análisis de urgencia se ha utilizado una alícuota de la muestra total de sedimento recolectada, al finalizar la analítica, esta alícuota debe ser añadida al remanente de la citada muestra para proceder a la desecación de la totalidad de la muestra. Ello nos garantiza la posterior representatividad de las alícuotas que se extraigan de ésta, tras su homogeneización.

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 emisores gamma, típicamente los radioyodos, aún cuando sea a nivel de actividad mínima detectable.

Si se desea efectuar la cuantificación de estos radionucleidos volátiles, el proceso de desecación a aplicar es bastante lento, al deberse efectuar esta desecación de forma natural a la temperatura ambiente del laboratorio o en estufas de desecación, en las que se ha seleccionado una temperatura relativamente baja, $(40 \pm 5)^{\circ}\text{C}$, para poder garantizar que no se produce la pérdida por evaporación de los radionucleidos que se desean detectar. Por su parte, dicha temperatura puede elevarse hasta los $(105 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ en el caso contrario, acortándose en consecuencia el tiempo preciso para provocar la pérdida total del contenido en agua de la muestra. El tiempo necesario para el secado de la muestra, lógicamente depende principalmente de sus características, de su contenido en agua y de la temperatura de secado. Con la experiencia adquirida por cada laboratorio, cada uno debe conocer la duración estándar de esta etapa del procedimiento. 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 todo el agua que contenía. A la masa de la muestra así obtenida se le identifica como “peso seco”.

Una vez desecada la muestra, se procede a la eliminación manual de todos los objetos extraños presentes en la misma, como piedras de gran tamaño, raíces, insectos, papeles, etc, y al pesado del material así eliminado, valor de la masa que se resta tanto del “peso húmedo” como del “peso seco” determinado con anterioridad, para obtener como datos finales de este proceso, lo que denominamos como “peso húmedo corregido” y “peso seco corregido”. A partir de estos datos, como se detalla en el desarrollo procedimental, en el supuesto 2 es posible determinar de forma automática la masa de sedimento seco por unidad de superficie, mientras que en el supuesto 3 nos permiten conocer la proporción de agua existente en el sedimento muestreado, como paso previo a la determinación de la masa de sedimento seco existente por unidad de superficie (ELD88)(SAN03).

Llegados a este punto, es el momento en el que se pueden obtener alícuotas de la muestra que permitan conocer determinadas propiedades de dichos sedimentos, que faciliten la interpretación de los resultados obtenidos. Al respecto, debe prestarse un especial cuidado en la obtención de dichas alícuotas, ya que debe garantizarse que éstas son representativas de la muestra de donde se extrajeron. Obviamente, existe un gran número de procedimientos destinados a efectuar el cuarteo de una muestra de sedimentos una vez desecados, de forma que satisfaga el antedicho requisito. Por nuestra parte y a modo de recomendación, indicamos la existencia de la norma UNE 103 100 (UNE95) referida al cuarteo de suelos y que es totalmente aplicable, por su analogía, a la problemática aquí planteada. De esta forma se está en condiciones de efectuar un gran número de lo que pueden identificarse como análisis complementarios a la determinación del contenido radiactivo en

la muestra global del sedimento, tales como la determinación de su densidad aparente, el conocimiento de la distribución granulométrica del sedimento considerado (JAC82), su contenido en materia orgánica o incluso una especiación más o menos amplia del mismo. Toda esta información es sumamente útil para entender la dinámica de los radionucleidos en el medio sedimentario.

No obstante, la realización de estudios granulométricos y de especiación química tienen que ser proyectados con anterioridad incluso a la toma de las muestras de sedimentos, pues su realización condiciona algunos de los pasos que hemos indicado deben seguirse tras su colección, así como los procesos de conservación y preparación. A modo de ejemplo, se tiene que evitar la posible congelación de la muestra sedimentaria tanto *in situ*, como en el laboratorio, si se desea conocer su distribución granulométrica, ya que dicho proceso puede alterarla, o se debe evitar desecar la muestra a 105°C, si se desea determinar la distribución del radionucleido a analizar, en sus diferentes especies químicas, ya que éstas se pueden modificar con la citada temperatura. En este último caso, la desecación tiene que producirse a temperatura ambiente (GAL03).

