

Calidad del agua

Actividad beta total en agua no salina

Método de ensayo a partir de una fuente concentrada
(ISO 9697:2015)

Esta norma ha sido elaborada por el comité técnico CTN 73 *Energía nuclear, tecnologías nucleares y protección radiológica*, cuya secretaría desempeña UNE.

UNE-EN ISO 9697

Calidad del agua
Actividad beta total en agua no salina
Método de ensayo a partir de una fuente concentrada
(ISO 9697:2015)

*Water quality. Gross beta activity in non-saline water. Test method using thick source
(ISO 9697:2015).*

*Qualité de l'eau. Activité bêta globale des eaux non salines. Méthode d'essai par source concentrée
(ISO 9697:2015).*

Esta norma es la versión oficial, en español, de la Norma Europea EN ISO 9697:2017, que a su vez adopta la Norma Internacional ISO 9697:2015.

Las observaciones a este documento han de dirigirse a:

Asociación Española de Normalización

Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org
Depósito legal: M 32292:2017

© UNE 2017
Publicado por AENOR INTERNACIONAL S.A.U. bajo licencia de la Asociación Española de Normalización.
Reproducción prohibida

ICS 13.280; 13.060.60

Versión en español

Calidad del agua
Actividad beta total en agua no salina
Método de ensayo a partir de una fuente concentrada
(ISO 9697:2015)

Water quality. Gross beta activity in non-saline water. Test method using thick source (ISO 9697:2015).

Qualité de l'eau. Activité bêta globale des eaux non salines. Méthode d'essai par source concentrée (ISO 9697:2015).

Wasserbeschaffenheit. Bestimmung der Gesamt-Beta-Aktivität in nicht-salzhaltigem Wasser. Dickschichtverfahren (ISO 9697:2015).

Esta norma europea ha sido aprobada por CEN el 2016-05-27.

Los miembros de CEN están sometidos al Reglamento Interior de CEN/CENELEC que define las condiciones dentro de las cuales debe adoptarse, sin modificación, la norma europea como norma nacional. Las correspondientes listas actualizadas y las referencias bibliográficas relativas a estas normas nacionales pueden obtenerse en el Centro de Gestión de CEN/CENELEC, o a través de sus miembros.

Esta norma europea existe en tres versiones oficiales (alemán, francés e inglés). Una versión en otra lengua realizada bajo la responsabilidad de un miembro de CEN en su idioma nacional, y notificada al Centro de Gestión, tiene el mismo rango que aquéllas.

Los miembros de CEN son los organismos nacionales de normalización de los países siguientes: Alemania, Antigua República Yugoslava de Macedonia, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Croacia, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Serbia, Suecia, Suiza y Turquía.



COMITÉ EUROPEO DE NORMALIZACIÓN
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation
Europäisches Komitee für Normung
CENTRO DE GESTIÓN: Avenue Marnix 17, B-1000 Brussels

© 2017 CEN. Derechos de reproducción reservados a los Miembros de CEN.

Índice

Prólogo europeo	5
Declaración.....	5
Prólogo	6
0 Introducción.....	7
1 Objeto y campo de aplicación.....	8
2 Normas para consulta	8
3 Símbolos, definiciones y unidades	9
4 Principio del método.....	10
5 Reactivos y equipo	11
5.1 Reactivos.....	11
5.2 Equipo.....	11
6 Procedimiento operatorio	12
6.1 Toma de muestras.....	12
6.2 Pretratamiento.....	12
6.3 Etapa de concentración	12
6.4 Etapa de sulfatación	13
6.5 Etapa de quemado.....	13
6.6 Preparación de la fuente.....	13
6.7 Medición	14
6.8 Determinación del fondo de conteo.....	14
6.9 Preparación de las fuentes de calibración	14
6.10 Sensibilidad y sesgo.....	15
6.11 Optimización de la determinación	15
7 Control de la fuente	15
7.1 Comprobación de la contaminación	15
7.2 Potencial desequilibrio de los radionúclidos.....	16
8 Expresión de los resultados.....	16
8.1 Cálculo de la concentración de actividad.....	16
8.2 Incertidumbre normalizada	17
8.3 Umbral de decisión	18
8.4 Límite de detección.....	18
8.5 Límites de confianza.....	18
9 Informe del ensayo	19
Anexo A (Informativo) Ejemplo de criterios de comportamiento.....	21
Bibliografía	22

Prólogo europeo

El texto de la Norma ISO 9697:2015 del Comité Técnico ISO/TC 147 *Calidad del agua*, de la Organización Internacional de Normalización (ISO), ha sido adoptado como Norma EN ISO 9697:2017 por el Comité Técnico CEN/TC 230 *Análisis del agua*, cuya Secretaría desempeña DIN.

Esta norma europea debe recibir el rango de norma nacional mediante la publicación de un texto idéntico a ella o mediante ratificación antes de finales de diciembre de 2017, y todas las normas nacionales técnicamente divergentes deben anularse antes de finales de diciembre de 2017.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento estén sujetos a derechos de patente. CEN y/o CENELEC no es(son) responsable(s) de la identificación de dichos derechos de patente.

De acuerdo con el Reglamento Interior de CEN/CENELEC, están obligados a adoptar esta norma europea los organismos de normalización de los siguientes países: Alemania, Antigua República Yugoslava de Macedonia, Austria, Bélgica, Bulgaria, Chipre, Croacia, Dinamarca, Eslovaquia, Eslovenia, España, Estonia, Finlandia, Francia, Grecia, Hungría, Irlanda, Islandia, Italia, Letonia, Lituania, Luxemburgo, Malta, Noruega, Países Bajos, Polonia, Portugal, Reino Unido, República Checa, Rumanía, Serbia, Suecia, Suiza y Turquía.

