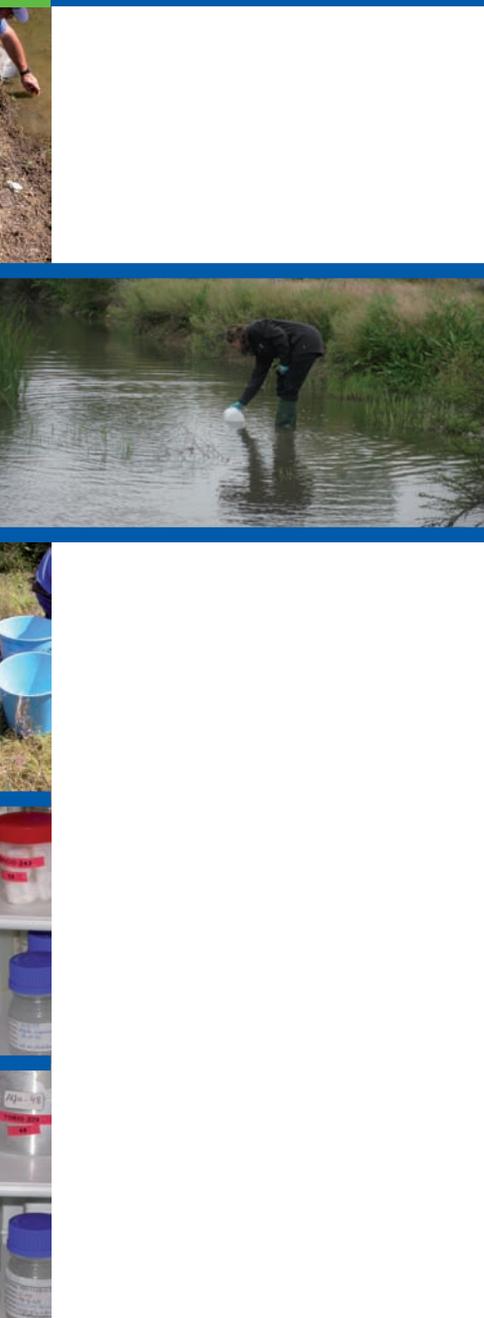


Procedimiento para el muestreo, recepción y conservación de muestras de agua para la determinación de la radiactividad ambiental

CSN



Colección
Informes Técnicos 11. 2009
Serie
Vigilancia Radiológica
Ambiental
Procedimiento 1.15

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

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

Autores: M. Herranz Soler, Universidad del País Vasco
coordinadora
E. Navarro Anglés, Universidad de Valencia
J. Payeras Socias, Cedex
J. L. Pinilla Matos, Enresa

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

Colección
Documentos Técnicos 11. 2009
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental



Colección Informes Técnicos
Referencia INT-04.07

Agradecemos la colaboración de las instituciones y laboratorios citados en este documento, y de las personas que desarrollan en ellos su labor, gracias a las cuales se dispone de los procedimientos elaborados.

© Copyright 2009, Consejo de Seguridad Nuclear

Edita y distribuye:
Consejo de Seguridad Nuclear
Pedro Justo Dorado Dellmans, 11. 28040 Madrid. España
Teléfono (91) 346 0100 - Fax (91) 346 0558
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:

Impreso en papel  FSC

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 de trabajo</i>	10
4.2. <i>Método de trabajo</i>	10
5. Desarrollo del trabajo	11
5.1. <i>Consideraciones previas:</i>	11
5.2. <i>Sobre el diseño de los programas de muestreo</i>	13
5.2.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	13
5.3. <i>Sobre las técnicas de muestreo</i>	16
5.3.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	16
5.4. <i>Sobre la conservación y manipulación de muestras</i>	20
5.4.1. <i>Sobre los materiales</i>	20
5.4.2. <i>Sobre la conservación de la muestra</i>	21
5.4.3. <i>Sobre la acumulación de muestras</i>	25
5.5. <i>Sobre la recepción de las muestras de aguas en el laboratorio</i>	25
5.5.1. <i>Desarrollo procedimental</i>	27
5.6. <i>Esquema del desarrollo en el laboratorio</i>	28
6. Referencias	30
Anexo I	31
Anexo II	32

1. Prólogo

El presente documento informa sobre los objetivos, procesos y contenidos esenciales que los subgrupos de Muestreo y de Conservación y Preparación de Muestras estiman deben formar parte del procedimiento a seguir para el correcto muestreo, recepción, conservación y preparación de muestras de agua continentales, marinas y residuales, antes de efectuar la determinación de su contenido radiactivo, y siempre que éste sea calificable de ambiental.

En el presente documento se describen, de entre los objetivos establecidos, los criterios aplicados, los procesos seguidos y los contenidos existentes en la norma UNE-EN ISO 25667 sobre “Calidad de agua. Muestreo.” Parte 1: “Guía para el diseño de los programas de muestreo” (UNE01); Parte 2: “Guía para las técnicas de muestreo” (UNE02), y Parte 3: “Guía para la conservación y la manipulación de muestras” (UNE03); aquellos que deben llevarse a cabo cuando el objetivo es la determinación de la radiactividad ambiental en muestras de agua. Concretamente, se especifican las acciones que deben ejecutarse para el correcto muestreo, traslado y recepción en el laboratorio de este tipo de muestras, así como para su registro, conservación y preparación, previa a la eventual separación radioquímica y en todo caso, previa a la medida de su contenido radiactivo.

Con la utilización de este procedimiento, se debe poder garantizar al menos los siguientes aspectos:

Referente al muestreo, se debe garantizar que la muestra obtenida es la adecuada para dar cumplimiento a los objetivos descritos en el programa de muestreo, que es representativa de la masa de agua objeto de estudio. Esto implica que el punto de muestreo ha sido correctamente seleccionado, y que el proceso de muestreo no ha alterado de forma apreciable las características de dicha agua, fundamentalmente las radiactivas, aunque no exclusivamente.

Referente a la conservación y preparación de las muestras, hay dos aspectos que condicionan extraordinariamente la calidad de los resultados que se obtienen en el análisis del contenido radiactivo existente en las muestras de agua. En primer lugar, se debe facilitar la preservación temporal de las citadas muestras, detallando los procedimientos a aplicar para que las muestras de agua, una vez tratadas, mantengan su composición original en los elementos que se vayan a analizar. Y en segundo lugar, se debe asegurar que los diferentes ensayos se ejecutan sobre alícuotas de la muestra del agua originalmente recolectada, que poseen propiedades y composición idénticas entre sí y a su vez idénticas a las de la muestra de agua de la que proceden.

2. Introducción y justificación

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

Antes de iniciar el proceso de toma de muestras, es necesario haber establecido el programa de muestreo, como documento imprescindible en el que definir los puntos de muestreo, la frecuencia y duración de recogida de las muestras, los procedimientos y equipamientos a utilizar y otras cuestiones prácticas referentes a la aplicación del sistema de calidad al proceso de toma de muestras. La elaboración de un programa de muestreo pasa por tener claramente definidos sus objetivos, tanto los más generales como los requisitos particulares. La relación entre estos objetivos y el programa de muestreo va a depender mucho de cuál sea el tipo de agua a muestrear y también de la extensión de la masa de agua sobre la que se pretenden realizar los análisis. Sin embargo, hay unos puntos básicos y comunes a cualquier situación, que ayudan a definir un programa de muestreo, a partir de una clara definición de los objetivos. La norma UNE-EN ISO 25667-1 (UNE01), anteriormente citada, plantea de forma general todas estas cuestiones y una parte no desdeñable de ellas son aplicables al muestreo de aguas para determinar su contenido radiactivo.