Tras la desecación de la muestra de sedimento y, en su caso elección de su alícuota representativa, resulta necesario analizar la conveniencia o no de triturar la muestra de sedimento de forma previa a su análisis espectrométrico gamma. Con ello se pretende conseguir la homogeneización de la muestra a analizar, evitando las indeseables sedimentaciones y el consiguiente fraccionamiento de la muestra, que en mayor o menor medida se va produciendo en la alícuota ya preparada para su análisis, a medida que transcurre el tiempo entre la preparación y la medida. Nuestra experiencia nos indica que los sedimentos generalmente analizados poseen un tamaño de grano lo suficientemente fino para hacer que este proceso de trituración en general no sea necesario. No obstante, en el caso de sedimentos con una distribución de tamaño de grano muy amplia y una proporción considerable con tamaño de grano grueso (por ejemplo sedimentos arenosos) o en sedimentos que pueden experimentar su compactación en el proceso de desecado (por ejemplo sedimentos arcillosos) resulta conveniente triturar la muestra, pudiéndose utilizar para tal fin un molino de bolas (figura 5) o sistema alternativo. De todas formas, y en caso de duda, se recomienda proceder al triturado de la muestra, al ser éste un proceso que no modifica el contenido radiactivo de la muestra a analizar.



Figura 5. Ejemplo de molino de bolas

Para iniciar la determinación del contenido radiactivo de la muestra de sedimento, a partir de los análisis espectrométricos gamma, sólo resta introducir una alícuota representativa de la muestra (tamizada o no, dependiendo de sus características granulométricas) en alguno de los recipientes para los que se posea calibrado en eficiencias el correspondiente detector de germanio. En ese momento debe determinarse el peso de la muestra introducida en el recipiente. Una vez sellado o cerrado herméticamente dicho contenedor, e identificado de forma críptica, se remite para su oportuno análisis gamma.

Aun cuando excede del ámbito concreto del documento que nos ocupa, debe tenerse en cuenta que en cada laboratorio debe existir la suficiente coordinación y el correspondiente procedimiento interno, que permita garantizar que la muestra llega al laboratorio de análisis con la suficiente información para proceder al mismo. Así la muestra debe proporcionar información sobre aspectos como: su clave, la masa envasada para su análisis, el momento en que éste se selló o cerró herméticamente, la fecha de recogida de la muestra, la densidad aparente de la muestra y su destino una vez finalizado el citado análisis espectrométrico gamma. En particular, la fecha de sellado es clave si se desea que los descendientes radiactivos de las series naturales presentes en la muestra recuperen el equilibrio radiactivo que poseían de manera previa a su análisis, mientras que el conocimiento de la densidad aparente de la muestra analizada es necesaria para tener en cuenta los efectos de autoabsorción a la hora de seleccionar la curva de calibrado en eficiencias más adecuada.

Finalmente, en este apartado de preparación de muestras de sedimento abordaremos el conjunto de procesos que necesariamente deben realizarse de manera previa a efectuar sobre una alícuota de la muestra el correspondiente procedimiento por el que extraer, de forma selectiva, uno o varios radionucleidos emisores alfa o beta. En este punto, el principal objeto de discusión puede centrarse en dónde concluye la preparación de este tipo de muestras y dónde se inicia su tratamiento radioquímico. A continuación asumiremos que la preparación de la muestra de sedimentos concluye cuando, tras aplicarle o no diversos tratamientos exclusivamente físicos, se pone a disposición del correspondiente laboratorio, para ejecutar el o los procedimientos de separación radioquímica de uno o varios radionucleidos específicos emisores alfa y/o beta. Es por ello que interpretamos, que la calcinación de alícuotas de las muestras de sedimento se puede considerar como una etapa enmarcable en la preparación de la muestra, previa a la aplicación del correspondiente procedimiento radioquímico, pero que por el contrario, y en base a los anteriores planteamientos, la digestión ácida se entiende que constituye el primer paso del procedimiento radioquímico, ya que ésta va indisolublemente ligada al conocimiento profundo de las separaciones radioquímicas a realizar, puesto que en gran medida condicionan a los ácidos que deben utilizarse en dicha digestión y frecuentemente coincide este momento con la adición a la muestra de portadores y/o trazadores radiactivos o no.

