

Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en muestras orgánicas

CSN



Colección
Informes Técnicos 11.2025
Serie
Vigilancia Radiológica
Ambiental
Procedimiento 1.19

Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en muestras orgánicas

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

Colección
Informes Técnicos 11.2025
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.19



Colección Informes Técnicos
Referencia INT-04.07

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

© Copyright 2009, Consejo de Seguridad Nuclear

Edita y distribuye:
Servicio de Publicaciones
Consejo de Seguridad Nuclear
Pedro Justo Dorado Dellmans, 11. 28040Madrid. España
www.csn.es
peticiones@csn.es

Maquetación: Composiciones Rali, S. A.
Depósito legal: M-5616-2025

Índice

1. Prólogo	5
2. Introducción y justificación	7
3. Sistemática de trabajo	9
4. Objetivos y campo de aplicación	10
5. Definiciones y terminología	13
5.1. <i>Área de estudio</i>	13
5.2. <i>Zona de muestreo</i>	13
5.3. <i>Punto de muestreo</i>	13
5.4. <i>Muestra</i>	13
5.5. <i>Muestra neta</i>	14
5.6. <i>Especies representativas</i>	14
5.7. <i>Organismos indicadores</i>	14
5.8. <i>Dieta total</i>	14
5.9. <i>Peso húmedo</i>	14
5.10. <i>Peso seco</i>	14
5.11. <i>Peso cenizas</i>	15
5.12. <i>Área o punto testigo</i>	15
6. Programa de muestreo	16
6.1. <i>Sobre el establecimiento del programa de muestreo</i>	16
6.2. <i>Sobre el área de estudio y las zonas de muestreo</i>	17
6.3. <i>Sobre las especies representativas y los puntos de muestreo</i>	17
6.4. <i>Frecuencia y secuencia temporal</i>	19
6.5. <i>Personal involucrado, características de formación</i>	19
7. Procedimiento operativo de la toma de muestras	20
7.1. <i>Consideraciones previas/Precauciones</i>	20
7.2. <i>Obtención de muestras netas</i>	21
7.3. <i>Materiales</i>	23
7.4. <i>Toma de la muestra</i>	23
7.4.1. <i>Animales (salvo peces y mariscos)</i>	23
7.4.2. <i>Huevos</i>	25
7.4.3. <i>Peces y mariscos</i>	26
7.4.4. <i>Cultivos</i>	28

7.4.5. <i>Leche</i>	31
7.4.6. <i>Miel</i>	33
7.4.7. <i>Organismos indicadores</i>	33
7.4.8. <i>Dieta tipo</i>	34
7.5. <i>Registro de la toma de muestra</i>	35
8. Control de calidad del muestreo	37
9. Procedimiento operativo de la conservación de las muestras	38
9.1. <i>Consideraciones previas/precauciones</i>	38
9.2. <i>Equipamiento y materiales</i>	39
9.3. <i>Procedimiento operativo</i>	40
9.3.1. <i>Muestras de origen animal</i>	40
9.3.2. <i>Muestras de origen vegetal</i>	40
9.3.3. <i>Otras muestras</i>	41
10. Procedimiento operativo para la recepción de la muestra	42
10.1. <i>En la base de datos de muestras recepcionadas</i>	43
10.2. <i>Acompañando a la muestra durante su preparación</i>	43
11. Procedimiento de preparación	45
11.1. <i>Consideraciones generales sobre la preparación de muestras</i>	45
11.1.1. <i>Desecación</i>	46
11.1.2. <i>Calcinación</i>	49
11.2. <i>Equipamiento y materiales</i>	50
11.2.1. <i>Equipamiento</i>	50
11.2.2. <i>Materiales</i>	50
11.3. <i>Procedimiento operativo</i>	51
11.3.1. <i>Desecación de la muestra</i>	51
11.3.2. <i>Calcinación de la muestra</i>	53
12. Bibliografía	56
Anexo 1. Ejemplo de etiqueta de muestra	57
Anexo 2. Ejemplo de hoja de recogida de datos	58

1. Prólogo

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

Plenamente consciente de ello, el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) decidió en su momento la conveniencia de impulsar el desarrollo de procedimientos de muestreo y preparación de muestras, para después elevarlos a normas UNE y, así, contribuir también a elevar la capacidad de interlocución de nuestro país a nivel de la normalización europea e internacional. Esta iniciativa fue el origen de la publicación del CSN, INT-04.07 Vigilancia radiológica ambiental que, en diferentes documentos, desarrollaba, entre otros, varios procedimientos sobre toma de muestras y otros tantos sobre preparación de estas; así como un conjunto de normas UNE.

De entre estos documentos, aquellos que desarrollaban procedimientos de toma y preparación de muestras, fueron publicados entre los años 2002 y 2009 y fueron realizados por dos Grupos de Trabajo que coordinaron Margarita Herranz, de la Universidad del País Vasco (UPV/EHU) y Antonio Baeza de la Universidad de Extremadura en Cáceres.

En aquel momento no se consideró adecuado la publicación de los procedimientos para la toma y preparación de muestras orgánicas. Sin embargo, en los años transcurridos desde entonces se ha incrementado el interés en este tema y también el reconocimiento de su capital importancia para el correcto desarrollo de los Planes de Vigilancia Radiológica en sus diferentes contextos, tanto los asociados al entorno de las instalaciones nucleares en fase preoperacional, operacional y en desmantelamiento como los puramente ambientales y, de manera paralela, se ha ido incrementando la experiencia de los organismos que realizan muestreos de muestras orgánicas para la determinación de la radiactividad en nuestro país y su interés en contar con procedimientos normalizados para su realización. Todo ello ha llevado a que el CSN haya considerado necesario abordar en estos momentos su realización.

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

La realización de este procedimiento se ha desarrollado partiendo de un borrador que en su momento se preparó y teniendo en cuenta la normativa de rango nacional, europeo e internacional y la propia experiencia profesional de los miembros del Grupo de Trabajo.

En el caso del presente documento “Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en muestras orgánicas” su objetivo es ofrecer un reflejo detallado del proceso a seguir para la correcta recolección, traslado, recepción, conservación y preparación de muestras orgánicas antes de efectuar la determinación de su contenido radiactivo. Todo ello, siempre que dichos contenidos sean calificables de ambientales.

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

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

Este procedimiento también busca permitir asegurar que las distintas alícuotas de la muestra orgánica originalmente recolectada y sobre las que se realizan los diferentes ensayos, tienen propiedades y composición idénticas entre sí y a su vez idénticas a las de la muestra orgánica de la que proceden.

2. Introducción y justificación

La caracterización radiológica de la materia orgánica, entendida esta como biota, permite estimar la transferencia de la carga radiactiva existente en el medio ambiente (atmósfera, suelo y agua) a dicha materia, permitiendo el conocimiento acerca del flujo de sus componentes, su dinámica, origen del contaminante e impacto radiológico.

La carga radiactiva es una de las posibles contaminaciones presentes en la materia orgánica, que habitualmente no es la más importante desde el punto de vista de calidad ambiental. Sin embargo, subsiste una creciente preocupación de organismos nacionales e internacionales de garantizar la calidad del muestreo y de los análisis radiológicos que sobre estas muestras se realicen. Y en este contexto se elabora este documento.

En el proceso de caracterización radiactiva de estas muestras, no solo se debe abordar dónde y cuándo recolectarlas, sino que además hay que definir su tipo entre diferentes categorías o subclases; también hay que considerar que una vez recolectada, una muestra orgánica debe ser sometida a una serie relativamente amplia de procesos consecutivos que abarcan su transporte al laboratorio, su conservación y recepción en el mismo, la decisión de qué parte o partes deberán ser analizadas en función de los objetivos del muestreo, la eventual extracción de alícuotas para efectuar sobre ellas las correspondientes determinaciones radiactivas directas o, en su caso, las separaciones radioquímicas que permitan aislar los radionucleidos de interés (garantizando en todo caso que cada una de dichas alícuotas son a su vez representativas de la muestra de partida) y, finalmente, la preparación y el acondicionamiento de la muestra o de sus alícuotas para efectuar dichas determinaciones.

Como consecuencia de todos estos procesos, pequeñas variaciones en la forma de recolectar, manipular, conservar y preparar la muestra pueden afectar considerablemente a los resultados referentes a su contenido radiactivo. Este aspecto tiene una singular relevancia para muestras orgánicas de características radiactivas calificables de ambientales, dado que en ellas las actividades que se pretenden cuantificar pueden ser en algunos casos muy próximas a los límites de detección de los procedimientos de medida.

Además, si siempre es necesario minimizar las posibles fuentes de variabilidad externa, este aspecto cobra aún mayor importancia, bien cuando se trata de realizar un seguimiento temporal sistemático del contenido radiactivo presente en muestras orgánicas pertenecientes a un determinado punto de muestreo y representativos de una zona geográfica, o bien cuando se desea efectuar la comparación de los resultados obtenidos para diferentes zonas geográficas, máxime cuando cada uno de estos valores suelen ser frecuentemente proporcionados por diferentes laboratorios.

Por todo lo cual, y dado que la utilización de procedimientos normalizados permite reducir en gran medida las posibles variabilidades que pueden producirse en los resultados obtenidos dependiendo del modo operativo utilizado, contribuyendo además con su utiliza-

ción sistemática a asegurar un estándar de calidad en los resultados obtenidos, es conveniente proponer uno que, abarcando todos los procesos implicados desde planificación del muestreo y la toma de muestras orgánicas, hasta la posterior recepción, conservación y preparación de las mismas en el laboratorio, también contemple todas aquellas variantes que son práctica habitual de los laboratorios expertos en estas actividades y que permitan lograr el deseado nivel de calidad.

Es por esto que los autores, en su labor de recopilación de información, no solo se han fijado en la bibliografía adjunta, sino que también han tenido en consideración los procedimientos de muestreo que actualmente se llevan a cabo en nuestro país, siempre que se requiere realizar la caracterización radiológica de muestras orgánicas.

Las cuestiones fundamentales de todo programa de muestreo, esté el área de estudio influenciada o no por instalaciones, pasan por definir con claridad sus objetivos, ya que determinan el tipo de muestras a recolectar y las características del muestreo requerido. El programa debe ser específico, aplicable y sensible a dichos objetivos.

3. Sistemática de trabajo

La sistemática ha sido la habitual en ese tipo de revisiones y ha cubierto las siguientes fases:

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

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

4. Objetivos y campo de aplicación

Este procedimiento será de aplicación para el muestreo de muestras orgánicas, tanto sólidas como líquidas, con el objetivo de caracterizarlas radiológicamente, independientemente del radionucleido a determinar y de que este sea natural o artificial.