Las técnicas existentes para el muestreo de agua son muy variadas, dependiendo no sólo del volumen de agua que se desea muestrear, sino también del lugar en donde se va a tomar esa muestra, del tipo de ésta, etcétera y de los análisis que sobre ella se vayan a realizar. La norma UNE-EN ISO 25667-2 (UNE02), anteriormente citada, plantea la definición de los posibles tipos de muestras, así como de los materiales con los que efectuar el muestreo (los diferentes tipos de éstos aparecen detallados en otras partes de la misma norma). Una parte de estas descripciones son aplicables al muestreo con el objetivo de determinar el contenido radiactivo.

Una vez recolectada una muestra de agua, para determinar su contenido radiactivo, debe someterse a una serie de procesos consecutivos. Estos van desde su conservación, transporte al laboratorio y recepción, hasta la eventual extracción de alícuotas para efectuar sobre cada una de ellas las correspondientes determinaciones, garantizando en todo caso que cada una de dichas alícuotas, son a su vez representativas de la muestra de agua inicial. Como consecuencia de todos estos procesos, pequeñas variaciones en la forma de manipular, conservar y/o de preparar cada muestra para determinar el citado contenido radiactivo, pueden afectar considerablemente a los resultados, aspecto éste que tiene una singular relevancia para muestras de agua con características radiactivas calificables de ambientales, dado que en ellas las actividades que se pretenden cuantificar son normalmente muy próximas a los límites de detección de los procedimientos de medida. La norma UNE-EN ISO 5667-3 (UNE03), anteriormente citada, analiza de forma general todas estas cuestiones, dando recomendaciones sobre manipulación, tipos de recipientes, técnicas y tiempos de conservación recomendados antes de iniciar los análisis para diferentes determinaciones (ver tabla 4 de la citada norma).

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

Por todo lo cual y dado que la utilización de procedimientos consensuados entre laboratorios expertos, permite reducir en gran medida las posibles diferencias que pueden producirse en los resultados obtenidos, ha parecido conveniente extraer y comentar de las normas (UNE01, UNE02 y UNE03) todos aquellos procesos que es necesario llevar a cabo para el correcto muestreo, conservación, recepción y preparación de muestras de agua sobre las que determinar su contenido radiactivo.



3. Campo de aplicación

Este procedimiento es de aplicación a cualquier muestra de agua, de origen continental, marina o residual en la que deseemos conocer su contenido radiactivo, con tal de que ésta posea niveles de actividad dentro del rango de valores calificable de habitual en muestras ambientales.

El campo de aplicación se circunscribe al muestreo, conservación y preparación realizados sobre cualquier tipo de muestra de agua, ya sea su origen continental (incluyendo aguas de lluvia), residual o marino.

El único prerrequisito a tener en cuenta es que sea esperable que los contenidos radiactivos existentes en las muestras de agua a tratar sean calificables de ambientales, es decir que sean del orden de magnitud de los que normalmente se detectan en aguas no especialmente contaminadas, ni con elevados contenidos radiactivos naturales, de forma que no se precise adoptar medidas adicionales de protección radiológica para proteger al personal del laboratorio contra las radiaciones ionizantes (BOE01) durante la manipulación de dichas muestras, ni medidas para evitar la transferencia no deseada, dentro del propio laboratorio, de cantidades mensurables de radiactividad a través de los materiales y de los equipos utilizados.

4. Sistemática de trabajo

4.1. Constitución del grupo de trabajo

Este documento ha sido elaborado de forma coordinada por dos subgrupos de trabajo: el subgrupo de Muestreo y el de Conservación y Preparación de Muestras. Ambos se han constituido con aportaciones voluntarias de profesionales con años de experiencia en los temas objeto del presente documento, bien a través de la participación de sus respectivos laboratorios u organismos en planes de vigilancia radiológica o bien a través de su participación en proyectos industriales y/o de investigación. Se ha hecho especial hincapié en que los miembros de los dos grupos 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 experiencia profesional y el rastreo y análisis de la amplia bibliografía existente sobre el muestreo y conservación de aguas, llevó a la conclusión de que la norma ISO 5667– “Water Quality”, (en estos momentos consta de 19 partes, de las cuales seis ya han sido asumidas como normas europeas y por lo tanto como normas UNE), constituye el documento básico y general a partir del cual realizar el muestreo, la conservación y la preparación de muestras de agua, cuando el objetivo sea la realización, sobre este tipo de muestras, de determinaciones radiactivas. Este supuesto se encuentra incluido en los documentos citados anteriormente.

Ahora bien, al ser esta norma de aplicación general, sea cual sea el tipo de determinación a realizar, parece conveniente entresacar de ella los aspectos concretos de su aplicación al caso de las medidas radiactivas, enriqueciéndolo, en su caso, con aportaciones procedentes de otras fuentes bibliográficas y de la propia experiencia profesional. Éste es el objetivo del presente documento.

La sistemática de trabajo ha sido la habitual de los grupos de trabajo cuyos miembros tienen una amplia dispersión geográfica: reuniones periódicas, y comunicaciones personales.

De esta manera se escribió un primer borrador del documento, basándose fundamentalmente en las normas UNE –EN/ISO 5667 partes 1, 2 y 3, (UNE01, UNE02 y UNE03), transposición de la norma ISO anteriormente citada y que aparecen referenciadas al final de este documento.

Este primer borrador se estudió por todos los componentes de los grupos implicados, y propusieron las correcciones que estimaron oportunas.

A continuación, se procedió a comentar las objeciones indicadas por cada componente, llegando a un consenso entre todos los integrantes del grupo de trabajo en la versión final que ahora se presenta en este documento.

5. Desarrollo del trabajo

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

5.1. Consideraciones previas

La variabilidad existente en la casuística ligada al análisis del contenido radiactivo de las aguas, hace que sea sumamente difícil establecer una serie de reglas generales, suficientemente detalladas, que abarquen todos los casos posibles. De hecho, el *modus operandi* concreto más adecuado en cada caso, depende entre otros de:

- Tipo de agua a analizar: continentales, marinas o residuales.
- Características físico/químicas concretas de cada tipo de agua.
- Tipo de radionucleidos a cuantificar, a modo de ejemplo: ^{226}Ra , ^{137}Cs , ^{131}I o ^3H .
- Rapidez con que pueden trasladarse las muestras desde el punto de muestreo a los laboratorios de análisis, así como la distancia entre ellos.
- Características del punto de muestreo.
- Temperatura ambiente.

Todas estas circunstancias deben considerarse cuidadosamente en el diseño de los programas de muestreo y análisis de las muestras de agua. En este sentido, cobran particular importancia dos aspectos a tener en cuenta, el filtrado o no de las aguas y su estabilización. La regla general para ambas actuaciones es que siempre deben llevarse a cabo, cuando sean precisas, en el orden indicado, primero se procede al filtrado de la muestra acuosa e inmediatamente después se la estabiliza. Estas actuaciones, por otra parte, han de ejecutarse tras recolectar la muestra tan pronto como sea técnicamente posible.

Por lo que respecta a llevar a cabo o no el proceso de filtración de la muestra acuosa, a continuación adoptaremos un criterio general, inspirado por un lado en lo indicado en la norma ISO97 y por otro en la consideración de que la ingestión de agua es una de las principales vías de exposición de las personas en relación con la protección radiológica y por ello asumiremos que las aguas potables no se filtran, ya que tampoco se realiza normalmente este proceso en los hogares, de manera previa a su ingesta. Por el contrario, a los restantes tipos de agua les aplicaremos o no este tratamiento en función de los objetivos del muestreo. En estos casos debe estar perfectamente

establecido lo que se va a considerar como materia en suspensión, definiéndose para tal fin el sistema de filtrado y el tamaño de poro del filtro utilizado, así como si sobre esta fracción se va a realizar o no algún tipo de análisis.

