

Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico

CSN



Colección
Informes Técnicos 11.2009
Serie
Vigilancia Radiológica
Ambiental
Procedimiento 1.14
(Rev.1, 2025)

Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico

Autores: Margarita Herranz (coordinadora)
Cristina Navas
Pablo Belinchón
David Blázquez
María José de Lucas

Colección
Informes Técnicos 11. 2009
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.14 (Revisión 1, 2025)



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
peticiones@csn.es

Maquetación: Composiciones Rali, S. A.
I.S.B.N.: 84-95341-41-7
Depósito legal: M-37045-2009

Índice

1. Prólogo	5
2. Introducción y justificación	8
3. Sistemática de trabajo	11
4. Objetivos y campo de aplicación	12
5. Definiciones y terminología	13
5.1. Área de estudio	13
5.2. Zona de muestreo	13
5.3. Punto de muestreo	13
5.4. Muestra	14
5.5. Equipo de toma de muestras	14
5.6. Trampa	14
5.7. Área o punto testigo	14
6. Programa de muestreo	15
6.1. Sobre el establecimiento del programa de muestreo	15
6.2. Sobre Áreas, Zonas y Puntos de muestreo. Equipos de toma de muestras	16
6.2.1. Clasificación del área	17
6.2.2. Subdivisión del área en zonas	17
6.2.3. Elección de la ubicación del punto de muestreo en cada zona	17
6.2.4. Equipo de toma de muestras y su instalación en cada punto de muestreo	18
6.3. Sobre la toma de muestras	19
6.4. Personal involucrado, características de formación	20
7. Sobre los equipos de toma de muestras y las muestras	21
7.1. Elección del absorbente	21
7.2. Equipo de toma de muestras	22
7.3. Elección del número y características de las trampas	25
7.4. Sobre la manipulación de la muestra	26
8. Procedimiento operativo de la toma de muestras	27
8.1. Consideraciones previas / Precauciones	27
8.2. Materiales	27
8.3. Preparación en el laboratorio de las trampas de gel de sílice	28
8.4. Toma de la muestra	30
8.4.1. Inicio de la toma de la muestra	30

8.4.2. <i>Retirada de la muestra</i>	32
8.5. <i>Registro de la toma de muestra</i>	32
<hr/>	
9. Control de calidad del muestreo	35
<hr/>	
10. Procedimiento operativo en el laboratorio	37
10.1. <i>Recepción de la muestra</i>	37
10.1.1. <i>En la base de datos de muestras recepcionadas</i>	38
10.1.2. <i>Acompañando a la muestra durante su preparación</i>	38
10.2. <i>Manipulación y conservación de la muestra</i>	39
<hr/>	
11. Bibliografía	40
<hr/>	
Anexo 1 – Ejemplo de etiqueta de muestra	41
<hr/>	
Anexo 2 – Ejemplo de hoja de recogida de datos	42

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 de 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.
- 1.7. Procedimiento de toma de muestras de aerosoles y radioyodos para la determinación de la radiactividad.
- 1.10. Procedimiento de toma 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.

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 Anglés, (U. de Valencia, J. P. Bolívar Raya (U. de Huelva), E. Liger Pérez (U. de Málaga), J. Payeras Socías (Cedex) y J. L. Pinilla Matos (ENRESA). El procedimiento 1.15 fue realizado en colaboración con el Grupo de trabajo sobre preparación de muestras que coordinó Antonio Baeza (UEx) y estuvo formado por A. Alonso (Geocisa), M. C. Heras y M. Pozuelo (Ciemat) y R. García-Tenorio (U. de Sevilla).

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.

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) y Pablo Belinchón (ENRESA). 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 tritio en vapor de agua atmosférico” su objetivo básico es especificar el procedimiento de muestreo y preparación de muestras que permita delimitar y/o caracterizar niveles de fondo, posibles anomalías y realizar un seguimiento y evolución sistemático del contenido de tritio en el vapor de agua atmosférico.

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 muestras de tritio en el vapor de agua atmosférico.

Este procedimiento describe de manera detallada los diferentes pasos que se han de seguir para la obtención de una muestra del tritio contenido en el aire y garantizar, al menos, los siguientes aspectos: la obtención de una muestra 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 esté lista para realizar su caracterización radiológica en el laboratorio de análisis y, por último, el suministro de los datos necesarios para esta caracterización así como 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 vapor de agua, ya que no se debe olvidar que los errores provocados por un muestreo no pueden corregirse.

2. Introducción y justificación

El hidrógeno es un elemento químico de número atómico 1, a temperatura ambiente es un gas incoloro e inodoro y es el elemento químico más abundante en el universo. Tiene tres isótopos:

- Protio (^1H): Tiene un protón y no tiene neutrones, es el más abundante.
- Deuterio (^2H): Tiene un protón y un neutrón.
- Tritio (^3H): Tiene un protón y dos neutrones, es el menos abundante.

El tritio procede tanto de fuentes naturales debido a la interacción cósmica sobre los gases atmosféricos como de fuentes artificiales de origen antropogénico, siendo las más destacadas las pruebas nucleares realizadas principalmente entre 1952 y 1963 y la emisión a la atmósfera por parte de las centrales nucleares.

Está presente en el aire en las mismas formas químicas que el hidrógeno. Las mayoritarias son en forma de vapor de agua (HTO), del orden del 97,5%, y en forma gaseosa (HT), del orden del 2%, mientras que los compuestos orgánicos tritiados en la fase vapor (OBT) o asociados a las partículas como el metano, aparecen solo ocasionalmente en ciertos ambientes.