En relación con el procedimiento de calcinación hemos deducido de la literatura científica accesible, que las prácticas puestas a punto por los distintos laboratorios para su realización son relativamente similares entre sí, aunque básicamente difieren en la temperatura de calcinación, situada sistemáticamente por encima de los 450°C, y en el tiempo de calcinación a dicha temperatura, desde unas pocas horas a un día. Es por ello que en este documento técnico no vamos a fijar un valor para los citados dos parámetros, temperatura y tiempo, sino que en su lugar se indica un rango de valores para los mismos, entre 450 y 650°C y durante 12-24 horas. Con ello se deja

libertad a cada laboratorio para que seleccione el valor que responde de forma más adecuada a las características de los sedimentos por ellos tratados. En cualquier caso, indicamos explícitamente que el resultado de dicho proceso de calcinación debe ser una muestra de color homogéneo (figura 6) y con total ausencia de manchas o puntos de color negro, que delatarían la presencia de materia orgánica en estado carbonoso aún no destruida.

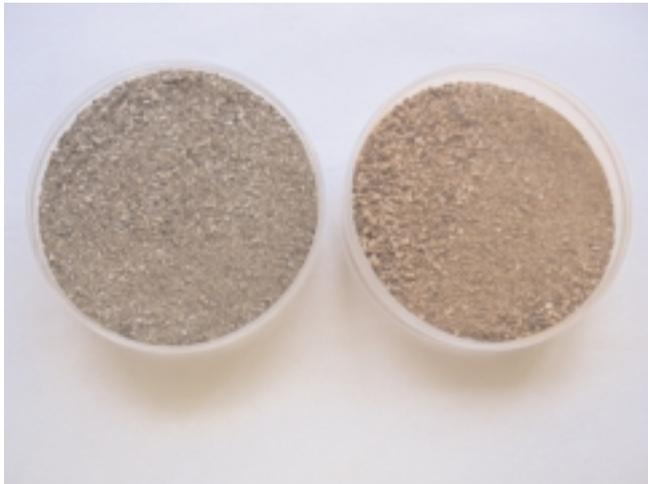


Figura 6. Diferencia de tonalidad de una muestra de sedimento seco (izquierda) y tras su calcinación a 600°C durante 24 horas (derecha)

Una vez finalizada la calcinación, la muestra resultante se introduce en el oportuno recipiente para su traslado al laboratorio, en donde se efectuará la correspondiente separación radioquímica. Obviamente, debe determinarse la masa calcinada remitida, que genéricamente se identifica como “peso muestra”.

Es importante reseñar que, dependiendo del procedimiento radioquímico a aplicar y del radionucleido a determinar, la calcinación puede ser o no conveniente. Se debe pues disponer de la suficiente información, emitida por el laboratorio de preparación de muestras, sobre la necesidad o no de calcinar la muestra. Concretamente, si el objetivo es cuantificar la concentración del ^{210}Po en una muestra de sedimento, la calcinación está claramente contraindicada, al ser este elemento bastante volátil a las temperaturas a las que es sometida la muestra durante su calcinación.

Finalizaremos indicando que es otra vez en este momento, tras la calcinación, cuando debe resaltarse la necesidad de que exista en cada laboratorio la suficiente coordinación y el correspondiente procedimiento interno, que permita garantizar que la muestra llega al laboratorio de radioquímica con la suficiente información para proceder a la oportuna separación.

