

Procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio

CSN



Colección
Informes Técnicos 11. 2009
Serie
Vigilancia Radiológica
Ambiental
Procedimiento 1.14

Procedimiento de toma de muestras
de vapor de agua para la
determinación de tritio

Procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio

Autores: M. Herranz Soler, Universidad del País Vasco,
coordinadora
J. P. Bolivar Raya, Universidad de Huelva
E. Liger Pérez, Universidad de Málaga
J. Payeras Socías, Cedex
J. L. Pinilla Matos, Enresa

Colección
Documentos Técnicos 11. 2009
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental



Colección Documentos 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:
Consejo de Seguridad Nuclear
Pedro Justo Dorado Dellmans, 11. 28040 Madrid. España
www.csn.es
peticiones@csn.es

Maquetación: Dispublic, S. L.
Impresión: Gráficas Monterreina, S. A.
I.S.B.N.: 84-95341-41-7
Depósito legal: M-37045-2009

Índice

1. Prólogo	6
2. Introducción y justificación	7
3. Campo de aplicación	9
4. Sistemática de trabajo	10
4.1. <i>Constitución del grupo</i>	10
4.2. <i>Método de trabajo</i>	10
4.3. <i>Bibliografía consultada</i>	10
5. Desarrollo del procedimiento	12
5.1. <i>Generalidades</i>	12
5.1.1. <i>Definición de objetivos</i>	12
5.1.2. <i>Elección de absorbente</i>	12
5.1.3. <i>Definición de terminología</i>	14
5.1.4. <i>Elección de las características del muestreador y de la toma de muestras</i>	14
5.1.5. <i>Control de calidad de la toma de muestras</i>	16
5.2. <i>Procedimiento</i>	17
6. Referencias	18
I. Anexo	20

1. Prólogo

El objeto del presente documento es ofrecer un reflejo detallado del proceso seguido por el Subgrupo de Muestreo en el desarrollo del procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio (H-3) presente en el aire ambiente¹, para la evaluación de su contenido radiactivo.

El Subgrupo de Muestreo está formado por las siguientes personas:

- Margarita Herranz Soler, Universidad del País Vasco/EHU-Coordinadora.
- Juan Pedro Bolivar Raya, Universidad de Huelva.
- Esperanza Liger Pérez, Universidad de Málaga.
- Juan Payeras Socías, Cedex.
- José Luis Pinilla Matos, Enresa.

Con el presente documento se pretende poner a disposición de los interesados una descripción de los objetivos planteados, los criterios aplicados y las bases científicas que los sustentan, las discusiones generadas en torno a ellos, las dificultades encontradas y las conclusiones que han parecido más correctas y que han conducido a la definición y elaboración del contenido de un procedimiento para el muestreo de tritio en vapor de agua.

Dicho procedimiento describe de manera detallada los diferentes pasos que hay que realizar para la obtención de la muestra de tritio y garantizar, al menos, los siguientes aspectos: la obtención de una muestra de tritio que cumpla los objetivos de control y/o representatividad para los que fue recolectada y con las características necesarias para los análisis de tritio que en ella se van a desarrollar, la conservación de estas propiedades hasta el momento en que la muestra se entregue al laboratorio de análisis y, por último, el suministro de los datos necesarios para la caracterización radiológica de la muestra y la trazabilidad del proceso de muestreo.

¹ En adelante, muestra de tritio.

2. Introducción y justificación

Entre los métodos de muestreo de tritio atmosférico disponibles se ha tenido en consideración el más ampliamente utilizado por las instalaciones nucleares.

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. El hidrógeno tiene tres isótopos:

- Protio: tiene un protón y no tiene neutrones y es el más abundante.
- Deuterio: tiene un protón y un neutrón.
- Tritio: tiene un protón y dos neutrones y es el menos abundante.

El tritio tiene una vida media de 12,43 años y decae a ^3He emitiendo radiación beta con una energía máxima de 18,6 keV.

El tritio presente en el medio ambiente es de origen natural y artificial y está presente en el aire en las mismas formas químicas que el hidrógeno. Las mayoritarias son en forma de vapor de agua (HTO) y en forma gaseosa (HT), mientras que los compuestos orgánicos tritiados en la fase vapor o asociados a las partículas, aparecen sólo ocasionalmente en ciertos ambientes.

De entre los sistemas operativos existentes para el muestreo de tritio en forma de vapor de agua, 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 muestreador, constituirán la muestra que se remitirá al laboratorio para la determinación del tritio.

Sin embargo, si se desea muestrear el tritio en fase gaseosa (HT), y de forma secundaria el que aparece formando compuestos orgánicos, 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 HT es despreciable frente a la importancia del tritio en forma de vapor de agua, 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, dosimétricos, control de calidad ambiental, análisis de impacto de una instalación, etc..., son los que van a determinar cuál va a ser el aire objeto de estudio y cuál va a ser el estado químico del tritio que se desee muestrear. Se puede muestrear tritio en el aire presente en la atmósfera de trabajo, tritio en el aire procedente de la emisión de una fuente estaciona-

ria (salidas de chimeneas) o en el propio conducto de emisión (chimenea) o bien el tritio presente en el aire ambiente.