Declaración

El texto de la Norma ISO 9697:2015 ha sido aprobado por CEN como Norma EN ISO 9697:2017 sin ninguna modificación.

Prólogo

ISO (Organización Internacional de Normalización) es una federación mundial de organismos nacionales de normalización (organismos miembros de ISO). El trabajo de preparación de las normas internacionales normalmente se realiza a través de los comités técnicos de ISO. Cada organismo miembro interesado en una materia para la cual se haya establecido un comité técnico, tiene el derecho de estar representado en dicho comité. Las organizaciones internacionales, públicas y privadas, en coordinación con ISO, también participan en el trabajo. ISO colabora estrechamente con la Comisión Electrotécnica Internacional (IEC) en todas las materias de normalización electrotécnica.

En la parte 1 de las Directivas ISO/IEC se describen los procedimientos utilizados para desarrollar esta norma y para su mantenimiento posterior. En particular debería tomarse nota de los diferentes criterios de aprobación necesarios para los distintos tipos de documentos ISO. Esta norma se redactó de acuerdo a las reglas editoriales de la parte 2 de las Directivas ISO/IEC. www.iso.org/directives.

Se llama la atención sobre la posibilidad de que algunos de los elementos de este documento puedan estar sujetos a derechos de patente. ISO no asume la responsabilidad por la identificación de cualquiera o todos los derechos de patente. Los detalles sobre cualquier derecho de patente identificado durante el desarrollo de esta norma se indican en la introducción y/o en la lista ISO de declaraciones de patente recibidas. www.iso.org/patents.

Cualquier nombre comercial utilizado en esta norma es información que se proporciona para comodidad del usuario y no constituye una recomendación.

Para obtener una explicación sobre el significado de los términos específicos de ISO y expresiones relacionadas con la evaluación de la conformidad, así como información de la adhesión de ISO a los principios de la Organización Mundial del Comercio (OMC) respecto a los Obstáculos Técnicos al Comercio (OTC), véase la siguiente dirección: <http://www.iso.org/iso/foreword.html>.

El comité responsable de esta norma es el ISO/TC 147, *Calidad del agua*, Subcomité SC 3, *Mediciones de radiactividad*.

Esta tercera edición anula y sustituye a la segunda edición (Norma ISO 9697:2008) que ha sido revisada técnicamente.

0 Introducción

La radiactividad procedente de varias fuentes de origen natural y antropogénico está presente en todo el medio ambiente. Por ello, las masas de agua (por ejemplo, agua superficial, aguas subterráneas, agua de mar) pueden contener los siguientes radionúclidos de origen natural o creados por el ser humano:

- radionúclidos naturales, incluyendo el potasio 40 y aquellos procedentes de la serie de desintegración del torio y uranio, particularmente el radio 226, radio 228, radio 234, uranio 238 y plomo 210, pueden encontrarse en el agua por razones naturales (por ejemplo, desorción a partir del suelo y lavado con agua de lluvia) o pueden liberarse de procesos tecnológicos que impliquen que se produzcan materiales radioactivos de forma natural (por ejemplo, la minería y el procesamiento de arenas minerales o la producción y utilización de fertilizantes de fosfato);
- radionúclidos artificiales, como los elementos transurano (americio, plutonio, neptunio, curio), tritio, carbono 14, estroncio 90 y algunos radionúclidos que emiten radiaciones gamma, pueden encontrarse también en aguas naturales como un resultado de emisiones periódicas autorizadas al ambiente en pequeñas cantidades de efluentes descargados de instalaciones de ciclo con combustible nuclear. También son emitidas al ambiente después de su uso en forma no sellada por aplicaciones médicas e industriales. También se pueden encontrar en el agua como un resultado de anteriores secuelas de la contaminación resultante de la explosión en la atmósfera de dispositivos nucleares y accidentes como aquellos que se produjeron en Chernóbil y en Fukushima.

Por consiguiente, el agua potable puede contener radionúclidos en concentraciones de actividad que podrían representar un riesgo para la salud humana. Con el fin de evaluar la calidad del agua potable (incluyendo aguas minerales y aguas de manantial), con relación a su contenido en radionúclidos y para proporcionar directrices sobre la reducción de los riesgos para la salud mediante la toma de medidas para disminuir las concentraciones de actividad de los radionúclidos, los recursos acuáticos (aguas subterráneas, ríos, lagos, mar, etc.) y el agua potable se monitorizan en relación a su contenido en radioactividad como se recomienda por la Organización Mundial de la Salud (OMS) y puede requerirse por algunas autoridades nacionales.

Está justificada una norma internacional sobre un método de ensayo para la actividad beta total en muestras de agua para los laboratorios de ensayo que realicen estas mediciones, requeridas a veces por las autoridades nacionales, ya que los laboratorios podrían tener que obtener una acreditación específica para la medición de radionúclidos en muestras de agua potable.

El nivel de detección para la actividad beta total en aguas potables, como se recomienda por la OMS, es 1 Bq l^{-1} . [1] Si no se excede este valor, no debería excederse una dosis efectiva de $0,1 \text{ mSv año}^{-1}$. En el caso de que el nivel de detección beta total se exceda, se recomienda que los radionúclidos específicos deberían identificarse y medirse sus concentraciones de actividad individuales. Las mediciones beta totales basadas en el método de evaporación incluyen una contribución procedente del potasio 40, un emisor beta que se produce de forma natural en una relación fija frente al potasio estable. Si se excede el nivel de detección de 1 Bq l^{-1} para la beta total, debería realizarse una determinación separada del potasio total en agua para restar la contribución del potasio 40 a la actividad beta. Debería utilizarse el factor de $27,6 \text{ Bq l}^{-1}$ de actividad beta frente al potasio total para calcular la contribución del potasio 40. [1]

NOTA El nivel de detección se determina en base a la concentración de actividad con una entrada de 2 l día^{-1} de agua potable durante 1 año que resulta en una dosis eficaz inferior a $0,1 \text{ mSv año}^{-1}$ para las personas, una dosis eficaz que representa un nivel de riesgo muy bajo que no se espera que ocasione ningún efecto adverso para la salud detectable.