En el caso particular de los Programas de Vigilancia Radiológica Ambiental, y como norma general, no se deben filtrar las muestras de agua. Ahora bien, cuando se trate de aguas con alto contenido en residuos terrosos, o en el caso en que se requiera distinguir entre fracción soluble e insoluble, el procedimiento deberá establecer el tipo de filtración y el tamaño de poro del filtro a utilizar. En tales supuestos, se realizarán los mismos tipos de análisis radiológicos tanto sobre la fracción particulada como sobre la soluble.

Con respecto a la estabilización de la muestra acuosa, cabe indicar que con este término se describe el proceso al que debe someterse el agua inmediatamente tras el filtrado, en su caso, para garantizar, a modo de ejemplo, que se elimina a efectos prácticos la probabilidad de que las sales existentes en la misma precipiten o se adsorban por las paredes del recipiente que la contiene; y en definitiva, para garantizar que su contenido radiactivo permanece homogéneo y estable y que sólo se modifica con el tiempo por su desintegración radiactiva.

Los criterios generales de estabilización, relacionados con el tipo de determinación a realizar, aparecen reflejados en la tabla 4 de la norma UNE – EN/ISO 5667 parte 3 (UNE03) ya citada. En esta tabla también se presentan los tiempos máximos de conservación recomendados antes del análisis. El detalle del procedimiento específico a aplicar en el laboratorio aparece descrito en el apartado 5.4.2. de este documento.

Como se puede observar en la citada norma UNE, la refrigeración entre 1 y 5°C es el método de estabilización más ampliamente recomendado, seguido de la acidificación con nítrico, a diferentes pHs según la determinación a realizar, salvando análisis específicos, como el del tritio, en el cual la acidificación no debe utilizarse y el del yodo, que debe estabilizarse con hipoclorito de sodio.

Tanto la refrigeración como la estabilización, deben realizarse preferentemente en el momento mismo del muestreo. Sin embargo, la diferente casuística que se presenta en la realización de los muestreos, dificulta en ocasiones que se puedan llevar a cabo los citados procedimientos de estabilización de la muestra inmediatamente después de su muestreo, debiéndose realizar en consecuencia la matización de la mencionada regla.

De forma general, tras el muestreo sucede una de estas secuencias:

1. Realización del muestreo y remisión inmediata de la muestra al laboratorio, al que llega en el mismo día, para su preparación y análisis.
2. Realización del muestreo y remisión de la muestra al laboratorio, al que llega transcurridos unos pocos días, para su preparación y análisis.
3. Realización del muestreo y almacenamiento temporal de las muestras antes de su remisión al laboratorio para su preparación y análisis.

En cada uno de estos supuestos, es posible que las muestras deban filtrarse antes de su estabilización, lo que frecuentemente es difícil de realizar en el propio punto de muestreo.

En los tres supuestos anteriores debe tenerse en cuenta que a pesar de que la norma UNE-EN/ISO 5667 (UNE03) establece que el proceso de estabilización debe realizarse inmediatamente después del muestreo, dadas las dificultades logísticas que pueden aparecer en la ejecución de algunos programas de muestreo, se considera suficiente que la estabilización de la muestra se efectúe antes de 8 horas después de la realización del muestreo. Lo que implica que tanto en el supuesto 2, como en el 3, ésta debe llevarse a cabo antes de su remisión al laboratorio.

En el supuesto 1, se asume que la muestra puede estabilizarse, y en su caso filtrarse, una vez recepcionada en el laboratorio de preparación y análisis, siempre que el tiempo que transcurre entre el muestreo y dicha estabilización no supere las citadas 8 horas y si durante las mismas no se la ha sometido a elevadas temperaturas, ni a la acción directa del sol. En caso contrario, deberá estabilizarse con anterioridad a su llegada al laboratorio.

Hay que señalar que si se elige la refrigeración como método para la estabilización de la muestra, la entidad encargada de la realización del muestreo debe poder garantizar que la cadena de frío no se rompe desde el momento mismo del muestreo, hasta su entrega en el laboratorio.

En cualquier caso, cada entidad de toma de muestras debe tener puestos a punto los correspondientes procedimientos, suficientemente detallados y probados, con los que puedan demostrar que con el procedimiento de estabilización seleccionado, se garantiza el fin perseguido, es decir, que se entrega la muestra al laboratorio de preparación y análisis en las debidas condiciones de conservación.

5.2. Sobre el diseño de los programas de muestreo

5.2.1. Desarrollo procedimental

5.2.1.1. Definición de objetivos

Cualquier programa de muestreo deberá contener, o al menos referenciar, aspectos como la posición de los lugares de la toma de muestras, la frecuencia, la duración y los procedimientos operativos para estas tomas, donde se incluyen consideraciones como las características del personal que las van a realizar, los registros a rellenar, etc..

Para llegar a definir estos aspectos es fundamental el establecimiento previo de los objetivos. Sin entrar en las razones particulares que hacen necesario el establecimiento de un programa de muestreo –una lista de los cuales viene perfectamente detallada en el apartado 4 de la norma (UNE01)–, se pueden definir tres objetivos principales:

1. Control de calidad, que generalmente comprende el control de la radiactividad en un momento dado, para compararla con unos límites previamente fijados. Los resultados se utilizan para decidir procesos de corrección a corto plazo.
2. Caracterización de la calidad, es decir caracterización del contenido radiactivo durante un periodo de tiempo dado. Los resultados se utilizan en el marco de un control a largo plazo, programas de investigación, etc.
3. Identificación de fuentes de contaminación.

5.2.1.2. Aspectos de seguridad

Es imposible tomar en consideración todas las diversas situaciones que se pueden llegar a plantear al realizar un muestreo de aguas, pero de forma general, la persona responsable del programa de muestreo y de la toma de muestras debe asegurarse de que se han tenido en cuenta todas las medidas de seguridad y de que el personal encargado de la realización de la toma de muestras, conoce las precauciones a adoptar para llevarlas a cabo.

Algunas consideraciones particulares, de entre las que aparecen plasmadas en la norma UNE01, son:

- Deben tomarse en consideración las condiciones climatológicas. A modo de ejemplo, si el muestreo debe realizarse bajo una capa de hielo, debe controlarse su espesor y resistencia.
- Deben evitarse los puntos de muestreo peligrosos, y de resultar imposible, el muestreo lo llevará a cabo, preferentemente, más de una persona.
- Los puntos de muestreo deben encontrarse en zonas que sean accesibles y cuyo acceso se pueda mantener expedito incluso en condiciones climatológicas adversas.
- Hay que prestar especial atención al empleo de material eléctrico, dado que su uso cerca del agua puede comportar peligro de electrocución.

5.2.1.3. Consideraciones relativas al muestreo

Hay que evitar que el procedimiento operativo de muestreo perturbe las características de la muestra que se pretende medir.

- En función de los objetivos del muestreo, puede ser necesario obtener muestras compuestas, que pueden tener un carácter bien temporal o bien espacial. Las primeras permiten obtener una mejor estimación del valor medio (temporal) de la concentración de actividad en el agua. Por su parte, las compuestas por diferentes puntos de la misma masa de agua, permiten obtener una mejor estimación del valor medio (espacial) de la concentración de actividad en el agua.
- El lugar de toma de muestras debe quedar perfectamente identificado.