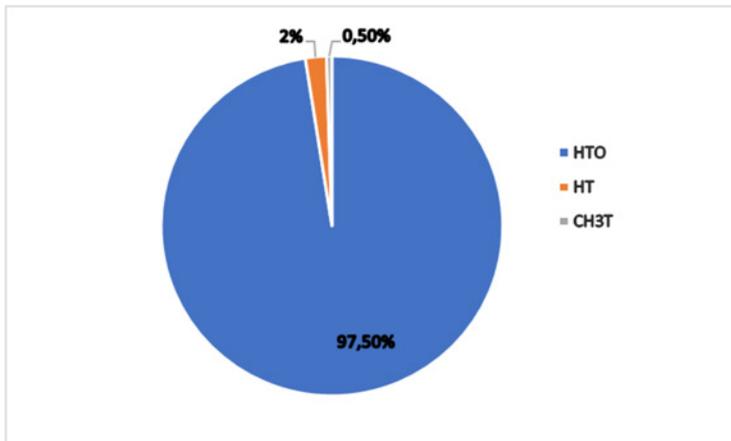
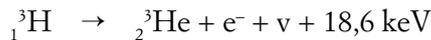


Figura 1: Formas de aparición del tritio en el aire

El tritio tiene una vida media de 12,31 años y decae a ^3He emitiendo radiación beta de muy baja energía, cuyo máximo se produce a 18,6 keV. Dada esta característica de las radiaciones emitidas por el tritio cuando se desintegra, este se considera como un radionucleido de baja toxicidad desde un punto de vista radiológico.



De entre los sistemas operativos existentes para la toma de tritio en forma de vapor de agua (HTO), el aquí presentado es relativamente sencillo. Basta con hacer pasar aire mediante una bomba de aspiración a través de una serie de trampas colocadas en serie, en las cuales queda retenido el vapor de agua. Estas trampas, una vez retiradas del equipo de toma de muestras, constituirán la muestra que se remitirá al laboratorio para la determinación del tritio.

Sin embargo, si se desea tomar muestras del tritio en forma gaseosa (HT), y de forma secundaria el que aparece formando compuestos orgánicos (OBT), los métodos son más complejos y por lo general consisten en oxidarlo para su transformación en vapor de agua (HTO).

Ahora bien, desde un punto de vista de impacto radiológico, la importancia del tritio en forma gaseosa (HT) es despreciable frente a la importancia del tritio en forma de vapor de agua (HTO), lo cual no implica que en ciertas situaciones no sea interesante su control, sobre todo en caso de instalaciones potencialmente emisoras.

Los objetivos del muestreo, bien sean estos dosimétricos, de control de calidad ambiental, de análisis de impacto de una instalación, etc., son los que van a determinar cuál va a ser el aire objeto de estudio. Se puede muestrear tritio en el aire presente en la atmósfera de trabajo, tritio en el aire procedente de la emisión de una fuente estacionaria (salidas de chimeneas) o en el propio conducto de emisión (chimenea) o bien el tritio presente en el aire ambiente. Y dependiendo de estos objetivos y de cuál sea el aire objeto de estudio, es posible que se desee tomar muestras de uno u otro estado químico del tritio. Por todo ello, se deberán tomar las decisiones correspondientes respecto a:

- Punto de muestreo: se puede muestrear en un punto, sea cual sea, con el objetivo de determinar en él la calidad radiológica del aire para disponer de una serie de datos que sirvan como nivel de referencia, de manera que un análisis de su evolución permita detectar posibles anomalías o incidentes y, en su caso, evaluarlos y hacer predicciones evolutivas y dosimétricas o bien muestrear en puntos predefinidos para evaluar el impacto de una determinada instalación emisora.
- Elección del muestreador y otras consideraciones respecto a su ubicación física: en la dirección de la emisión para controlar esta, dirección aleatoria para controlar un aire promedio, dirección de los vientos predominantes, etc.
- Altura a la que se toma la muestra: se puede tomar la muestra a la altura correspondiente de una persona para simular lo que respira, fuera de obstáculos para determinar la calidad del aire sin objetivos de análisis de impacto en los seres humanos, o

bien en los puntos en los cuales se sospeche una incidencia mayor de los contaminantes buscados, al margen de cuál sea su posición.

- Tipos de muestras: se puede tomar una muestra puntual en periodos de tiempo más o menos cortos o bien conseguir una muestra correspondiente a un periodo de tiempo más largo a partir de la acumulación de submuestras dentro de este periodo que permitan configurar una muestra compuesta.

Se puede ver que 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 toma de muestras de tritio HT contenido en el aire atmosférico que ayude a asegurar y controlar la calidad de la determinación de tritio que sobre dicha muestra se va a realizar, de manera que se puedan cumplir los objetivos para los cuales el muestreo se realizó.

Hay que tener presente que el tritio es sólo uno de los posibles contaminantes presentes en el aire y no necesariamente el más importante desde el punto de vista de su calidad ambiental, por lo tanto, existe poca normativa y documentación nacional e internacional que aplique a este tipo de muestreo, por lo que a la hora de definir unos objetivos que permitan seleccionar entre las diferentes opciones antes esbozadas, se ha tenido en consideración el más ampliamente utilizado por las instalaciones nucleares en España.

En este contexto, se desarrolla este procedimiento. Los autores, en su labor de recopilación de información, no sólo 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 campo de aplicación

Para poder desarrollar el procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico ha sido necesario definir los objetivos que se pretendían lograr, que en este caso han sido:

- Determinar el fondo radiológico de una determinada zona.
- Detectar posibles impactos radiológicos mediante el análisis de su evolución.
- Realizar el seguimiento de la calidad del aire en un punto determinado.
- Realizar comparaciones entre diferentes puntos o estaciones de muestreo.

Si el área de estudio no está influenciada por ninguna vía de exposición lo que se determina es el fondo radiológico; en caso contrario podrá determinarse el impacto radiológico.

Se decidió no contemplar objetivos dosimétricos, ni toma de muestras en zonas de trabajo o en salidas de chimeneas. El motivo de esta exclusión está relacionado con el hecho de que para cumplir con estos objetivos se requiere otro tipo de muestreo, diferente al propuesto y, en ocasiones, selectivo.