Esta norma internacional es una de un conjunto de normas internacionales sobre métodos de ensayo que tratan sobre la medición de la actividad total de radionúclidos en muestras de agua. Otras normas relacionadas son

- ISO 9696;
- ISO 10704; e
- ISO 11704.

ADVERTENCIA - Las personas que utilicen esta norma internacional deberían estar familiarizadas con las prácticas normales de laboratorio. Esta norma internacional no pretende abordar todos los temas de seguridad, si los hay, asociados con su uso. Es responsabilidad del usuario establecer prácticas de seguridad y salud apropiadas y asegurar el cumplimiento con cualquier condición legislativa nacional.

IMPORTANTE - Es absolutamente esencial que los ensayos realizados de acuerdo con esta norma internacional se lleven a cabo por personal adecuadamente entrenado.

1 Objeto y campo de aplicación

Esta norma internacional especifica un método de ensayo para la determinación de la concentración de la actividad beta total en aguas no salinas. El método cubre a los radionúclidos no volátiles con unas energías betas máximas de aproximadamente 0,3 MeV o mayores. La medición de emisores beta de baja energía (por ejemplo, ^3H , ^{228}Ra , ^{210}Pb , ^{14}C , ^{35}S y ^{241}Pu) y algunos radionúclidos gaseosos o volátiles (por ejemplo, radón y radioyodo) podrían no incluirse en la cuantificación beta total utilizando el método descrito en esta norma internacional.

Este método de ensayo es aplicable al análisis de aguas sin tratar y potables. El intervalo de aplicación depende de la cantidad de sales solubles totales en el agua y de las características de comportamiento (tasa de conteo del fondo y eficiencia del conteo) del contador utilizado.

Es responsabilidad del laboratorio asegurarse de la adecuación de este método para las muestras de aguas ensayadas.

2 Normas para consulta

En el texto se hace referencia a los siguientes documentos de manera que parte o la totalidad de su contenido constituyen requisitos de este documento. Para las referencias con fecha, solo se aplica la edición citada. Para las referencias sin fecha se aplica la última edición (incluida cualquier modificación de esta).

ISO 3696, *Agua para uso en análisis de laboratorio. Especificación y métodos de ensayo.*

ISO 5667-1, *Calidad del agua. Muestreo. Parte 1: Guía para el diseño de los programas de muestreo y técnicas de muestreo.*

ISO 5667-3, *Calidad del agua. Muestreo. Parte 3: Conservación y manipulación de las muestras de agua.*

ISO 5667-14, *Calidad del agua. Muestreo. Parte 14: Guía para el aseguramiento de la calidad y el control de la calidad en el muestreo y manipulación de muestras ambientales de agua.*

ISO 11929, *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation. Fundamentals and application.*

ISO 80000-10, *Magnitudes y unidades. Parte 10: Física atómica y nuclear.*

ISO/IEC 17025, *Evaluación de la conformidad. Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y de calibración.*

ISO/IEC Guide 98-3, *Incertidumbre de medida. Parte 3: Guía para la expresión de la incertidumbre de medida (GUM:1995).*

ISO/IEC Guide 99, *Vocabulario Internacional de Metrología. Conceptos fundamentales y generales y términos asociados (VIM).*

3 Símbolos, definiciones y unidades

Para los fines de este documento, se aplican los símbolos y definiciones incluidos en las Normas ISO 80000-10, ISO 11929, ISO/IEC Guía 98-3 e ISO/IEC Guía 99 además de los siguientes:

A	actividad beta, en becquerelios, de la fuente de calibración
c_A	concentración de actividad beta, en becquerelios por litro
c_A^*	umbral de decisión, en becquerelios por litro
$c_A^\#$	límite de detección, en becquerelios por litro
$c_A^\triangleleft, c_A^\triangleright$	límites superior e inferior del intervalo de confianza, en becquerelios por litro
m	masa, en miligramos, del residuo calcinado a partir del volumen, V
m_r	masa, en miligramos, del residuo de muestra depositado sobre la plancheta
r_0	tasa de conteo del ruido de fondo, por segundo
$r_{0\alpha}$	tasa de conteo del ruido de fondo, por segundo, a partir de la ventana alfa
r_g	tasa de conteo total de la muestra, por segundo
$r_{g\alpha}$	tasa de conteo total de la muestra, por segundo, a partir de la ventana alfa
r_s	tasa de conteo de calibración de la fuente beta, por segundo
$r_{s\alpha}$	tasa de conteo de calibración de la fuente beta, por segundo, a partir de la ventana alfa
S	área superficial, en milímetros cuadrados, de la plancheta

t_0	tiempo de conteo del ruido de fondo, en segundos
t_g	tiempo de conteo de la muestra, en segundos
t_s	tiempo de conteo de calibración de la fuente beta, en segundos
$t_{s\alpha}$	tiempo de conteo de calibración de la fuente alfa, en segundos
$u(c_A)$	incertidumbre normalizada, en becquerelios por litro, asociada con el resultado de medición
U	incertidumbre expandida, en becquerelios por litro, calculada a partir de $U = ku(c_A)$, con $k = 1, 2, \dots$
V	volumen, en litros, de la muestra de ensayo equivalente a la masa de sólido sobre la plancheta
V_t	volumen, en litros, de la muestra de agua
ε	eficiencia de conteo para el patrón de radioactividad especificado
ρ_s	espesor de la fuente, en milímetros por milímetro cuadrado, del residuo de muestra depositado sobre la plancheta
χ	tasa de rechazo alfa-beta, porcentaje de conteo alfa que entra dentro de la ventana beta desde la fuente de calibración alfa