- Si el muestreo se va a realizar en una corriente de agua, lo ideal es que ésta se encuentre en régimen turbulento, para que el agua esté bien mezclada. Deben tomarse precauciones cuando la corriente se encuentra en un flujo laminar, ya que puede venir acompañada de la formación de capas de agua con diferentes características en su seno.
- En ciertos tipos de agua (por ejemplo, ríos poco caudalosos, pequeños estanques...) unas fuertes variaciones meteorológicas pueden repercutir en la medida de la concentración de actividad. Por lo tanto, las consideraciones meteorológicas deben anotarse y en su caso, tenerse en cuenta a la hora de interpretar los resultados.

5.2.1.4. Consideraciones sobre algunos tipos de muestras de aguas

Las aguas suelen catalogarse en tres grandes tipos: continentales, marinas y residuales. Dentro del primer grupo se engloban las aguas de consumo, envasadas o no, las de precipitaciones, las de ríos, lagos, pozos, etcétera, así como las tratadas no destinadas al consumo humano, como son las de piscinas y las de sistemas de refrigeración entre otras. Los tres grandes tipos de aguas mencionados entran dentro de las tipologías de muestras que inicialmente son objeto de este documento.

Los muestreos de todos y cada uno de estos tipos de agua tienen una serie de consideraciones específicas, más o menos amplias, que aparecen detalladas en las diferentes partes de la norma ISO 5667, norma matriz de las UNE01, UNE02 y UNE03 en las que se basa el desarrollo del presente documento. Sin embargo, para cada uno de los referidos grupos diferentes de aguas, se pueden realizar unas consideraciones de tipo general:

- *Precipitaciones*: el punto de muestreo debe elegirse de manera que se evite la presencia de materias extrañas ajenas a la precipitación. Se deben prever los sistemas térmicos necesarios para, en su caso, evitar la congelación de la muestra y mantener operativo el sistema de captación.
- *Estuarios, aguas costeras, mares y océanos*: la zona sometida a estudio debe estar claramente delimitada y el punto de toma de muestras que en ella se defina debe ser representativo de la zona, considerando que las mareas, el tráfico marítimo, la proximidad de la costa, las descargas, etc..., pueden afectar a las características del agua que se muestrea, dejando de ser representativa de la zona de estudio.
- *Ríos y cursos de agua*: tratándose de un medio no estacionario, la ubicación del punto de muestreo va a depender en gran medida de los objetivos de éste, teniendo además que tomar en consideración el hecho de que la presencia de fuertes corrientes o estratificaciones puede obligar a realizar muestreos compuestos, tanto transversales como longitudinales al curso.
- *Canales de navegación*: en este caso se deben adoptar las mismas precauciones que en los ríos, teniendo en cuenta los posibles cambios de sentido del flujo y el aumento de la estratificación debido a las mayores condiciones de reposo del agua con respecto a de los ríos.

- *Embalses de almacenamiento y lagos*: la ubicación de los puntos de muestreo dependerá mucho de los objetivos de éste. No obstante, como consideración importante hay que señalar que las tomas de agua deben realizarse en los puntos de llenado, así como en los de vaciado de dichos embalses y/o lagos, si el objetivo perseguido es realizar un control de calidad desde el punto de vista radiactivo y/o su caracterización.
- *Aguas subterráneas*: las precauciones a adoptar dependen de los objetivos del muestreo. Si se quiere evaluar la calidad de una determinada captación, habrá que muestrearla directamente, mientras que si se quiere conocer la calidad del acuífero, habrá que asegurar que el agua que se muestrea proviene de él y además, en su caso, que se muestrea a la profundidad deseada. También se tendrá que considerar la realización de muestreos paralelos que permitan evaluar el grado de estratificación, y adoptar en su caso, precauciones suplementarias.
- *Aguas potables*: los puntos de muestreo deben elegirse en función de cuál sea el tipo de instalación suministradora del agua a analizar, eligiendo dichos puntos de forma que se tome el agua después de los procesos de potabilización y de desinfección que sobre ella se hayan realizado, estando ya lista para el suministro. Ahora bien, si se pretende analizar el agua de consumo público, los grifos situados en los locales de los propios consumidores suelen ser, en general, el mejor punto de muestreo.

5.3. Sobre las técnicas de muestreo

Esta parte del documento constituye una guía general para las técnicas de muestreo a utilizar con el fin de obtener las muestras necesarias para la realización de los análisis destinados al control de la calidad radiactiva de las aguas, a su caracterización y a la identificación de las eventuales fuentes de contaminación radiactivas. Para cada uno de los tipos de muestras indicados en el apartado anterior, se requerirá a su vez la aplicación de consideraciones específicas, que en algunos casos podrán ser objeto de documentos posteriores al presente.

5.3.1. Desarrollo procedimental

5.3.1.1. Características de las muestras

Las muestras de agua recolectadas pueden clasificarse en base a la siguiente característica: individuales y compuestas. Adicionalmente, las aguas pueden a su vez ser estancadas o corrientes.

- *Muestras individuales*: son muestras discretas, tomadas a una profundidad dada del agua.

Cada muestra será representativa de la calidad del agua en el momento y lugar de su recolección.

Se recomienda llevar a cabo la recolección de una muestra de agua individual en los siguientes casos:

- Cuando el caudal del agua no es uniforme.
- Cuando los valores de los parámetros radiactivos objeto de interés no son constantes.

También son idóneas si se busca una posible contaminación, o si se quiere controlar su extensión. Asimismo, son adecuadas cuando existe un límite legal sobre el contenido radiactivo del agua, que se debe cumplir en todo momento y no de forma promediada en el tiempo.

Este tipo de muestreos y de muestras es el aplicado más habitualmente en los planes de vigilancia radiológica, así como en los controles de calidad radiológica del agua.

- *Muestras compuestas*: son muestras de agua de cualquiera de los tipos ya citados (ver apartado 5.2.1.4) que se obtienen combinando alícuotas de muestras individuales para formar una nueva muestra. A partir de ellas se pueden conocer, exclusivamente, datos de composición media. Por lo tanto, resultan útiles cuando los parámetros radiactivos objeto de interés no se espera que varíen durante todo el periodo de toma de las muestras que integran la compuesta y también cuando los valores límites o los datos buscados se refieren a valores medios.

5.3.1.2. Tipos de muestreo

Se puede indicar de forma general que los tipos de muestreo pueden ser periódicos, continuos o en serie. El muestreo en serie se aplica más frecuentemente a las aguas estancadas, mientras que los periódicos y los continuos se aplican preferentemente a las aguas corrientes.

- *Muestreo periódico (discontinuo)*: entre los diferentes tipos de muestreos periódicos que se presentan en la norma UNE EN 25667-2 (UNE02), el más habitual para la realización de determinaciones radiactivas es el muestro discontinuo, de volumen constante y a intervalos temporales fijos.
- *Muestreo continuo*: este tipo de muestreo se puede realizar a caudal constante o variable. Si se quiere realizar un muestreo continuo en el que se pueda detectar la variación de los contaminantes con el caudal (como puede ocurrir con algunos radionucleidos, por ejemplo en un río), puede efectuarse una secuencia continua de muestreos discretos, lo que en ocasiones recibe el nombre de muestreo proporcional en continuo.
- *Muestreo en serie*: este muestreo es el que se realiza cuando se requiere tener conocimiento del contenido existente en un perfil de aguas, que puede ser de tipo horizontal o de tipo vertical.

5.3.1.3. Técnicas de muestreo

Existen diferentes técnicas de muestreo adaptadas a las distintas situaciones geográficas que se pueden plantear, así como a los diferentes tipos de aguas a muestrear, a las muestras que ob-

tener y a los muestreos a realizar. En las partes más específicas de la norma UNE antes citada, así como de la correspondiente ISO 25667, aparecen descritas diferentes técnicas adaptadas a cada situación.