Hay que considerar que los objetivos planteados para el muestreo de tritio en el vapor de agua atmosférico, frente a los planteados en el muestreo de otras matrices, son más difíciles de conseguir porque el aire no constituye una matriz estática ni estable, lo que impide no solo hablar de su carácter representativo, sino incluso asegurar que un determinado impacto vaya a ser detectado, dependiendo esto, entre otros factores, de la dirección del viento en un momento determinado. Por otra parte, hay que considerar que muestras posteriores recolectadas en el mismo punto nunca podrán reproducir las mismas condiciones.

El procedimiento desarrollado se aplica al muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico y describe las actividades a desarrollar, desde la definición de los objetivos del muestreo hasta la entrada de la muestra al laboratorio, así como la preparación previa y posterior de la muestra, ya en el laboratorio de análisis, hasta que se llega al momento de su medida.

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.

La terminología utilizada, en este caso del muestreo del tritio en vapor de agua, ha sido en líneas generales la presentada en la norma UNE 77204, y en las normas ISO de referencia. Sin embargo, con el objetivo de clarificar los usos que a ciertos términos se le da en el presente documento y una vez aclaradas algunas cuestiones referentes al equipo de toma de muestras, 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 factores ambientales, orográficos y de características homogéneas propias, relevantes en el programa de muestreo 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 la determinación de tritio. 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 sus coordenadas geográficas, de acuerdo con el sistema internacional de coordenadas (tal y como contempla la norma UNE-EN ISO 19112), y por su altitud, correspondiéndose en este procedimiento con la posición geográfica en la que se ubica el equipo de toma de muestras.

5.4. Muestra

Porción representativa del medio de interés, o de uno o más componentes de ese medio, que posee las mismas cualidades y características del todo y que se va a utilizar para determinarlas. En este procedimiento, la muestra estará compuesta por la trampa que ha capturado el vapor de agua del aire ambiente y dicho vapor de agua.

5.5. Equipo de toma de muestras

Equipo utilizado para la obtención de una muestra. En este procedimiento y en el caso más general consta de los siguientes componentes: sistema de captación (boquilla o embocadura), línea de transporte, colector con su soporte (en este procedimiento, trampa), bomba de aspiración, controladores y sistema de descarga.

5.6. Trampa

Sistema capaz de absorber y retener el vapor de agua contenido en la atmósfera.

5.7. 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.



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 para la determinación de tritio en vapor de agua, sí es necesario señalar que se deberá partir, al menos, de los siguientes conocimientos y estudios previos:

1. Objetivos del muestreo, precisión requerida y límites de detección a alcanzar. Antes de empezar a diseñar un programa de muestreo para la recogida de tritio en vapor de agua, es necesario definir sus objetivos ya que determinan la escala, densidad y características del muestreo requerido. Este programa debe ser específico, aplicable y sensible a dichos objetivos.

Entre los objetivos, se debe especificar:

a) El tipo de muestreo:

- Muestreo de eventos puntuales.
- Muestreo continuo, correspondiente a un periodo predefinido de tiempo.
- Muestreos sucesivos o puntuales tomados sucesivamente.
- Hay que considerar que cualquiera de los anteriores puede ser o no direccional, para determinar la procedencia del tritio.

b) En caso de ser necesarias, la cantidad de muestra para las alícuotas responderá a las necesidades preestablecidas en el programa de muestreo en cuanto al número laboratorios que van a intervenir y de la muestra control si se considera necesaria.

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 nos permitan definir claramente las zonas de muestreo. Estas determinaciones preliminares deberán ser, al menos, las siguientes:

- a) Conocer si el área de estudio está influenciada por instalaciones susceptibles de emitir tritio. En este caso, será necesario conocer las características de los 16 sectores de la rosa de los vientos predominantes, si es posible obtenida “in situ” o a través de mapas eólicos, con centro en la instalación.
- b) En cualquier caso, es necesario conocer la topografía del área de estudio para evaluar posibles variaciones de dirección de los vientos predominantes, causadas por formaciones montañosas u otros obstáculos.
- c) Análisis de las características del aire: se debe conocer al menos las distribuciones de frecuencias de velocidad y dirección de viento (valores medios anuales, obtenidos preferentemente mediante medidas in situ o a partir de los mapas eólicos) y su contenido en humedad, así como la temperatura. Estos datos deberán estar medidos en la dirección en la cual se va a realizar la captación, en su caso.

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, el equipamiento a usar (con las características del colector: el tipo y la granulometría del gel de sílice, dimensiones y llenado de los frascos y número de frascos a colocar en serie; estos deben elegirse de manera que se pueda asegurar que la recolección del vapor de agua contenido en el aire ambiente para el caudal de trabajo y el número de trampas elegido ha sido el idóneo), su localización, altura y orientación, y el procedimiento específico de toma de muestras, 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 se garantice la seguridad del personal que realice esta.

6.2. Sobre Áreas, Zonas y Puntos de muestreo. Equipos de toma de muestras

Lógicamente, la definición de áreas y zonas de muestreo va a estar directamente relacionada con los objetivos de este. Por ejemplo, si se van a controlar las emisiones procedentes de una instalación habrá que delimitar el área en la cual es posible que se produzca un impacto; y dentro de esta las posibles zonas en función de los sectores de la rosa de los vientos, pero también de la orografía o de la existencia o no de otro tipo de instalaciones emisoras, etc. Si se quiere analizar la calidad del aire que se respira en una determinada área geográfica, esta se tendrá que subdividir en zonas, atendiendo, por ejemplo, a su carácter urbano o rural, industrial o agrícola, y también a temas orográficos y geológicos.

Por lo tanto y considerando los datos obtenidos en los estudios previos y cuál es su objetivo final, en el programa de muestreo deberá aparecer, al menos:

6.2.1. Clasificación del área

En rural, industrial, urbana, semiurbana o mixta.

6.2.2. Subdivisión del área en zonas

Las zonas deben ser de características lo más homogéneas posible, esto deberá realizarse en el caso de tratarse de un área mixta o de que las características del área así lo requieran.

Como caso concreto, si se pretende evaluar el impacto de una instalación, las zonas estarán, además, relacionadas con los sectores de la rosa de los vientos centrada en la instalación.

6.2.3. Elección de la ubicación del punto de muestreo en cada zona

En cada una de las zonas habrá que ubicar, al menos, un punto de muestreo o, dicho de otra manera, el punto geográfico en el cual se va a instalar el equipo de toma de muestras con el cual se obtiene la muestra vapor de agua. Evidentemente, este punto deberá ser seleccionado con el criterio de que presente las características utilizadas en la definición de la zona a la cual debe representar.

Para caracterizar un punto de muestreo, se tendrá que indicar sus coordenadas y su altitud, tanto respecto al suelo como respecto a la línea de referencia, que se corresponde con la altura respecto a la superficie en que está instalado (p. ej. una azotea). La necesidad del dato de altitud no parece tan clara como la de las coordenadas, sin embargo, puede aportar información adicional a la hora de realizar comparaciones.

En principio parece evidente que se pueden tomar muestras en cualquier punto en el que se precise o se desee conocer su contenido en tritio. Sin embargo, si un punto va a representar a toda una zona, si se desea realizar un muestreo sistemático a lo largo del tiempo o si se desea establecer comparaciones entre distintas zonas geográficas, es preciso que los puntos, considerados como lugares geográficos donde se realiza una captación, cumplan unos requisitos mínimos comunes a todos ellos y que además dichos requisitos contribuyan a minimizar la variabilidad espacial y temporal de su contenido en tritio. Consideraciones sobre estos requisitos se presentan en los siguientes subapartados.

No hay que perder de vista que otras consideraciones sobre la accesibilidad, las capacidades de evitar intrusismo, los obstáculos entre el punto potencial de emisión y el equipo de toma de muestras, la dirección del viento predominante, la topografía, el clima, el tipo de

entorno (industrial, agrícola, etc.), deben ser tomadas en consideración y en ocasiones pueden llegar a primar sobre la representatividad del punto con respecto a la zona, lo cual obligaría a buscar otro punto o a redefinir esta.

6.2.4. Equipo de toma de muestras y su instalación en cada punto de muestreo

Los equipos de toma de muestras van a consistir en líneas generales en una bomba de aspiración de aire, que le hará pasar a través de un sistema de retención del vapor de agua. Por lo tanto, básicamente, constará de los siguientes componentes:

- Sistema de captación de aire (boquilla o embocadura).
- Línea de transporte.
- Colector con su soporte.
- Bomba de aspiración.
- Controladores.
- Sistema de descarga.

Tan importante como el equipo de toma de muestras es, en este caso, su instalación, para la cual se deberán de tener en cuenta las siguientes recomendaciones:

1. Localización: Para evitar turbulencias artificiales en la captación, el equipo se ubicará lo más alejado posible de obstáculos elevados, por lo general varios metros.
2. Altura de captación del aire con respecto al suelo, que estará en función del objetivo final de los análisis que se pretenden realizar, pero se encontrará al menos a 1,5 m de la línea de referencia (o superficie sobre la que se ubica el equipo – suelo, azotea, etc.).
3. Orientación del sistema de captación: Su orientación siempre será en la dirección predominante del viento e intentando evitar situaciones de turbulencias artificiales, por lo tanto, lo más alejado posible del obstáculo, salvo que se pretenda comprobar si el tritio procede de un foco emisor concreto, en cuyo caso se debería orientar en su dirección.

4. Se aconseja que el equipo de toma de muestras esté ubicado dentro de una caseta de protección o en un recinto vallado, donde no sea posible el acceso libre del público en general. Ahora bien, si el sistema de protección es de tipo caseta o similar, el sistema de captación debe estar situado siempre fuera de ésta para que el caudal de aire en el entorno del sistema de captación no se vea perturbado por su presencia. Esto se puede evitar alejándolo ligeramente de sus paredes o colocándolo encima de ella.
5. Es conveniente que el equipo se ubique en zonas sembradas con césped o similares para paliar la entrada de polvo local.
6. Requerimientos eléctricos y de seguridad: En todo caso debe considerarse que tanto las características de los equipos de toma de muestras como su localización pueden estar muy condicionados por su accesibilidad y por las medidas que se adopten para evitar intrusismos, debiendo predominar estas cuestiones sobre otras de índole técnica.

6.3. Sobre la toma de muestras

En este apartado, se debe de indicar:

1. Tipo de muestreo: pudiéndose establecer como:
 - Puntual, cuando la toma de muestras se realiza durante un corto periodo de tiempo, recolectando un volumen predeterminado de aire.
 - Continuo, cuando la toma de muestras se realiza a lo largo de un tiempo más prolongado y de forma continua.

En muestreos de tritio, y con los objetivos de este procedimiento, lo más habitual es la toma continua, aunque en el caso de que se prevea la llegada de una nube radiactiva resulta más indicado efectuar tomas puntuales sucesivas, que pongan de manifiesto la importancia del aporte radiactivo, así como la duración de la contaminación en la atmósfera muestreada. No hay que perder de vista que cualquiera de los anteriores puede ser o no direccional, para determinar la procedencia del tritio

2. Frecuencia y duración de la toma de muestras: La elección de estos parámetros está íntimamente relacionada con los objetivos del muestreo. En muestreos de tritio, y con los objetivos de este procedimiento, lo más habitual es la captación continua con cambio de absorbente cada dos o tres semanas, en función de la humedad relativa del aire, mientras que en los puntuales la duración del muestreo es generalmente igual o inferior a los 20 minutos.