4 Principio del método

La medición beta total no está destinada a proporcionar una determinación absoluta de la concentración de actividad de todos los radionúclidos emisores beta en una muestra de ensayo, pero es más un análisis de detección para asegurar que no han sido excedidos los niveles de referencia particulares de los emisores beta específicos. Este tipo de determinación también se conoce como índice beta total. El análisis beta total no se espera que sea tan exacto ni preciso como el análisis de los radionúclidos específicos después de las separaciones radioquímicas.

La muestra, tomada, manipulada, y conservada como se especifica en las Normas ISO 5667-1, ISO 5667-6 e ISO 5667-14, se evapora hasta casi sequedad, se convierte a la forma de sulfato, y se quema a 350 °C. Una porción del residuo se transfiere sobre una plancheta y se mide la actividad beta mediante un contador en un montaje de conteo apropiado, que se calibra frente a una fuente de calibración beta adecuada, como potasio 40 (^{40}K) o estroncio 90/itrio 90 ($^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$) en equilibrio.

Si se requieren mediciones alfa y beta totales simultáneas sobre la misma muestra de agua, el procedimiento especificado en esta norma internacional es común al de la Norma ISO 9696. [2] Sin embargo, para medir simultáneamente la actividad alfa total, el espesor de la fuente de conteo debería ser al menos de 0,1 mg mm⁻². [3][4]

En el anexo A se proporciona un ejemplo de los criterios de comportamiento.

5 Reactivos y equipo

5.1 Reactivos

Todos los reactivos deben ser de reconocido grado analítico y no deben contener ninguna actividad beta detectable.

NOTA En el capítulo 7 se proporciona un método para la preparación de reactivos en blanco para comprobar la ausencia de cualquier radioactividad endémica o contaminación.

5.1.1 Agua, que cumpla con el grado 3 de la Norma ISO 3696:1987.

5.1.2 Fuente de calibración, la elección de la fuente de calibración beta depende del conocimiento del tipo de contaminante radioactivo que esté presente de forma más probable en el agua a ensayar. De entre las fuentes de calibración de radionúclidos de emisión beta se utilizan comúnmente ^{90}Sr y ^{40}K .

NOTA La actividad beta del ^{40}K en potasio natural es $27,6 \text{ Bq g}^{-1}$, es decir, $14,4 \text{ Bq g}^{-1}$ en el cloruro de potasio. ^[1]

5.1.3 Ácido nítrico, $c(\text{HNO}_3) = 8 \text{ mol/l}^{-1}$.

5.1.4 Ácido sulfúrico, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 18 \text{ mol/l}^{-1}$, ρ^{-1} , fracción másica $w(\text{H}_2\text{SO}_4) = 95\%$.

5.1.5 Disolventes orgánicos volátiles, metanol o acetona.

5.1.6 Sulfato de calcio, CaSO_4 .

5.1.7 Acetato de vinilo, $((\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_2)_n)$.

PRECAUCIÓN - Ya que las sales de calcio pueden contener cantidades de trazas de ^{226}Ra y/o ^{210}Pb , debe buscarse la presencia de estos radionúclidos.

5.2 Equipo

Equipo normal de laboratorio y, en particular, lo siguiente:

5.2.1 Contador beta, preferiblemente del tipo proporcional al flujo de gas, que incorpore un detector de centelleo de plástico o un detector de partículas cargadas de silicio.

Cuando se utiliza un contador proporcional al flujo de gas, es aconsejable elegir la ventana beta electrónica con tasa de rechazo beta-alfa mínima y corregirla para la tasa de rechazo alfa-beta utilizando la fuente de ^{239}Pu alfa. Si se utiliza otro equipo distinto de los contadores proporcionales al flujo de gas, entonces la tasa de rechazo puede ser insignificante y puede ignorarse.

Si se utiliza un contador proporcional al flujo de gas sin ventana, se realizan comprobaciones con regularidad en busca de cualquier posible contaminación del sistema de conteo mediante el conteo de muestras en blanco.

NOTA La naturaleza particular de la fuente a recontar puede ocasionar contaminación si se opera en un vacío (como en el caso del detector de partículas cargadas de silicio) o en sistemas de flujo de gas (como se utiliza en un contador proporcional).

5.2.2 Plancheta con una bandeja de conteo, de densidad superficial de, al menos, 2,5 mg/mm² (250 mg/cm²), que tenga un reborde y esté fabricada de acero inoxidable.

El diámetro de la plancheta a utilizar se determina mediante los requisitos del contador, es decir, el diámetro del detector y las dimensiones del soporte de la fuente.

NOTA Se requiere una fuente de dispersión uniforme y algunos análisis encuentran más fácil producir esto en una superficie metálica pulida, mientras que otros prefieren utilizar una plancheta grabada o rugosa (el chorreado con arena y el grabado químico se han aplicado para este fin).

5.2.3 Horno mufla, capaz de mantenerse a (350 ± 10) °C.

6 Procedimiento operatorio

6.1 Toma de muestras

La recogida, manipulación y almacenamiento de las muestras de agua debe realizarse como se especifica en las Normas ISO 5667-1, ISO 5667-3 e ISO 5667-14.

Si se requiere la medición de la actividad en la muestra de agua filtrada, se realiza la filtración inmediatamente tras la recogida y antes de la acidificación.