La única consideración a tener en cuenta es que el contenido radiactivo de dichas muestras debe previsiblemente ser calificado de ambiental, es decir, del orden de magnitud de los que normalmente se detectan en muestras orgánicas no especialmente contaminadas o con contenidos radiactivos naturales no especialmente elevados. Con esta consideración, se puede estar razonablemente seguro de que ni en la recolección ni en la manipulación de estas muestras será preciso adoptar medidas adicionales a las que ya se tienen en cuenta en este procedimiento para la protección del personal involucrado en las diferentes tareas aquí descritas contra las radiaciones ionizantes, ni para evitar la transferencia de contaminación en el laboratorio entre materiales y equipos.

Para poder desarrollar este procedimiento de toma de muestras orgánicas, que permita obtener una muestra razonablemente representativa, ha sido necesario definir primeramente los objetivos que con él se pretenden lograr: determinar el fondo radiológico de una zona señalada, poner de manifiesto posibles impactos radiológicos mediante el análisis de su evolución, realizar el seguimiento de la calidad radiológica de las muestras en una zona determinada y, en la medida de lo posible, realizar comparaciones entre diferentes zonas. Si el área de estudio no está influenciada por ninguna vía de exposición, lo que se determina es el fondo radiológico; en caso contrario podrá determinarse el impacto radiológico.

En el procedimiento concreto que nos ocupa, la definición de los objetivos adquiere una importancia fundamental, ya que estos van a condicionar no solo el tipo de muestras a recolectar, su frecuencia y localización, sino también la preparación de estas. Por ejemplo, sobre qué parte o partes de las muestras recolectadas se van a realizar las determinaciones requeridas o en qué momento de su maduración (y, por lo tanto, fecha) es mejor recolectar una determinada especie de planta. Ambas decisiones dependerán de los objetivos del muestreo, dosimétricos o ambientales.

Por lo tanto, para dotar de la mayor generalidad posible a este procedimiento, puede asumirse que el objetivo perseguido se puede agrupar en uno de los siguientes.

OBJETIVO 1: Muestras orgánicas recolectadas para realizar estimaciones dosimétricas a partir de sus contenidos radiactivos. En tal caso, deben tomarse para su análisis exclusivamente las partes comestibles (para personas o para animales que formen directa o indirectamente parte de la dieta humana) de la muestra recolectada y el periodo de toma de muestras deberá adaptarse al momento en que estas típicamente se recolectan para su consumo.

OBJETIVO 2: Muestras orgánicas recolectadas para realizar, a partir de sus contenidos radiactivos, estudios de naturaleza radioecológica, ambiental o para la evaluación del impacto originado por una instalación. En este caso, pueden tomarse para los análisis tanto partes comestibles como las no comestibles de la muestra recolectada, dependiendo del objetivo concreto, y el período de toma de muestras también deberá adaptarse a este objetivo concreto.

Es por esto que se ha introducido el concepto de “muestra neta”, como aquella parte de la muestra recolectada sobre la que se realiza determinado tipo de análisis.

Es muy importante resaltar el papel del almacén temporal, ya que en ocasiones solo se recogen en él las muestras para, después de un breve tiempo de almacenamiento, ser remitidas al laboratorio de análisis; sin embargo, en otras ocasiones, en este se realiza una parte del proceso de muestreo, como puede ser la obtención de muestras netas o la homogeneización de las muestras para extraer submuestras, antes de ser remitidas al o a los correspondientes laboratorios de análisis. La existencia de este almacén es muy frecuente cuando la entidad encargada del muestreo no es la misma que después realizará las determinaciones radiactivas.

Teniendo esto en cuenta, hay que puntualizar que el procedimiento descrito en este documento aplica a todos los pasos realizados hasta que la muestra está preparada en la forma adecuada para proceder con las determinaciones, bien directamente o a través de procedimientos de separación radioquímica. En concreto, es necesario entender que las recomendaciones para la conservación de las muestras aplicarán, incluidos los plazos temporales, al total del proceso, desde la toma hasta la puesta a disposición del laboratorio de una muestra neta sobre la cual realizar las preparaciones necesarias para proceder a las determinaciones requeridas; debiendo realizarse especial hincapié en la continuidad del proceso cuando la custodia de la muestra pase, en su caso, de una organización a otra. Y también es necesario subrayar que, en ocasiones, las características de la conservación pueden variar entre las muestras y las muestras netas, p. ej. huevos con o sin cáscara.

Por otra parte, en este procedimiento se tratan una gran variedad de muestras, con características muy diferentes, lo que implica diferentes procesos de obtención de muestras netas y también de conservación (p.ej. no es lo mismo separar las partes comestibles del pescado que del trigo, ni tampoco serán iguales los mecanismos de conservación de uno u otro tipo de muestra).

El objetivo con el que se desarrolla este procedimiento es que todos estos aspectos y variables sean contemplados de la manera más general posible.

Una vez debidamente recepcionadas las muestras en el laboratorio, los procesos de preparación son más homogéneos, habitualmente secado o calcinación, en función de las temperaturas alcanzadas. Consideraciones aparte merecen ciertos tipos de muestras específicas,

como puede ser la leche, y las preparaciones para ciertos análisis para detección de radionucleidos volátiles. Habitualmente, estos pasos se realizan ya en el laboratorio de preparación de muestras y análisis.

Por lo tanto, en este procedimiento se ha decidido considerar de forma independiente los diferentes apartados: muestreo, toma de muestras, obtención de muestras netas, conservación de las muestras, recepción en el laboratorio y preparación de las muestras.

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

5. Definiciones y terminología

Usar una terminología adecuada y homogénea, a la hora de elaborar cualquier procedimiento, reviste una gran importancia, dado el interés en que todo posible usuario entienda los términos utilizados con la misma intención con la que fueron escritos. La terminología utilizada ha seguido en líneas generales la utilizada en otros documentos de esta misma serie.

5.1. *Área de estudio*

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

5.2. *Zona de muestreo*

Parte del área de estudio que presenta un conjunto de factores ambientales, orográficos y de características homogéneas, propias y relevantes en el programa de muestreo y que hacen suponer que, en toda ella, el contenido radiactivo será similar en el mismo tipo de muestras. El área de estudio puede estar compuesta por varias zonas de muestreo con características propias definidas.

5.3. *Punto de muestreo*

Es el lugar elegido en la zona de muestreo para tomar una muestra sobre la cual realizar los análisis radiactivos pertinentes. En una zona pueden existir uno o más puntos de muestreo, en función de los objetivos concretos de este. Se definirá por sus coordenadas geográficas, de acuerdo con el sistema internacional de coordenadas tal y como contempla la norma UNE-EN ISO 19112, o por la referencia del suministrador.

5.4. *Muestra*

Porción representativa del medio de interés, o de uno o más componentes de este medio, que posee las mismas cualidades y características del todo y que se va a utilizar para determinarlas.

5.5. Muestra neta

Porción que, constituida por determinados componentes de la muestra recolectada, se toma para realizar sobre ella los análisis requeridos, en función de los objetivos de la toma de muestras.

5.6. Especies representativas

Especies de flora y fauna sobre las que se va a definir un programa de muestreo en el área de estudio, características del ecosistema que se desea muestrear.

5.7. Organismos indicadores

Son aquellos organismos, flora, fauna u hongos, que tienen una capacidad especial y reconocida para acumular algunos radionucleidos. Al actuar como bioindicadores, son de gran utilidad para detectar la presencia de dichos radionucleidos en el área de estudio o en el análisis de su evolución temporal, para detectar cambios y alteraciones ambientales radiológicas en la calidad del hábitat donde se encuentran.

5.8. Dieta total

Muestra que contiene toda la ingesta que realiza una persona tipo en el área de estudio a lo largo de un periodo de tiempo dado, normalmente igual o inferior a una semana. La medida de su contenido radiactivo se expresa en Bq/(persona·día).

5.9. Peso húmedo

Se indica como (kg_h), se corresponde con el valor de la masa que posee la muestra (o muestra neta, dependiendo del programa) en el momento más cercano posible a su recolección, con todo su contenido en agua y, de ser posible, una vez retirada el agua que posea en su superficie.

5.10. Peso seco

Se indica como (kg_s), se corresponde con el valor de la masa de la muestra neta o sus alícuotas, tras su secado total, para algunas determinaciones a baja temperatura (inferior a 40 °C), o a la temperatura habitual de desecación seleccionada en cada laboratorio para cada tipo de muestra, en cualquier caso, inferior a 110 °C.



5.11. *Peso cenizas*

Se corresponde con el valor de la masa de la muestra neta o sus alícuotas, cuando esta se calcina a temperatura comprendida entre 450 y 600 °C.

5.12. *Área o punto testigo*

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

6. Programa de muestreo

6.1. Sobre el establecimiento del programa de muestreo

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

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

1. Objetivos del muestreo, análisis radiactivos que se quieren realizar, precisión requerida y límites de detección a alcanzar. Antes de empezar a diseñar un programa de muestreo para la recogida de muestras orgánicas es necesario definir sus objetivos ya que determinan la escala, densidad y características del muestreo requerido. Este programa debe ser específico, aplicable y sensible a dichos objetivos.

Para el diseño del muestreo se debe definir la cantidad de muestra neta que responderá a las necesidades preestablecidas en el programa de muestreo en cuanto al número de laboratorios que van a intervenir, los tipos de análisis a realizar y de la muestra control si se considera necesaria.

2. Investigación inicial del área de estudio. Para poder definir el contenido de un programa de muestreo es necesario llevar a cabo una investigación inicial del área de estudio que nos permita definir claramente las zonas de muestreo. Estas determinaciones preliminares deberán ser, al menos, las siguientes:

- a. Conocer si el área de estudio está influenciada por vías de exposición de instalaciones. En este caso, será necesario conocer las direcciones de los vientos predominantes.
- b. Conocer los usos de la tierra y el agua, información que se puede obtener en el Censo del Uso de la Tierra y el Agua (CUTA) y los cultivos predominantes, así como, en su caso, los hábitos alimenticios de la población, en la zona de estudio.
- c. El programa de muestreo debe dar cuenta, si las hay, de las variaciones estacionales climatológicas más relevantes.

El programa de muestreo deberá contener al menos esta información: definición de áreas y zonas de muestreo, selección de las especies representativas del programa de muestreo y puntos de muestreo, el procedimiento específico de toma de muestras y su conservación, siguiendo las directrices y recomendaciones de este documento, y los requisitos de seguridad y de personal. También deberá contener la planificación temporal de dicha toma de muestras, que se respetará si se garantiza la seguridad del personal que la realiza. Debe mencionar además las condiciones de transporte de las muestras y su conservación durante el mismo. Por ello, el citado programa debe contener, o al menos referenciar, los aspectos que aparecen en los siguientes subapartados.

6.2. Sobre el área de estudio y las zonas de muestreo

El área de estudio dependerá de cuáles sean los objetivos del muestreo. Estos objetivos pueden ser ambientales, dosimétricos, para la caracterización radiológica de una determinada especie, o para el estudio de impacto radiológico de una instalación. También, dependiendo de los objetivos del muestreo y de las características del área, se podrán definir o no zonas de muestreo donde ubicar los puntos.

6.3. Sobre las especies representativas y los puntos de muestreo

Una vez seleccionada el área de estudio, y según sus objetivos, se deben delimitar las especies que se recolectarán. Dependiendo de los objetivos, se pueden dar diferentes casos, los más generales son los siguientes:

1. Determinación del impacto de una instalación. Para el objetivo dosimétrico se deben muestrear los alimentos producidos en la zona. La definición de las especies a muestrear debe ser consecuencia de los resultados que se obtengan en un análisis previo de los hábitos alimenticios en el área objeto de estudio (teniendo en cuenta que se debe cubrir: leche, vegetales, carne, huevos, peces, cereales, miel, fruta, etc., que se produzcan en la zona). Adicionalmente, para conocer el impacto se deberán localizar y muestrear, entre otros tipos de muestras de naturaleza orgánica, organismos indicadores, con los que poder detectar los radionucleidos de interés y poder seguir su evolución temporal.
2. Objetivos dosimétricos de una población, sin vinculación con el impacto de una instalación concreta: se tienen que muestrear los alimentos mayoritariamente consumidos, al margen de su origen (como pueden ser los obtenidos de una cadena de alimentación) y, en este caso, es importante el análisis de la dieta total.

Los puntos de muestreo (salvo en el caso de la dieta total) deberían localizarse en establecimientos distribuidores de alimentos (como supermercados y grandes superficies) con una importante distribución en el área de estudio. La definición de las espe-

cies a muestrear debe ser consecuencia de los resultados obtenidos en un análisis previo de los hábitos alimenticios en el área objeto de estudio.

3. Para cualquier otro objetivo, la elección de las especies a recolectar depende de factores tales como su carácter representativo, su disponibilidad y, en su caso, de las épocas de cultivo. En este caso, como en el anterior, el empleo de los Censos de Uso de la Tierra y el Agua (CUTA) es una eficaz herramienta para poder seleccionar los tipos de muestras a recolectar.

Desde este punto, hasta el apartado 10 y salvo indicación contraria, este documento se va a referir a los casos 1. y 3. Las indicaciones proporcionadas en la definición del caso 2. se consideran suficientes para poder realizar la toma de muestras en ese caso.

En el caso de los animales, para los casos 1 y, a veces, 3, hay que procurar que los seleccionados hayan realizado su crecimiento alimentándose con productos obtenidos dentro del área/zona de estudio. En concreto, animales que se alimenten y vivan en el lugar de estudio (ciervos, jabalís, conejos, aves, etc.), que sean habitualmente cazados, y que formen parte de la dieta local, pueden ser de interés y por tanto susceptibles de ser muestreados. Hay que prestar atención en las explotaciones ganaderas cuyos animales se deberán alimentar con forraje y piensos de la zona, ya que si no esos puntos de muestreo no serían válidos.

En el caso de los peces, también en los casos 1 y, a veces, 3, hay que considerar, además, los hábitos alimenticios y de vida de las diferentes especies, para tomar una decisión respecto de cuáles son más convenientes muestrear en función de los objetivos del estudio, ya que algunos son unos excelentes bioindicadores, pero no forman parte de los hábitos alimenticios de la población. En cuanto a los puntos de muestreo para las especies piscícolas, si en el área/zona de estudio existe una instalación que evacua radionucleidos vía efluentes líquidos, es conveniente, para valorar el impacto de dicha instalación, que al menos uno de los puntos de muestreo se sitúe aguas arriba del citado punto de vertido, para actuar como testigo e imprescindible que varios se localicen aguas abajo, para valorar el impacto de la misma. En el caso de desear valorar el impacto de una instalación en la costa marina, el concepto de aguas arriba y abajo se debe modificar por aguas próximas y aguas lejanas.

Una regla general para la selección de las especies a muestrear es que cada muestra no debe contener diferentes tipos de especies.

Si el muestreo se va a realizar de forma sistemática, como criterio adicional de selección es importante tener en cuenta la estabilidad en su recolección o suministro a lo largo del tiempo que se prevea vaya a durar el programa.

6.4. Frecuencia y secuencia temporal

Es básicamente imposible definir estos parámetros en el caso de muestras orgánicas, ya que fundamentalmente van a depender de factores como los momentos de cultivo y su tipo, los ciclos de maduración y cosecha, para las muestras pertenecientes al reino vegetal y, para el animal, las épocas de caza y pesca, así como los ciclos de crianza y matanza.

Por lo tanto, cada programa de muestreo, una vez seleccionadas las muestras y según sus características, deberá contactar con los suministradores para elaborar un calendario razonable y abordable con garantías.

6.5. Personal involucrado, características de formación

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

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

7. Procedimiento operativo de la toma de muestras

7.1. Consideraciones previas/Precauciones

El procedimiento para la toma de muestras tiene por objeto adquirir una muestra representativa del producto o espécimen deseado. El tamaño de la muestra viene determinado por el número y tipo de análisis a realizar, así como por los límites de detección requeridos.

En la mayoría de las situaciones son los proveedores locales los que proporcionarán las muestras. Sin embargo, cuando los objetivos del estudio así lo permiten, p.ej. objetivos dosimétricos de una población sin asociar al impacto de una instalación o contaminación cercana, se pueden adquirir las muestras deseadas en establecimientos distribuidores de alimentos, representativos del consumo que realiza la globalidad de la población, sin poseer por lo tanto un conocimiento preciso de su origen.

Debe tenerse siempre en cuenta que se debe avisar a los proveedores con suficiente antelación, para que tengan previsto el suministro de la muestra solicitada en la fecha convenida.

En el caso de muestras vegetales, tanto las formadas por una o más unidades, estas se deben remitir enteras al laboratorio, al margen de que la cantidad de muestra sea excesiva. No se deben cortar ni romper para obtener la muestra que finalmente se envía al laboratorio. Si la muestra se debe remitir a varios laboratorios, el reparto también se debe realizar por unidades enteras, siempre y cuando estas sean equivalentes.

En el proceso de toma de muestras deben adoptarse las precauciones necesarias para evitar la contaminación, el deterioro y, en general, cualquier alteración de las características de las muestras que pueda influir negativamente en las determinaciones a realizar o anular su representatividad. Tras su recolección, la muestra debe colocarse en un recipiente limpio e inerte, que ofrezca protección suficiente contra la contaminación, daños y pérdidas.

Si se trata de muestras con un cierto contenido en humedad, deberá pesarse tanto la muestra total original recolectada, sin congelar, como, en su caso, la fracción remitida al laboratorio, con objeto de controlar posibles pérdidas de humedad durante el transporte.

Aunque resulta dependiente del tipo de especie a muestrear, se puede establecer en general diversas fases para el mismo: preparación inicial del muestreo, recogida de muestras, registro del muestreo, acondicionamiento y envío de la muestra. Cada una de estas fases es comentada a continuación de forma general para cada tipo de muestra.

Si la muestra debe ser distribuida entre varios laboratorios de análisis, hay que prestar especial atención a que los distintos laboratorios reciban muestras lo más parecidas posible,

lo que en algunos casos puede conducir a algún tipo de homogeneización de las diferentes unidades recolectadas, de manera que se obtenga una única muestra de la cual se puedan obtener alícuotas a distribuir entre los laboratorios. No se puede proporcionar un método general de homogeneización por la enorme variabilidad de los tipos de muestra, que requieren métodos totalmente diferentes.

Una vez tomada la muestra, se debe transportar en los contenedores adecuados para su conservación, que salvo indicación contraria se realizará por refrigeración, lo más rápidamente posible (antes de 24 o 72 horas, en función del tipo de muestra) bien al laboratorio, bien al almacén temporal, donde se procederá, en su caso, a la extracción de las muestras netas.

7.2. *Obtención de muestras netas*

Una vez tomadas las muestras y ya en el almacén temporal o en el laboratorio de análisis, lo habitual es que se requiera separar las muestras netas para los análisis pertinentes. No obstante, puede ser conveniente conservar las partes desechadas hasta que se disponga de los datos radiológicos de la parte analizada, por si fuera preciso realizar también el análisis de dichas fracciones.

Para ello, hay que realizar las siguientes consideraciones:

- Las partes que deben extraerse de la muestra para realizar los análisis solicitados deben estar perfectamente definidas, bien en el propio programa de muestreo, bien en un documento específico que debe ser conocido por todos los organismos involucrados en la toma y preparación de muestras. En el mismo documento debe señalarse si es necesario conservar las partes desechadas.
- Como norma general y atendiendo a los **OBJETIVOS** del programa de análisis definidos en el apartado 4 de este documento, las partes extraídas serán las siguientes: Para el **OBJETIVO 1** se debe considerar la eliminación de las partes no comestibles de las muestras recepcionadas y la eliminación mediante lavado del material depositado o adherido a ellas (por ejemplo, restos de tierra). Por su parte, para el **OBJETIVO 2** y dependiendo del objetivo perseguido, puede considerarse para su estudio la muestra recolectada en su totalidad, o utilizarse una o varias de las partes en que pueda dividirse la citada muestra (p.ej. huesos o espinas). La determinación del contenido radiactivo de las precitadas partes, o muestras netas, se enmarca, por ejemplo, dentro de estudios radioecológicos encaminados al conocimiento de la transferencia suelo-planta, planta-animales, etc.
- Es muy importante pesar siempre la muestra y las netas de ella extraídas. Figura 1.



Figura 1. Muestra recepcionada y pesaje de la muestra neta extraída de ella

- Una vez recepcionada la muestra, bien en el laboratorio, bien en el almacén temporal, se procederá a la extracción de las muestras netas, si no ha sido el propio proveedor el que ha realizado este paso, introduciéndolas en los contenedores adecuados para su conservación, que salvo indicación contraria se realizará por refrigeración. Si este paso se ha realizado en un almacén temporal, la muestra neta debe remitirse refrigerada y lo más rápido posible al laboratorio, donde se mantendrá en las mismas condiciones hasta llevar a cabo su preparación o tratamiento.
- Si las muestras estuvieran sometidas a algún proceso específico de conservación (p.ej. congelación), que se altere por la extracción de las muestras netas, o submuestras, debe procederse inmediatamente a la preparación de estas o restaurar inmediatamente dicho proceso en ellas; también debería de restaurarse el proceso en la muestra si es factible que en algún momento se vaya a extraer de ella más muestras netas.
- Debe tomarse en consideración si la extracción de muestras netas hace que el proceso de conservación se transforme en más exigente y actuar en consecuencia, p.ej. los huevos no siempre necesitan refrigeración, pero sí las yemas de estos.
- Las diferentes muestras netas extraídas deben etiquetarse con el código correspondiente a la muestra y registrar, además, el peso de muestra neta extraído, el tipo de muestra neta, la fecha de toma de muestra y la persona y entidades encargadas del proceso.
- NOTA para leche, miel y dieta tipo: aun cuando puede estudiarse el contenido radiactivo presente en las distintas fracciones de la leche, como son el cuajo, suero, etc., para el **OBJETIVO 2**, es preciso emplear procedimientos químicos que exceden de los planteamientos efectuados en este documento. Idéntico razonamiento puede realizarse para las muestras de miel y para las de dieta tipo, que por definición es una

mezcla de diversos alimentos. Por ello, en lo que sigue se consideran a estas muestras como un todo que se usa con objetivos dosimétricos.

7.3. Materiales

El equipamiento necesario se reseña en los siguientes apartados, para cada tipo de muestra a tomar.

7.4. Toma de la muestra

7.4.1. Animales (salvo peces y mariscos)

Los puntos de muestreo serán seleccionados entre aquellos proveedores de los distintos tipos de animales (no se contemplan aquí los peces y el marisco) capaces de garantizar que, dependiendo del objetivo del muestreo, los productos suministrados son de la zona de muestreo o los animales han sido alimentados con productos de dicha zona o son los más frecuentemente distribuidos para su consumo en la misma. Por ello, la situación más deseable en los dos primeros casos es que los proveedores sean a su vez productores, es decir, que posean granjas o explotaciones ganaderas dentro de la zona. En el caso de productos procedentes de la caza, el encargado del suministro debe ser una persona que pueda garantizar el origen de la caza suministrada.

7.4.1.1. Procedimiento operativo

- Recoger la muestra del tipo de animal a analizar, en una cantidad que dependerá del número y tipo de análisis a realizar, de las partes a analizar y de los límites de detección requeridos.
- Introducir la muestra en una bolsa de plástico resistente o en un recipiente de plástico con cierre hermético, en ambos casos convenientemente etiquetada. Si la muestra es de carne, las cantidades típicas oscilan entre los 2 y los 5 kg.
- Introducir este recipiente en una nevera portátil con bolsas de hielo u otro sistema de refrigeración, evitando que se moje, para su remisión al laboratorio o al almacén temporal, donde se realizarán los pasos necesarios para la obtención de las muestras netas o de las submuestras.

Según los objetivos del muestreo definidos en el apartado 4 de este documento, la muestra neta estará formada por:

1. **OBJETIVO 1:** solo se considerarán para su preparación y medida las partes comestibles. Lo que implica desplumar las aves, despellejar ciertos mamíferos, eliminar sus vísceras y separar la carne de sus huesos.

2. **OBJETIVO 2:** deben conocerse a priori las fracciones de la muestra que son el objeto del estudio, no necesariamente coincidentes con las de interés en los estudios dosimétricos y que en ocasiones pueden coincidir con fracciones desechadas en el caso anterior, como por ejemplo las partes no comestibles o los huesos.

En ambos casos, una vez obtenida la muestra neta, esta se limpia cuidadosamente de forma convencional para eliminar la presencia de cualquier objeto ajeno a la misma.

Las muestras así obtenidas se almacenan en recipientes de plástico con cierre hermético y debidamente etiquetados, quedando así dispuestas para su transporte al laboratorio o ya para su preparación.

A lo largo de todo el proceso, desde la toma de muestra hasta su preparación, la conservación será por refrigeración o congelación, según los plazos temporales. De ser necesario romper la cadena de frío para la extracción de las muestras netas o de las submuestras, deberá restaurarse inmediatamente después.

7.4.1.2. Equipamiento

- Bolsas de plástico resistentes o recipientes de plástico con cierre hermético.
- Balanza de capacidad adecuada para los pesajes a realizar, tanto en campo como, en su caso, para la obtención de las muestras netas.
- Nevera portátil con bolsas de hielo u otros elementos de refrigeración.
- En su caso: instrumentos para despiece.
- En su caso: congelador y/o nevera.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a cumplimentar.

7.4.2. Huevos

Si los objetivos del estudio así lo requieren, el proveedor de los huevos debe ser capaz de asegurar que son originarios de la zona de interés o que los animales que los han producido han sido alimentados con productos de dicha zona. Por ello, la situación más favorable tiene lugar cuando el proveedor posee a su vez una explotación localizada en dicha área.

7.4.2.1. Procedimiento operativo

- Recoger los huevos en una cantidad que oscila entre una y tres docenas, según el tipo y número de análisis a realizar y de los límites de detección requeridos.
- Introducirlos en una huevera convencional que, debidamente etiquetada, se sitúa para su transporte en contenedor de modo que se proteja su integridad, para su remisión al laboratorio o al almacén temporal, donde se siguen los pasos necesarios para la obtención de la muestra neta.

Según los objetivos del muestreo, la muestra neta estará formada por:

1. **OBJETIVO 1:** solo se considerarán para su preparación y medida las partes comestibles, lo que implica extraer la yema y la clara.

2. **OBJETIVO 2:** deben conocerse a priori las fracciones de la muestra que son objeto del estudio. En este caso, puede ser la cáscara objeto de interés, pese a ser la fracción desechada en el caso anterior.

En ambos casos, una vez obtenida la muestra neta se limpia cuidadosamente de forma convencional, en el primer caso eliminando cualquier elemento que no sea la clara o la yema y, en el segundo, limpiando con agua y frotando su cáscara para retirar elementos que no formen parte de la muestra.

Las muestras así obtenidas se almacenan en recipientes de plástico con cierre hermético y debidamente etiquetados, quedando así dispuestas para su transporte al laboratorio o ya para su preparación.

Desde que la muestra entra en el laboratorio o almacén temporal y hasta su preparación, la conservación será por refrigeración o congelación, según los plazos temporales y según se trate de un tipo u otro de muestra.

De ser necesario romper la cadena de frío para la extracción de las muestras netas o de las submuestras, deberá restaurarse inmediatamente después.

7.4.2.2. Equipamiento

- Huevera convencional.
- Bolsas de plástico resistentes o recipientes de plástico con cierre hermético.
- En su caso, nevera.
- En su caso, congelador.
- Balanza de capacidad adecuada para los pesajes a realizar, en su caso, para la obtención de las muestras netas.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a cumplimentar.

7.4.3. Peces y mariscos



Figura 2. Ejemplos de distintas técnicas para la captura de muestras de peces y mariscos

Para la toma de muestras de peces o de mariscos se puede utilizar cualquier arte de pesca, pero hay que tener en cuenta que tanto estas como el tamaño mínimo de los peces o mariscos recolectados deben cumplir con la reglamentación en vigor. Figura 2.

Por razones prácticas, las muestras también pueden ser compradas a pescadores de la zona o en lonjas de pescado, siempre que su procedencia pueda ser inequívocamente determinada. Los proveedores de los distintos tipos de peces o mariscos serán seleccionados entre aquellos capaces de garantizar que, dependiendo del objetivo del muestreo, los productos suministrados son bien de la zona de muestreo, bien han sido alimentados con pienso de dicha zona o bien son los más frecuentemente distribuidos para su consumo en la misma.

7.4.3.1. Procedimiento operativo

- Recoger los peces o mariscos, en cantidad que oscila entre 2 y 5 kg según el número y tipo de análisis a realizar y de los límites de detección requeridos.

- Introducirlos en una o varias bolsas de plástico resistente o en una o varias cajas de plástico con cierre hermético, debidamente etiquetadas. Estas se ubican en el interior de una nevera portátil con bolsas de hielo u otro elemento de refrigeración. En cualquier caso, debe evitarse que se mojen las muestras o la pérdida de sus fluidos. Las muestras así acondicionadas se remiten al laboratorio o a un almacén temporal, donde se siguen los pasos necesarios para la obtención de las muestras netas o, en su caso, de las submuestras.

Según los objetivos del muestreo, la muestra neta estará formada por:

1.- **OBJETIVO 1:** sólo se considerará para su preparación y medida las partes comestibles, lo que implica la retirada de las escamas y la separación de las partes comestibles (músculatura) de las no comestibles (espinas, cáscaras en los mariscos...). Los peces y mariscos pequeños, p.ej. chanquetes, boquerones, quisquillas, etc., se analizan en su totalidad, una vez eliminadas las vísceras, considerándose comestible la muestra completa.

2.- **OBJETIVO 2:** deben conocerse a priori las fracciones de la muestra que son objeto del estudio, que pueden incluir las espinas, piel o conchas, partes que como en casos anteriores, se corresponden con las desechadas cuando se considera el objetivo 1.

En todo caso, es conveniente conservar congeladas las partes en principio desechadas hasta que se disponga de los datos radiológicos de la especie de peces o mariscos analizada, por si fuera preciso realizar también el análisis de dichas fracciones.

En ambos casos, una vez obtenida la muestra neta se limpia cuidadosamente de forma convencional, para eliminar la presencia de cualquier objeto ajeno a la misma.

Las muestras así obtenidas se almacenan en bolsas de plástico resistente o en cajas de plástico con cierre hermético y debidamente etiquetados, quedando así dispuestas para su transporte al laboratorio o ya para su preparación.

A lo largo de todo el proceso, desde la toma de muestra hasta su preparación, la conservación será por refrigeración o congelación, según los plazos temporales. De ser necesario romper la cadena de frío para la extracción de las muestras netas o de las submuestras, deberá restaurarse inmediatamente después.

7.4.3.2. Equipamiento

- En su caso, artes de pesca.
- En su caso, permisos de pesca.
- Balanza de capacidad adecuada a los pesajes a realizar, tanto en campo como, en su caso, para la obtención de las muestras netas o submuestras.
- Bolsas de plástico resistentes o recipientes de plástico con cierre hermético.
- Nevera portátil con bolsas de hielo u otros elementos de refrigeración.
- En su caso: instrumentos para despiece.
- En su caso: congelador y/o nevera.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a cumplimentar.

7.4.4. Cultivos

De todos los tipos de muestras considerados hasta el momento, esta es la que puede asumirse como primaria. Conocer el contenido radiactivo existente en los cultivos, vegetales, cereales y frutas, sirve no solo como control de calidad ambiental, para la evaluación de impacto de una instalación o para el cálculo de la dosis, sino también como un indicador que permite estimar las concentraciones que pueden existir en la carne, la leche y los huevos, entre otros tipos de alimentos.

Con frecuencia, los objetivos de este tipo de estudios son tales que las muestras de cultivos deben solicitarse a los productores locales, eligiendo como especies de interés las de mayor producción en el área/zona de estudio. En estos casos, se debe tener especial cuidado en asegurarse de que el cultivo recolectado no se realiza en un punto singular, por lo que respecta al depósito o la contaminación global existente en el área/zona objeto de estudio.

En todo caso, se debe procurar que las fechas de muestreo correspondan con las propias de la recolección del tipo de cultivo seleccionado. Hay que tener siempre en cuenta que es necesario avisar a los proveedores con suficiente antelación, para que tengan previsto el suministro de la muestra solicitada el día requerido.

Si se quiere determinar la presencia en los cultivos de radioyodos o de radionucleidos procedentes de un efluente gaseoso, se deben seleccionar preferentemente especies de vegetales con hoja ancha.

7.4.4.1. Procedimiento operativo

La cantidad de muestra de cultivos a recoger es muy variable, pero puede ser necesario incluso varios kilogramos. Entre otros factores, depende de su contenido en agua y del tipo y número de análisis que se quieran realizar, así como de los límites de detección requeridos en estos.

Tras su recolección, se introduce en recipientes adecuados (bolsas de plástico resistentes, cajas plásticas con o sin cierre hermético, contenedores de cartón, etc.), en cualquier caso, debidamente etiquetados. Figura 3. Los productos maduros o perecederos deberán transportarse en una nevera portátil con bolsas de hielo u otros elementos de refrigeración, procurando que no se moje la muestra. Las muestras así acondicionadas se transportarán al laboratorio o al almacén temporal, donde se siguen los pasos necesarios para la obtención de la muestra neta o, en su caso, de las submuestras.



Figura 3. Muestra de posidonia recién recolectada y pesada de una de sus alícuotas

Según los objetivos del muestreo, la muestra neta estará formada por:

1. **OBJETIVO 1:** como regla general, no exenta de excepciones, la manipulación que se debe de realizar en las muestras de cultivos debe de ser tal que permita el análisis solo de las partes comestibles, aunque es conveniente tener en cuenta las costumbres y hábitos alimenticios de las distintas zonas, ya que no en todos ellos se consideran, sobre el mismo cultivo, las mismas partes comestibles. Este extremo, para las distintas clases de cultivos debe estar claramente definido en los correspondientes programas de muestreo y, en caso de duda, deberán tomarse todas aquellas partes potencialmente comestibles (p. ej. piel de ciertas frutas y verduras). Se deberán eliminar los huesos en los frutos, las cáscaras en muchos cereales, frutos, etc. y lavar la muestra para la eliminación de cualquier materia extraña a ella adherida superficialmente.

2. **OBJETIVO 2:** deben conocerse a priori las fracciones de la muestra que son objeto del estudio, que pueden incluir, por ejemplo, los huesos de las frutas o las cáscaras de los cereales, partes desechadas en el objetivo anterior.

En ambos casos hay que prestar especial atención a la retirada de raíces y también a la limpieza de ciertas muestras o partes de las muestras; p.ej. la tierra presente en la piel de algunos tubérculos, como la patata.

Como para el resto de muestras, una vez obtenida la muestra neta, se limpia cuidadosamente de forma convencional, para eliminar la presencia de cualquier objeto ajeno a la misma.

Las muestras así obtenidas se almacenan en bolsas de plástico resistente o en recipientes de plástico con cierre hermético; este último sistema es el recomendado para muestras con alto contenido en humedad y debidamente etiquetados, quedando así dispuestas para su transporte al laboratorio o ya para su preparación.

A lo largo de todo el proceso, desde la toma de muestra hasta su preparación, la conservación será por refrigeración o congelación, según los plazos temporales y el tipo de muestras. De ser necesario romper la cadena de frío para la extracción de las muestras netas o de las submuestras, deberá restaurarse inmediatamente después. Aunque en el caso de muestras con muy bajo contenido en agua, p.ej. ciertos cereales, si los plazos no son excesivamente largos, no requieren ningún sistema de conservación especial.

7.4.4.2. Equipamiento

- Bolsas de plástico resistentes de cierre hermético.
- En su caso: contenedores de plástico, de cartón, etc.
- Nevera portátil con bolsas de hielo u otros elementos de refrigeración.
- Balanza de capacidad adecuada a los pesajes a realizar, tanto en campo como, en su caso, para la obtención de las muestras netas.
- En su caso: instrumentos para podas.
- En su caso, congelador y/o nevera.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a cumplimentar.

7.4.5. Leche

El procedimiento que seguidamente se describe es aplicable a muestras de leche de cualquier origen.

Para satisfacer los objetivos de muchos estudios es preciso que el proveedor de la muestra de leche sea capaz de asegurar que los animales de los que se ha obtenido han sido alimentados con productos procedentes del área/zona de estudio.

7.4.5.1. *Procedimiento operativo*

Recoger la muestra de leche, en una cantidad que oscila entre 5 y 10 litros, según el tipo y número de análisis a realizar y de los límites de detección requeridos.

Introducir la leche en recipientes de plástico que, debidamente etiquetados, se alojan en el interior de una nevera portátil con bolsas de hielo u otro elemento de refrigeración.

Transportar lo más rápidamente posible (si es factible, antes de 24 horas) las citadas muestras al laboratorio o almacén temporal en donde se procede a su conservación, por refrigeración o por congelación, si los análisis a realizar sobre la muestra de leche así lo permiten, hasta que se proceda a su preparación para su medida. Si por cualquier causa se prevé que se va a demorar el traslado más de lo antes indicado o las condiciones ambientales son calificables de “calurosas”, se debe añadir a la leche, *in situ* tras el muestreo, un conservante químico.

Cualquier traslado de las muestras de leche, refrigerada o congelada, se debe llevar a cabo en neveras portátiles con bolsas de hielo u otro producto refrigerante, cuidando que no se modifique el estado de la muestra.

7.4.5.2. *Equipamiento*

- Recipientes de plástico con cierre hermético.
- En su caso, conservante de naturaleza química y papel indicador de pH.
- En su caso, probeta graduada.
- En su caso, varilla para agitar.
- Nevera portátil con bolsas de hielo u otro elemento refrigerante.
- En su caso: congelador y/o nevera.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a completar.

7.4.6. Miel

La miel debe ser recolectada de productores existentes en el área de estudio. Se debe requerir al suministrador que la miel provenga de panales ubicados en dicha zona y no se trate de explotaciones nómadas. Además, se tratará de que sea de reciente elaboración (fresca, a ser posible).

7.4.6.1. Procedimiento operativo

La cantidad de muestra a recoger oscilará entre 0,5 y 1 kg en función del tipo y número de análisis a realizar y de los límites de detección requeridos.

Se debe introducir la miel en un bote de cristal o de plástico con cierre hermético, etiquetado adecuadamente, para su remisión al laboratorio o al almacén temporal.

En este caso, debe observarse cuidadosamente el contenido para eliminar cualquier material extraño a la miel, tales como cera, abejas, etc.

7.4.6.2. Equipamiento

- Tarros de plástico o de cristal con boca ancha.
- Balanza de capacidad adecuada para los pesajes a realizar.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a cumplimentar.

7.4.7. Organismos indicadores

De acuerdo con la definición dada en la sección 5.2 del presente documento, teniendo en cuenta los objetivos que se quieren alcanzar con el muestreo y las características del área/zona que se pretende estudiar, los organismos indicadores han de encontrarse en los citados ecosistemas locales y pueden tener muy distinta naturaleza. Ejemplos de este tipo de organismos pueden ser diversos tipos de moluscos (como almejas y ostras, entre otros), cangrejos, algas, determinados tipos de hongos, de vegetación, etc. En cualquier caso, de forma general se deben tener en cuenta las siguientes consideraciones:

- Su movilidad debe estar restringida a la zona de estudio.

- Para cada tipo de organismo indicador se deben utilizar los procedimientos operativos y el equipamiento correspondiente al tipo de muestra orgánica en donde puedan englobarse por analogía, de los descritos en los apartados anteriores, considerando que, para obtener la muestra neta, se tiene que considerar siempre el OBJETIVO 2.

7.4.8. Dieta tipo

La muestra de dieta tipo consiste en una ración de las diversas comidas preparadas en centros donde se sirven menús completos (comedores escolares, de colectividades, hospitales, etc.), siempre que esta sea representativa del consumo realizado en el área/zona de estudio, almacenándose, para su posterior análisis, el equivalente a dicha ración diaria durante un período comprendido entre cinco y siete días consecutivos.

7.4.8.1. Procedimiento operativo

En cada uno de esos días previstos se recolecta la ración total suministrada por persona en todas las comidas que esta efectúa a lo largo de toda la jornada, así como las correspondientes bebidas.

De las comidas recolectadas, solo se utiliza para el análisis la parte comestible. Por lo que, inmediatamente después de cada toma de muestra deben eliminarse todas las partes no comestibles (huesos, espinas, piel de ciertas frutas, etc.) y proceder al mezclado de todas las fracciones comestibles y bebidas, introduciendo la mezcla resultante en recipientes de plástico o vidrio que, debidamente etiquetados, se refrigeran o congelan para su conservación hasta la preparación previa a su caracterización radiactiva.

7.4.8.2. Equipamiento

- Contenedores de plástico o vidrio.
- Balanza de capacidad adecuada a los pesajes a realizar.
- Nevera.
- Arcón congelador en su caso.
- Rotuladores y etiquetas.
- Registros a cumplimentar.

7.5. Registro de la toma de muestra

Se llevará registro de las actuaciones, dejando constancia de la visita al punto de muestreo mediante formularios para el laboratorio y las etiquetas adhesivas para los contenedores, las cuales contendrán al menos la siguiente información:

- Referencia de la muestra.
- Tipo de muestra.
- Punto de muestreo.
- Fecha y lugar de recogida de la muestra.
- Datos del destinatario: laboratorio al cual se debe remitir la muestra y, si no es el mismo que realiza la toma de muestras, datos de contacto del laboratorio destinatario.
- Datos sobre la conservación de la muestra.
- Identificación de la persona o entidad responsable de la toma de muestras.

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

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

- Referencia de la muestra.
- Tipo de muestra.
- Punto de muestreo.
- Procedimiento de toma de muestra.
- Fecha y hora de recogida de la muestra. En el caso de que se haya recogido la muestra a lo largo de varios días, se indicará el principio y fin de este muestreo.

- Datos del destinatario: laboratorio al cual se debe remitir la muestra y, si no es el mismo que realiza la toma de muestras, datos de contacto del laboratorio destinatario.
- En su caso, masa de muestra recolectada con indicaciones de si es en peso húmedo o cenizas.
- Datos sobre la conservación de la muestra.
- Observaciones, donde figurarán datos sobre aquellas cuestiones que pudieran tener influencia directa o indirecta en los resultados del análisis. Por ejemplo, si se trata de una muestra simple o compuesta, qué parte de la muestra se ha tomado (en caso de que el suministrador haya realizado una limpieza previa). También debe consignarse cualquier desviación que se haya producido con respecto al método de muestreo previsto.
- Firma y fecha de la persona que ha tomado la muestra, reflejando su nombre y apellidos o sus iniciales identificativas.
- Identificación de la persona o entidad responsable de la toma de muestras.

En el anexo 2 se incluye un ejemplo de ficha para el registro de información. De esta ficha debe conservar copia la persona o entidad responsable de la toma de muestra.

8. Control de calidad del muestreo

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

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

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

1. Proporcionar un modo de monitorizar y detectar el error de muestreo, así como los medios para el rechazo de datos no válidos.
2. Actuar como demostración de que los errores de muestreo han sido controlados adecuadamente.
3. Indicar la variabilidad del muestreo, y, por lo tanto, proporcionar indicación de este importante aspecto del error.

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

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

Además, en el caso particular de la toma de muestras orgánicas, las medidas específicas de control de calidad pueden incluir la realización de:

- Toma de muestras de productos similares de suministradores próximos para controlar el carácter representativo de las muestras.

9. Procedimiento operativo de la conservación de las muestras

9.1. Consideraciones previas/precauciones

El procedimiento de conservación debe ser tal que garantice la inalterabilidad de la muestra desde el momento de su recolección hasta que el laboratorio realice sobre ella las preparaciones necesarias para proceder a las determinaciones radiactivas. Por lo tanto, deben aplicarse lo más rápidamente posible después del momento de la recolección.

Se debe prestar especial atención a que la cadena de conservación no se rompa, ni por la separación de las muestras netas correspondientes en un almacén, ni por la entrada de la muestra al laboratorio ni posteriormente durante su conservación en él.

Los métodos de conservación serán diferentes en función de las características de las muestras y podrán variar según se trate de muestras o de muestras netas (p. ej. los huevos). Esto cobra especial relevancia si se considera que, desde el punto de vista de la conservación, el procedimiento de recolección de este tipo de muestras contiene al menos dos etapas:

- La muestra se toma y, sin manipular, se envía directamente al laboratorio, esto es, dentro de las primeras 72 h, de modo que las características de las muestras permanecen constantes hasta su entrada en el laboratorio.
- Las muestras tienen una etapa intermedia, en la cual se depositan en un almacén, donde se extraen las muestras netas, remitiéndose estas a continuación al laboratorio. En este caso las características de las muestras pueden variar desde el momento de su toma hasta la entrada en el laboratorio, y las condiciones de conservación, también.

Es importante tener en cuenta que una buena parte de las muestras orgánicas suelen tener un alto contenido en agua y los resultados se suelen reportar en Bq/peso húmedo. Por tanto, un factor muy importante en el proceso de conservación es el mantenimiento de las condiciones de humedad originales de la muestra hasta el momento de su preparación en laboratorio. Esto tiene una especial importancia si se decide congelar la muestra, ya que se debe verificar que el proceso de congelación/descongelación no altere el contenido en humedad de las muestras. Por todo lo anterior, es muy importante conocer el peso recolectado de la muestra, antes de la congelación o, en su defecto, realizar el transporte lo antes posible hasta el laboratorio que pueda obtener este peso.

La gran variabilidad de las muestras a considerar determina que también sean muy variables los procesos a seguir, aunque de forma muy general, se puede considerar que las muestras orgánicas van a ser de dos tipos, en función de su pertenencia al reino animal o al vegetal y los primeros necesitan unas condiciones de conservación más estrictas.

La regla más importante a seguir cuando se toma una muestra orgánica, es que esta se prepare para su análisis en el menor tiempo posible. Sin embargo, ello no siempre es posible, por condicionantes del proceso de muestreo o del propio laboratorio. Por este motivo, se detallan en el presente procedimiento unos métodos de conservación progresivamente más exigentes, dependiendo del tipo de muestra y también de cuanto mayor sea la demora previsible hasta su preparación. Estos requisitos concretamente hacen referencia a las condiciones ambientales en las que debe conservarse la muestra, con especial atención a la temperatura.

Si se deben trasladar al laboratorio muestras ya congeladas, el traslado debe efectuarse con la suficiente celeridad en neveras portátiles, dotadas con bolsas de hielo u otro medio de refrigeración, para evitar la descongelación de las muestras.

9.2. Equipamiento y materiales

Los equipos necesarios para la conservación de las muestras, antes de su preparación, son únicamente dos: balanzas y equipos de refrigeración o congelación.

En cuanto a los materiales necesarios, estos son los de uso común en cualquier laboratorio básico de química.

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

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

- Arcón congelador que garantice la preservación de muestras orgánicas.
- Balanzas con rango entre el gramo y varios kilos.
- Frigorífico.
- Envases con geometrías adecuadas para la preservación de las muestras netas: recipientes de polietileno de diferente volumen con cierre son los más recomendados para muestras orgánicas.

- Material de uso normal en el laboratorio: probetas graduadas, vasos de precipitados, bandejas metálicas, tijeras o sistema de guillotina de sobremesa, cuchillos, espátulas, productos de limpieza, tabla de cocina, etiquetas autoadhesivas, guantes de carnicero y térmicos, rotuladores indelebles, bolsas de plástico, film transparente, trituradoras de carne y vegetales, etc.

9.3. Procedimiento operativo

9.3.1. Muestras de origen animal

Requieren la colocación en recipiente o bolsa estanco, y este en nevera portátil en el momento mismo de la recolección. A partir de ese momento, y para los objetivos de este procedimiento, se van a presentar dos situaciones, según el plazo de tiempo que vaya a transcurrir entre muestreo y preparación:

- a. Máximo 72 horas: la muestra debe mantenerse refrigerada.
- b. Superior a 72 horas: deberá mantenerse congelada.

Debe de entenderse que estos periodos de tiempo son totales, desde la toma hasta la preparación, independientemente de que la muestra permanezca un tiempo en un almacén o no. En ningún caso el tiempo de refrigeración sin congelación debe sobrepasar las 72 horas.

9.3.2. Muestras de origen vegetal

Requieren la colocación en recipiente o bolsa estanco en el momento mismo de la recolección. A partir de ese momento se van a presentar diferentes situaciones según el contenido de agua y azúcares del vegetal y el plazo de tiempo que vaya a transcurrir hasta su preparación. De forma general, el criterio a seguir puede ser el mismo que se ha reseñado en el apartado anterior, pero considerando que los plazos serán en general más largos y las necesidades de mantener las muestras refrigeradas o congeladas menos estrictos, y dependientes de las características de las muestras y de las muestras netas. Por ejemplo, no es lo mismo las necesidades de conservación de ciertas frutas perecedoras o vegetales de hoja ancha que las de ciertos arbustos, como la retama, o cereales, como el arroz o el trigo y tampoco requerirá el mismo mecanismo de conservación una naranja que su pulpa.

Bien en el plan de muestreo o bien en los procedimientos del laboratorio deberán figurar las instrucciones específicas de conservación, incluyendo los plazos de esta, para los diferentes tipos de muestras vegetales objeto de estudio.



9.3.3. Otras muestras

- a. Miel: no necesita ningún sistema de conservación.
- b. Huevos: el sistema varía si se retira la cáscara para obtener la muestra neta, en cuyo caso se trata como una muestra de origen animal y, como tal, deberá conservarse respetando los plazos para su conservación en condiciones de refrigeración o congelación, o si se preserva el huevo entero, en cuyo caso no tendrá ninguna conservación especial salvo que se vaya a demorar en exceso su preparación, que convendría refrigerarlo.
- c. Leche: el momento más adecuado para la adición de un conservante químico a la muestra de leche coincide con el de su recolección. Se debe añadir la cantidad necesaria de NaOH para lograr que el pH de la muestra de leche se encuentre entre 8 y 10. Todo ello con independencia de aplicar adicionalmente las condiciones ambientales descritas en los apartados anteriores.

La leche también puede permanecer refrigerada hasta un máximo de 24 horas desde su recolección, momento en el cual se tendrá que conservar o bien por congelación o bien añadiendo el estabilizante químico.

10. Procedimiento operativo para la recepción de la muestra

Tres son los aspectos que deben destacarse sobre la recepción en el laboratorio de una muestra orgánica 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 recibidas y sobre la documentación que las acompaña a su llegada al laboratorio.

Este aspecto es clave para asegurar tanto la correcta identificación de la muestra, como para poder garantizar que esta no ha sufrido alteraciones significativas desde su toma, o que, en cualquier caso, se han documentado convenientemente las deficiencias o anomalías existentes en la misma, de forma que se puedan tener presentes a la hora de valorar los resultados que se obtengan.

En este sentido, es importante la existencia de unos criterios claramente establecidos en cada laboratorio, para aceptar o rechazar una muestra en el mismo, lo cual en el caso de las muestras a las que este procedimiento se refiere puede ser especialmente sencillo, como es el rechazo que debe producirse cuando la muestra recibida carezca de una correcta identificación o cuando no estén suficientemente selladas (en muestras con contenido en humedad) o estén rotos los contenedores y se haya podido producir la mezcla de muestras o cuando de forma evidente se haya roto la cadena de conservación. En cualquier caso, dichos criterios no deben dejarse al libre albedrío de la persona concreta que en cada momento efectúa la recepción de la muestra.

La correcta identificación de la muestra en el laboratorio se garantiza registrando en su base de datos todas aquellas informaciones relativas a la toma de muestras, las cuales deben venir consignadas en la correspondiente ficha, véase anexo 2, que debe acompañar a cada muestra a su llegada al laboratorio. Por ello, para su correcto ingreso en el laboratorio, solo se precisa completar dichos datos con la fecha de recepción en el mismo, la clave identificativa de la muestra en el laboratorio, que puede coincidir o no con la referencia dada a la muestra durante su toma y con las observaciones efectuadas durante el muestreo, que deben figurar en la ficha que acompaña a la muestra. Así mismo, deben reflejarse los comentarios que haya sido necesario realizar en el acto de su recepción en el laboratorio.

En segundo lugar, ha de destacarse la necesidad de poseer un sistema eficiente de registro y de documentación de las muestras recepcionadas, que abarque desde que esta ingresa en el laboratorio hasta que se efectúa la emisión del correspondiente informe de resultados y el posterior archivo definitivo de la determinación realizada.

En tercer lugar, debe garantizarse la integridad y la confidencialidad de los datos en los diferentes procesos realizados en el laboratorio. Sería suficiente con que los trabajadores del

laboratorio firmen un documento de confidencialidad; una alternativa a la firma de ese documento podría ser la encriptación de la referencia de la muestra, de forma que los operadores y analistas que trabajan con ella ignoren tanto el origen de la muestra, como el destinatario final de los datos obtenidos.

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

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

10.1. En la base de datos de muestras recepcionadas

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

10.2. Acompañando a la muestra durante su preparación

- Referencia de la muestra.
- Fecha y hora de la toma de muestra.
- Masa de la muestra en el momento de su recolección (o de su preparación como muestra neta).
- Observaciones relevantes a tener presentes para su preparación.
- Relación de las anomalías habidas durante la preparación.

- Registro de otros datos relevantes obtenidos durante la preparación.

Durante el tránsito de las muestras orgánicas por los diferentes laboratorios de preparación, de radioquímica y de medida, estas deben ir siempre acompañadas de la información necesaria para conocer: a) la evolución que han ido experimentando como consecuencia de los tratamientos realizados, b) los tratamientos o análisis que posteriormente se deberán llevar a cabo o si finalmente debe almacenarse como una muestra ya medida y c) todos aquellos datos necesarios para poder reportar los resultados en las unidades requeridas, por lo tanto es muy importante registrar todas las masas desde el momento mismo de la recolección (muestra, muestra neta, muestra neta en el momento de la entrada al laboratorio -si aplica- y alícuotas).

11. Procedimiento de preparación

La preparación a la que hay que someter a las muestras orgánicas presenta una casuística muy elevada, pues puede depender de factores tan diversos como: la recolección de la muestra (p.ej. en el caso de plantas y de algunos organismos indicadores, si se recolectan o no conjuntamente con sus raíces), el estado en que se reciben y en el que posteriormente se conserven las muestras (p.ej. congeladas o simplemente refrigeradas) y el tipo y número de determinaciones que deban realizarse. Sin embargo, hay un gran número de aspectos comunes en el tratamiento de una gran parte de los tipos de muestras orgánicas.

En general y para todos los tipos de muestras orgánicas, si la muestra se recibe congelada o se ha conservado en este estado, se procede en primer lugar a su descongelación a temperatura ambiente en un recipiente adecuado, antes de su tratamiento. En casos de extrema urgencia, como son los que se dan cuando debe determinarse la presencia de radiyodos, puede forzarse la descongelación de la muestra, introduciéndola con su recipiente en un baño de agua caliente o situándola en proximidad de focos de calor. Siempre en este proceso debe cuidarse que la temperatura de la muestra no supere los 40 °C, para evitar la pérdida de radionucleidos fácilmente volátiles.

Respecto a los organismos indicadores, hay que señalar que su tratamiento es idéntico al descrito para muestras de idéntica o similar naturaleza. Así, en el caso de organismos indicadores de origen animal, las concreciones a tener en cuenta para su tratamiento coinciden con las descritas en el apartado dedicado a las muestras de carne y huevos, o el dedicado a muestras de peces y mariscos. Por su parte, para los organismos indicadores de naturaleza vegetal u hongos, se les deben aplicar todas las consideraciones hechas para muestras de cultivos.

En adelante, el término muestra indica muestra neta.

11.1. Consideraciones generales sobre la preparación de muestras

Los detalles que seguidamente se destacan son de aplicación a la práctica totalidad de las muestras orgánicas sólidas. Cuando estos no sean de aplicación a la leche y la miel, se indicará explícitamente, así como cuando no sean de aplicación a algún tipo de muestra sólida en particular.

El término preparación de la muestra, en el contexto de este documento, va a referirse a los tratamientos físicos que sufre la muestra o una de sus alícuotas para ponerla a punto, para iniciar los procesos de su medida directa o del aislamiento del radionucleido que se desea determinar, sea o no a través de una separación radioquímica. Los tratamientos químicos, como la lixiviación o la disolución de la muestra, se excluyen de este documento dado su carácter excesivamente dependiente de la muestra y del tipo de determinación a realizar.

La preparación física, en adelante solo preparación, tiene diferentes objetivos: aumentar el ratio masa/volumen de la muestra a tratar, lo que permite tratar mayor cantidad de muestra y reducir límites de detección; obtener muestras más estables y, por lo tanto, más fáciles de conservar, facilitar la homogeneización de la muestra y, por lo tanto, la posterior obtención de alícuotas representativas y, por último, eliminar la materia orgánica de las muestras, como paso previo para realizar separaciones radioquímicas más eficientes.

Estos objetivos se alcanzan sin más que someter las muestras a temperatura; se habla entonces de desecación o de calcinación, dependiendo del grado de temperatura aplicado. En función de los tipos de muestra, de los análisis que se desee realizar y de los límites de detección que se deseen obtener, se aplicarán de forma secuencial uno solo o los dos pasos.

11.1.1. Desecación

La desecación es el proceso que se realiza a más baja temperatura; entre sus objetivos está el decrecer el volumen de la muestra para poder medir sobre una mayor cantidad de esta y mejorar la representatividad de la muestra y también el límite de detección que se obtendrá en la medida, así como preparar la muestra para el proceso de calcinación, retirándole el agua. Figura 4. De manera que se trata de un proceso en sí mismo, pero también de una etapa previa a la de calcinación.



Figura 4. Diferentes muestras orgánicas en proceso de desecación

Los aspectos a tener en cuenta en la desecación son los siguientes:

- Es aconsejable que, si después se va a calcinar, la muestra se deseque completamente en esta etapa.
- Los dos parámetros a controlar en la desecación son la temperatura a la que esta se realiza, menor que 110 °C, y el tiempo de desecación.
- En cuanto a la temperatura, esta dependerá de los radionucleidos que se desee determinar. Si estos son volátiles (p.ej. radioyodos), la desecación debe realizarse de forma natural a la temperatura ambiente del laboratorio o en estufas de desecación, a temperaturas relativamente bajas, aproximadamente 40 °C, para poder garantizar que no se produce la pérdida por evaporación de los radionucleidos que se desean detectar. Si no son volátiles, la temperatura puede elevarse hasta los 110 °C como máximo.
- En cuanto al tiempo necesario para el secado de la muestra, depende principalmente de las características de la muestra a tratar, de su contenido en agua, de la temperatura de secado y también de la cantidad de muestra a secar en función de los análisis a realizar. Cada laboratorio, para cada tipo de muestra, deberá establecer unos parámetros estándar.
- En el caso de muestras orgánicas sólidas se procede a su troceado antes de la desecación, para facilitar su tratamiento posterior.
- Antes de iniciar el proceso, se determina la masa o volumen, según el caso, de la muestra a tratar; constituyendo esta determinación lo que se identifica como “peso húmedo o volumen inicial”, respectivamente.
- La finalización del proceso de desecación se producirá bien cuando el volumen alcanzado sea el suficiente para los requisitos de la medida a realizar o bien cuando la eliminación del agua contenida en la muestra sea total, lo que puede verificarse por constancia en el peso final de la muestra obtenida al aumentar el tiempo de desecación. A la masa de la muestra así obtenida se la identifica como “peso seco”.
- La muestra, ya desecada, se tritura y homogeneiza, y del producto resultante se extraen las alícuotas necesarias para las diferentes determinaciones, alícuotas con características físico-químicas prácticamente idénticas entre sí.
- En el caso de las muestras de dieta total, el tratamiento se inicia, una vez eliminada la fracción no comestible, con su trituración si este proceso es minucioso y la batidora es suficientemente potente. El resultado ya es una muestra suficientemente homogé-

nea, con lo cual no es necesario proceder al desecado de toda ella, antes de la obtención de alícuotas.



Figura 5. Papilla obtenida tras la desecación de una muestra de dieta, su triturado y homogeneizado

No obstante, si después de la toma de alícuota y su desecación se desea volver a realizar otra separación en alícuotas, esta muestra, tras su secado, deberá triturarse y homogeneizarse, para garantizar que cualquier alícuota de la misma posee idéntica composición físico-química. Figuras 5 y 6.



Figura 6. Ejemplo de molino a utilizar para el triturado de muestras, tras su secado

11.1.2. Calcinación

- Si se quiere aumentar la reducción de volumen, o reducir completamente la materia orgánica, que suele interferir con los procesos radioquímicos, se puede proceder a una calcinación a temperatura entre 110 °C y 600 °C.
- Este proceso se deberá realizar a temperaturas que no superen los 500 °C si se desea determinar radiocesio, para tener una seguridad razonable de que no se ha volatilizado de la muestra el cesio que pudiera contener. En cualquier caso, hay que garantizar que no se alcancen temperaturas superiores a las de volatilización del radionucleido de interés.
- El límite de 600 °C se establece para evitar la descomposición de determinados compuestos de potasio, pero si se está razonablemente seguro de que la muestra no sufre descomposiciones significativas, esta temperatura podría elevarse.
- Mediante esta calcinación, las muestras pierden una parte importante de su materia orgánica, además del agua, con lo que se consigue generalmente una reducción considerable de volumen, pero no se recomienda este proceso para reducir volumen puesto que conlleva la pérdida de los radiocesios y otros volátiles de las muestras.
- La finalización del proceso de calcinación se producirá cuando la eliminación del agua contenida en la muestra sea total, para ello, debe verificarse la constancia en el peso final de la muestra obtenida al aumentar el tiempo de calcinación. Si la calcinación se realiza a altas temperaturas, el producto resultante serán unas cenizas de color blanco y exentas de puntos negros de origen carbonoso. Para verificar este aspecto, se removerá con una espátula la muestra resultante y en caso de que no se cumpla lo antes indicado, se repetirá la etapa de calcinación de la muestra. A la masa de la muestra así obtenida se la identifica como “peso cenizas”.
- En cuanto al tiempo necesario para la calcinación de la muestra, depende principalmente de las características de la muestra a tratar, de la temperatura de calcinación y también de la cantidad de muestra necesaria en función de los análisis a realizar. Cada laboratorio, para cada tipo de muestra, deberá establecer unos parámetros estándar.
- Una vez finalizada esta calcinación, la ceniza resultante se introduce en el oportuno recipiente para su traslado al laboratorio, en donde se efectúa la correspondiente separación radioquímica.
- Es recomendable no abordar la calcinación de toda la muestra disponible, no solo por aumentar la rapidez del proceso, sino también por preservar muestra original (o, al menos, solo desecada) para posibles futuras determinaciones.

11.2. *Equipamiento y materiales*

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

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

11.2.1. Equipamiento

- Arcón congelador que garantice la preservación de muestras orgánicas.
- Balanza de granataria.
- Balanza analítica.
- Horno mufla con temperatura regulable hasta al menos 600 °C.
- Estufa de desecación con temperatura regulable hasta al menos 110 °C.
- Frigorífico.
- Sistema de trituración y juego de tamices.
- Batidora industrial o doméstica acorde al tamaño de la muestra a triturar.

11.2.2. Materiales

- Envases con geometrías adecuadas para la preservación y/o medida de las muestras: recipientes de polietileno de diferente volumen, cápsulas plásticas tipo Petri, contenedores Marinelli, etc.
- Material de uso normal en el laboratorio: probetas graduadas, vasos de precipitados, cápsulas de porcelana, bandejas metálicas, tijeras y/o sistema de guillotina de sobre-

mesa, cuchillos, espátulas, productos de limpieza, tabla de cocina, etiquetas autoadhesivas, guantes, rotuladores indelebles, bolsas de plástico, film transparente, etc.

11.3. Procedimiento operativo

11.3.1. Dsecación de la muestra

11.3.1.1. Carne, ave y huevos. Pescados y mariscos. Cultivos y frutos. Dieta tipo

Cada muestra neta, preparada y pesada, se sitúa en un recipiente (vidrio, porcelana, metal) de tamaño adecuado para efectuar en él su eventual secado. Figura 7. La citada pesada de la muestra se realiza en una balanza con la precisión adecuada al propósito, obteniéndose su peso húmedo (P_H).

A continuación, se siguen los pasos descritos en 11.3.1.3.



Figura 7. Muestra de peces de pequeño tamaño tras su desecación

11.3.1.2. Leche

Una vez pretratada la muestra de leche y medido su volumen (V), se sitúa en un recipiente (normalmente de vidrio o porcelana según el uso posterior de la muestra desecada) de tamaño adecuado para efectuar en él su eventual secado. Figura 8.

A continuación, se siguen los pasos descritos en 11.3.1.3.

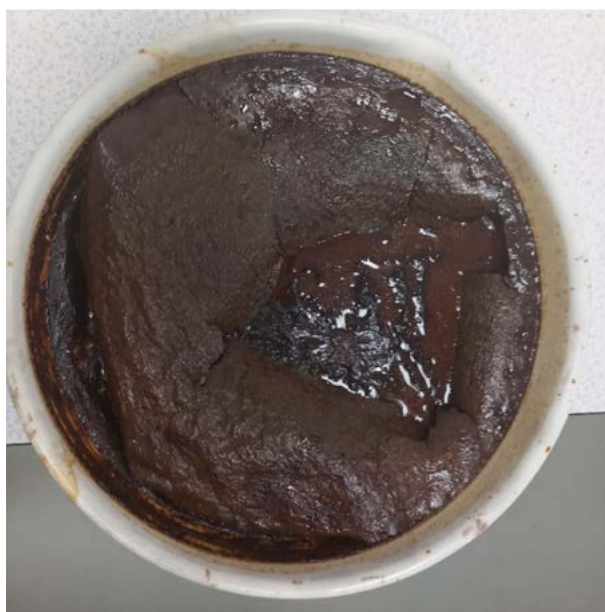


Figura 8. Muestra de leche tras su desecación

11.3.1.3. Carne, ave y huevos. Pescados y mariscos. Cultivos y frutos. Dieta tipo. Leche

Para proceder a la desecación de las muestras (figura 9) existen dos posibilidades:

- Si se desea llevar a cabo la cuantificación de radionucleidos volátiles, la desecación se realiza a la temperatura ambiente del laboratorio o en estufas a temperaturas relativamente bajas ($\approx 40^\circ\text{C}$), poniendo especial cuidado en someter a este proceso a toda la muestra recibida, para su posterior homogeneización.

NOTA: esta situación no tiene prácticamente aplicación en el caso de la leche, aunque no debe descartarse.

- Si no se desea la cuantificación de radionucleidos volátiles, la temperatura de desecación suele estar comprendida en el intervalo de $(90 - 110)^\circ\text{C}$, durante el tiempo necesario para desecar totalmente la muestra.

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

NOTA: El tiempo necesario para que se produzca dicho secado total depende de muchos factores: tipo de muestra a desecar, fracción de la misma, temperatura seleccionada, etc. Este debe ser aproximadamente conocido en cada laboratorio en base a su experiencia previa.

Una vez verificado el secado total de la muestra, se procede de nuevo al pesado de la muestra resultante en una balanza de características apropiadas a la cantidad de muestra y a la sensibilidad requerida para pesarla. El valor así obtenido se denomina peso seco, P_s .

Todas estas pesadas sirven para relacionar el peso de la muestra neta/alícuota sobre la que se han realizado los análisis con el peso de la muestra original.

NOTA: Se puede escoger la liofilización como proceso alternativo a la desecación de muestras de origen animal o vegetal, con la ventaja frente a esta última que el material así tratado no modifica su composición, ni se volatiliza ninguno de los radionucleidos presentes en la muestra (Mao et al., 1995), por lo que es un tratamiento válido para reducir la masa de la muestra de carne, al eliminar su contenido en agua. Son relativamente frecuentes los ejemplos de la utilización de este procedimiento en muestras de leche.



Figura 9. Muestra de vegetales tras su secado y antes de la separación en alícuotas

11.3.2. Calcinación de la muestra

Debe determinarse el peso de la alícuota de la muestra a tratar, P_s o P_H , dependiendo de que haya sido previamente desecada o no la muestra a baja temperatura. Para ello debe colocarse la cantidad de muestra a pesar en un recipiente adecuado, como puede ser el contenedor de porcelana en donde va a procederse a su calcinación.



Figura 10. Muestra de huesos calcinados a alta temperatura. Nótese la coloración homogénea y blanquecina de la muestra, denotando la total eliminación de materia carbonosa.

Se calcina esa alícuota en un horno mufla siguiendo las siguientes pautas:

- Subir paulatinamente la temperatura, desde 110 °C hasta la temperatura de calcinación seleccionada. A modo de ejemplo: se puede subir la temperatura de 50 en 50 °C, dejando transcurrir del orden de una hora entre subidas. El entorno de los 200 °C suele suponer un punto de inflexión, a partir de los 250 °C, los tramos de aumento pueden ser de 100 en 100 °C sin riesgo de pérdida de la muestra.
- Calcinar la alícuota al menos durante 12 - 24 horas a la temperatura seleccionada. El tiempo de duración de esta etapa es inversamente proporcional a la temperatura de calcinación seleccionada y también a la cantidad de muestra objeto de calcinación.
- Bajar paulatinamente la temperatura, durante 12 horas, desde la incineración seleccionada a la mínima del horno.
- Sacar la cápsula de porcelana del horno y dejar enfriar hasta temperatura ambiente.

NOTA: Verificar que la coloración resultante de las cenizas producidas es homogénea (figuras 10 y 11) y que se encuentra exenta de zonas puntuales ennegrecidas, lo que delataría la presencia de partes carbonosas no suficientemente calcinadas. En tal caso obligaría a repetir o al menos a prolongar la anterior etapa de calcinación de la muestra.



Figura 11. Muestra de posidonia, desecada (derecha) y calcinada (izquierda). Nótese la coloración homogénea y blanquecina de la muestra, denotando la total eliminación de materia carbonosa.

- Obtener el peso de la alícuota calcinada a alta temperatura o peso cenizas (P_1).
- La alícuota de la muestra, una vez incinerada y convenientemente homogeneizada, se introduce en uno o varios contenedores que permita su traslado a los correspondientes laboratorios.

12. Bibliografía

- N.A. Bereford, R.W. Mayes, P.M. Colgrove, C.L. Barnett, L. Bryce, B.A. Dodd, C.S. Lamb. “A comparative assessment of the potential use of the alginates and dietary calcium manipulations as countermeasures to reduce the transfer of radiostrontium to the milk of dairy animals”. *Journal of Environmental Radioactivity* 51(2000)321-334.
- V. Kannan, M.A.R. Iyengar y R. Armes. “Dose estimates to the public from ^{210}Po ingestion via dietary sources at Kalpakkam (India)”. *Applied Radiation and Isotopes* 54(2001)663-674.
- S.Y. Mao and K.N. Yu. “Measurement of natural and artificial radionuclide concentrations in meat consumed in Hong Kong”. *Radiation Measurements* 24(1995) 201-205.
- I. Outola, J. Filliben, K.G.W. Inn, (y 36 autores más). “Characterization of the NIST seaweed Standard reference material”. *Applied Radiation and Isotopes* 64(2006)1242-1247.
- M.K. Pham, J.A. Sánchez-Cabezas, P.P. Povinec, (y 33 autores más). “Certified reference material for radionuclides in fish flesh samples IAEA-414 (mixed fish from the Irish sea and North sea)”. *Applied Radiation and Isotopes* 64(2006)1253-1259.
- L.G.C. Santos, E.A. De Nadai Fernández, F.S. Tagliaferro, M.A. Bacchi. “Characterization of Brazilian commercial milks by instrumental neutron activation analysis”. *Journal of Radioanalytical Nuclear Chemistry* 273(2007)1-6.
- P. Strand, B.J. Howard, A. Aarkrog, M. Balonov, Y. Tsaturov, J.M. Bewers, A. Salo, M. Sickel, R. Bergman, K. Rissanen. “Radioactive contamination in the Arctic-sources, dose assessment and potential risks”. *Journal of Environmental Radioactivity* 60(2002)5-21.
- I.G. Travnikova, V.N. Shutov, G. Ya Bruk, M.I. Balonov, L. Skuterug, P. Strand, Ju. A. Pogorely, T.F. Burkova. “Assessment of current exposure levels in different population groups of the Kola Peninsula”. *Journal of Environmental Radioactivity* 60(2002)235-248.
- UNE-EN ISO 19112:2019. Información geográfica. Sistemas de referencia espaciales por identificadores geográficos. (ISO 19112:2019).



Anexo 1. Ejemplo de etiqueta de muestra

Tipo de muestra:

Referencia de la muestra:

Punto de muestreo:

Destinatario:

Dirección postal:

Entidad que toma la muestra:

Fecha y hora:

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

Anexo 2. Ejemplo de hoja de recogida de datos

Tipo de muestra:	
Procedimiento de toma de muestra:	
Destinatario	Ref. muestra:
Dirección postal:	Conservación:
Lugar de origen: Ref. sitio de muestreo: Proveedor:	Fecha del muestreo: Hora de muestreo: Fecha de recepción:
Cantidad recogida (peso, volumen, unidades):	
Cantidad remitida (peso, volumen, unidades):	
Conservación de la muestra:	
Observaciones:	
Entidad responsable del muestreo:	
Responsable:	Firma:

Procedimiento de muestreo y preparación de muestras para la determinación de la radiactividad en muestras orgánicas

Colección Informes Técnicos 11.2025
Serie Vigilancia Radiológica Ambiental
Procedimiento 1.19