5.3.1.4. *Material de muestreo*

- *Equipos*: excluyendo las características específicas de los colectores automáticos de muestras, puede indicarse de forma general, que las propiedades que deben tener los recipientes, tanto para la toma como para el transporte y el almacenamiento de las muestras de agua, sobre las que se van a realizar determinaciones radiactivas, son:
 - Características físicas. Se deben considerar los siguientes criterios: resistencia a temperaturas extremas, resistencia mecánica, facilidad de cierre hermético y de reapertura, así como tamaño, forma, masa, posibilidades de reutilización, coste, etc...
 - Características químicas. Se debe elegir un material que reúna las siguientes condiciones:
 - Mínimas posibilidades de contaminación de la muestra.
 - Inercia química de los materiales para impedir las posibles reacciones con los constituyentes de la muestra.
 - Fácil de limpiar y de tratar las paredes y superficies para evitar la contaminación cruzada y en su caso posibilitar la reutilización.
 - Mínimas posibilidades de adsorción en las paredes y superficies tanto del muestreador como del recipiente de transporte / conservación.

Si se utilizan equipos de muestreo, hay que considerar que estas mismas condiciones las deberán cumplir las conducciones y todas las partes del equipo de muestreo por donde fluya el agua.

- *Recipientes para muestras*: atendiendo a las consideraciones efectuadas en el apartado previo, se recomienda el uso de recipientes de plástico previamente lavados con detergente y enjuagados posteriormente con agua y ácido nítrico. Estos recipientes en el momento del muestreo deberán aclararse con la misma agua a muestrear.

Si alguno de los análisis a realizar requiriese que o bien los frascos o bien el procedimiento de estabilización de la muestra responda a unas características predefinidas, éstas deberán tomarse en consideración desde el momento mismo del muestreo (por ejemplo, muestreo de agua para determinar su contenido en tritio).

Bajo ningún concepto, deberá trasvasarse el agua antes de su estabilización del recipiente en el que se la depositó después del muestreo.

- *Material de muestreo para características radiactivas:*
 - Muestreo localizado: las muestras se toman habitualmente de forma manual. El material más simple y comúnmente utilizado es un recipiente de cuello ancho con el que se recolecta directamente la muestra (por inmersión, en su caso).

Si el muestreo se debe realizar a una profundidad predefinida, se sumerge el frasco cerrado, se retira el tapón y se saca el frasco ya lleno. Por ejemplo, botellas Nansen.

Si el muestreo se quiere realizar a gran profundidad y recolectando grandes volúmenes de agua, se pueden utilizar sistemas de bombeo.

Si se desea obtener un perfil, existen los cilindros de toma accionados a distancia, que no son más que una serie de cilindros, abiertos por los dos extremos que se cierran una vez alcanzada la profundidad deseada.
 - Muestreo automático: existen dos tipos principales de sistemas, los dependientes del tiempo y los dependientes del volumen. En general estos equipos están altamente automatizados y sus características dependen de los objetivos del muestreo y también de los fabricantes.

5.3.1.5. Identificación y registro

En cualquier muestreo, y de forma general, se deben tomar todos los datos que ayuden a identificar la muestra, el método de muestreo y las condiciones en que éste se ha realizado. De todo ello debe dejarse constancia escrita en dos tipos de registros distintos. Por un lado, en la etiqueta que acompaña al recipiente que contiene la muestra y, por otro, en una ficha de toma de datos que la acompaña como mínimo hasta su ingreso en el laboratorio. Ejemplos de ambos registros aparecen en los anexos 1 y 2 de este documento. En cualquier caso, se considera imprescindible disponer en los citados registros de, al menos, la siguiente información:

- Identificación del punto de muestreo.
- Fecha de muestreo y, en su caso, fecha inicial y final de éste.
- Método de muestreo.
- En su caso: tratamiento preliminar y/o agentes conservantes utilizados.
- Persona que ha efectuado la toma. Organismo responsable.
- Observaciones, como por ejemplo, datos del terreno y de las condiciones meteorológicas.

5.4. Sobre la conservación y manipulación de muestras

De forma general debe entenderse que el proceso de conservación de muestras de agua, tal y como se señala en el apartado 5.1, se aplica no sólo a la conservación a partir del momento en que la muestra se recibe en el laboratorio para su preparación y posterior análisis, sino que es un proceso que se recomienda se inicie en el momento mismo del muestreo, o en su defecto, como se describe en el citado apartado, con las debidas precauciones, dentro de las 8 horas siguientes a su muestreo.

Por lo tanto, los materiales, mecanismos y precauciones que se describen en todo este apartado serán de aplicación tanto para las entidades que realizan la toma de muestras, como para los laboratorios en donde se preparan y analizan. Debiendo realizarse especial hincapié en la necesaria continuidad del proceso cuando la custodia de la muestra pase, en su caso, de una a otra organización.

5.4.1. Sobre los materiales

Los medios necesarios para proceder a la conservación de las muestra van a depender de si el sistema elegido es la conservación en frío o bien la estabilización química y también de si la muestra necesita ser filtrada o no.

Lógicamente las características técnicas de los medios necesarios van a depender de si la posible filtración y preservación de la muestra se va a realizar en el mismo punto de muestreo o si por el contrario, se va a realizar en un almacenamiento temporal o en el propio laboratorio de preparación de muestras. En este sentido hay que tener presente que de forma general, el filtrado –salvo excepciones– no suele realizarse en los puntos de muestreo, sino en un almacenamiento temporal o ya en el laboratorio de destino.

También hay que prever, en su caso, los frascos o botellas adecuados para la extracción de alícuotas o para la preparación de muestras compuestas.

Considerando que según la estrategia elegida se precisarán unos u otros, los equipos y materiales más utilizados son los siguientes:

5.4.1.1. Equipos

- Equipo de filtrado.
- Sistema de vacío para realizar el filtrado.
- Nevera portátil (refrigeración *in situ*).
- Frigorífico que permita conservar las muestras.
- Arcón congelador que garantice la preservación de muestras de agua a temperatura de -18 °C.

5.4.1.2. Materiales y reactivos

- Garrafas y frascos de plástico o vidrio del tamaño necesario según el volumen de la muestra final, si hay acumulación, o para contener la alícuota correspondiente a analizar. En la tabla 4 de la norma UNE-EN-ISO 5667-3 (UNE03) vienen indicados los recipientes que se deben utilizar para la conservación de las muestras en las que se vayan a realizar posteriormente los análisis radioquímicos.
- Material volumétrico de uso habitual en el laboratorio: probetas, pipetas, matraces aforados.
- Material de uso normal en el laboratorio: productos de limpieza, etiquetas autoadhesivas, guantes, rotulador indeleble, etc.
- Filtros adecuados para el equipo de filtrado usado en el laboratorio.
- Estabilizantes químicos (ácido nítrico concentrado, ácido clorhídrico concentrado, hipoclorito sódico, ...)

5.4.2. Sobre la conservación de la muestra

La regla de oro a seguir en cuanto se toma una muestra, es que ésta se prepare para su análisis en el menor tiempo posible. En cualquier caso, durante ese lapso temporal debe garantizarse que las condiciones para su conservación sean tales que permitan mantener inalteradas las características radiactivas a determinar. En la tabla 4 de la ya citada norma UNE-EN/ISO 5667 (parte 3) se señalan los tiempos máximos que pueden transcurrir antes de realizar un análisis. Sin embargo, en algunos casos los tiempos indicados en la citada tabla parecen excesivamente cortos, como son los dos días para los análisis de espectrometría gamma, sobre todo si consideramos que no siempre se buscan radionucleidos de vida corta, o los también dos días para la determinación de cesio. Por lo tanto, aun considerando estos tiempos como generalmente adecuados, en ocasiones, pueden no ajustarse a la realidad.

En este sentido, consideraremos dos supuestos:

- En primer lugar, cuando se sospeche la existencia o se desee determinar los niveles de actividad de radionucleidos de vida corta. En este caso, la conservación de la muestra debe ser casi irrelevante, ya que debe minimizarse al máximo el posible el lapso de tiempo que transcurra desde la recolección de la muestra a su medida, por la propia idiosincrasia de las citadas medidas, aplicando en cualquier caso las mismas instrucciones que se detallan para el siguiente supuesto.

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

- Si no es prioritaria la determinación de radionucleidos de vida corta, se deben aplicar unos condicionamientos para la conservación de la muestra que sean progresivamente más exigentes, cuanto mayor sea la demora previsible hasta su preparación. Estos hacen referencia concretamente a las condiciones ambientales en las que debe mantenerse la muestra, con especial atención a la temperatura ambiente, a los contenedores en los que situarla, a la temperatura de conservación si se elige la refrigeración como sistema de conservación, y a los productos que añadirle para su estabilización, si se opta por la preservación con estabilización química.

Hay que señalar que ambos procesos de preservación (refrigeración o congelación, estabilización química) presentan ventajas e inconvenientes.

La acidificación puede realizarse en el mismo momento de la toma de la muestra, si ésta no ha de filtrarse y es muy adecuada en el caso de manejar grandes volúmenes de agua que vayan a permanecer tiempos prolongados almacenadas antes de realizar las oportunas determinaciones radiactivas. Sin embargo, si la muestra debe filtrarse, dado que este proceso ha de efectuarse antes de proceder a su acidificación, puede ser dificultosa su aplicación, bien coincidiendo con la toma de la muestra o incluso en almacenamientos intermedios que no dispongan de equipamiento necesario o de personal suficientemente preparado.

Por otra parte, la refrigeración es adecuada para pequeños volúmenes de agua ya que es una técnica que se puede aplicar directamente sin necesidad de filtrar la muestra previamente. Sin embargo, con grandes volúmenes de agua presenta en general dificultades de equipamiento. En cualquier caso, no se puede garantizar su validez para periodos de tiempo de almacenamiento muy prolongados.

Ambos procedimientos no son excluyentes, de hecho, muestras que se han conservado refrigeradas, se pueden acidificar posteriormente para modificar, por ejemplo, el sistema o tiempo de almacenamiento.

La estabilización química se basa en el hecho de que ciertas propiedades físicas y químicas de las muestras acuosas a analizar, pueden estabilizarse por la adición de compuestos químicos, ya sea directamente sobre la muestra después de ser recolectada (y en su caso, una vez filtrada), o bien sobre el recipiente que contendrá la muestra, cuando aún está totalmente vacío o cuando la muestra ha sido registrada en el laboratorio. En la tabla 4 de la norma UNE-EN-ISO 5667-3 (UNE03) se indica la técnica de conservación y de estabilización para los diferentes radioisótopos a analizar. No obstante, ante la amplia casuística posible que puede plantearse, el laboratorio que opte por este sistema debe dotarse del correspondiente procedimiento interno en el que teniendo en cuenta el tipo de agua a analizar y las determinaciones a efectuar sobre la misma, se tenga perfectamente determinado los siguientes aspectos claves:

- a) ¿Cuándo se va a proceder a la estabilización química de la muestra acuosa?
- b) Con el empleo de ¿qué estabilizantes y en qué cantidades?
- c) Sobre ¿cuáles de las alícuotas de la muestra recolectada?

En estas cuestiones influye que la muestra de agua se vaya a conservar más o menos tiempo sin distribuir a los diferentes laboratorios analíticos o bien, en caso contrario, puede ser cada laboratorio el que establezca su correspondiente alícuota dependiendo de la determinación que vaya a realizar, si la distribución se efectúa inmediatamente después de su recepción y han pasado menos de 8 horas tras la toma de la muestra.

El citado procedimiento interno seguido por el laboratorio para la estabilización de las muestras de agua, debe ser conocido, y aplicado en su caso por los responsables del muestreo, si dicha estabilización, como es recomendable, se realiza inmediatamente tras su colección y antes de su transporte al laboratorio. En dicho caso, se muestrearán tantas alícuotas de la muestra como diferentes estabilizaciones sea necesario aplicar, atendiendo a las características de los análisis radiactivos a realizar.

Una vez que se ha realizado, en su caso, el filtrado de la muestra y la estabilización de ésta o de sus alícuotas, debe ponerse a disposición de los laboratorios de análisis, en recipientes adecuados, los volúmenes suficientes para poder efectuar con ellos los análisis solicitados por el peticionario.

En cualquier caso, e incluso con muestras ya acidificadas, es conveniente que éstas permanezcan en lugares frescos, $T < 20^{\circ}\text{C}$ y fuera de la incidencia directa de la luz solar, hasta el momento de realizar sobre ella los análisis radioactivos pertinentes.

La estabilización por refrigeración se basa en la ralentización de ciertos procesos físicos y químicos al disminuir la temperatura del agua. Si éste es el sistema de conservación elegido, deberá considerarse que siempre que el lapso temporal entre el muestreo y el inicio de las manipulaciones para la realización de los correspondientes análisis sea inferior a 8 horas, es recomendable situar la muestra simplemente en un lugar fresco y fuera de la incidencia directa de la luz solar. Por su parte, debe mantenerse refrigerada, $T \approx 4^{\circ}\text{C}$, si el lapso temporal entre ambas actuaciones se va a demorar aún más. Por último, debe conservarse congelada, $T \approx -18^{\circ}\text{C}$, en el caso de que ésta se haya recibido así o sea preciso tenerla en dicho estado, antes de proceder a su preparación.

La refrigeración simple (en hielo fundido o en un frigorífico entre 2°C y 5°C) y el almacenamiento de la muestra en la oscuridad son, en la mayoría de los casos suficientes para su conservación. Ahora bien, el enfriamiento no puede considerarse como un medio de conservación a largo plazo, particularmente en el caso de muestras de aguas residuales.

En general, la congelación (-18°C) permite un aumento del periodo de almacenamiento. No obstante, es necesario controlar el proceso de congelación y la técnica de descongelación, para poder devolver finalmente la muestra a su equilibrio. En este caso, es altamente recomendable el uso de recipientes de plástico (por ejemplo de cloruro de polivinilo), ya que los recipientes de vidrio no son apropiados para la congelación (UNE02).

Es muy importante considerar que si una muestra llega ya al laboratorio, o lugar de almacenamiento intermedio, acidificada, no es necesario realizar ninguna otra maniobra de preservación salvo el mantenimiento en ambiente fresco y preferentemente alejado de la luz solar. Sin embargo si llega refrigerada, se puede optar bien por preservar la cadena de frío, o bien por acidificarla. Si

llega congelada, en cambio, es conveniente mantenerla en este estado hasta el momento de su preparación para la realización de las analíticas correspondientes.

5.4.2.1. Desarrollo procedimental

- *Estabilización y filtración de muestras in situ*: si la estabilización por la que se ha optado es de tipo químico, en el caso que sea necesario, se procede al filtrado de la muestra y a continuación, se añade la cantidad de reactivo necesaria, en función del volumen de agua recolectado y de los radionucleidos a determinar. Si no hay que filtrar, el reactivo puede estar contenido en el propio recipiente de forma previa al muestreo, debiendo haber previsto tantos recipientes como distintos reactivos, o ausencia de los mismos, deban utilizarse.

Si la estabilización se realiza por refrigeración de la muestra recolectada, ésta se introduce directamente con su recipiente en una nevera portátil, realizando posteriormente en caso necesario su filtrado.

- *Conservación en el laboratorio, o en el almacén temporal, de muestras de agua ya estabilizadas y filtradas (en su caso)*: debe limitarse al mínimo el tiempo de almacenamiento de la muestra de agua, antes de su preparación y puesta a disposición para su medida o tratamiento químico.

En todo caso:

- a) Si la muestra se recibe una vez estabilizada químicamente, es suficiente con situarla en un lugar fresco, $T < 20\text{ }^{\circ}\text{C}$, y fuera de la incidencia directa de la luz solar.
 - b) Si la muestra se ha recibido congelada, deberá mantenerse en tal estado, en un congelador a $-18\text{ }^{\circ}\text{C}$, hasta su preparación,
 - c) Si la muestra se recibe refrigerada, es importante no romper la cadena de frío. Si esto no es posible y no va a prepararse para su medida a continuación, debe estabilizarse químicamente teniendo en cuenta los reactivos que en su caso han de aplicarse a cada alícuota.
- *Estabilización en el laboratorio, o en el almacén temporal, de muestras de agua sin pre-tratar*: en el caso de muestras de agua que se recepcionen en el laboratorio, o en el almacén temporal sin pre-tratar, es decir, sin filtrar en su caso y sin estabilizar, debe ejecutarse inmediatamente si es el caso, la primera de dichas operaciones, el filtrado, y siempre la segunda, el acondicionamiento de la muestra, según se detalle en el correspondiente protocolo desarrollado a tal fin. En éste debe venir perfectamente establecido, entre otros aspectos, el tipo de filtro a utilizar si es el caso, el método con el que conseguir la estabilización, en su caso, el tipo o los tipos de estabilizantes a emplear, así como el número de alícuotas de la muestra acuosa (y sus respectivos volúmenes) en las que los mencionados estabilizantes deben aplicarse.

En cualquier caso, si el lapso entre la recepción y la estabilización química de la muestra es superior a 8 horas, ésta debe mantenerse refrigerada.

Una vez completadas estas operaciones se procederá como se indica en el apartado anterior.

5.4.3. Sobre la acumulación de muestras

Con alguna frecuencia, hay que acumular varias muestras de agua, para obtener otra resultante de las anteriores sobre la que efectuar una serie de analíticas.

El volumen total de la muestra acumulada dependerá del volumen de las alícuotas que la integran y del número de ellas que haya que acumular. En general, hay que obtener una muestra acumulada con un volumen mínimo tal que sea posible realizar todos los análisis programados. En estos casos, se tomará de cada muestra individual una cantidad idéntica suficiente para obtener el volumen final necesario en la muestra acumulada.

5.4.3.1. Desarrollo procedimental

Una vez recepcionada la muestra, y resuelto el problema de la filtración y de la estabilización, se procede a su acumulación, si esta condición viene indicada en la petición de análisis.

- Se comprueba el número de muestras que van a componer la muestra acumulada.
- Se comprueba el número de análisis indicados en la petición de análisis.
- Dependiendo de las condiciones anteriores, se calcula el volumen de muestra que se ha de tomar de cada alícuota para tener el volumen preciso en la muestra final.
- Se prepara un recipiente con cierre, limpio, de un volumen tal que pueda contener la muestra acumulada, el cual ha sido calculado previamente como se indica en el apartado anterior.
- Tras su llenado, se cierra el recipiente herméticamente y para su conservación, se aplica lo ya descrito en el apartado 5.4.2 de este documento.

5.5. Sobre la recepción de las muestras de aguas en el laboratorio

Lo primero que hay que tener en cuenta una vez que se ha registrado la muestra de agua, es si en el muestreo se ha filtrado y estabilizado como sería lo indicado, ya que si no se ha realizado, hay que proceder a hacerlo en el laboratorio, inmediatamente después de su recepción, dejando fiel reflejo de estas operaciones en el registro de entrada de la muestra.

Por otra parte, tres son los aspectos que deben destacarse sobre la recepción en el laboratorio de una muestra de agua para la posterior medida de su contenido radiactivo.

- En primer lugar, la importancia que tiene el registro, la aceptación, el rechazo o la realización de las observaciones que deban efectuarse sobre las muestras de aguas 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 ésta no ha sufrido alteraciones significativas desde su recolección, 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 clave 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 de aguas puede ser especialmente sencillo, como es el rechazo que debe producirse cuando la muestra recibida carezca de una correcta identificación. 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 la correspondiente base de datos del laboratorio a la que se incorpora ésta, todas aquellas informaciones relativas al muestreo, las cuales deben venir consignadas en la correspondiente ficha, que debe acompañar a cada muestra de agua. 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 recolección y con las observaciones efectuadas durante el muestreo, que deben figurar en la ficha que acompaña a la muestra. Entre estas observaciones debe inexcusablemente figurar si la muestra ha sido filtrada o no y si ha sido estabilizada o no y en este último caso si se ha efectuado mediante frío o adicionándole algún tipo de producto químico, especificando en este último caso el producto químico y la cantidad. 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 ésta ingresa en el laboratorio, hasta que se efectúa la emisión del correspondiente informe de su contenido radiactivo y el posterior archivo definitivo de todas las determinaciones analíticas realizadas.
- En tercer lugar, debe garantizarse la integridad y la confidencialidad de los datos en los diferentes procesos realizados en el laboratorio. Una manera de cumplir con este requisito podría ser la encriptación de la muestra, de forma que se ignore por los sucesivos operadores y analistas que trabajan con ella, tanto el origen de la muestra, como el destinatario final de los datos analíticos. Este mecanismo permite dar cumplimiento a la necesidad de confidencialidad que se establece en la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005 (UNE05).

5.5.1. Desarrollo procedimental

Al recepcionar en el laboratorio una muestra de agua, y como paso previo a su aceptación y registro, debe verificarse su correcta identificación. Es decir, deben ser coincidentes los datos que figuran en la etiqueta autoadhesiva existente en el recipiente que contiene la muestra, con los de la ficha de muestreo que la acompaña.

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

5.5.1.1. En la base de datos de muestras recepcionadas

- Tipo de muestra: agua potable, superficial, subterránea, de lluvia etc.
- Referencia de la muestra. Referencia asignada durante la toma de muestra.
- Clave de la muestra. Conjunto de números y/o letras que identifica unívocamente a la muestra en el laboratorio y que puede coincidir o no con la referencia de la muestra.
- Fecha de recepción en el laboratorio.
- Peticionario. Nombre de la persona física, institución, empresa y/o programa destinatario de las analíticas a efectuar en la muestra.
- Punto de muestreo.
- Fecha y hora de la toma de la muestra.
- Volumen de agua de la muestra.
- En el caso de muestras acumuladas, deben detallarse las fechas de muestreo, y el volumen de cada alícuota.
- Observaciones sobre el estado en que se recibe la muestra.
- Observaciones relevantes que figuran en la ficha de muestreo. Especialmente si a la muestra se le ha aplicado algún procedimiento de estabilización *in situ* y si ha sido filtrada.
- Observaciones relevantes a tener presentes para su preparación.

5.5.1.2. Acompañando a la muestra durante su preparación

- Clave de la muestra.

- Fecha y hora de la toma de la muestra.
- Tipo de agua muestreada.
- Volumen de la muestra.
- En el caso de muestras acumuladas, la fecha inicial de toma de muestra, la fecha final y la fecha cero o de referencia.
- Observaciones relevantes a tener presentes para su preparación:
 - a) Si la muestra ha sido o no filtrada.
 - b) Si la muestra ha sido o no estabilizada químicamente, indicando en su caso el tipo y cantidad del estabilizador utilizado.
 - c) Si la muestra ha sido refrigerada o congelada...
- Relación de las anomalías habidas durante la preparación.
- Registro de otros datos relevantes obtenidos durante la preparación.
- Ensayos a realizar.

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

5.6. Esquema del desarrollo en el laboratorio

A modo de resumen y colofón de todo lo anteriormente indicado, seguidamente presentamos esquemáticamente (véase figura 1) los principales pasos a seguir desde que se toma la muestra y se traslada al laboratorio, hasta que se distribuye para su tratamiento y/o medida. Se identifican las principales etapas desarrolladas en el documento: recepción de la muestra, apartado 5.5 y aceptación o rechazo motivado en el laboratorio. En el primero de los casos, debe dilucidarse inmediatamente la necesidad o no de filtrar y de estabilizar la muestra o alguna de sus alícuotas generalmente en medio ácido, apartado 5.4. Seguidamente, se procede, de acuerdo a lo establecido en los programas de análisis, a la distribución y/o conservación de la muestra o sus alícuotas, según lo establecido en el apartado 5.4.2, para finalizar, en su caso, con la acumulación de las alícuotas de diversas muestras, previa a su distribución, tal y como se indica en los apartados 5.4.3 y 5.4.3.1.

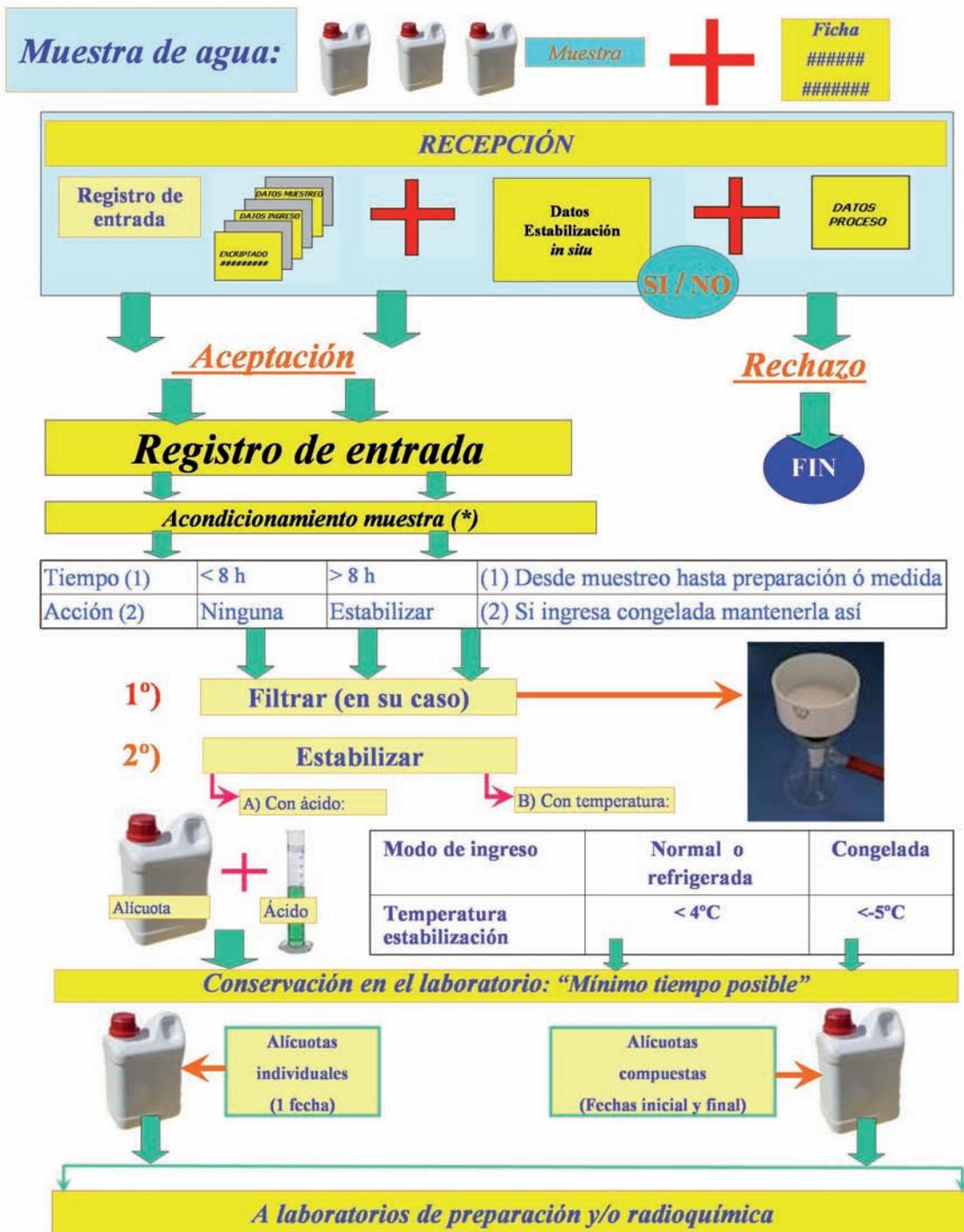


Figura 1. Esquema del procedimiento para la recepción, conservación y preparación de muestras de aguas en el laboratorio.

6. Referencias

- (BOE01) Real Decreto 783/2001 sobre *Protección Sanitaria contra las Radiaciones Ionizantes*. BOE nº 178, de 26 de julio de 2001, página 27.284.
- (ISO5667) International Standard. “Water Quality”.
- (ISO97) International Standard. “Water quality, Determination of the activity concentration of radionuclides by high resolution gamma-ray spectrometry”. ISO 10703:1997(E).
- (UNE91) *Criterios generales para el funcionamiento de los laboratorios de ensayo*. Norma UNE nº 66-501-91. Año 1991.
- (UNE01) *Calidad del agua. Muestreo. Parte 1: Guía para el diseño de los programas de muestreo*. Norma UNE-EN 5667-1. Diciembre 1995.
- (UNE02) *Calidad del agua. Muestreo. Parte 2: Guía para las técnicas de muestreo*. Norma UNE-EN 5667-2. Diciembre 1995.
- (UNE03) *Calidad del agua. Muestreo. Parte 3: Guía para la conservación y la manipulación de muestras*. Norma UNE-EN ISO 5667-3 Septiembre 2004
- (UNE05) *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración* Norma UNE-EN-ISO/IEC 17025/2005.



Anexo I: Ejemplo de ficha de etiquetado

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

Anexo 2: Ejemplo de registro de información para el laboratorio

Tipo de muestra:		
Destinatario:		Referencia de la muestra:
Dirección postal:		Procedimiento de muestreo
Referencia del punto de muestreo:		
Características de la muestra:		
Filtrada:	SÍ:	NO:
Conservación:		
Cantidad remitida (peso, volumen, unidades):		
Observaciones:		
Entidad responsable del muestreo:		
Responsable:	Fecha:	Firma

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.)
- 1.15. *Procedimiento para el muestreo, recepción y conservación de muestras de agua para la determinación de la radiactividad ambiental.*
CSN, 2009 (34 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.)
- 1.15. *Procedimiento para el muestreo, recepción y conservación de muestras de agua para la determinación de la radiactividad ambiental.*
CSN, 2009 (34 págs.)

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

Colección Informes Técnicos 11. 2009
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.15