NOTA La acidificación de la muestra de agua minimiza la pérdida de material radioactivo procedente de la disolución mediante adsorción. Si se realiza antes de la filtración, la acidificación desorbe el material radioactivo inicialmente adsorbido sobre el material en partículas.

6.2 Pretratamiento

La determinación del contenido total en sólidos del agua puede realizarse para estimar el volumen más pequeño de agua necesario para la medición. Teniendo en cuenta los márgenes para los cambios en la composición debidos al quemado a 350 °C y a la sulfatación del residuo, se calcula el volumen de la muestra requerido para producir una masa por unidad de área de residuo sólido ligeramente en exceso de ρ_s (mg/mm²) dado por:

$$\rho_s = \frac{m_r}{S} \geq 0,1 \quad (1)$$

Esto se utiliza como una guía para determinar el volumen de muestra requerido para la etapa de concentración a continuación.

6.3 Etapa de concentración

Se transfiere a un vaso de precipitados un volumen medido, V , en litros, de la muestra elegida de forma que después del quemado, el valor para ρ_s sea al menos 0,1 mg/mm².

Con aguas muy blandas, es posible que el volumen requerido para producir $\rho_s \geq 0,1$ mg/mm² sea impracticablemente grande. En estas circunstancias, debería utilizarse el volumen mayor practicable o deberían añadirse sales de calcio.

Se evapora la muestra cuidadosamente sobre un hornillo hasta que el volumen se reduzca a unos 50 ml.

Después del enfriamiento, se transfiere la disolución concentrada a un disco de pesada de sílice o de porcelana vitrificada que haya sido previamente quemado a 350 °C. Se enjuaga el vaso de precipitados cuidadosamente con una cantidad mínima de agua (5.1.1) y se transfieren los enjuagues al disco.

NOTA Si el vaso de precipitados es grande, podría ser más conveniente transferir los enjuagues a un vaso de precipitados más pequeño. Los enjuagues pueden evaporarse a continuación hasta un menor volumen para facilitar la transferencia de la muestra al disco de sílice.

6.4 Etapa de sulfatación

Después del secado y del quemado, algún residuo acuoso puede ser higroscópico o difícil de dispersar y, por consiguiente, no adecuado para la medición de la radioactividad. Un proceso de sulfatación es entonces un tratamiento adecuado para estas muestras de agua.

Se asegura que los enjuagues en el disco están fríos y se añaden $(1 \pm 0,2)$ ml de ácido sulfúrico (5.1.4).

El volumen de ácido sulfúrico elegido es suficiente para sulfatar unos 1,8 g de carbonato cálcico. Para asegurar un exceso de ácido, el volumen inicial de la muestra debería elegirse de forma que el contenido total en sólidos no exceda de 1 g (la experiencia con algunas aguas puede mostrar que esta etapa es innecesaria).

Con cuidado se evaporan los contenidos del disco hasta sequedad.

Para evitar salpicaduras, se calienta el disco desde arriba utilizando una lámpara infrarroja hasta que se produzcan humos de ácido sulfúrico. A continuación, se transfieren los discos a un hornillo hasta que no se desprendan más humos.

6.5 Etapa de quemado

Se transfiere el disco y su contenido al horno de mufla (5.2.3), se quema durante 1 h a una temperatura de (350 ± 10) °C y se deja enfriar a temperatura ambiente en un desecador.

Se pesa el disco y el residuo y se obtiene por diferencia, m , en miligramos, la masa del residuo quemado.

6.6 Preparación de la fuente

Si el residuo es de partículas gruesas, se trituran en un mortero. Se transfiere la masa requerida del residuo sobre la plancheta (5.2.2). Se deja que esta masa sea m_f .

Si el volumen de la muestra utilizado (V , en el apartado 6.3) se ha llevado a un valor de ρ_s menor de $0,1 \text{ mg/mm}^2$, se transfiere tanto como sea posible del residuo a la plancheta.

Se dispersa el residuo uniformemente sobre la plancheta mediante escurrido con unas pocas gotas de un disolvente orgánico volátil (5.1.5, metanol o acetona) y se deja secar hasta masa constante. También se recomienda que, para producir fuentes de conteo uniformemente dispersadas, puede añadirse acetato de vinilo (5.1.7) al disolvente para ayudar en el ligado con la fuente. Se realiza una anotación del tiempo y de la fecha de la preparación de la fuente, y se comprueba que no se ha perdido residuo.

Aunque la eficiencia de conteo de las partículas beta no se vea seriamente afectada por el espesor de la fuente de hasta $0,2 \text{ mg mm}^{-2}$ (véanse las referencias [4] y [5]), se recomienda que, para la calibración del sistema de detección, se utilicen tanto fuentes normalizadas de la misma carga de masa (m_T) como que se repita el procedimiento con la adición de sales de calcio a la muestra de agua para conseguir la misma carga de masa que en el patrón de calibración.

6.7 Medición

Se ajusta el contador (5.2.1) de acuerdo con las instrucciones del fabricante.

Inmediatamente después del secado de la fuente, se mide la actividad en la plancheta mediante el conteo durante un tiempo apropiado. Se anota el tiempo, la fecha y la duración del conteo.

El tiempo de conteo depende de la muestra y de las tasas de conteo del fondo, y también del límite de detección y del umbral de decisión requeridos.

NOTA El volver a contar en un periodo de un mes puede revelar crecimiento de los radionúclidos descendientes que se producen de forma natural a partir de los isótopos radioactivos. La interpretación de los datos de conteo puede entonces complicarse. Sin embargo, a niveles ambientales normales, es raro que aparezcan estos fenómenos, particularmente con un tiempo de conteo largo.