En función de los objetivos del muestreo, de cuál sea el aire a analizar y del estado químico del tritio a recolectar, se deberán tomar las decisiones correspondientes respecto a:

- Elección del muestreador y otras consideraciones respecto a su ubicación física: en la dirección de la emisión para controlar ésta, 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 esta 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 que se sospeche una incidencia mayor de los contaminantes buscados, al margen de cuál sea su posición.
- Punto de toma de muestra: se puede interpretar el que se quiere 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.
- 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.

Atendiendo a todas estas cuestiones, es evidente que hay que restringir cuál va a ser el campo de aplicación y también la definición de objetivos de este documento.

Tomando en consideración los anteriores comentarios, y dado 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 medioambiental, 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: muestreador, ubicación, frecuencia, etc.; esto es, método de muestreo, se ha tenido en consideración el utilizado más ampliamente por las instalaciones nucleares.

3. Campo de aplicación

Muestreo de vapor de agua en el aire y envío de la muestra al laboratorio para análisis de tritio.

Se decidió restringir el objetivo del método presentado excluyendo los objetivos dosimétricos, el muestreo en zonas de trabajo y las salidas de chimeneas, lo que implícitamente, excluye el muestreo de tritio HT, dado su muy rápida dispersión y disolución en la atmósfera en cuanto se aleja del punto de emisión y el tritio que se encuentra formando parte de compuestos orgánicos.

Por lo tanto, se ha delimitado el campo de aplicación del procedimiento al muestreo medioambiental de tritio en forma de vapor de agua, presente en el aire ambiente, que es además el tipo de muestreo encontrado con mayor frecuencia entre los muestreos que se realizan en nuestro país.

El procedimiento elaborado abarca desde la definición de los objetivos de muestreo hasta la entrada de la muestra en el laboratorio, momento en el que debe empezar a aplicarse el procedimiento correspondiente a la manipulación y preparación de muestras de tritio en aire.

4. Sistemática de trabajo

4.1. Constitución del grupo

El grupo de trabajo se constituyó a partir de aportaciones voluntarias de profesionales con años de experiencia en temas de muestreo, aplicados a la obtención de muestras sobre las que realizar determinaciones radiactivas, bien a través de la participación de sus respectivos laboratorios u organismos en redes o planes de vigilancia radiológica ambiental o bien a través de su participación en proyectos industriales y/o de investigación que incluyesen el muestreo de tritio en vapor de agua presente en el aire ambiente.

Se ha hecho especial hincapié en el hecho de que los miembros del grupo constituyan un equipo multidisciplinar, incluyendo profesionales tanto del campo de la investigación y de la docencia, como del industrial.

4.2. Método de trabajo

La sistemática ha sido la habitual de un grupo de trabajo cuyos miembros tienen una amplia dispersión geográfica: reuniones periódicas, contactos postales y telefónicos, y también a través del correo electrónico. Dado que desde los primeros contactos se atisbaron cuáles podían ser los puntos conflictivos se decidió no realizar un reparto de tareas, antes bien, compartir y analizar entre todos toda la información que se pudiera reunir y toda la experiencia que se poseyera en el tema.

Esta sistemática llevó a la elaboración de un primer borrador, que después de enriquecerse con los comentarios recibidos gracias a su difusión entre profesionales pertenecientes a entidades directamente involucradas con la protección radiológica y las medidas radiactivas, ha dado origen a esta versión del procedimiento.

Como paso previo al inicio del desarrollo del presente procedimiento, se distribuyó una encuesta entre los profesionales del sector que se encuentran realizando este tipo de muestreo, con diferentes objetivos, pero todos ellos dentro del campo de la medida y el control radiológico, para recabar información actualizada del estado del arte de la metodología del muestreo ambiental de tritio en vapor de agua en España, con objeto de tomar en consideración las diferentes propuestas que se pueden estar aplicando en función de los objetivos del muestreo.

4.3. Bibliografía consultada

Mientras que para el muestreo de tritio desde el punto de vista de la protección radiológica del personal que trabaja en instalaciones nucleares, existe bastante bibliografía de consulta, no ocurre lo mismo con el muestreo de tritio en vapor de agua.

El principal problema encontrado en la elaboración del procedimiento es que apenas existe normativa nacional o internacional que aplique al muestreo de tritio (vapor de agua) en el aire ambiente para medidas de niveles ambientales, por lo que se ha tenido en cuenta la experiencia acumulada en instalaciones nucleares.

Aunque la bibliografía referente al tema del muestreo de tritio en vapor de agua es escasa, no toda la consultada aparece reflejada en este documento, tan sólo aquella que se ha juzgado como más interesante o cuyo contenido ha sido determinante a la hora de dilucidar respuestas para puntos específicos del procedimiento.

5. Desarrollo del procedimiento

5.1. Generalidades

Los aspectos que se han considerado más importantes en el caso del muestreo de tritio en vapor de agua presente en el aire son los siguientes:

5.1.1. Definición de objetivos

Para poder desarrollar el procedimiento de muestro de tritio en vapor de agua fue necesario definir los objetivos que se pretendían. Los objetivos a lograr con el presente procedimiento han sido: determinar el fondo radiológico de una zona concreta, poner de manifiesto posibles impactos radiológicos mediante el análisis de su evolución, poder realizar el seguimiento de la calidad del aire en un punto determinado, y en la medida de lo posible, realizar comparaciones entre diferentes puntos o estaciones de muestreo.