3. Caudal de aspiración: Tanto en las tomas de muestras continuas como puntuales hay equipos en los cuales esta es una magnitud seleccionable, si bien existen otros en los que no lo es.

6.4. 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. Sobre los equipos de toma de muestras y las muestras

La toma de muestras de vapor de HTO se puede hacer por técnicas dinámicas (borboteador) o estáticas (por medio de la condensación criogénica o absorción en un absorbente sólido).

El proceso de muestreo no reviste una gran complejidad desde el punto de vista técnico, puesto que existen diferentes tipos de equipos de toma de muestras adaptados a diferentes condiciones en que esta se puede desarrollar, ahora bien, lo que es más difícil de definir son las antedichas condiciones, puesto que estas van a ser fuertemente dependientes de los objetivos del muestreo.

Como ya se ha indicado, el equipo de toma de muestras consiste fundamentalmente en una bomba de aspiración que hace pasar el aire a través de una o más trampas colocadas en serie, que retienen el vapor de agua.

Desde el punto de vista de este procedimiento, se puntualiza que la muestra debería ser exclusivamente el tritio tomado del aire en forma de HTO, puesto que este es el objetivo del procedimiento desarrollado, o incluso, el vapor de agua absorbido. Sin embargo, sobre lo que se aplican los procedimientos de conservación, etiquetado y remisión al laboratorio de análisis, es sobre toda la trampa que se ha utilizado para absorber el vapor de agua, por lo tanto y sólo con objeto de clarificar la terminología en este documento, se optó por considerar como “muestra” al conjunto: trampa + vapor de agua.

Debido a ello, un aspecto fundamental en la definición de muestra es la elección del absorbente que se incluye en la trampa.

7.1. Elección del absorbente

Lo que diferencia fundamentalmente unos equipos de muestreo de otros, es el tipo de absorbente utilizado en las trampas, de forma global se pueden considerar los siguientes tipos:

- Trampas frías, como por ejemplo serpentines enfriadores provistos de un motor de captación de aire, o bien sistemas metálicos o de vidrio refrigerados por debajo del punto de congelación del agua, generalmente con nitrógeno líquido, a través de los cuales pasa el aire y se condensa el vapor de agua. Las eficiencias de retención son muy altas, del orden del 95% con una sola trampa y del 99% con dos trampas colocadas en serie. Los inconvenientes que presenta son evidentes y están relacionados con el mantenimiento de las condiciones de refrigeración cuando el muestreo es ambiental y se realiza durante periodos prolongados de tiempo en condiciones cercanas al aire libre.

- Frascos borboteadores rellenos con un determinado volumen de agua libre de tritio o de una solución de agua y alcohol. Al realizarse el borboteo, el tritio presente en el vapor de agua se disuelve en la solución utilizada como absorbente. Los inconvenientes de este método radican en la necesidad de tener un agua con contenido muy bajo de tritio y también en las limitaciones existentes en cuanto al volumen de aire que se puede pasar, en función de su humedad, para evitar la saturación del agua.
- Frascos borboteadores rellenos de alcohol es otra de las posibilidades existentes entre los muestreadores comerciales. Presentan la ventaja de una muy alta eficiencia de retención del tritio, pero los siguientes inconvenientes: la alta volatilidad del alcohol, sus propiedades tóxicas e inflamables, el mayor mantenimiento del sistema, puesto que los vapores de alcohol tienden a bloquear las líneas de muestreo y el hecho de no ser reutilizable. Por lo tanto, son equipos muy recomendables para muestreos de corta duración o que se realicen en ambientes cerrados, pero no para muestreos prolongados o que se realicen en condiciones cercanas al aire libre, donde requerirían refrigeración.
- Absorbentes sólidos, como pueden ser los filtros moleculares, el Drierite, las zeolitas o el gel de sílice. El uso del gel de sílice, contenido en frascos de vidrio, es el método más habitual en España. Presenta la ventaja, frente a los frascos borboteadores, de que el tritio presente en el vapor de agua no se diluye en un volumen de líquido y, además, no presenta ninguno de sus inconvenientes, con lo que suele ser un equipo recomendable cuando se realizan muestreos prolongados o al aire libre.

Dadas las diferentes posibilidades y teniendo en cuenta que, en nuestro país, en la mayoría de los casos, el muestreo de tritio en HTO se realiza con objetivos ambientales, al aire libre y durante periodos relativamente prolongados de tiempo, se ha optado por analizar en detalle la toma de muestras con el gel de sílice como absorbente, ubicado en frascos de vidrio (trampas).

7.2. Equipo de toma de muestras

Como ya se ha comentado, el equipo para la realización de la toma de muestras está formado por los siguientes componentes: sistema de captación de aire, línea de transporte, colector con su soporte, bomba de aspiración, controladores y sistema de descarga. En el caso del muestreo ambiental, bastarían los siguientes componentes:

1. Colector: Para tritio en vapor de agua (ver figura 1), en el caso del muestreo ambiental de larga duración, consiste en unas trampas formadas por frascos de vidrio rellenos de gel de sílice colocados en serie, con objeto de optimizar la eficiencia de la captación del vapor de agua que contiene al tritio.

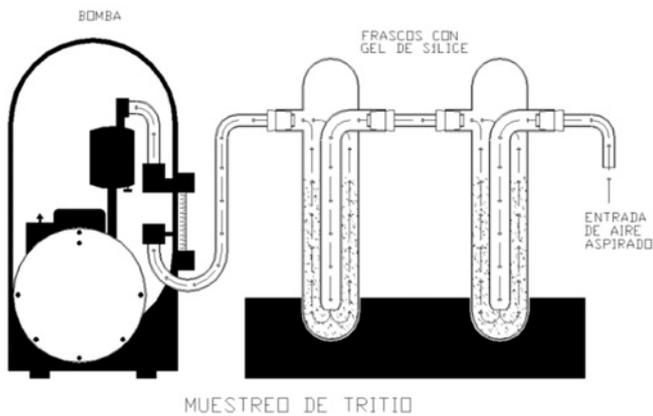


Figura 1: Conexión en serie de las trampas de gel de sílice

2. Bomba de aspiración: Su principal requerimiento es que sean capaces de proporcionar el caudal requerido de modo que, con la elección realizada para el sistema de recolección, se pueda recolectar el agua contenida en el aire ambiente. La bomba debe estar instalada entre el colector y el sistema de descarga. Hay dos tipos en el mercado: aquellas que permiten seleccionar un caudal de aspiración y aquellas en que este parámetro es fijo. Ver figura 2.



Figura 2: Bomba de muestreo de bajo caudal

3. Controladores: Deben ser al menos de dos tipos:
 - Medidores de caudal: cualquier equipo debe de disponer de un caudalímetro que nos proporcione el caudal, volumen captado por unidad de tiempo y, a ser posible, de un totalizador que nos proporcione el volumen total de aire captado. La diferencia entre el valor del caudal seleccionado al iniciar el muestreo y el existente en el momento de retirar las trampas, no es conveniente que supere el 20%. Deberán estar debidamente calibrados.
 - Controladores horarios: que nos permitan determinar el tiempo total de funcionamiento del equipo durante el muestreo.
4. Gel de sílice de granulometría adecuada con indicador.
5. Trampas de vidrio. Ver figura 3.



Figura 3: Trampas de vidrio

De forma opcional: Sistema que garantice la alimentación eléctrica y así evitar las paradas del equipo motivadas por los cortes de tensión.

NOTAS: Se debe asegurar la ausencia de fugas en todas las conexiones entre las trampas y la línea de transmisión.

7.3. Elección del número y características de las trampas

Tal y como se ha señalado en el apartado 6.1 de este procedimiento, para establecer el Programa de muestreo se deberán realizar unos análisis previos a la toma de muestras que incluirán el estudio de las características de la zona, con el fin de garantizar un muestreo representativo y adecuado al fin.

Estos estudios previos son fundamentales, puesto que se deberá tener en cuenta que la capacidad de retención del agua por el muestreador está condicionada por los siguientes parámetros:

- Tipo de gel de sílice: características y grano.
- Dimensiones del frasco de vidrio que forma parte de la trampa: longitud y diámetro.
- La cantidad de gel de sílice contenida en el frasco de vidrio.
- Número de frascos de vidrio puestos en serie.
- Caudal de aspiración.
- Tiempo de recolección.
- Humedad y temperatura ambientales.

Hay que considerar que todas estas características son ajustables, salvo las referentes a la humedad y temperaturas ambientales y, en ocasiones, el tiempo de recolección, que suele venir definido en los Planes de Vigilancia. Tiempo y caudal se suelen seleccionar en función de la cantidad de vapor de agua que se desee tomar para garantizar los límites de detección requeridos.

Por lo tanto, se deberá realizar un estudio previo a la puesta en marcha del muestreo que, teniendo todos estos parámetros en consideración, podría seguir la siguiente sistemática: una vez definidos el punto de muestreo y el tiempo de recolección, se preselecciona cuál va a ser el caudal de aspiración, el número de frascos de vidrio, el nivel de llenado de estos y el tipo de gel de sílice a utilizar. Se realizan una serie de ensayos previos, colocando varias trampas en serie, previamente pesadas, que se vuelven a pesar después de la recolección. Por la diferencia de pesada se calculará el agua retenida en cada una de las trampas. Esto nos permitirá ajustar el número necesario de trampas para asegurar una eficiencia de recolección cercana al 100%, para valores prefijados de los demás parámetros, o bien, analizar la posibi-

lidad de variar alguno de los otros parámetros para que el número de frascos o trampas no resulte excesivo.

Se deberá tener en cuenta para su valoración que:

- A medida que el gel se va saturando de agua, va disminuyendo su capacidad de retención.
- La importancia de este efecto va a depender del tipo de gel, de la humedad ambiental, del caudal de aspiración y del tiempo de recolección.
- La humedad y temperatura ambientales van a ser parámetros variables no solo entre las diferentes zonas de muestreo, sino durante el periodo de tiempo que dura un muestreo.
- En algunos puntos y en muestreos muy prolongados, la importante variabilidad de las condiciones meteorológicas hace que no solo varíe la eficiencia de recolección, sino que incluso se produzcan pérdidas de muestra ya recolectada. Por ello, al margen de esta valoración preliminar de las características del proceso de toma de muestras, será necesario aplicar un criterio de validez para cada muestreo realizado.

Estos ensayos deberán realizarse en cada punto donde se quiera realizar el muestreo y en diferentes condiciones meteorológicas, de entre las representativas de cada punto, para asegurarse de que, en la gran mayoría de ellas, la preselección realizada responde al requerimiento de recoger el vapor de agua atmosférico. Lógicamente, el número de trampas en serie a colocar parece el más sencillo de los parámetros a alterar para obtener una optimización en la recolección.

7.4. Sobre la manipulación de la muestra

Una vez recogidas las trampas estas se deberán manipular con extremado cuidado para evitar su caída y posible rotura y también minimizando la interacción de estas con el aire ambiental.

8. Procedimiento operativo de la toma de muestras

8.1. Consideraciones previas / Precauciones

- Antes de realizar la toma de muestras, el personal responsable de la toma de muestras debe asegurarse de que todo el instrumental se encuentra en perfectas condiciones y que responde al especificado en el Programa de muestreo.
- El personal responsable de la realización de la toma de muestras debe tener la formación y adiestramiento en las técnicas específicas a utilizar.
- Se deberá verificar la limpieza de los frascos antes de la adición del gel de sílice y los contenedores de transporte de muestras.
- Se debe evitar el contacto de los envases utilizados con cualquier tipo de material radiactivo o contaminado para prevenir su contaminación.
- Una vez finalizado el muestreo hay que prestar especial atención a que las trampas de gel permanezcan herméticas hasta su llegada al laboratorio, con el fin de evitar la interacción del gel de sílice con un aire distinto al muestreado.

8.2. Materiales

Para la toma de muestras de vapor de agua se recomienda disponer de los siguientes materiales:

- Taponés para el cierre hermético de las trampas durante su almacenamiento y transporte.
- Plástico con burbujas o similar para envolver las trampas y evitar su rotura durante el transporte.
- Botes o cajas para el transporte de las trampas.
- Balanza.
- Estufa que alcance una temperatura de 250° C.

- Etiquetas adhesivas y ficha de muestreo.
- Rotulador indeleble.
- Gas nitrógeno seco (si se reutiliza el gel de sílice en varios muestreos).
- Horno que alcance una temperatura de 350° C (si se reutiliza el gel de sílice en varios muestreos).
- Equipo de toma de muestras. Es conveniente identificar el orden secuencial de las trampas en el sistema soporte sobre el que se sitúan estas.

Si durante el tiempo de la toma de muestra se observase en el gel de sílice indicador contenido en la última trampa, de entre las colocadas en serie, cambios que demuestren su saturación, se procederá a la retirada de la muestra y se colocarán trampas de gel nuevas. Si esto ocurriese con frecuencia, habría que pensar en la modificación y nueva valoración de los parámetros seleccionados para la realización de la toma de muestras.

8.3. Preparación en el laboratorio de las trampas de gel de sílice

Previamente a la instalación de las trampas en el equipo de muestreo, hay que prepararlas en el laboratorio.

Si se utiliza gel de sílice nuevo en cada muestreo el método es el siguiente:

1. Limpiar y secar los frascos de vidrio.
2. Secar en estufa la cantidad especificada de gel de sílice indicadora a 250°C durante 4h.
3. Llenar los frascos con la cantidad definida de gel de sílice indicadora seca. Figura 4.



Figura 4. Frascos con gel de sílice

4. Cerrar las trampas con los tapones y pesarlas.
5. Introducir las trampas en los contenedores de transporte.

Si el gel de sílice se reutiliza en varios muestreos el método es el siguiente:

1. Limpiar los frascos de vidrio y llenarlos con la cantidad de gel de sílice especificada.
2. Calentar las trampas en un horno con corriente de nitrógeno seco durante una hora a 350° C.
3. Dejar enfriar a temperatura ambiente con corriente de nitrógeno seco.
4. Sacar las trampas del horno y cerrarlas con los tapones.
5. Pesar las trampas.
6. Introducir las trampas en los contenedores de transporte.

8.4. Toma de la muestra

El sistema de muestreo consiste en hacer pasar el aire ambiente mediante la bomba de aspiración y a un caudal definido a través de las trampas de gel de sílice colocadas en serie.

La secuencia de operación es la siguiente:

8.4.1. Inicio de la toma de la muestra

- Verificar el correcto estado de los tubos de conexión entre bomba y trampa.
- Con el equipo parado, poner a cero el controlador de que se dispone. Si el controlador no dispone de puesta a cero, anotar las lecturas presentes.
- Anotar la fecha y hora de inicio de la recolección.
- Instalar las trampas de gel de sílice, previamente pesadas, en el muestreador teniendo en cuenta que queden debidamente aprisionadas por el sistema de fijación. Figuras 5 y 6.





Figuras 5 y 6. Equipos de toma de muestras ya montados



Figura 7. Equipo de toma de muestras montado en campo

- Seleccionar el caudal requerido y poner en funcionamiento el equipo muestreador, anotando fecha y lectura inicial de caudalímetro.

8.4.2. Retirada de la muestra

- Cuando haya transcurrido el tiempo requerido de muestreo, comprobar y anotar el registro del caudalímetro.
- Parar el sistema.
- Anotar fecha y hora y, en su caso, se comprobará la existencia de paradas y su duración.
- Anotar también las lecturas del controlador horario y, en su caso, del totalizador de volumen.
- Retirar las trampas de gel de sílice y taponarlas para evitar pérdidas.
- Identificar las trampas con una etiqueta adhesiva o rotulador indeleble, indicando la información que aparece en el anexo 1 y apartado 8.5.2. de este documento.
- Pesar las trampas lo más rápidamente posible después del muestreo, bien en el almacén intermedio, si lo hubiere, antes de su envío, o bien en el propio laboratorio de análisis a su recepción, si el muestreo se realiza en un entorno cercano y el envío es inmediato.
- Las trampas se deberán enviar debidamente protegidas en plástico de burbujas o similar y en un contenedor adecuado.

8.5. Registro de la toma de muestra

- 8.5.1. Se llevará registro de las actuaciones, dejando constancia de la visita al punto de muestreo mediante formularios para el laboratorio de análisis y etiquetas adhesivas para los contenedores.
- 8.5.2. 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.

- Punto de muestreo.
- Tipo de muestra.
- Fecha de recogida de la muestra.
- Datos del destinatario: laboratorio al cual se debe remitir la muestra y, de no ser él mismo quien realiza la toma de muestras, datos de contacto del laboratorio destinatario.
- Identificación de la persona y/o entidad responsable de la toma de muestras.

En el anexo 1 se incluye un ejemplo de etiqueta para el registro de información en la muestra.

8.5.3. 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 al laboratorio de análisis:

- Referencia de la muestra.
- Tipo de muestra.
- Procedimiento de toma de muestras.
- Punto de muestreo.
- Fecha de recogida de la muestra.
- Datos del destinatario: laboratorio al cual se debe remitir la muestra y, de no ser él mismo quien realiza la toma de muestras, datos de contacto del laboratorio destinatario.
- Duración del muestreo (fecha y hora de inicio y fin de la toma de muestra).
- Volumen total captado, con datos iniciales y finales del totalizador o lectura equivalente.

■ Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico

- Lecturas inicial y final del caudalímetro.
- En su caso, peso de las trampas.
- Observaciones.
- Firma y fecha 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.

En el anexo 2 se incluye un ejemplo de ficha para el registro de información.

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.

9. 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.

En el caso particular de la toma de muestras de vapor de agua, las medidas específicas de control de calidad pueden incluir, entre otras actividades:

- Utilización del gel de sílice: la sistemática general es la utilización de gel de sílice nuevo en cada muestreo. En caso de utilizar el gel de sílice para varios muestreos, se

recomienda realizar una limpieza exhaustiva de este, entre muestreos, para evitar la presencia de tritio residual entre tomas y además realizar las comprobaciones necesarias sobre la capacidad de absorción del agua ya que irá disminuyendo con el paso del tiempo. Se recomienda su cambio cada dos años como máximo (ver apartado 8.3. Preparación en el laboratorio de las trampas de gel de sílice).

- Verificación de la saturación del gel de sílice: verificar que en el intervalo de muestreo no existan cambios significativos en la coloración del gel de sílice contenido en la última de las trampas colocadas en serie, ya que esto indicaría que la trampa está saturada y es necesario proceder a la retirada de la muestra y la colocación de trampas nuevas.
- Verificación de las características del muestreo: pesar siempre las trampas inmediatamente antes y después de la recolección, verificando que en la última de ellas no se obtenga de forma habitual un peso superior al 10% del total recolectado.

Si estas dos últimas situaciones se presentasen con una cierta frecuencia, habría que considerar que las condiciones meteorológicas han cambiado desde la realización del estudio preliminar, que este no se realizó en las condiciones más representativas posible, o bien que la toma de muestras no se está realizando de la forma prevista. En cualquier caso, se deberían verificar las características de la toma de muestras y, en caso de persistir el problema, repetir el estudio preliminar modificando los parámetros seleccionados para la realización del muestreo.

- Verificación del caudal de la bomba: durante el periodo de muestreo se debe verificar con regularidad el correcto funcionamiento del sistema, siendo aconsejable verificar periódicamente el caudal de muestreo y que este no supere una variación de $\pm 20\%$ sobre el establecido.
- Verificación del peso de las trampas: si en la hoja de recogida está cumplimentado el peso final de la trampa, este se cotejará con el peso obtenido en el laboratorio, siendo aconsejable que la diferencia entre ellos no supere el 5%, asegurando así que no ha habido ni entrada de humedad externa al muestreo ni pérdida de muestra por evaporación.

10. Procedimiento operativo en el laboratorio

10.1. Recepción de la muestra

Tres son los aspectos que deben destacarse sobre la recepción en el laboratorio de una muestra de vapor de agua atmosférico para la posterior medida de su contenido en tritio.

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 estén suficientemente selladas o estén rotos los frascos. 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 relativa 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 en tritio 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 documento 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.

10.1.1. 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 muestras, 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.

10.1.2. Acompañando a la muestra durante su preparación

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



10.2. Manipulación y conservación de la muestra

- Las trampas se deberán manipular con extremado cuidado para evitar su caída y posible rotura.
- Se pesarán las trampas completas, el dato obtenido se cotejará con el que está registrado en la hoja de recogida, si estuviera cumplimentado.
- Las trampas se deberán conservar cerradas con los tapones y protegidas con el plástico de burbujas para evitar roturas.
- Se mantendrán en un lugar fresco y seco hasta su análisis.



- Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico

11. Bibliografía

- ASTM D-1066 Standard Practice for Sampling Steam (2018).
- IAEA TECHNICAL REPORTS SERIES No. 421 Management of waste containing tritium and carbon-14 (2004).
- ISO 2889: Sampling airborne radioactive materials from the stacks and ducts of nuclear facilities.
- ISO 20041-1 : Tritium and carbon-14 activity in gaseous effluents and gas discharges of nuclear installations (2022).
- ISO 20045 : Measurement of the radioactivity in the environment – Air – Tritium : Test Method using bubbling sampling (2023).
- Patton, G.W., Cooper, A.T., and Tinker, M.R. “Evaluation of an ambient air sampling system for tritium using silica gel adsorbent columns”, Pacific Northwest Laboratory Richland, Washington (1995).
- Poppy Intan Tjahaja and Putu Sukmabuana, Nuclear Technology Center for Materials and Radiometry, National Nuclear Energy Agency of Indonesia, Bandung Indonesia “The Separation of Tritium Radionuclide from Environmental Samples by Distillation Technique” (2012).
- UNE 77204 Calidad del Aire. Aspectos Generales. Vocabulario.
- UNE-EN ISO 19112:2019. Información geográfica. Sistemas de referencia espaciales por identificadores geográficos. (ISO 19112:2019)



Anexo 1 – Ejemplo de etiqueta de muestra

Tipo de muestra

Punto de muestreo:

Referencia de la muestra:

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:			
Destinatario:		Ref. muestra:	
Dirección Postal:		Proc. muestreo:	
Ref. punto de muestreo:			
Caudal:		Lectura inicial caudalímetro:	
		Lectura final caudalímetro:	
Volumen total captado (m ³)		Lectura inicial totalizador:	
		Lectura final totalizador:	
Duración del muestreo:		Fecha/hora Inicio	
		Fecha/hora Fin	
Duración efectiva de muestreo (h):			
Peso (g) *		Inicial	Final
	Trampa 1		
	Trampa 2		
Observaciones:			
Entidad responsable del muestreo:			
Responsable muestreo:	Fecha:	Firma:	

* Añádanse tantas trampas como sean necesarias

Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de tritio en vapor de agua atmosférico

Colección Informes Técnicos 11.2009
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.14 (Rev.1, 2025)