6.8 Determinación del fondo de conteo

Se mide la actividad del fondo utilizando una plancheta limpia. Se deja que la tasa de conteo medida sea r_0 . Los conteos repetidos confirman la estabilidad del fondo de conteo.

6.9 Preparación de las fuentes de calibración

Se pesan de forma exacta aproximadamente 2,5 g de sulfato de calcio dentro de un vaso de precipitados de 150 ml. Cuidadosamente se añaden ($10 \pm 0,1$) ml de ácido nítrico 8 mol l^{-1} caliente (5.1.3), se agita y se añaden hasta 100 ml de agua caliente (5.1.1).

Se añade una cantidad conocida exacta (unos 5 Bq a 10 Bq) del patrón apropiado (5.1.2).

Se transfiere la disolución al disco de sílice o de porcelana de 200 ml (que previamente se quemó a $350 \text{ }^\circ\text{C}$), se pesa con $\pm 0,001 \text{ g}$, y se evapora la disolución hasta sequedad utilizando una lámpara infrarroja.

Se quema el residuo seco en el horno de mufla (5.2.3) a $(350 \pm 10) \text{ }^\circ\text{C}$ durante 1 h.

Se calcula la actividad por unidad de masa del CaSO_4 (5.1.6) en becquerelios por gramo, mediante la división de la actividad añadida del patrón elegido por la masa del residuo quemado.

Se aplasta (y tritura con un mortero, si es necesario) el residuo para producir un polvo fino de forma similar al que se utiliza para la preparación de la muestra.

Se preparan las fuentes de calibración de la plancheta en la forma que se especifica para las muestras.

Se miden estas fuentes de calibración en el contador beta.

Si se utiliza un contador proporcional al flujo de gas, entonces debe prepararse una fuente de calibración alfa (^{239}Pu) en la misma forma que para la fuente de calibración beta con una cantidad conocida (unos 5 Bq a 10 Bq) del patrón apropiado.

Si se utiliza cloruro de potasio como una fuente de calibración, se seca el polvo de KCl hasta masa constante a 105 °C. La actividad beta de la fuente de calibración KCl se da en el apartado 5.1.2.

ADVERTENCIA – Con el fin de determinar la tasa de rechazo alfa en la ventana beta, este procedimiento requiere la preparación de un polvo seco con radionúclidos añadidos que emitan radiación beta y alfa. Debe evitarse la entrada accidental de partículas radioactivas y se recomienda la utilización de una cabina cerrada con manipulación a través de guantes para la preparación de las fuentes con añadidos. Alternativamente, puede utilizarse una campana de humos de laboratorio, siempre que la corriente de extracción no sea excesiva y capaz de crear perturbaciones o de causar la suspensión de las partículas de polvo finas en el aire.

6.10 Sensibilidad y sesgo

Estos son dependientes de la cantidad de material inorgánico en el agua, de las características del detector y de la presencia de radionúclidos.

Dado que el resultado de la medición se expresa como una concentración equivalente frente a la calibración patrón seleccionada, el patrón debe ser elegido cuidadosamente con el fin de minimizar el sesgo.

6.11 Optimización de la determinación

Cuando se utiliza un espesor de fuente constante, es necesario hacer que la muestra y la fuente patrón sean tan iguales como sea posible, es decir, en términos de densidad del material y distribución de la radioactividad.

7 Control de la fuente

7.1 Comprobación de la contaminación

Se comprueba la contaminación de los reactivos por evaporación de los volúmenes de los reactivos utilizados en el procedimiento dentro de planchetas separadas. Se comprueba la contaminación del sistema de medición completo mediante el procesamiento de $(1\,000 \pm 10)$ ml de agua (5.1.1) acidificada con 20 ml de ácido nítrico 8 mol l^{-1} (5.1.3), en la cual se ha añadido gel de sílice de grado reactivo para cromatografía $(0,1 \rho_s S \pm 10)$ mg, y se mide la actividad. Esto puede compararse con la actividad de una suspensión directa de $0,1 \rho_s S$ mg de gel de sílice sobre una plancheta. Se asegura que la actividad no es significativamente diferente a la de la muestra de gel de sílice procesada.

Si la actividad es significativamente diferente, se seleccionan reactivos con actividad más baja, o se incluye una determinación en blanco y la corrección en el procedimiento principal seguida de las etapas requeridas para la preparación de la muestra.

7.2 Potencial desequilibrio de los radionúclidos

Algunos radionúclidos se pierden por volatilización cuando se utiliza este método. En las series de desintegración del uranio, ^{222}Rn se pierde de forma sustancial durante el procesamiento de la muestra. Cuando está presente el ^{226}Ra , el ^{222}Rn y sus emisiones descendientes beta y alfa crecen posteriormente en la fuente. El recuento en un periodo de 3 semanas puede revelar el crecimiento de las progenies de ^{226}Ra . Algunos radionúclidos de vida corta (por ejemplo, ^{224}Ra), si no se soportan por el precursor ^{228}Th , podrían también perderse debido al desfase de tiempo entre la toma de muestras y el conteo.