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 vapor de agua presente en el aire ambiente, 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 sólo hablar de su carácter representativo, sino incluso asegurar que un determinado impacto vaya a ser detectado, dependiendo entre otras cosas, 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.

5.1.2. Elección del absorbente

El muestreo de tritio en vapor de agua, presente en el aire ambiente en general no reviste una gran complejidad desde el punto de vista técnico puesto que existen diversos tipos de muestreadores adaptados a diferentes condiciones en las que éste se puede desarrollar, ahora bien, lo que es más difícil de definir son las mencionadas condiciones, puesto que éstas van a ser muy dependientes de los objetivos del muestreo.

Como ya se ha indicado, el muestreador consiste fundamentalmente en una bomba de aspiración que hace pasar el aire a través de una o más trampas colocadas en serie y que retienen el vapor

de agua; el sistema se completa con un medidor de caudal (caudalímetro). Lo que diferencia fundamentalmente unos muestreadores de otros es el tipo de absorbente utilizado para rellenar las trampas. De forma global se pueden considerar los siguientes tipos:

- Trampas frías. Pueden ser, 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 medioambiental 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 disolución utilizada como absorbente. Los inconvenientes de este método están en la necesidad de tener un agua muy limpia de tritio y también en las limitaciones existentes en cuanto al volumen de aire que 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 condiciones de refrigeración.
- Absorbentes sólidos, como pueden ser los filtros moleculares, el drierite o el gel de sílice. El uso del gel de sílice es el método más habitual en España. Presenta la ventaja, frente a los frascos borboteadores, de que el HTO 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.

Dado el objetivo definido para este procedimiento, que es el muestreo medioambiental, que se va a realizar generalmente al aire libre y durante periodos relativamente prolongados de tiempo, se optó por centrar este procedimiento en el caso del muestreo con el gel de sílice como absorbente.

5.1.3. Definición de terminología

Usar una terminología adecuada y homogénea a la hora de elaborar cualquier procedimiento, reviste una particular importancia, para que todo posible usuario de un procedimiento entienda los términos utilizados con la misma intención con que fueron escritos. En el caso concreto del muestreo de tritio en vapor de agua presente en el aire, existe una terminología en muchos casos ya normalizada, como son las definiciones de muestra representativa, punto de muestreo, etc.

La terminología utilizada, ha sido en líneas generales la presentada en la norma UNE-77204 (UNE-1), y en las norma ISO 2889 (ISO, 1975). Sin embargo especial atención mereció la terminología a utilizar para los siguientes conceptos:

- *Muestreo*: el muestreo ya implica la colección de muestras representativas, por lo tanto será ésta la terminología usada de forma general.
- *Muestreador, captador y colector*: utilizaremos el término muestreador para referirnos al instrumento completo de muestreo, captador para referirnos al sistema de recogida de aire y por último colector para referirnos al sistema que se utiliza para retener el tritio en vapor de agua y que en este caso es la trampa de gel de sílice.
- *Trampa de vidrio con gel de sílice*: en cuanto a la definición de trampa para el muestreo de tritio es el asunto que generó mayores discusiones. Al final se optó por dejar claro que la trampa está constituida por el frasco de vidrio más el gel de sílice que se utiliza para retener el vapor de agua.
- *Muestra*: otra definición que fue objeto de debate, es qué se iba a considerar como “muestra”. En principio ésta debería ser exclusivamente el tritio tomado del aire en forma de HOT, puesto que éste es el objetivo del procedimiento desarrollado, o incluso, el vapor de agua absorbido. Sin embargo sobre lo que se aplica los procedimientos de conservación, etiquetado y remisión al laboratorio de análisis o de preparación de muestras, es sobre toda la trampa con el gel de sílice que ha absorbido 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+gel de sílice+vapor de agua.
- *Controladores*: se considera que los controladores son cualquier tipo de sistema cuyo objetivo sea controlar que los datos necesarios para obtener la concentración de actividad en el aire, volumen de aire recolectado y tiempos de recolección, se proporcionan con la mayor precisión posible. Así como garantizar que la recolección se realiza en las condiciones previstas.

5.1.4. Elección de las características del muestreador y de la toma de muestras

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.

El tiempo de recolección figura en esta lista como parámetro secundario, 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 sólo entre las diferentes estaciones, sino durante el periodo de tiempo que dura un muestreo. Sin embargo, se generaron discusiones en el seno del grupo sobre la conveniencia de establecer recomendaciones con respecto a los demás. Ahora bien, dada la gran variabilidad de estos, no sólo en función del tipo de captador sino también de las características de las trampas, se optó por dejar abierta la elección de todos estos parámetros y que fuera cada entidad responsable del muestreo la encargada de demostrar que, con su elección particular, es capaz de retener el vapor de agua contenido en el aire ambiente.

Para ello el laboratorio o entidad encargada de la toma de muestras deberá realizar un ensayo previo a la puesta en marcha operativa del sistema, que puede ser el siguiente.

Una vez definidos, según los objetivos del muestreo, el punto y el tiempo de recolección, se define cuál va a ser el caudal de aspiración (y por lo tanto la bomba), los frascos de vidrio a utilizar, el nivel de llenado de estos y el tipo de gel de sílice, 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. Si en la última de ellas el agua recogida está por debajo del 10% de la total recolectada, se asumirá que para la configuración preseleccionada y en unas condiciones meteorológicas dadas, ése es el número de trampas que permite recoger el vapor de agua contenido en el aire.

Lógicamente, el número de trampas necesario se puede modificar variando simplemente los parámetros previos: tipo de gel, llenado de los frascos, caudal, etc...sin embargo, el número de trampas a colocar en serie parece el más sencillo de los parámetros a alterar para obtener una optimización en la recolección.

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 contenido en el aire ambiente. Por lo tanto, el laboratorio encargado de la toma o recolección de muestras debe considerar la obtención de registros meteorológicos previos de los puntos donde se va a realizar el muestreo, que incluyan, al menos, los datos de humedad y temperatura.

Sin embargo, y sobre todo en algunos puntos y en muestreos muy prolongados, la importante variabilidad de las condiciones meteorológicas hace que no sólo varíe la eficiencia de la 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.

5.1.5. Control de calidad de la toma de muestras

Se considera que, aún con los parámetros de la toma de muestras previamente definidos, hay que realizar chequeos de su adecuación a las condiciones meteorológicas variables de un determinado punto de muestreo. Para ello deben realizarse dos tipos de controles:

- Verificación de la saturación del gel de sílice. Verificar que en el intervalo de muestreo no existan cambios 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. Pesarse siempre las trampas inmediatamente antes y después de la recolección, verificando que en la última de ellas no se obtenga de forma habitual una cantidad de agua superior al 10% del total recolectado.

Si cualquiera de las dos situaciones anteriores se presentase con una cierta frecuencia, habría que considerar que o bien las condiciones meteorológicas han cambiado desde la realización del estudio preliminar, o bien éste no se realizó en las condiciones más representativas posible, o bien la toma de muestra 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, habría que repetir el estudio preliminar modificando los parámetros seleccionados para la realización del muestreo.

Tanto para la obtención de la actividad de tritio como para la realización de los controles de calidad es importante que no se produzcan pérdidas del agua recolectada. Para ello, es muy importante que la trampa de gel de sílice, una vez preparada, cerrada y pesada, se mantenga lo más herméticamente posible, y que una vez en el muestreador, quede debidamente aprisionada por el sistema de fijación para evitar la entrada de humedad en ella. Al finalizar la recolección debe volver a cerrarse herméticamente hasta el momento de su pesada y posterior procesado.

Los sistemas de control en el muestreador se han considerado muy importantes para la realización del muestreo con garantías. En cuanto a los medidores de caudal de que debe disponer un muestreador –totalizador que nos proporciona el volumen total de aire captado en un intervalo de tiempo determinado y caudalímetro que nos proporcione el caudal de muestro por unidad de tiempo– hubo una opinión generalizada de que es necesario disponer de ellos para garantizar el muestreo de tritio.



Respecto a los controladores horarios, hubo una discusión sobre la necesidad de que el muestreador dispusiese de ellos, y tras un debate se llegó al consenso de que era interesante utilizar estos controladores horarios para que en el caso de avería del muestreador o corte del suministro eléctrico se pueda saber el número de horas de muestreo que se han perdido.

En caso de querer reutilizar el gel de sílice para varios muestreos, la opinión general es que se puede reutilizar, aunque se recomienda cambiarla al menos cada dos años.

5.2. Procedimiento

El procedimiento finalmente desarrollado se presenta como anexo del presente documento.

6. Referencias

- UNE 73320-3. Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. “Toma de muestras, parte 3: Aerosoles y radioyodos”.
- UNE-77204. *Calidad del Aire. Aspectos Generales. Vocabulario*, 1998.
- DOE/EH-0173. *Environmental Regulatory Guide for Radiological Effluent Monitoring and Environmental Surveillance*, 1991.
- ANSI/HPS N13.1-1999. *Sampling and Monitoring Releases of Airborne Radioactive Substances From the Stacks and Ducts of Nuclear Facilities*.
- HASL-300. *Methods of Sampling*. Section 2.2: Air, Vol. I, 1997.
- IAEA. *Technical Reports Series, N° 295: Measurement of Radionuclides in Food and the Environment*, 1989.
- ISO 2889. *General Principles for Sampling Airborne Radioactive Materials*, 1975.
- Kathren, Ronald L. *Radioactivity in the Environment: Sources, Distribution and Surveillance*. Harwood Academic, 1991.
- NRC Regulatory Guide 1.52. *Design, Testing, and Maintenance Criteria for Post-Accident Engineered-Safety-Feature Atmosphere Cleanup System Air Filtration and Adsorption Units of Light-Water-Cooled Nuclear Power Plants*, 1976.
- NRL Report 6054. *Characteristics of Air Filter Media Used for Monitoring Airborne Radioactivity*. By L.B. Lookhart y otros, 1964.
- Oak Ridge Institute for Science and Education. *Air Sampling for Radioactive Materials Course (H-119)*. STP-00-035 2000.
- RAC Report, N° 1-CDC-SRS-1999-Final. *Savannah River Site Environmental Dose, Reconstruction Project*, 2001.
- CEI/IEC 61171. *Radiation protection instrumentation – Monitoring equipment – Atmospheric radioactive iodines in the environment*, 1992.
- CEI/IEC 61172. *Radiation protection instrumentation – Monitoring equipment – Radioactive aerosols in the environment*, 1992.

- Guía de Seguridad CSN, 04.01. *Diseño y desarrollo de Programa de Vigilancia Radiológica Ambiental para Centrales Nucleares*, 1993.
- NFM 60-312. *Mesure de la radioactivité dans l'environnement volumique du tritium atmosphérique, prélevé par la technique de barbotage de l'air dans l'eau*.
- NUREG-1576, EPA 402-B-04-001A, NTIS PB2004-105421. *Multi-Agency Radiological Laboratory Analytical Protocols Manual (MARLAP)*, July 2004.
- Patton, G.W., Cooper, A.T. and M.R. Tinker. "Ambient air sampling for tritium-determination of breakthrough volumes and collection efficiencies for silica gel adsorbent". *Health Physics*, 72: 397-407, 1997.
- Pelto, R.H., C.J. Wierdak and V.A. Maroni. "Tritium Trapping Kinetics in Inert Gas Streams". *Liquid Metals Chemistry and Tritium Control technology Annual Report*, ANL-75-50. Argonne National Laboratory, 1975.
- Bisel, J.C. and C.J. Kershner. "A Study of Catalytic Oxidation and Oxide Adsorption for removal of tritium from Air". *Proceedings of the 2° AEC Environmental Protection Conference*, pp.261, WASH-1332, 1974.

I. Anexo: Procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio

I.1. Objeto	21
I.2. Campo de aplicación	21
I.3. Definiciones	21
I.4. Programa de muestreo	22
I.4.1. Estudios previos	22
I.4.2. Contenido del programa	22
I.5. Muestreador	24
I.5.1. Colector	25
I.5.2. Bomba de aspiración	26
I.5.3. Controladores	27
I.6. Procedimiento operativo	27
I.6.1. Precauciones	27
I.6.2. Preparación de las trampas de gel de sílice	28
I.6.3. Realización del muestreo	28
I.6.3.1. Inicio de la recolección de la muestra	29
I.6.3.2. Retirada de la muestra	30
I.6.3.3. Control de calidad	30
I.6.3.4. Registro de información	30
Anexo 1	32
Anexo 2	33

1.1. Objeto

El objetivo básico del presente procedimiento es establecer el método de muestreo de vapor de agua para la determinación de tritio, presente en el aire ambiente, que permita conocer el fondo radiológico, poner de manifiesto posibles impactos mediante análisis de su evolución, poder realizar el seguimiento de la calidad del aire en un punto determinado y, en la medida de lo posible, realizar comparaciones entre diferentes puntos o estaciones de muestreo. No se contemplan objetivos dosimétricos, ni muestreos en zonas de trabajo ni en salidas de chimeneas.

1.2. Campo de aplicación

El tritio presente en el medio ambiente es de origen natural y artificial. El tritio está presente en el aire en las mismas formas químicas que el hidrógeno: vapor de agua (HTO), gas hidrógeno (HT) y metano (CH₃T).

El campo de aplicación del presente procedimiento es el muestreo medioambiental del vapor de agua para la determinación del tritio² presente en el aire ambiente.

1.3. Definiciones

- *Zona de muestreo*: área geográfica en la cual se quiere analizar el aire ambiente.
- *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 las dos trampas de gel de sílice que contienen el vapor de agua del aire ambiente.
- *Muestreador*: equipo utilizado para la obtención de una muestra, 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.
- *Punto de muestreo*: posición geográfica en la que se ubica el muestreador.
- *Tritio vapor*: es el tritio presente en el vapor de agua ambiente por sustitución de un átomo de hidrogeno por un átomo de tritio.
- *Trampa de vidrio con gel de sílice*: recipiente de vidrio cilíndrico que contiene gel de sílice (absorbedor del vapor de agua) a través del cual circula el aire.

²En adelante, muestra de tritio.

1.4. Programa de muestreo

1.4.1. Estudios previos

Para la realización del programa de muestreo es necesario haber desarrollado los siguientes estudios previos:

- Análisis de características de la zona incluyendo la existencia en ella, o en su posible zona de influencia, de instalaciones susceptibles de emitir tritio en aire.
- Análisis de características del aire: deben conocerse al menos las distribuciones de frecuencias de velocidad y dirección del viento (valores medios anuales, obtenidos preferentemente mediante medidas *in situ* o a partir de mapas eólicos) y su contenido en humedad, así como la temperatura.

1.4.2. Contenido del programa

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

- a) Clasificación de la zona: rural, industrial, urbana, semiurbana o mixta.
- b) Subdivisión de la zona en subzonas, de características lo más homogéneas posible. Esto deberá realizarse en el caso de tratarse de una zona mixta o de que las características de la zona así lo requieran. Como caso concreto, si se pretende evaluar el impacto de una instalación, las subzonas estarán, además, relacionadas con los sectores de la rosa de los vientos centrada en la instalación.
- c) Elección de la ubicación del punto de muestreo en cada subzona, elección que deberá realizarse con el criterio de que dicho punto presente las características utilizadas en la definición de la subzona a la cual debe representar.
- d) Elección del muestreador a instalar en cada punto de muestreo y características de su instalación, entre las que deben figurar:
 1. *Localización*: para evitar turbulencias artificiales en la captación, el muestreador 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 del suelo.
 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. *Sistema de protección del muestreador* (caseta o similar).

5. *Requerimientos eléctricos y de seguridad*: en todo caso debe considerarse que tanto las características de los muestreadores 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 técnico.

e) Definición del muestreo en el que se debe indicar:

1. El tipo de muestreo:

- Puntual, cuando el muestreo se realiza durante un corto periodo de tiempo, recolectando un volumen predeterminado de aire.
- Continuo, cuando el muestreo 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 el muestreo continuo, aunque en el caso de que se prevea la llegada de una nube radiactiva resulta más indicado efectuar muestreos puntuales sucesivos, que pongan de manifiesto la importancia del aporte radiactivo, así como la duración de la contaminación en la atmósfera muestreada.

2. La frecuencia y duración del muestreo: 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. El caudal de aspiración: tanto en los muestreos continuos como puntuales hay equipos en los cuales ésta es una magnitud seleccionable, y otros en los que no lo es.

4. Equipo/material: el equipo y/o material necesario para la realización de la toma de muestras, es al menos, el siguiente:

- Muestreador.
- Gel de sílice.
- Tapones para el cierre hermético de las trampas durante su almacenamiento y transporte.
- Botes o cajas para el transporte de las trampas.

- Balanza.
 - Gas nitrógeno seco.
 - Horno que consiga una temperatura de 350°.
- f) Personal involucrado, características de formación: el laboratorio o entidad que realice el muestreo deberá tener especificado por escrito qué personal es el involucrado en el proceso de muestreo y qué formación mínima deben tener.
- g) Registros (ver epígrafe I.6.3).

1.5. Muestreador

De forma general, consisten en los siguientes componentes: sistema de captación de aire, línea de transporte, colector con su soporte (en este caso, trampa con su absorbente de gel de sílice), bomba de aspiración, controladores y sistema de descarga.

En caso de utilizar una caseta o similar, debe procurarse que el caudal de aire en el entorno del sistema de captación del aire, situado siempre fuera de ésta, no se vea perturbado por su presencia, esto se puede evitar alejándolo ligeramente de sus paredes o colocándolo encima de ella.

Los equipos pueden ser fijos o portátiles, en general estos últimos son los que se utilizan para realizar muestreos de corta duración.

1.5.1. Colector

El colector para tritio en vapor de agua (ver figura 3) 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. Las características del colector: tipo y granulometría del gel de sílice, dimensiones y llenado de los frascos, deben elegirse de manera que la entidad encargada de la recolección sea capaz de asegurar la recolección del vapor de agua contenido en el aire ambiente para el caudal de trabajo elegido. Para ello se pueden realizar ensayos previos con trampas en serie que permitan calcular el número necesario de éstas.



Figura 1. Trampas de vidrio



Figura 2. Trampas de vidrio con gel de sílice

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

Las trampas se sitúan sobre un sistema soporte que garantice su estabilidad. Es conveniente identificar su orden secuencial.

Si en el intervalo de muestreo 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 del muestreo.

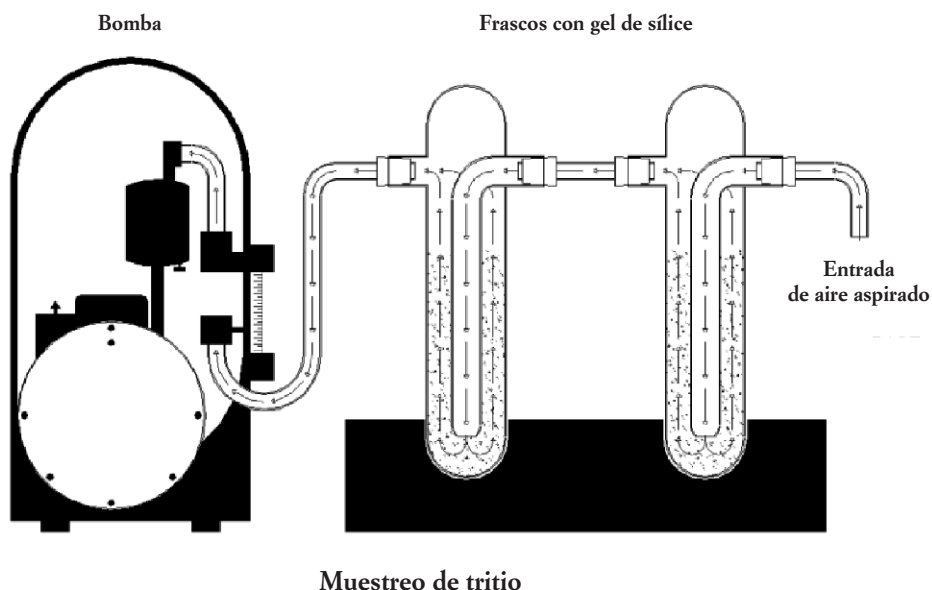


Figura 3. Conexión en serie de las trampas de gel de sílice

1.5.2. Bomba de aspiración

Su principal requerimiento es que sean capaces de proporcionar el caudal requerido para que con la elección realizada para el sistema de recolección, se pueda recolectar el agua contenida en el aire ambiente. Véase epígrafe anterior.

La bomba debe estar instalada entre el colector y el sistema de descarga. Hay dos tipos distintos en el mercado. Aquellos que permiten seleccionar un caudal de aspiración y aquellos que funcionan con éste parámetro fijo.



Figura 4. Bomba de muestreo de bajo caudal

1.5.3. Controladores

Los sistemas de control deben ser al menos de dos tipos:

1. Medidores de caudal: cualquier equipo debe 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 25 %. Deberán estar debidamente calibrados.
2. Controladores horarios que nos permitan determinar el tiempo total de funcionamiento del equipo durante el muestreo.

De forma opcional:

3. Sistema que garantice la alimentación eléctrica. Es conveniente disponer, asociado al muestreador, de un electrogrupo o un SAI (Sistema de Alimentación Ininterrumpida) que evite las paradas del equipo motivadas por los cortes de tensión.

1.6. Procedimiento operativo

De forma general, consisten en los siguientes componentes: sistema de captación de aire, línea de transporte, colector con su soporte (en este caso, trampa con su absorbente de gel de sílice), bomba de aspiración, controladores y sistema de descarga.

1.6.1. Precauciones

En el muestreo de tritio hay que:

- a) Verificar la limpieza de las trampas antes de la adición del gel de sílice y los contenedores de transporte de muestras.
- b) Evitar el contacto de los envases utilizados con cualquier tipo de material radiactivo o contaminado para prevenir su contaminación.
- c) 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.

I.6.2. Preparación 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. El método es el siguiente:

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

I.6.3. Realización del muestreo

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

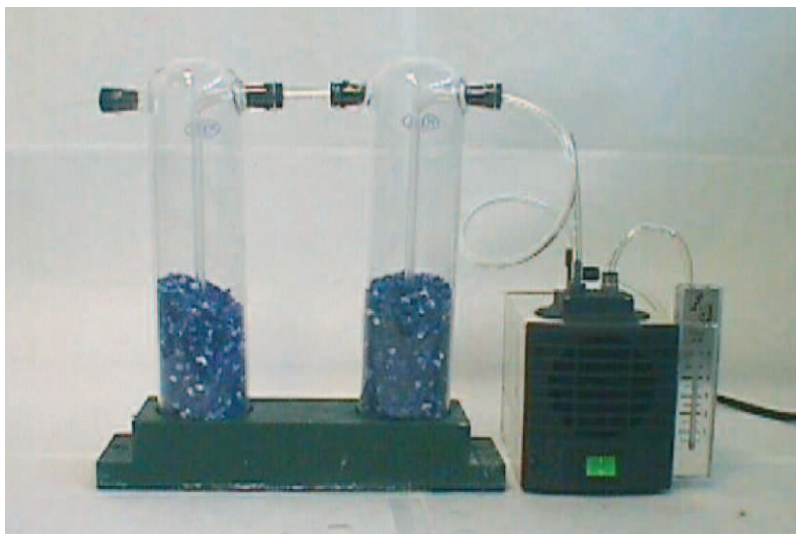


Figura 5. Esquema: sistema de muestreo de H-3

La secuencia de operación es la siguiente:

1.6.3.1. Inicio de la recolección de la muestra

Con el equipo parado, y si los controladores de que se dispone no permiten su puesta a cero, se anotan en la ficha reseñada en el apartado 1.6.3.2, las lecturas del controlador horario y del totalizador del volumen. Si el equipo permite la puesta a cero de estos parámetros así se hará. También se anota la fecha y hora de inicio de la recolección.

A continuación, se instalan las trampas de gel de sílice, previamente pesadas, en el muestreador intentando que queden debidamente aprisionadas por el sistema de fijación.

Después, se selecciona, en su caso, el caudal requerido y se pone en funcionamiento el equipo muestreador, anotando fecha y lectura inicial de caudalímetro.



Figura 6. Sistema de muestreo de H-3 montado en campo



Figura 7. Caseta de muestreo

1.6.3.2. Retirada de la muestra

Cuando haya transcurrido el tiempo requerido de muestreo, antes de parar el sistema, se debe comprobar y anotar el registro del caudalímetro.

A continuación, se detendrá el funcionamiento del equipo, anotando fecha y hora y, en su caso, se comprobará la existencia de paradas y su duración. También se anotarán las lecturas del controlador horario y, en su caso, del totalizador de volumen.

Todas estas anotaciones se realizan en la ficha que aparece en el apartado como anexo 2.

Después, se retirarán las trampas de gel de sílice y se taponarán, evitando la entrada de humedad en ellas.

Las trampas de gel deberán ubicarse en un contenedor adecuado, debidamente etiquetado y sellado para evitar la pérdida de material en su transporte al laboratorio.

El contenedor o contenedores se señalarán con una etiqueta adhesiva que contendrá, al menos, la información reseñada en el apartado I.6.3.4.

Lo más rápidamente posible, después del muestreo, las trampas deben ser pesadas y el dato anotado.

1.6.3.3. Control de calidad

Si con una determinada frecuencia, en la última trampa se recoge una cantidad de agua superior al 10% del total de la recogida en las anteriores, o si el color del gel de sílice, en ella contenida, cambia durante el muestreo, se considerará que o bien el muestreo no se ha realizado conforme a las condiciones definidas o bien los parámetros de muestreo no son los adecuados y se procederá a su variación.

El gel de sílice se podrá reutilizar, para evitar comprobaciones sobre la estabilidad de sus características, se recomienda su cambio cada dos años como máximo.

1.6.3.4. Registro de información

- En la muestra (las trampas de gel de sílice) deberán figurar los siguientes datos:
 - Referencia de la muestra.
 - Tipo de muestra.
 - Datos del destinatario, laboratorio al que se debe remitir la muestra.

- Identificación de la persona y/o entidad responsable de la toma de muestras.
- Fecha.

Ver como ejemplo la ficha que figura en el anexo 1.

Los cuatro últimos datos se podrán obviar si el muestreo se realiza de tal manera que no sea preciso remitir la muestra.

- En la ficha que acompaña a la muestra (o muestras) al laboratorio, deberá figurar, al menos, la siguiente información:
 - Tipo de muestra.
 - Datos del destinatario, laboratorio al que se debe remitir la muestra.
 - Referencia de la muestra.
 - Procedimiento de muestreo.
 - Datos necesarios para calcular el volumen captado.
 - Duración del muestreo.
 - Duración efectiva del muestreo según el controlador horario.
 - Peso de las trampas antes y después del muestreo o, peso del agua recogida en cada trampa.
 - Identificación de la persona y/o entidad responsable de la toma de las muestras.
 - Fecha de muestreo.
 - En el apartado de observaciones deberá de figurar, entre otras cosas, si se ha observado alguna modificación en la coloración del gel de sílice de la última trampa y si esto ha requerido su cambio.

Ver como ejemplo la ficha que figura en el anexo 2.

Anexo 1

Ejemplo de ficha de envío de la muestra

Tipo de muestra:	
Destinatario:	Referencia de la muestra:
Dirección postal:	
Responsable muestreo:	Fecha del muestreo:

Anexo 2

Ejemplo de ficha de envío de la muestra

Tipo de muestra:				
Destinatario:		Referencia de la muestra:		
Dirección postal:		Procedencia del muestreo:		
Referencia del punto de muestreo:				
Caudal:		Lectura inicial del caudalímetro:		
		Lectura final del caudalímetro:		
Volumen total captado (m ³):		Lectura inicial totalizador:		
		Lectura final totalizador:		
Duración del muestreo:		Fecha/hora inicio:		
		Fecha/hora fin:		
Duración efectiva del muestreo (h)*:				
Peso:			Inicial:	Final:
		Trampa 1:		
		Trampa 2**:		
Observaciones:				
Entidad responsable del muestreo:				
Responsable del muestreo:		Fecha:	Firma:	

* En su caso, considerando posibles paradas.

** Añádanse tantas trampas como sean necesarias.

Colección Informes Técnicos: Serie Vigilancia Radiológica Ambiental

- 1.1. *Procedimiento de toma de muestras para la determinación de la radiactividad en suelos: capa superficial.*
CSN, 2003 (22 págs.)
- 1.2. *Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de suelo para la determinación de la radiactividad.*
CSN, 2003 (20 págs.)
- 1.3. *Procedimiento para la evaluación de incertidumbres en la determinación de la radiactividad ambiental.*
CSN, 2003 (92 págs.)
- 1.4. *Selección, preparación y uso de patrones para espectrometría gamma.*
CSN, 2004 (44 págs.)
- 1.5. *Procedimientos de determinación de los índices de actividad beta total y beta resto en aguas mediante contador proporcional.*
CSN, 2004 (18 págs.)
- 1.6. *Procedimiento para la determinación de la concentración de Sr-89 y Sr-90 en suelos y sedimentos*
CSN, 2005 (64 págs.)
- 1.7. *Procedimiento de toma de muestras de aerosoles y radioyodos para la determinación de la radiactividad.*
CSN, 2005 (28 págs.)
- 1.8. *Procedimiento para la recepción, conservación y preparación de muestras de aerosoles en filtros de radioyodos en carbón activo para la determinación de la radiactividad ambiental.*
CSN, 2005 (28 págs.)
- 1.9. *Procedimiento para la determinación del índice de actividad alfa total en muestras de agua. Métodos de coprecipitación y evaporación.*
CSN, 2005 (32 págs.)
- 1.10. *Procedimiento de toma de muestras de sedimentos para la determinación de la radiactividad ambiental*
CSN, 2007 (26 págs.)
- 1.11. *Procedimiento para la conservación y preparación de muestras de sedimento para la determinación de la radiactividad ambiental.*
CSN, 2007 (30 págs.)
- 1.12. *Procedimiento de toma de muestras de la deposición total para la determinación de la determinación de la radiactividad.*
CSN, 2007 (28 págs.)

- 1.13. *Procedimiento para la preparación de muestras de agua para determinar la actividad de emisores gamma. Retención de yodo y extracción selectiva de cesio.*
CSN, 2007 (36 págs.)
- 1.14. *Procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio.*
CSN, 2009 (36 págs.)

Procedimiento de toma de muestras de vapor de agua para la determinación de tritio

Colección Informes Técnicos 11. 2009
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.14