5.4.1. Desarrollo procedimental

El procedimiento de preparación de muestras de sedimento se detalla a continuación bajo los siguientes supuestos:

- a) Muestras de sedimentos extraídas con instrumentación que impide asegurar tanto la recogida de todo el agua intersticial del sedimento como el conocimiento de la superficie muestreada (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 todo el agua intersticial del sedimento, como el conocimiento preciso de la profundidad de extracción (supuesto 2).
- c) Muestras de sedimentos extraídas con instrumentación que asegura la recogida de todo el agua intersticial del sedimento y el conocimiento de la profundidad de extracción, pero en las que, por el tratamiento a que son sometidas, no se conoce su superficie asociada (supuesto 3).

5.4.1.1. Desección de los sedimentos

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. Las muestras de sedimento, en su caso ya descongeladas, son pesadas en una balanza de precisión, para obtener su peso húmedo (P_H), en el caso de que este valor no haya sido determinado *in situ*.
3. En el caso de existir extrema urgencia para proporcionar los resultados espectrométricos gamma, se procederá según se detalla en el apartado 5.4.1.3.
4. Para proceder a la desección de las muestras de sedimento, y tras su pesado, existen dos alternativas:
 - *Primera alternativa:* si se desea la posterior cuantificación de radionucleidos volátiles, típicamente los radioyodos, se realiza la desección a temperatura ambiente en el laboratorio o en estufas seleccionando una temperatura relativamente baja, $(40 \pm 5)^\circ\text{C}$, poniendo especial cuidado en someter toda la muestra recepcionada a este proceso, para la posterior determinación del peso seco del sedimento por unidad de superficie y para su apropiada homogeneización. Este último aspecto es vital en los supuestos 2 y 3.
 - *Segunda alternativa:* Si no se desea la cuantificación de radionucleidos volátiles, la temperatura de desección se puede elevar a $(105 \pm 5)^\circ\text{C}$, poniendo también especial cuidado en someter toda la muestra recepcionada a este proceso, sobre todo en los supuestos 2 y 3.
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 desección espontánea, a temperatura ambiente o inducida, en estufa, según el caso.
6. Una vez verificado el secado total de la muestra de sedimento se procederá al pesado de la muestra. El valor obtenido se denominará peso seco (P_S).
7. En este momento, se procede a eliminar los elementos extraños (piedras, raíces, papeles, insectos...), realizándose posteriormente el pesado de la materia eliminada (P_E).

- Se obtiene finalmente el valor del peso húmedo corregido (P_{HC}) y del peso seco corregido (P_{SC}) a través de las expresiones:

$$P_{HC} = P_H - P_E \quad P_{SC} = P_S - P_E$$

donde el valor de P_H ha sido determinado bien *in situ* (preferentemente) o bien en el laboratorio

5.4.1.2. Determinación del peso seco por unidad de superficie (SM)

- En el caso de encontrarnos en el supuesto 1, la determinación de SM es imposible.
- En el caso de encontrarnos en el supuesto 2, la determinación de SM se realiza de una forma muy simple aplicando la expresión:

$$SM = P_{SC} / S$$

donde S es el valor de la superficie muestreada.

- En el caso de encontrarnos en el supuesto 3, la determinación de SM es algo más compleja, pudiendo realizarse según el proceso descrito en (ELD88) y (SAN03) con los datos de P_{HC} y P_{SC} .

5.4.1.3. Análisis espectrométrico gamma de urgencia

En el caso de existir extrema urgencia para la realización de un análisis espectrométrico gamma de una muestra de sedimento, se procede tras 5.4.1.1 apartado 2, de la siguiente forma:

- Se envasa una alícuota del sedimento, todavía sin desecar, en un recipiente previamente pesado para el que se posea calibrado el correspondiente detector de germanio.
- Se envía este envase, una vez pesado, convenientemente sellado o cerrado herméticamente, encriptado y con los datos precisos para su análisis, al laboratorio de medida, con la instrucción de proceder a su devolución tras finalizar el recuento.
- Una vez devuelta la alícuota al laboratorio de preparación de muestras, se une el contenido de sedimento del envase, con el remanente de la muestra, para continuar el procedimiento en 5.4.1.1 apartado 4. El proceso de trasvase puede realizarse utilizando agua destilada, para asegurarnos de que no se produce la pérdida de material sedimentario.

5.4.1.4. Separación de alícuotas

Tras finalizar todo el proceso asociado a la desecación de la muestra (5.4.1.2), se obtienen alícuotas de las mismas para:

- a) Análisis por espectrometría gamma.
- b) Determinación de los índice alfa y beta total.
- c) Análisis de radionucleidos específicos emisores beta o alfa.
- d) Conocer determinadas propiedades de dichos sedimentos que permitan la obtención y/o faciliten la interpretación, de los resultados.
 1. En el caso de existir materia suficiente, se obtienen alícuotas independientes para cada uno de los análisis citados en el apartado anterior.
 2. En caso de no existir materia suficiente para proceder según 5.4.1.4 apartado 1, se comienza preparando la muestra para espectrometría gamma, y tras su medida, se obtienen de ésta las alícuotas necesarias para los demás análisis.
 3. Las alícuotas obtenidas deben ser representativas de la muestra de sedimento de la que se obtienen. Para ello, debe aplicarse alguno de los numerosos procedimientos existentes en la literatura destinados a efectuar el cuarteo de las muestras, de forma que se satisfaga el antedicho requisito⁽¹⁾. A modo de recomendación, indicamos en este sentido la existencia de la norma (UNE95) que aunque está concebida para suelos, entendemos que por la analogía existente entre estos y los sedimentos, es totalmente aplicable a estos últimos. En el caso de no poderse garantizar la representatividad de las alícuotas extraídas por encontrarse por ejemplo los radionucleidos presentes en forma discreta (partículas calientes) en la muestra de sedimento, se recomienda la realización de todos los análisis y determinaciones sobre la misma alícuota, siempre que esto sea posible.

5.4.1.5. Preparación para espectrometría gamma

Su medida se realiza directamente, sin la aplicación de ningún procedimiento radioquímico, sobre la totalidad de la muestra de sedimento desecada o sobre una de sus alícuotas, dependiendo de la cantidad de materia disponible.

1. En el caso de que las características de la muestra de sedimento lo requieran, se procede en primer lugar a triturar la alícuota o la muestra a medir, utilizando un molino de bolas o procedimiento similar. Esta trituration se realiza siempre que no se tenga seguridad sobre la uniformidad en el tamaño del grano de los sedimentos a analizar.
2. La alícuota o muestra a medir, una vez triturada, en caso de estimarse necesario, se introduce en un recipiente para el que se posea calibrado el espectrómetro gamma (cápsula petri, recipiente Marinelli, etc.). Dicho recipiente es pesado antes y después de su llenado, para determinar la masa de sedimento a analizar, y sellado o cerrado herméticamente.

¹ Todo laboratorio debe tener desarrollado un procedimiento detallado en el que se especifique el método de cuarteo de los sedimentos que aplican al respecto.

3. El envase, tras su llenado y sellado o cerrado hermético, es remitido al laboratorio de medidas con la siguiente información: masa de muestra, fecha de recogida, hora y fecha de sellado del envase y densidad aparente⁽²⁾.

5.4.1.6. Preparación para la cuantificación de radionucleidos emisores alfa y/o beta

El tipo de preparación a la que hay que someter a una o varias alícuotas de una muestra de sedimento antes de su envío al correspondiente laboratorio de radioquímica, para la realización del proceso de separación concreto que permita cuantificar la actividad, de entre otros, el Sr, Ra, U, Th, Po o Pu y la determinación de los índices alfa y beta total, depende de la necesidad o no de proceder a su calcinación como paso previo. Dependiendo del procedimiento radioquímico a aplicar y del radionucleido a analizar, la calcinación puede ser o no ser conveniente. Por lo tanto, la calcinación debe siempre aplicarse bajo las instrucciones del laboratorio de radioquímica.

1. Primera alternativa: es necesaria la calcinación.

- Se pesa una cápsula de porcelana con tapadera de tamaño adecuado para situar en su interior la alícuota de sedimento a calcinar.
- Se vierte la alícuota en la cápsula de porcelana, tapándola a continuación, y se procede a su pesado, obteniéndose la masa de la alícuota a calcinar.
- Se calcina la alícuota del sedimento en un horno mufla siguiendo las siguientes pautas:
 - Subir paulatinamente la temperatura, durante 12 horas, desde la ambiente o mínima del horno, hasta la temperatura de incineración seleccionada (450-650°C).
 - Calcinar la alícuota durante 12-24 horas a la temperatura seleccionada.
 - Bajar paulatinamente la temperatura, durante 12 horas, desde la incineración seleccionada a la mínima del horno.
 - Sacar la cápsula de porcelana del horno y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.
 - Obtener la masa de la alícuota calcinada (P_C)⁽³⁾.
 - Trasladar la cápsula con la muestra al laboratorio de radioquímica que corresponda, indicando como mínimo la clave de la muestra, su fecha de recogida y el peso de la alícuota calcinada (P_C).

² El valor de la densidad aparente puede determinarse de forma inmediata si el recipiente utilizado para la medida por espectrometría gamma ha podido ser llenado en su totalidad, compactando la muestra de sedimento. No obstante, una determinación más precisa se puede realizar a partir de una alícuota de la muestra utilizando un picnómetro.

³ Debe verificarse previamente que el resultado del proceso de calcinación es una muestra de color homogéneo y con total ausencia de manchas o puntos de color negro, que delatarían la presencia de materia orgánica en estado carbonoso aún no destruida. En el caso de que se sospeche la no eliminación total de la materia orgánica, el proceso de calcinación debe repetirse antes de la obtención de la masa de alícuota calcinada.

2. *Segunda alternativa: no es necesaria la calcinación.*

- Se pesa un recipiente con tapadera de tamaño adecuado para situar en su interior la alícuota de sedimento a tratar en el laboratorio de radioquímica
- Se vierte la alícuota en el recipiente, tapándola a continuación, y se procede a su pesado. Ello permite conocer el peso de la alícuota de sedimento envasada (P_E).
- Se traslada el recipiente con la alícuota al laboratorio de radioquímica que corresponda, indicando como mínimo la clave de la muestra, la fecha de recogida y su peso (P_E).

6. Referencias

- (APP78) P. G. Appleby y F. Oldfield. *The calculation of ^{210}Pb dates assuming a constant rate of supply of unsupported ^{210}Pb to the sediments*. *Catena* 5 (1978) 1.
- (AST94) *Standard Guide for collection, storage, characterization and manipulation of sediments for toxicological testing*. Norma ASTM n° E-1391-02. Año 1994.
- (BOE99) Real Decreto 1836/1999 por el que se aprueba el *Reglamento sobre instalaciones nucleares y radiactivas*. BOE n° 313, de 31 de diciembre de 1999, página 46463.
- (BOE01) Real Decreto 783/2001 sobre *Protección Sanitaria contra las Radiaciones Ionizantes*. BOE n° 178, de 26 de julio de 2001, página 27284.
- (BOE03) Instrucción IS/05 del Consejo de Seguridad Nuclear, por la que se definen los valores de exención para nucleidos. BOE n° 86, de 10 de abril de 2003, página 14221.
- (BOL02) J. P. Bolívar, R. García-Tenorio, J. L. Más y F. Vaca. "Radioactive impact in sediments from an estuarine system affected by industrial wastes releases". *Environment International*, 27 (2002) 639.
- (COO00) L. W. Cooper, J. M. Kelley, L. A. Bond, K. A. Orlandini, y J. M. Grebmeier. "Sources of the transuranic elements plutonium and neptunium in arctic marine sediments". *Marine Chemistry*, 69 (2000) 253.
- (DAH04) H. Dahlgard, M. Eriksson, S. P. Nielsen y H. P. Joansen. "Levels and trends of radioactive contaminants in the Greenland environment". *Science of the Total Environment*, 331 (2004) 53.
- (ELD88) F. El-Daoushy. "A summary on the ^{210}Pb cycle in nature and related applications in Scandinavia". *Environment International*, 14 (1988) 305.
- (FIS03) E. Fisher, F. Oldfield, R. Wacke, J. Boyle, P. Appleby y G. A. Wolf. "Molecular markers records of land-use change". *Organic Geochemistry*, 34 (2003) 105-119.
- (GAL03) E. Galán, J. L. Gómez-Ariza, I. González, J. C. Fernández-Caliani, E. Morales y I. Girádez. "Heavy metal partitioning in river sediments severely polluted by acid mine drainage in the Iberian Pyrite Belt". *Applied Geochemistry*, 18 (2003) 409.
- (GAS02) C. Gascó, M. P. Antón, M. Pozuelo, J. Meral, A. M. González, C. Papucci y R. Delfanti. "Distributions of Pu, Am and Cs in margin sediments from the western Mediterranean (Spanish coast)". *J. Environmental Radioactivity*, 59 (2002) 75.

- (ISO99) “Water quality-Sampling. Guidance on preservation and handling of sludge and sediment samples”. ISO n° 5667-15: Año 1999.
- (ITT03) A. Baeza, A. Alonso, M. C. Heras. *Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad*. Colección de Informes Técnicos 11.2003. Serie Vigilancia Radiológica Ambiental. Procedimiento 1.2. Consejo de Seguridad Nuclear.
- (JAC82) M. L. Jackson *Análisis químicos de suelos*. Editorial Omega, S.A., Barcelona 1982.
- (KHA05) A. E. Khater, Y. Ebaid y S. A. El-Mongy. “Distribution pattern of natural radionuclides in Lake Nasser bottom sediments”. *International Congress Series*, 1276 (2005) 405.
- (LIM05) A. L. Lima, J. B. Hubeny, C. M. Reddy, J. W. King, K. A. Huguen y T. I. Eglington. “High-resolution historical records from Pettaquamscutt River basin sediments: 1 Pb-210 and varve chronologies validated record of Cs-137 released by the Chernobyl accident”. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 69 (2005) 1803-1812.
- (MCL04) S. G. McLin. “Background radioactivity in sediments near Los Alamos, New México”. *Science of the Total Environment*, 328 (2004) 143.
- (MIC02) H. Michel, G. Barci-Funel, J. Dalmasso, G. Ardisson, P. G. Appleby, E. Haworth y F. El-Daoushy. “Plutonium and Americium inventories in atmospheric fallout and sediment cores from Blelham Tarn, Cumbria (UK)”. *J. Environmental Radioactivity*, 59 (2002) 127.
- (SAN03) E. G. Sanmiguel, J. P. Bolivar y R. García-Tenorio. “Mixing, sediment accumulation and focussing using ^{210}Pb and ^{137}Cs ”. *Journal of Paleolimnology*, 29 (2003) 1.
- (UNE95) *Preparación de muestras para ensayos de suelos*. Norma UNE n° 103 100. Año 1995.
- (UNE00) *Requisitos generales relativos a la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración*. Norma UNE-EN ISO/IEC 17205. Año 2000.
- (UNE04) *Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Toma de muestras. Parte 2: Sedimentos*. Norma UNE n° 73320-2. Año 2004.
- (UNE04A) *Calidad del agua. Muestreo. Parte 19: Guía para el muestreo de sedimentos marinos*. UNE-EN ISO 5667-19. Año 2004.