8 Expresión de los resultados

8.1 Cálculo de la concentración de actividad

Cuando se utilice un contador proporcional al flujo de gas, la concentración de actividad beta total de la muestra, c_A , en becquerelios por litro, de la muestra de agua se proporcionan mediante la ecuación (2):

$$c_A = \frac{r_g - r_0 - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{V\varepsilon} = \left[r_g - r_0 - \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) \right] w \quad (2)$$

donde

V es el volumen, en litros de la muestra de ensayo equivalente a la masa de sólido sobre la plancheta, proporcionada mediante

$$V = \frac{V_t}{m} m_r$$

$$w = 1/(V\varepsilon)$$

La eficiencia de conteo, ε , se proporciona mediante la fórmula (3) equivalente a la fuente de calibración beta específica utilizada. Se tiene en cuenta que la fuente de calibración diferente utilizada para la determinación de la eficiencia beta conducirá a resultados de ensayo diferentes.

$$\varepsilon = \frac{r_s - r_0}{A} \quad (3)$$

Si es necesario, el factor de corrección de la tasa de rechazo alfa-beta, χ , puede calcularse utilizando la fórmula (4):

$$\chi = \frac{r_{s\alpha \rightarrow \beta}}{r_{s\alpha}} \quad (4)$$

donde

$r_{s\alpha \rightarrow \beta}$ es la tasa de conteo en la ventana beta cuando se mide la fuente de calibración alfa.

Si se utiliza un equipo distinto del contador proporcional al flujo de gas y puede despreciarse la tasa de rechazo alfa-beta, entonces $\chi = 0$.

8.2 Incertidumbre normalizada

Como se especifica en la Guía ISO/IEC 98-3 (véase también la Norma ISO 11929), la incertidumbre normalizada de c_A se calcula a partir de la fórmula (2) mediante:

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 \left[\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + T(\chi) \right] + c_A^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (5)$$

con

$$T(\chi) = (r_{g\alpha} - r_{0\alpha})^2 u^2(\chi) + \chi^2 \left(\frac{r_{g\alpha}}{t_g} + \frac{r_{0\alpha}}{t_0} \right) \quad (6)$$

donde la incertidumbre del tiempo de conteo se desprecia y la incertidumbre normalizada relativa de w se calcula utilizando la fórmula (7):

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) + u_{\text{rel}}^2(V) \quad (7)$$

La incertidumbre normalizada relativa de ε se calcula utilizando la fórmula (8):

$$u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) = u_{\text{rel}}^2(r_s - r_0) + u_{\text{rel}}^2(A) = \frac{(r_s / t_s + r_0 / t_0)}{(r_s - r_0)^2} + u_{\text{rel}}^2(A) \quad (8)$$

y la incertidumbre normalizada relativa de χ se calcula utilizando la fórmula (9):

$$u(\chi) = \sqrt{\frac{\chi(\chi + 1)}{(r_{s\alpha} t_{s\alpha})}} \quad (9)$$

Para el cálculo de los límites característicos de acuerdo con la Norma ISO 11929, uno necesita $u(c_A)$, es decir, la incertidumbre normalizada de c_A como una función de su valor verdadero, calculada utilizando la fórmula (10):

$$\tilde{u}(\tilde{c}_A) = \sqrt{w^2 \left\{ \frac{[(\tilde{c}_A / w) + \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_0]}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi) \right\} + \tilde{c}_A^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (10)$$

Si se utiliza un equipo distinto del contador proporcional al flujo de gas y puede despreciarse la tasa de rechazo alfa-beta, entonces $\chi = 0$.

8.3 Umbral de decisión

El umbral de decisión, c_A^* , se obtiene a partir de la fórmula (10) para $c_A = 0$ (véase también la Norma ISO 11929) proporcionando

$$c_A^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w \sqrt{\frac{[\chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_0]}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi)} \quad (11)$$

$\alpha = 0,05$ con $k_{1-\alpha} = 1,65$ se eligen a menudo por defecto.

Si se utiliza un equipo distinto del contador proporcional al flujo de gas y puede despreciarse la tasa de rechazo alfa-beta, entonces $\chi = 0$.

8.4 Límite de detección

El límite de detección, $c_A^\#$, se obtiene a partir de la fórmula (12) (véase también la Norma ISO 11929)

$$c_A^\# = c_A^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(c_A^\#) = c_A^* + k_{1-\beta} w \sqrt{\left\{ \frac{\left[\left(\frac{c_A^\#}{w} \right) + \chi(r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_0 \right]}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} + T(\chi) \right\} + c_A^{\#2} u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (12)$$

$\beta = 0,05$ con $k_{1-\beta} = 1,65$ se eligen a menudo por defecto.

El límite de detección puede calcularse resolviendo la fórmula (12) para $c_A^\#$ o, más simple, por iteración con una aproximación de inicio $c_A^\# = 2 c_A^*$.

Cuando se toma $\alpha = \beta$, entonces $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta}$ y la solución de la fórmula (12) se proporciona por la fórmula (13):

$$c_A^\# = \frac{2c_A^* + (k^2 w) / t_g}{1 - k^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (13)$$

8.5 Límites de confianza

Los límites de confianza inferior, c_A^\triangleleft , y superior, c_A^\triangleright , se calculan utilizando las fórmulas (14) y (15) (véase la Norma ISO 11929):

$$c_A^{\triangleleft} = c_A - k_p u_c(c_A) \quad (14)$$

$$c_A^{\triangleright} = c_A + k_q \cdot u_c(c_A) \quad (15)$$

$$q = 1 - \frac{\omega\gamma}{2}$$

donde ω se proporciona mediante

$$\omega = \Phi \left[\frac{y}{u(y)} \right]$$

donde

Φ es la función de distribución de la distribución normal normalizada;

$1 - \gamma$ es la probabilidad para el intervalo de confianza de la medición.

Si $c_A \geq 4 u_c(c_A)$, ω puede ajustarse a la unidad. En este caso

$$c_A^{\triangleleft}, c_A^{\triangleright} = c_A \pm k_{(1-\gamma)/2} u_c(c_A) \quad (16)$$

$\gamma = 0,05$, $k_{(1-\gamma)/2} = 1,96$ se eligen a menudo por defecto.

9 Informe del ensayo

El informe del ensayo debe ser conforme con los requisitos de la Norma ISO/IEC 17025. Debe contener, al menos, la siguiente información:

- a) el método de ensayo utilizado, junto con una referencia a la Norma ISO 9697;
- b) una identificación de la muestra;
- c) las fechas de la preparación y medición de la muestra;
- d) las unidades en las que se expresan los resultados;
- e) el resultado de ensayo $c_A \pm u(c_A)$ o $c_A \pm U$, con el valor de k asociado;
- f) el radionúclido de referencia utilizado para la calibración de la eficiencia beta. En caso de un contador proporcional al flujo de gas, se especifica la referencia alfa utilizada para el factor de corrección de la tasa de rechazo alfa-a-beta.

Puede proporcionarse información complementaria como:

- g) las probabilidades α , β y $(1 - \gamma)$;
- h) el umbral de decisión y el límite de detección;
- i) dependiendo de los requisitos del cliente, existen diferentes formas de presentar el resultado:
 - 1) cuando la concentración de la actividad, c_A , se compara con el umbral de decisión (véase la Norma ISO 11929), el resultado de la medición debería expresarse como $\leq c_A^*$ cuando el resultado está por debajo del umbral de decisión,
 - 2) cuando la concentración de actividad, c_A , se compara con el límite de detección, el resultado de la medición puede expresarse como $\leq c_A^\#$ cuando el resultado está por debajo del límite de detección. Si el límite de detección excede el valor de guía, debe documentarse que el método no es adecuado para fines de medición,
- j) detalles de cualquier procedimiento de operación no especificado en esta norma internacional, o considerado como opcional, junto con los detalles de cualquier incidente que probablemente haya afectado a los resultados.

Anexo A (Informativo)

Ejemplo de criterios de comportamiento

El método descrito en esta norma internacional es idéntico al método descrito en la Norma holandesa NEN 5627:2005. La Norma NEN 5627:2005 fue validada en 2005 en Holanda como parte de un gran proyecto para validar las normas de medición de radioactividad.

El proyecto fue encargado por el departamento holandés del Ministerio de Vivienda, Ordenación Territorial y Medio Ambiente a NEN, el Instituto de Normalización Holandés.

La validación se realizó por el Centro para la Tecnología de Radiación Avanzada (KVI), el Grupo de Investigación y Asesoría Nuclear (NRG), y el Instituto Nacional para la Salud Pública y el Medio Ambiente (RIVM), todos institutos de Holanda.

Los resultados de esta validación se enumeran en la tabla A.1.

Tabla A.1 – Criterios de comportamiento

Parámetro	Muestra ^a		
	1	2	3
Número de laboratorios participantes	8	8	7
Número de determinaciones por laboratorio	3	3	3
Número de resultados rechazados	0	0	4
Resultado medio de la determinación (a_m), en Bq/g	10,48	37,48	5,26
Valor verdadero, en Bq/g	11,97	43,65	4,39
Desviación normalizada de la repetibilidad (s_r), en Bq/g	0,21	0,75	0,12
Coefficiente de variación de repetibilidad (vc_r), en %	2,0	2,0	2,4
Límite de repetibilidad (r), en Bq/g	0,58	2,10	0,35
Desviación normalizada de la reproducibilidad (s_R), en Bq/g	0,30	1,13	0,82
Coefficiente de variación de reproducibilidad (vc_R), en %	2,9	3,0	15,7
Límite de reproducibilidad (R), en Bq/g	0,85	3,16	2,31
Desviación sistemática (δ), en Bq/g	-1,49	-6,17	0,87
Límite de detección (AG_r), en Bq/g	0,046	0,046	0,046
^a Muestra 1: polvo de CaSO ₄ con KCl y ⁹⁰ Sr, con actividad beta baja [(12,0 ± 0,3) Bq/g]. Muestra 2: polvo de CaSO ₄ con KCl y ⁹⁰ Sr, con actividad beta alta [(43,7 ± 1,0) Bq/g]. Muestra 3: polvo de CaSO ₄ con KCl y ⁹⁰ Sr, con actividad beta baja [(4,4 ± 0,1) Bq/g] y actividad alfa alta [²⁴¹ Am; (55,7 ± 1,2) Bq/g].			

Bibliografía

- [1] WHO. *Guidelines for Drinking-Water Quality*. Geneva, 2011. Available (viewed at 2013-10-22) at: http://whqlibdoc.who.int/publications/2011/9789241548151_eng.pdf
- [2] ISO 9696, *Water quality. Measurement of gross alpha activity in non-saline water. Thick source method*.
- [3] SEMKOW T.M., BARI A., PAREKH P.P., HAINES D.K., GAO H., BOLDEN A.N. et al. Experimental investigation of mass efficiency curve for alpha radioactivity counting using a gas-proportional detector. *Appl. Radiat. Isot.* 2004, **60** pp. 879–886.
- [4] SANCHEZ A.M., GARCIA G.S., VARGAS M.J. Study of self-absorption for the determination of gross alpha and beta activities in water and soil samples. *Appl. Radiat. Isot.* 2009, **67** pp. 817–820.
- [5] SANCHEZ A.B.R., SANCHEZ A.M., PEREZ J.T. Gross alpha and beta indices in water samples revisited. *Appl. Radiat. Isot.* 2013, **81** pp. 136–139.

Para información relacionada con el desarrollo de las normas contacte con:

Asociación Española de Normalización
Génova, 6
28004 MADRID-España
Tel.: 915 294 900
info@une.org
www.une.org

Para información relacionada con la venta y distribución de las normas contacte con:

AENOR INTERNACIONAL S.A.U.
Tel.: 914 326 000
normas@aenor.com
www.aenor.com



organismo de normalización español en:

