



UNIVERSITAT  
POLITÈCNICA  
DE VALÈNCIA



ESCUELA TÉCNICA  
SUPERIOR INGENIEROS  
INDUSTRIALES VALENCIA

Curso Académico:

## **AGRADECIMIENTOS.**

En primer lugar, agradecer a mis tutoras Josefina Ortiz y Luisa Ballesteros por la dedicación y el apoyo aportado en la realización del Trabajo Final de Grado. Gracias a ellas he adquirido conocimientos sobre los diversos métodos existentes en cuanto a digestiones se refiere, así como a la introducción en el mundo de la radiactividad a través del Po-210. Además, me han dado a conocer numerosas técnicas de trabajo en el laboratorio, las cuales desconocía.

También quisiera agradecer a Marga por todo lo que me ha enseñado en cuanto a organización, trabajo y funcionamiento de diversos dispositivos del Laboratorio de Radiactividad Ambiental. Además, cabe mencionar a Marina que me ha ayudado en todo lo posible a que el Trabajo se lleve a cabo. En definitiva, gracias a todo el equipo del laboratorio por hacer mi estancia mucho más amena.

Por último, agradecer a toda mi familia por todo el esfuerzo realizado, así como su apoyo incondicional a lo largo de todo este tiempo, fundamental para el desarrollo de mi persona. Gracias también, por los continuos ánimos de mis amigos de la Universidad, y en especial, de mis amigos de toda la vida.

## **RESUMEN.**

En el presente Trabajo fin de Grado, se optimizó el procedimiento de digestión de muestras ambientales con horno microondas, para la posterior separación radioquímica ligada a la determinación de isótopos radiactivos, en concreto a la separación radioquímica del Po-210. En relación al proceso de digestión se han estudiado las posibles alternativas en cuanto a cantidad de muestra, mezcla de reactivos y ciclo de calentamiento, eligiendo el más adecuado en función del tipo de muestra a digerir.

Puesto a punto el proceso de digestión de las diversas muestras ambientales, se evaluó la actividad de Polonio-210 presente en dichas muestras.

## **Palabras clave**

Digestión, horno microondas, muestras ambientales, isótopos radiactivos y polonio-210.

## **RESUM.**

En el present Treball fi de Grau, es va optimitzar el procediment de digesti3n de mostres ambientals amb forn micrones, per a la posterior separaci3n radioqu3mica lligada a la determinaci3n d'is3tops radioactius, en concret a la separaci3n radioqu3mica del Po-210. En relaci3n al proc3s de digesti3n s'han estudiar les possibles alternatives quant a quantitat de mostra, mescla de reactius i cicle de calfament, triant el m3s adequat en funci3n del tipus de mostra a digerir.

Una vegada aconseguida la digesti3n de les diverses mostres ambientals, es va avaluar la activitat de Polonio-210 present en les dites mostres.

## **Paraules clau**

Digesti3n, forn microones, mostres ambientals, is3tops radioactius i poloni-210.

**ABSTRACT.**

In this study, the procedure of digestion of environmental samples with microwave oven was optimized for the subsequent radiochemical separation linked to the determination of radioactive isotopes, specifically to the radiochemical separation of Po-210. In relation to the digestion process, the possible alternatives in terms of sample quantity, reagent mixture and heating cycle have been studied, choosing the most appropriate depending on the type of sample to be digested.

Once the digestion process of the various environmental samples was finalized, the activity of Polonium-210 present in these samples was evaluated.

**Keywords**

Digestion, microwave oven, environmental samples, radioactive isotopes and polonium-210.

## ÍNDICE

<b>MEMORIA</b> .....	9
<b>CAPÍTULO I: OBJETIVO E INTRODUCCIÓN.</b> .....	11
1 OBJETIVO.....	12
2 INTRODUCCIÓN.....	12
2.1 ANTECEDENTES.....	12
2.1.1 Disolución de muestras sólidas.....	12
2.1.2 Digestión de muestras con horno microondas.....	18
2.1.3 Medida de la radiactividad.....	21
2.2 MOTIVACIÓN.....	27
2.3 JUSTIFICACIÓN.....	28
<b>CAPÍTULO II: PARTE EXPERIMENTAL.</b> .....	29
1 INTRODUCCIÓN.....	30
2 DISOLUCIÓN DE MUESTRAS CON HORNO MICROONDAS.....	30
2.1 HORNO MICROONDAS MULTIWAVE GO.....	30
2.1.1 Características.....	31
2.1.2 Funcionamiento.....	32
2.1.3 Calibración del equipo.....	33
2.2 DISOLUCIÓN DE MUESTRAS.....	34
2.2.1 Pretratamiento.....	34
2.2.2 Selección del programa de digestión.....	35
3 SEPARACIÓN RADIOQUÍMICA DE PO-210.....	42
3.1 INTRODUCCIÓN.....	42
3.2 ETAPAS GENERALES EN LA CUANTIFICACIÓN DE PO-210.....	43
3.2.1 Digestión.....	43
3.2.2 Preparación de la disolución para la deposición.....	44
3.2.3 Preparación de la plancheta de plata.....	44
3.2.4 Deposición.....	45
3.3 MEDIDA POR ESPECTROMETRÍA ALFA.....	46
3.3.1 Calibración del equipo de detección.....	47
3.3.2 Determinación del Fondo.....	48
3.3.3 Cálculo de la Actividad específica.....	48

3.3.4	Cálculo del Rendimiento químico del proceso .....	49
3.3.5	Cálculo de Incertidumbres .....	49
3.3.6	Límite de detección. ....	49
CAPÍTULO III: RESULTADOS OBTENIDOS .....		51
1	PROCEDIMIENTOS DE DIGESTIÓN POR MICROONDAS EN MUESTRAS AMBIENTALES.....	52
2	ACTIVIDAD DE PO-210 EN MUESTRAS AMBIENTALES .....	56
2.1	MUESTRAS BIOLÓGICAS.....	57
2.2	MUESTRAS INORGÁNICAS.....	60
2.3	MUESTRAS DE BIOTA .....	60
CAPÍTULO IV: CONCLUSIONES.....		63
CAPÍTULO V: BIBLIOGRAFÍA. ....		65
ANEXOS. ....		67
<b>PRESUPUESTO</b> .....		82
CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN.....		84
CAPÍTULO II: PRECIOS DESCOMPUESTOS.....		86
1	PERSONAL.....	87
2	EQUIPAMIENTO.....	87
2.1	FUNGIBLES.....	87
2.1.1	Reactivos .....	88
2.1.2	Trazadores.....	88
2.1.3	Material fungible.....	88
2.1.4	Otro material de Laboratorio. ....	89
3	PRESUPUESTO FINAL.....	90

### **Índice de figuras.**

Figura 1.	Relación presión-temperatura del método convencional frente horno microondas..	15
Figura 2.	Comparativa de método convencional frente a método con horno microondas. ....	15
Figura 3.	Espectro electromagnético. ....	19
Figura 4.	Propagación de la temperatura según el tipo de calentamiento.....	20
Figura 5.	Diagrama de estabilidad nuclear.....	22
Figura 6.	Proceso de desintegración $\alpha$ .....	23
Figura 7.	Ley de la transformación radiactiva. ....	25
Figura 8.	Cadena de desintegración del $U^{238}$ .....	27
Figura 9.	Sistema Multiwave Go y componentes.....	30
Figura 10.	Estructura del recipiente.....	31

Figura 11. Interior del vessel.....	31
Figura 12. Posición correcta de los recipientes en Multiwave Go. ....	33
Figura 13. Muestras de alimentos a digerir en Multiwave Go.....	35
Figura 14. Muestra de naranja digerida.....	35
Figura 15. Reacción dada tras la adición del reactivo H <sub>2</sub> O <sub>2</sub> . ....	36
Figura 16. Pérdidas provocadas en la reacción.....	37
Figura 17. Resultado de la digestión de cebada.....	37
Figura 18. Filtros de celulosa utilizados en la digestión.....	39
Figura 19. Filtro de fibra de vidrio.....	40
Figura 20. Visualización de 1 g de césped en vaso abierto.....	41
Figura 21. Resultado visual de la digestión de organismos indicadores y césped.....	42
Figura 22. Metodología empleada en la Deposición de Polonio. ....	43
Figura 23. Esquema de la preparación de la disolución.....	44
Figura 24. Montaje para la deposición espontánea.....	45
Figura 25. Diagrama de bloques de un espectrómetro alfa.....	46
Figura 26. Equipo de espectrometría.....	46
Figura 27. Programa Organic B-UPV. ....	52
Figura 28. Programa Inorganic-UPV.....	53
Figura 29. Digestión de la naranja.....	53
Figura 30. Digestión de sedimentos.....	54
Figura 31. Espectro de la naranja.....	57
Figura 32. Espectro de la lechuga.....	58
Figura 33. Espectro de la acelga.....	58
Figura 34. Espectro de la cebada.....	59
Figura 35. Espectro de filtro fibra de vidrio.....	60
Figura 36 Espectro del tabaco.....	61

### **Índice de Tablas.**

Tabla 1. Datos de desintegración de Po <sup>208</sup> , Po <sup>209</sup> y Po <sup>210</sup> .....	26
Tabla 2. Métodos preinstalados en Multiwave Go. ....	33
Tabla 3. Resultados de calibración.....	34
Tabla 4. Métodos EPA para digestión en muestras de suelos y sedimentos.....	40
Tabla 5. Etapas del programa Organic B-UPV.....	52
Tabla 6. Etapas del programa Inorganic-UPV.....	53





# MEMORIA

---



## CAPÍTULO I: OBJETIVO E INTRODUCCIÓN.

## 1 OBJETIVO.

El objetivo principal de este Trabajo Fin de Grado es la puesta a punto de un tratamiento basado en la digestión húmeda de la muestra utilizando ácidos oxidantes, proceso previo a la cuantificación de isótopos radiactivos en muestras ambientales, para la posterior separación radioquímica y cuantificación de diferentes radionúclidos. Con esta etapa lo que se pretende es que los isótopos de interés pasen a la disolución.

Este proceso se ha venido realizando en el Laboratorio de Radiactividad Ambiental de la UPV (LRA-UPV) en vaso abierto. Sin embargo, la necesidad de elevados tiempos para su disolución y el hecho de que ésta pueda no ser total limitan considerablemente esta técnica.

Actualmente, se ha extendido el uso de hornos de microondas para la digestión ácida de las muestras. Esto es, el calentamiento se realiza en vasos cerrados junto a los ácidos correspondientes según el tipo de muestra que se trate.

Por ello el objetivo de este trabajo es en primer lugar realizar un estudio de los posibles protocolos de digestión por microondas existentes en la literatura para, después de realizar las correspondientes pruebas, seleccionar aquellos que mejor se adecuen a los tipos de matrices ambientales usuales en el LRA-UPV, reduciendo tiempos de ensayo y costes.

El resultado tras la digestión es una disolución acuosa ácida de la muestra, adecuada para su posterior análisis químico en general y radioquímico en particular. Se ha seleccionado la cuantificación del Po-210 por ser un isótopo muy radiotóxico y que se encuentra presente practicante en todas las matrices ambientales estudiadas.

## 2 INTRODUCCIÓN.

### 2.1 ANTECEDENTES.

#### 2.1.1 Disolución de muestras sólidas.

El comienzo de la disolución de muestras tuvo lugar en Grecia y antiguo Egipto. Se desarrollaron métodos de fusión especialmente para el control de la pureza del oro y la plata. En el siglo XIV, el descubrimiento de ácidos minerales, sirvió de base en el método industrial de separación de oro y plata ya que se produjo una mejora en la exactitud y velocidad de estas preparaciones (Robert C. Richter. Dirk Link. H. M, January 2001). Es por ello, que el autor Isaac Asimov designó el descubrimiento de los ácidos minerales como el avance químico más importante desde la producción de hierro a partir del mineral de hierro tres milenios antes.

La cuantificación de un determinado analito en una muestra ambiental sólida requiere de su puesta en disolución.

La disolución de muestras puede ser uno de los mayores desafíos que enfrenta el químico analítico, ya que la mayoría de las muestras consisten principalmente en compuestos

desconocidos con sustancias químicas desconocidas. Hay muchos factores que el analista debe considerar. Así pues, la forma de poner un material en disolución depende especialmente de la naturaleza de la muestra así también como de las características del componente a determinar. Es decir, puede darse el caso de querer determinar el contenido de un elemento en una muestra heterogénea donde dicho elemento esté contenido únicamente en un compuesto, entonces nuestra preocupación se centrará en la puesta en solución de ese compuesto y hacer su correspondiente determinación.

Por lo general, los constituyentes orgánicos generan interferencias tanto en la separación como en la medida. El objetivo de la disolución de la muestra es mezclar cuantitativamente una muestra sólida o no acuosa con agua para producir una solución acuosa (mezcla homogénea), de manera que se puedan realizar de forma óptima las separaciones posteriores y su respectivo análisis.

Debido a que muy pocos materiales naturales u orgánicos son solubles en agua, estos materiales requieren rutinariamente el uso de ácidos o sales de fusión para llevarlos a la solución. Estos reactivos normalmente alcanzan la disolución a través de un proceso de oxidación-reducción que deja los elementos constituyentes en una forma más soluble.

Así pues, un orden creciente de severidad de una técnica de disolución sería: agua, agua caliente, ácidos diluidos, ácidos concentrados y agua regia.

En cuanto al procedimiento por vía húmeda, los métodos que se utilizan generalmente en la descomposición de muestras sólidas para la obtención de una solución acuosa del analito son los siguientes:

- Digestión ácida en vaso abierto.
- Digestión ácida en vaso cerrado (Horno-Microondas).
- Fusión en medios de sales fundidas.

Estos métodos se diferencian en el uso de reactivos y la temperatura a la cual se lleva a cabo la descomposición. Si bien, sea cual sea el método que se emplee siempre se debe realizar evitando cualquier tipo de contaminación y reteniendo los analitos en el residuo inorgánico (Skoog).

#### ***2.1.1.1 Digestión ácida en vaso abierto.***

La digestión en vaso abierto se basa en el calentamiento de soluciones durante la preparación de la muestra mediante calor conductivo bien mediante un quemador Bunsen, placa caliente, horno o mufla. Este calor únicamente se transfiere a las partes de la solución que están en contacto directo con la fuente de calor, penetrando en la solución por convección. Por otro lado, el punto de ebullición del ácido empleado es el parámetro que se toma de referencia a la hora de llevar a cabo la descomposición ya que marca la temperatura máxima a alcanzar para disminuir en la medida de lo posible, la cantidad de ácido a utilizar por su posible pérdida por volatilidad. Motivo por el cual, se han de tener en cuenta los numerosos inconvenientes que

presenta este tipo de digestión en vaso abierto. Por una parte, se ha de destacar la necesidad de un largo tiempo (desde horas a días) para que se dé la descomposición de la muestra, además del uso de altas cantidades de reactivos, que a su vez provoca mayor contaminación del medio ambiente y su continua supervisión por el analista.

Por otro lado, el punto de ebullición de la solución es uno de los parámetros limitantes a la hora de alcanzar la máxima temperatura de la solución, así como la presión y las propiedades coligativas. La mejora a dichos inconvenientes citados, vendría dada por la realización del proceso de digestión mediante microondas.

#### ***2.1.1.2 Digestión ácida en vaso cerrado (Microondas).***

La descomposición o disolución de la muestra con ácidos en vaso cerrado se realiza en un recipiente de descomposición a presión, evitando de esta forma la contaminación y la pérdida de elementos por volatilidad. Su uso se extiende desde la descomposición de materiales inorgánicos hasta materiales orgánicos. La interacción de la radiación de microondas con la muestra y los reactivos produce la interacción de los iones y da lugar a la migración iónica. Además, provoca la rotación dipolar, motivos por los cuales se consigue un rápido calentamiento de la mezcla dando como resultado la elevada eficacia en la descomposición de la muestra.

El horno microondas puede realizar la digestión para cantidades de muestras de hasta 10 gramos, con elevadas concentraciones del elemento a determinar. Además, el horno microondas permite tanto el control de temperatura y presión como el de potencia, todas ellas en función del tiempo.

Cabe destacar que estos parámetros se programan en el dispositivo de acuerdo a los puntos de ebullición de la mezcla de ácidos o ácido utilizado. Por tanto, esta metodología presenta multitud de ventajas frente al proceso de digestión mediante ácidos en vaso abierto. Por un lado, se encuentra la optimización de la transferencia de calor, que lleva asociada una reducción considerable en los tiempos necesarios para llevar a cabo una reacción. Por otro lado, la cantidad de reactivo que se requiere es menor, lo cual trae consigo un menor coste de operación y servicio ya que no precisan la continua supervisión del analista.

A su vez alcanzan una mayor eliminación de contaminantes incrementando los niveles de seguridad en la manipulación de la muestra, así como un aumento en los niveles de productividad de los laboratorios.

En la figura 1 se muestra un gráfico que relaciona los parámetros de temperatura y presión para digestión ácida tanto en vaso abierto como en microondas. Se observa con gran claridad la necesidad de una mayor presión para alcanzar un determinado valor de temperatura. (Robert C. Richter. Dirk Link. H. M, January 2001)

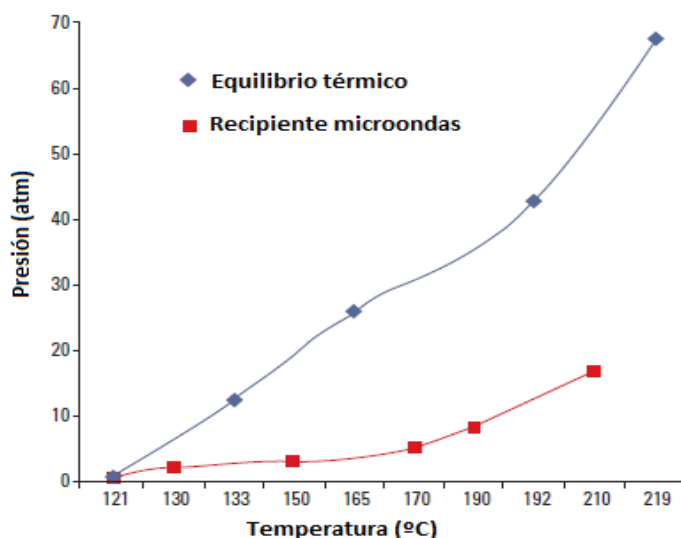


Figura 1. Relación presión-temperatura del método convencional frente horno microondas.

Por otro lado, la figura 2 presenta un gráfico comparativo de las condiciones de síntesis y el rendimiento del método convencional y mediante microondas; de arriba abajo, cantidad de disolvente, tiempo de reacción, número de pasos de la reacción y rendimiento del proceso. A la derecha: Horno microondas adaptado para la síntesis química.



Figura 2. Comparativa de método convencional frente a método con horno microondas.

### 2.1.1.3 Fusión.

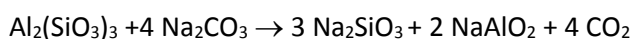
La digestión de muestras a través del método de fusión se utiliza mayoritariamente para muestras que presentan dificultad para disolverse en ácidos como resultan ser suelos, lodos, silicatos y algunos óxidos minerales. La fusión se lleva a cabo calentando una sal mezclada con una pequeña cantidad de muestra. Se eleva la temperatura de la mezcla por encima de la temperatura de fusión de la sal, se deja la muestra reaccionar con la mezcla fundida. Una vez completada la reacción, se deja enfriar a temperatura ambiente. Se procede entonces a disolver



la muestra fundida para continuar con el análisis. En caso de quedar algún residuo se podría repetir este proceso de fusión bien con la misma sal, con una sal distinta, ceniza húmeda e incluso una combinación de las tres formas mencionadas. La digestión o descomposición de la matriz de la muestra depende fundamentalmente de las elevadas temperaturas adoptadas para la fusión de la sal de flujo y la relación de la sal de flujo a la muestra. Para alcanzar la descomposición óptima de la muestra, es conveniente que ésta contenga oxígeno ligado químicamente como en óxidos, silicatos y carbonatos. Así pues, las muestras que carezcan de oxígeno ligado químicamente tales como metales, sulfuros y compuestos orgánicos deben ser sometidas a un proceso de oxidación previo al de fusión.

En general, se utiliza fundente alcalino para que sea mínima la pérdida por volatilización de gases ácidos, tales como H<sub>2</sub>S y SO<sub>2</sub>.

Destaca el carbonato de sodio como fundente más utilizado debido a la capacidad que posee de convertir óxidos en sales de sodio solubles.



No obstante, para óxidos que presentan dificultad para disolverse es habitual el uso de piro sulfato de potasio como fundente ácido. Al incrementarse la temperatura el piro sulfato libera SO<sub>3</sub> que a su vez reacciona con el óxido formando un sulfato soluble.

#### **2.1.1.4 Reactivos.**

Los reactivos que se usan mayoritariamente en este tipo de digestión son los ácidos minerales. A continuación, se da una breve explicación sobre los reactivos más utilizados.

##### **Ácido clorhídrico**

El ácido clorhídrico concentrado es el disolvente por excelencia para muestras inorgánicas, si bien tiene aplicación limitada en la descomposición de materiales orgánicos. Se utiliza de forma general para disolver muchos óxidos metálicos, así como metales con mayor facilidad a oxidarse que el hidrógeno, y suele ser un mejor disolvente de óxidos que los ácidos oxidantes. El ácido clorhídrico concentrado es casi 12 M. Sin embargo, con su calentamiento se produce la pérdida de HCl en fase gaseosa quedando una solución 6 M a ebullición constante, cuyo punto de ebullición se encuentra en torno a los 110°C.

##### **Ácido nítrico**

El ácido nítrico concentrado caliente es un oxidante fuerte que disuelve todos los metales comunes, excepto el aluminio y el cromo los cuales se comportan de forma pasiva ante este reactivo por la aparición de óxidos de superficie.

El ácido nítrico caliente se emplea solo o en combinación con otros ácidos y agentes oxidantes como por ejemplo el peróxido de hidrógeno y bromo, dando lugar a la descomposición de muestras orgánicas para la posterior determinación del contenido de metales traza. A este proceso de descomposición se le denomina calcinación vía húmeda y provoca la conversión de la muestra orgánica en dióxido de carbono y agua. Cabe destacar, siempre y cuando se realice este proceso en vaso abierto, los elementos no metálicos halógenos, azufre y nitrógeno se pierden parcial o totalmente por volatilización. (Skoog)

#### *Ácido sulfúrico*

El ácido sulfúrico tiene un punto de ebullición cercano a 340°C, razón por la cual se debe en parte su efectividad como disolvente. Diversos compuestos orgánicos así como numerosos metales y aleaciones se deshidratan y oxidan a esa temperatura, con lo que este tratamiento de calcinación vía húmeda se elimina de las muestras en forma de dióxido de carbono y agua.

#### *Ácido perclórico*

El ácido perclórico caliente actúa como potente agente oxidante, atacando a numerosas aleaciones de hierro y aceros inoxidables que no son afectados por otros ácidos minerales. No obstante, debido a su elevado potencial explosivo por naturaleza, se ha de trabajar con este reactivo cuidadosamente. El ácido concentrado frío no es explosivo, pero da lugar a explosiones violentas al someterse a elevadas temperaturas en contacto con materiales orgánicos o sustancias inorgánicas que tienden a oxidarse fácilmente. En relación a esta propiedad, el reactivo concentrado debe calentarse sólo en recipientes especiales, recubiertos con vidrio o acero inoxidable, sin uniones, y con un sistema de niebla para lavar las paredes con agua.

#### *Mezclas oxidantes*

Una de las mezclas oxidantes más utilizada en las digestiones ácidas es el agua regia. Se trata de una mezcla de tres volúmenes de ácido clorhídrico concentrado por uno de ácido nítrico.

Esta mezcla incrementa su efectividad como disolvente en adición de bromo o peróxido de hidrógeno, acelerando la oxidación de materiales orgánicos en la muestra. Además, las mezclas de ácidos nítrico y perclórico, de menor peligrosidad que el ácido perclórico en sí, son de gran utilidad para las digestiones. No obstante, se ha de tener especial cuidado por la fácil evaporación del ácido nítrico antes de completarse la oxidación del material orgánico. Lo cual podría provocar explosiones y lesiones graves por no tomar precaución.

### *Ácido fluorhídrico.*

Se usa especialmente para la descomposición de minerales y rocas de silicato en la determinación de numerosas especies excepto la sílice. En este caso, el silicio evoluciona en la forma de tetracloruro. Tras la completa descomposición, el exceso de ácido fluorhídrico se elimina por evaporación con ácidos como sulfúrico o bien, perclórico. Normalmente se precisa de su eliminación para alcanzar un óptimo análisis, debido a que el ion fluoruro reacciona con numerosos cationes y da lugar a complejos con alta estabilidad, que posteriormente interferirían en la determinación de los cationes. Esta característica proporciona elevadas dificultades y aumenta la lentitud en el proceso de digestión motivo por el cual se intenta evitar su uso como disolvente.

En ocasiones, el ácido fluorhídrico se utiliza junto con otros ácidos en el ataque a aceros que presentan dificultad de disolverse con otros disolventes. Además, se ha de tener en cuenta su elevada toxicidad a la hora de evaporarlo para eliminar el exceso de reactivo, realizándose siempre con un sistema de ventilación.

## **2.1.2 Digestión de muestras con horno microondas.**

### **2.1.2.1 Principio.**

A principios del siglo XIX se desarrollaron la mayoría de los métodos de preparación de muestras para la determinación analítica de compuestos. Actualmente la instrumentación ha evolucionado de tal forma que los límites de detección son del orden de ppb por lo que es importante que las muestras sean homogéneas en fase líquida. Sin embargo, aunque se han producido numerosos avances en la instrumentación analítica, el desarrollo de técnicas de transformación de muestras sólidas en soluciones homogéneas, no ha sido tan rápido. De hecho, actualmente un gran número de químicos siguen haciendo uso de métodos de extracción de larga duración, pudiendo alcanzar incluso días. Además de la susceptibilidad de sesgos, la posible contaminación de la muestra y una continua supervisión por el analista.

La solución a los problemas citados anteriormente viene dada tras la utilización de los hornos microondas, los cuales han provocado una mejora en la química, al ser un método de preparación de muestras veloz y eficiente. Las soluciones son calentadas con alta eficiencia, dando lugar a una importante reducción de tiempo, de días como se ha mencionado con anterioridad, a minutos. Además, el calentamiento por horno microondas logra un mayor control en el proceso, convirtiéndose en el mejor método de calentamiento.

En 1975 se comenzó a usar el horno microondas para la digestión de muestras biológicas. Si bien en primer lugar, se utilizó un horno microondas doméstico para calentar una mezcla de ácidos hasta alcanzar su punto de ebullición a presión atmosférica en un matraz Erlenmyer. Con ello, se logró la digestión de la muestra en un tiempo inferior a treinta minutos.

Cinco años más tarde, numerosos investigadores comenzaron a usar recipientes cerrados para la digestión por microondas, alcanzándose temperaturas superiores a la temperatura de

ebullición de la mezcla de los ácidos empleados, lo cual conllevó a un aumento en la tasa de reacción y a la reducción en el tiempo de reacción. Se describieron dos métodos de digestión de microondas para vaso cerrado a fin de digerir muestras metálicas y minerales.

Por otro lado, Salgo y Ganzler desarrollaron el uso de horno microondas para la extracción de compuestos orgánicos del suelo y plantas contaminadas. No obstante, las primeras técnicas utilizadas no cubrían todas las necesidades que numerosos químicos para aquel entonces, estaban buscando. En el año 1989 se introdujo el control de presión de retroalimentación y tres años más tarde el control de temperatura, también por retroalimentación. Tras la implantación de estas dos técnicas en las digestiones de muestras, dio comienzo la edad de las digestiones controladas.

### 2.1.2.2 Horno microondas.

Dentro del ámbito de las ondas electromagnéticas, se conoce el término microondas a las ondas comprendidas entre los 300MHz y los 300GHz. Se caracterizan por tener una longitud de onda desde 1 milímetro y hasta 30 centímetros. La figura 3 representa las principales bandas del espectro electromagnético y en la cual se ha señalado la banda de microondas.

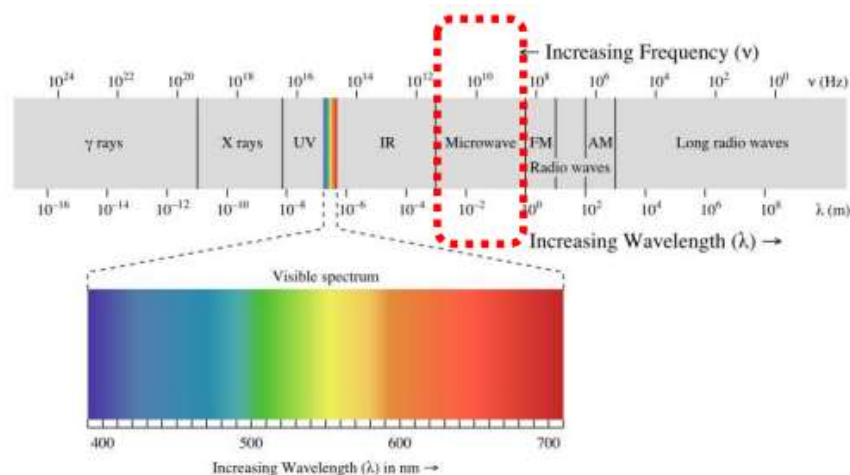


Figura 3. Espectro electromagnético.

La energía de microondas proporciona una importante mejora en la calidad del procesado, así como de la eficiencia, en especial para materiales con conductividad térmica baja.

En los sistemas de calentamiento por microondas se convierte directamente la energía eléctrica en calor sobre el material, generando calor en todo el volumen de éste (calentamiento volumétrico). Gracias a que el calentamiento se da directamente en las moléculas del interior del medio, ya sea un alimento, una disolución acuosa o un medio de reacción, se consigue un tratamiento térmico mucho más eficaz que haciendo uso de otras tecnologías, donde el calor se transmite por conducción desde el exterior hacia el interior del material. Además, otro de los factores que destacan en el uso de microondas es el fenómeno de calentamiento selectivo. Un

ejemplo muy típico es el calentamiento de agua introducida en un vaso de vidrio y a su vez, en un microondas doméstico: el agua se calienta con rapidez sin embargo el vaso no.

La figura 4 muestra la diferencia que se da en la propagación de la temperatura según el método del que se haga uso. A la izquierda se observa el calentamiento con método convencional, donde la temperatura se transmite por conducción desde el exterior hacia el interior. A la derecha, se observa un calentamiento por microondas; la radiación incide directamente en las moléculas del interior del medio, produciendo un aumento rápido de la temperatura que se propaga de dentro hacia fuera. (GIDOLQUIM, 2014)

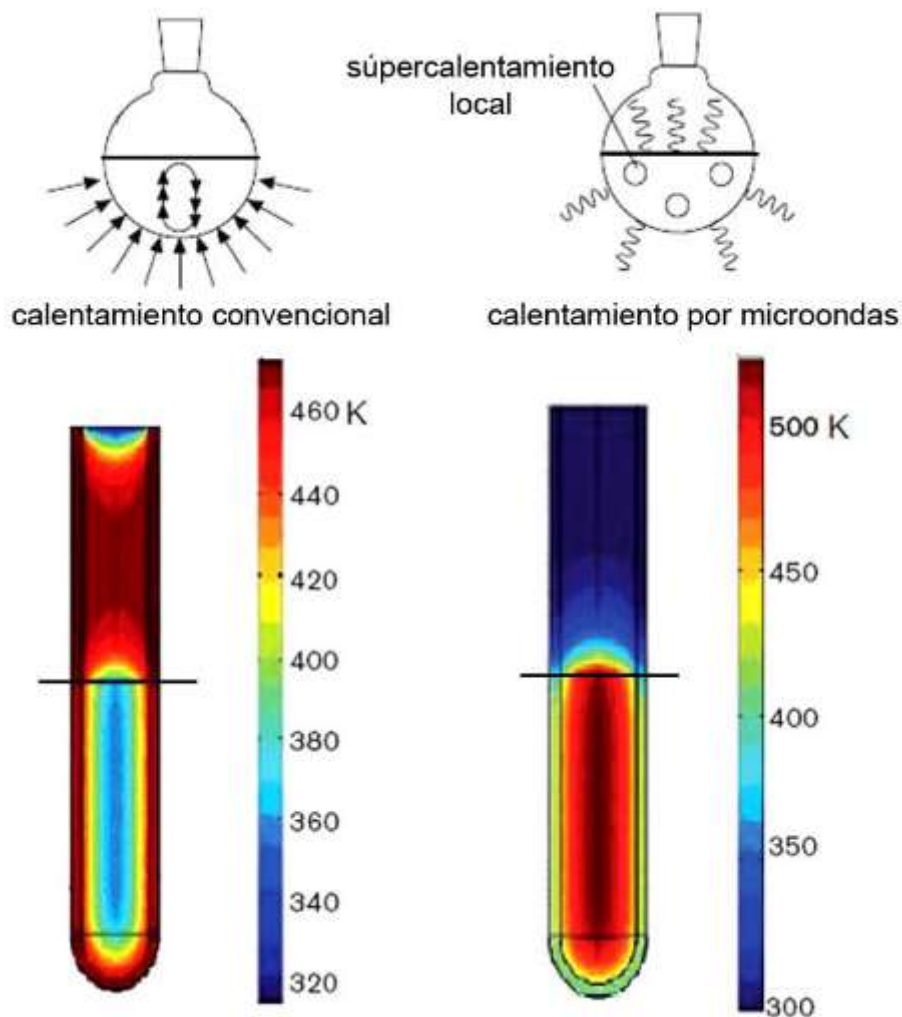


Figura 4. Propagación de la temperatura según el tipo de calentamiento.

La digestión por microondas es uno de los procedimientos estándar en la preparación de muestras para el análisis elemental en química analítica. La muestra es calentada en vasos cerrados transparentes a las microondas (MW) junto con los ácidos recomendados. La temperatura máxima de trabajo normalmente está entre 180-220°C dependiendo del tipo de muestra. A esta temperatura se produce la degradación parcial o completa de la muestra. Los

reactivos más utilizados para la mineralización de las muestras en el horno de microondas son: ácido nítrico, ácido clorhídrico y agua oxigenada. Su elección depende del origen de la muestra.

Así pues, la radiación emitida por los hornos microondas permite incrementar la temperatura de la muestra en un medio oxidante. Es decir, consiguen la descomposición de la matriz a digerir y facilitan la liberación de los componentes de la muestra que posteriormente serán analizados. Es tal la activación de las reacciones mediante este método, que pueden completarse en tan solo unos minutos, en un pequeño volumen de disolvente e incluso suprimiendo algún reactivo imprescindible en otros métodos. Todo esto conlleva, como se ha nombrado con anterioridad a una disminución significativa de residuos. Por ello, este método se convierte en uno de los preferidos en la química sostenible, cuyo objetivo es la protección del medio ambiente haciendo uso de métodos que generen menos contaminación alcanzando el máximo rendimiento.

### **2.1.2.3 Aplicaciones.**

Son numerosas las aplicaciones de este dispositivo, entre las que se destaca por una parte la disolución de muestras inorgánicas, y por otro, la digestión de materiales orgánicos.

Así pues, para la disolución de muestras inorgánicas, el horno microondas es capaz de disolver rápidamente minerales, muestras de roca y vidrio entre otros materiales inorgánicos, mediante ácidos minerales fuertes como lo son el HF, H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, mezclas oxidantes dentro de las cuales cabe destacar el agua regia y otras. Se calientan las muestras a temperaturas superiores a la de los puntos de ebullición normales, consiguiendo una digestión rápida para su posterior análisis químico en equipos de AA y espectroscopia ICP, además de otros métodos instrumentales en los que los elementos trazas han de ser identificados.

Por otro lado, para la digestión de materiales orgánicos, se tratan las muestras con ácido nítrico y otros ácidos oxidantes en los recipientes del horno microondas sin dificultad alguna, siempre y cuando, se tengan en cuenta las precauciones de seguridad.

Finalmente, cabe destacar el uso de estos recipientes como excelentes reactores de uso general en procedimientos que precisan de pequeños recipientes recubiertos de PTFE para su uso en determinados límites de presión y temperatura.

## **2.1.3 Medida de la radiactividad.**

### **2.1.3.1 Radiactividad.**

La radiactividad es una reacción nuclear de descomposición espontánea: un nucleído inestable se transforma en otro más estable, a la vez que emite radiación. El nucleído resultante de la desintegración puede ser inestable, dando lugar a una nueva desintegración y así sucesivamente hasta que finalmente se llegue a un nucleído estable. La estabilidad del nucleído depende de la energía de enlace nuclear, es decir, cuanto mayor sea ésta mayor será la estabilidad del nucleído.

La figura 5 presenta el diagrama de Segre. Para núcleos ligeros, N (número de neutrones) es aproximadamente igual a Z (número de protones), es decir la relación entre N y Z es 1. Para los núcleos pesados, la estabilidad se consigue con mayor N.

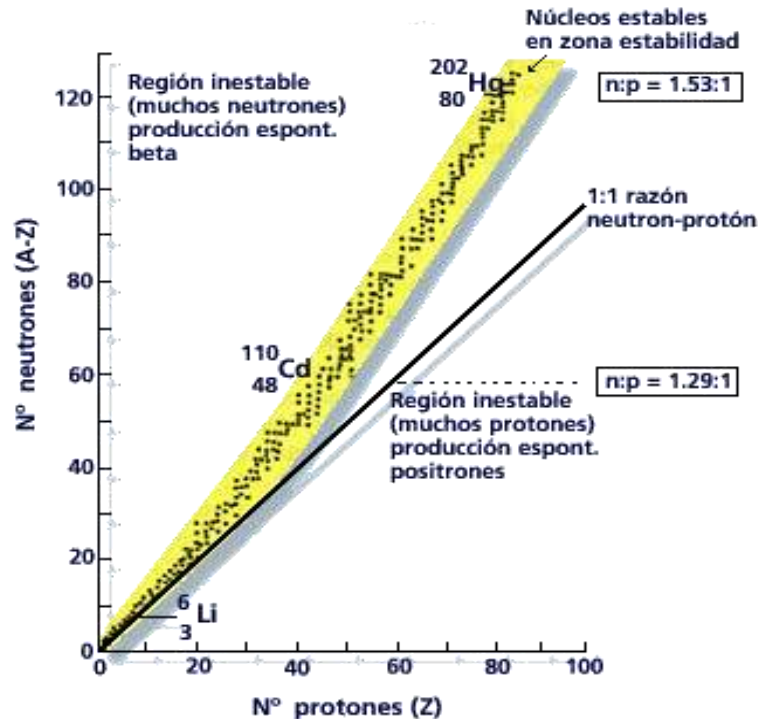


Figura 5. Diagrama de estabilidad nuclear.

Se puede considerar que todos los isótopos de los elementos con número atómico igual o mayor a 84 son radiactivos, siendo el polonio el primero de ellos. Ello se debe a la gran repulsión entre protones, los neutrones adicionales ya no pueden estabilizar el núcleo, y estos núcleos muy pesados se descomponen espontáneamente.

### 2.1.3.2 Tipos de desintegración.

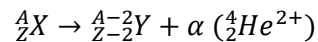
Para que los núcleos alcancen la estabilidad, se descomponen emitiendo partículas y, en función del tipo de partícula que emitan, se clasifica la desintegración radiactiva en: desintegración alfa, desintegración beta, captura electrónica y gamma.

#### Desintegración alfa.

Las partículas alfa son núcleos de He-4 que han perdido por completo su envoltura de electrones, por lo que únicamente están formados por protones y neutrones. En particular, He-4 estará formado exclusivamente por dos protones y dos neutrones ( ${}^4_2\text{He}^{2+}$ ).

Algunos radioisótopos pesados ( $A > 140$ ) presentan inestabilidad y sufren desintegración alfa ( $\alpha$ ). Los núcleos de dichos radioisótopos dan lugar a una reacción nuclear espontánea de fisión, descomponiéndose en núcleos más ligeros a la vez que emiten partículas  $\alpha$ .

Este proceso de desintegración se expresa de la siguiente manera:



La figura 6 muestra el proceso de desintegración  $\alpha$ .

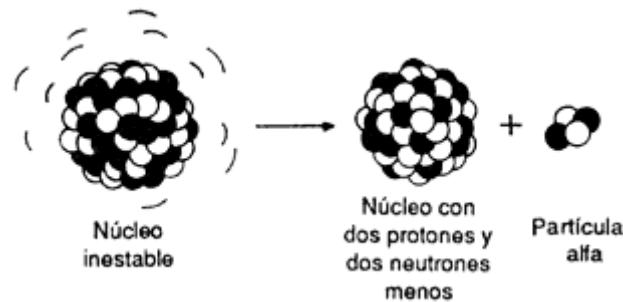
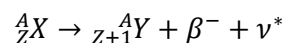
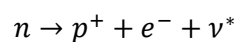


Figura 6. Proceso de desintegración  $\alpha$ .

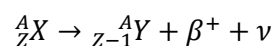
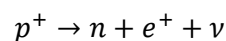
#### Desintegración beta.

La desintegración beta ( $\beta$ ) es el tipo de desintegración más comúnmente dado en los distintos radionucleidos. En el proceso de desintegración, el núcleo radiactivo emite un electrón, que podrá ser de carga positiva (positrón) o de carga negativa, a fin de optimizar la relación neutrones y protones del núcleo. Según sea la carga del electrón emitido, la desintegración  $\beta$  se puede clasificar en beta positiva ( $\beta^+$ ) y en beta negativa ( $\beta^-$ )

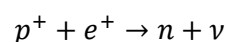
Desintegración  $\beta^-$ : Hay exceso de neutrones (ó déficit de protones). Para compensar la relación protón-neutrón, el neutrón dará lugar a un protón ( $p^+$ ), un electrón ( $e^-$ ) y un antineutrino electrónico ( $\nu^*$ ). de la siguiente forma:



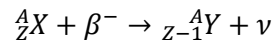
Desintegración  $\beta^+$ : Existe un exceso de protones, por lo que un protón se descompone en un neutrón ( $n$ ), un positrón ( $e^+$ ) y un neutrino ( $\nu$ ). Así pues, el proceso de desintegración  $\beta^+$ : se expresa de la siguiente forma:



Captura electrónica: Un núcleo con exceso de protones captura un electrón, provocando la transformación de un protón en un neutrón. Este proceso no se considera una transición radiactiva, pero presenta una pequeña similitud con la desintegración beta. El proceso se expresa de la siguiente forma:



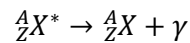




En definitiva, en la desintegración beta, el número atómico aumenta o disminuye en función del protón ganado o perdido respectivamente, mientras que el número másico se mantiene constante.

#### *Desintegración gamma.*

Proceso de desintegración radiactiva en el que el núcleo del elemento radiactivo emite un fotón de alta energía o radiación gamma. La emisión gamma se trata de ondas electromagnéticas con elevada capacidad de penetración. El proceso se expresa de la siguiente forma:



Siendo X\* el núcleo de un elemento excitado.

La emisión gamma se considera la más peligrosa de entre los distintos tipos de desintegración radiactiva desde el punto de vista de radiación externa.

#### **2.1.3.3 Ley de desintegración radiactiva.**

La ley de la desintegración radiactiva predice el decaimiento o desintegración del número de núcleos de una sustancia radiactiva que van quedando sin desintegrar con el tiempo. La probabilidad de desintegración es propiedad de cada núcleo atómico y permanece constante con el tiempo. Se expresa de la siguiente manera:

$$\frac{dN}{dt} = -\lambda \cdot N \quad (1)$$

donde N es el número de núcleos radiactivos en un instante de tiempo t y  $\lambda$  la constante de desintegración. Dicha constante indica la probabilidad por unidad de tiempo de que los núcleos pertenecientes a una determinada especie se desintegren.

Si se integra la expresión (1) para un tiempo  $t=0$  y  $N=N_0$  se obtiene la ecuación exponencial de desintegración, expresada de la siguiente forma:

$$N = N_0 \cdot e^{-\lambda t} \quad (2)$$

donde  $N_0$  es el número de núcleos iniciales de una determinada sustancia radiactiva.

Si se representa gráficamente el número de núcleos radiactivos en función del tiempo en determinados períodos de tiempo, se obtiene el siguiente gráfico exponencial (Figura 7):

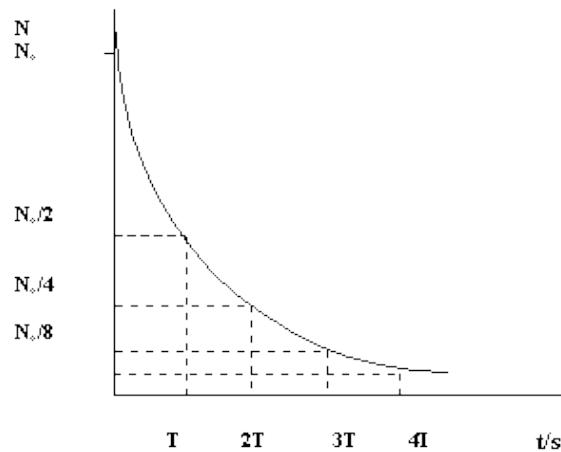


Figura 7. Ley de la transformación radiactiva.

Por otra parte, la actividad de una sustancia radiactiva, también conocida como tasa de desintegración, es el número de núcleos que desaparecen por unidad de tiempo. Es decir, indica la velocidad de desintegración de dicha sustancia. La unidad de medida de la tasa de desintegración en el Sistema Internacional es el Bequerelio (Bq).

La actividad es proporcional al número de núcleos presentes en la muestra:

$$A = -\frac{dN}{dt} = \lambda \cdot N \quad (3)$$

Integrando la función anterior se obtiene la expresión exponencial para la actividad:

$$A = A_0 \cdot e^{-\lambda t} \quad (4)$$

Finalmente, en lugar de la constante de desintegración  $\lambda$  suele emplearse el período de semidesintegración ( $T_{1/2}$ ). El período de semidesintegración se define como el tiempo transcurrido para que la actividad de una muestra radiactiva se reduzca a la mitad ( $A = A_0/2$ ).

$$T = \frac{-\ln(A/A_0)}{\lambda} \rightarrow T_{1/2} = \frac{\ln 2}{\lambda} \quad (5)$$

#### 2.1.3.4 Polonio.

El polonio es un elemento químico (de símbolo Po), cuyos isótopos son todos radiactivos y de corta vida media, a excepción de los tres emisores alfa: Po-208, Po-209 y Po-210.

La tabla 1 recoge los datos de desintegración para los isótopos del polonio. Se observa que para Po-208 y Po-209, la vida media es de 2898 y 102 años respectivamente, siendo para Po-210 de 138.37 días.

*Tabla 1. Datos de desintegración de Po<sup>208</sup>, Po<sup>209</sup> y Po<sup>210</sup>.*

Relevant decay data for <sup>208</sup> Po, <sup>209</sup> Po and <sup>210</sup> Po				
Radionuclide	Half-life (T <sub>1/2</sub> )	Disintegration modes	E <sub>α</sub> (MeV)	Intensity (%)
<sup>208</sup> Po	2.898 y (2)	α: 99.99777%	5.115	99.9956
			4.220	2.4E-4
<sup>209</sup> Po	102 y (5)	ε: 0.00223% α: 99.52%	4.885	20
			4.883	80
			4.622	0.551
			4.310	1.5E-4
			4.110	5.6E-4
<sup>210</sup> Po	138.376 d (2)	ε: 0.48% α: 100%	5.304	100
			4.517	1.22E-3

El polonio-210 fue descubierto por Marie Curie en la peblenda (uraninita). Es un emisor alfa con un período de semidesintegración de 138,4 días y una energía de emisión de 5,297 MeV.

Se encuentra en la naturaleza y es el más ampliamente disponible. La transferencia de energía lineal (LET) de Po-210 es de aproximadamente 100 μm en agua, que es similar a la de los tejidos biológicos. Esto significa que puede penetrar células del cuerpo humano, que están típicamente entre 10 y 30 μm de diámetro.

La presencia de Po-210 en el medio ambiente es debida a que se trata de un isótopo que pertenece a la cadena de desintegración del U-238 (figura 8). Por ello se encuentra presente en la corteza terrestre, en la atmósfera y en las aguas naturales como resultado del decaimiento del radón-222 y su posterior deposición. Otras fuentes de polonio 210 son erupciones volcánicas, incendios, quema de combustibles fósiles, migración de la sal marina, resuspensión del polvo del suelo y también por el uso de fertilizantes. Debido a esta distribución generalizada también entra en las cadenas alimenticias a través de la absorción directa, la ingestión o la inhalación de animales o plantas.

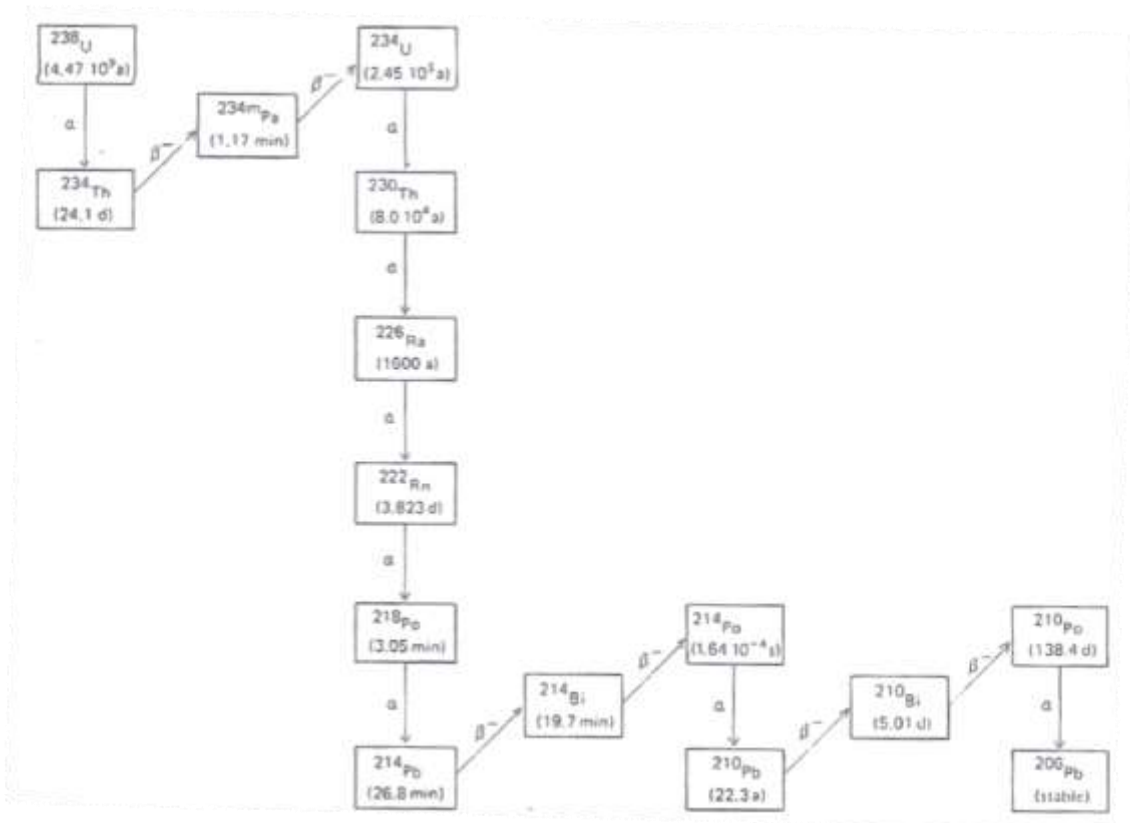


Figura 8. Cadena de desintegración del  $\text{U}^{238}$

## 2.2 MOTIVACIÓN.

Una de las motivaciones principales en la elección del trabajo fue mi paso por la Central Nuclear de Cofrentes al realizar las prácticas del Grado en Ingeniería Química. La suerte de estar en contacto directo con todo lo que es el mundo nuclear, además del interés que ya mostraba por él, contribuyó a que en cuarto curso optase por la mención de Medio Ambiente, en la que se imparte la asignatura de Química Nuclear y de la que he de decir, ha sido una de las asignaturas más interesantes de todo el Grado.

El presente trabajo de fin de grado se desarrolla dentro de la línea de investigación del *Laboratorio de Radiactividad Ambiental (LRA)* de la UPV.

## 2.3 JUSTIFICACIÓN.

El *Laboratorio de Radiactividad Ambiental* forma parte del Servicio de Radiaciones de la Universidad Politécnica de Valencia y lleva a cabo diferentes ensayos de medida de la radiactividad en diferentes matrices ambientales, tanto en aguas, suelos, sedimentos, vegetales, etc.

Para cuantificar la actividad específica de un determinado radionúclido en una muestra no líquida, es necesario pasarlo a disolución. Hasta la fecha esa digestión de las muestras sólidas se ha realizado con distintos ácidos en vaso abierto. Sin embargo, la posibilidad de que no todo el elemento pase a disolución ha hecho necesario la puesta a punto de procesos alternativos de disolución total como la digestión por microondas para cada uno de los tipos de matrices sólidas analizadas por el LRA.

La aplicación de estos procedimientos de digestión a la cuantificación del polonio-210, ha posibilitado conocer el contenido de Po-210 en las muestras sólidas más analizadas e interesantes desde un punto de vista medioambiental; un elemento químico altamente radiactivo, caracterizado además por su alta volatilidad y su extrema toxicidad. Se considera que es el emisor de partículas alfa con mayor importancia en cuanto a la dosis interna del hombre por la ingestión de alimentos, motivo por el cual es de gran importancia su análisis en muestras ambientales.

Por otro lado, a partir del año 2007 el LRA fue acreditado por la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC), con la acreditación nº 620/LE1050, para la realización de determinados ensayos en el campo de la radiactividad ambiental, de acuerdo a los criterios recogidos en la norma UNE-EN ISO/IEC 17025. Esta acreditación le da prestigio y fiabilidad, por lo que ampliar el número de procedimientos y estar acreditados en ellos le da un gran valor añadido al laboratorio.

En último lugar, también se justifica la realización del presente trabajo por la viabilidad económica del mismo. El laboratorio ya disponía en gran medida del material y del equipamiento necesario para realizar el procedimiento, tanto el horno-microondas como los equipos para realizar la deposición y espectrometría alfa. Sólo se le atribuye el coste de los reactivos y cierto material adicional empleado y el desgaste de los equipos, por lo que resulta factible la realización del proyecto de investigación.

## CAPÍTULO II: PARTE EXPERIMENTAL.

## 1 INTRODUCCIÓN.

En el laboratorio de radiactividad ambiental de la UPV se lleva a cabo el control de calidad del Plan de Vigilancia Radiológica Ambiental (PVRA) de la central nuclear de Cofrentes. En dicho plan se contempla una gran variedad de matrices ambientales para evaluar la potencial incidencia de los efluentes tanto líquidos como gaseosos que en cantidades autorizadas emite la central.

La selección del tipo de matriz contempla tanto los usos agrícolas de la zona, como el estudio de las vías de emisión (agua y aire), y aquellas muestras en las que se pueda concentrar estas emisiones. Como ejemplo el estudio de muestras vegetales de hoja ancha (acelgas, lechuga) pondrá de manifiesto tanto la contaminación procedente del suelo como la atmosférica, por deposición. Así mismo, la caracterización radiológica del ambiente mediante el estudio de filtros de partículas de polvo y el análisis de muestras de suelo y sedimento como ejemplos de deposición total, son tipos de muestras sólidas que necesariamente tienen que ser consideradas para una adecuada vigilancia del medio ambiente.

En este capítulo se describirá la parte experimental asociada tanto a la digestión de las muestras mediante el horno de microondas existente en el LRA (Multiwave Go) como a la relacionada con la separación radioquímica del Po-210.

## 2 DISOLUCIÓN DE MUESTRAS CON HORNO MICROONDAS.

### 2.1 HORNO MICROONDAS MULTIWAVE GO.

Multiwave Go (Figura 9) es un sistema de digestión de microondas, optimizado para el análisis económico de rutina de muestras ambientales, material vegetal, control en la calidad de los alimentos y otros materiales. Y es el que se dispone en el LRA y con el que se ha realizado este TFG.



*Figura 9. Sistema Multiwave Go y componentes.*

### 2.1.1 Características.

Multiwave Go es de extrema ligereza y con un rotor de aluminio resistente a la corrosión ofrece hasta 850W para sus 12 vasos de capacidad de 50mL. Diseñado con un sistema de sensores que permiten el control de la revolución del rotor, así como un calentamiento uniforme, evitando en cualquier situación un sobrecalentamiento de la muestra. Alcanza una temperatura de 250°C y una presión de 20 bares. La figura 10 muestra la estructura del vessel.

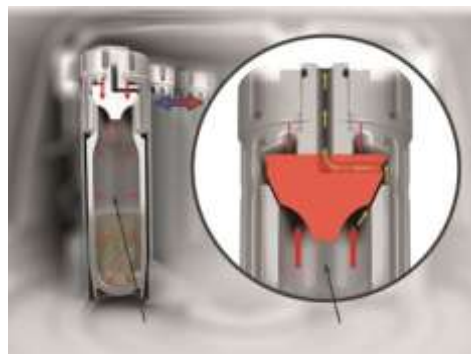


Figura 10. Estructura del recipiente.

Además, su sistema de enfriamiento permite la eliminación continua del calor producido en la reacción, así como la sobrepresión ligada a los gases de reacción, extraídos por el sistema de ventilación del que dispone el equipo, gracias al nuevo concepto *pressure-activated-venting*, inventado por Anton Paar. Así pues, tras operar con él, los recipientes se enfrían automáticamente y permite un control de presión preciso y fiable.

Un control de reacción riguroso viene dado por el sensor de temperatura IR (Figura 11), el cual en caso de sobrecalentamiento desactiva inmediatamente el magnetrón del equipo. Una observación importante es la revisión de dicho sensor una vez al mes y el ajuste conveniente si fuese preciso.

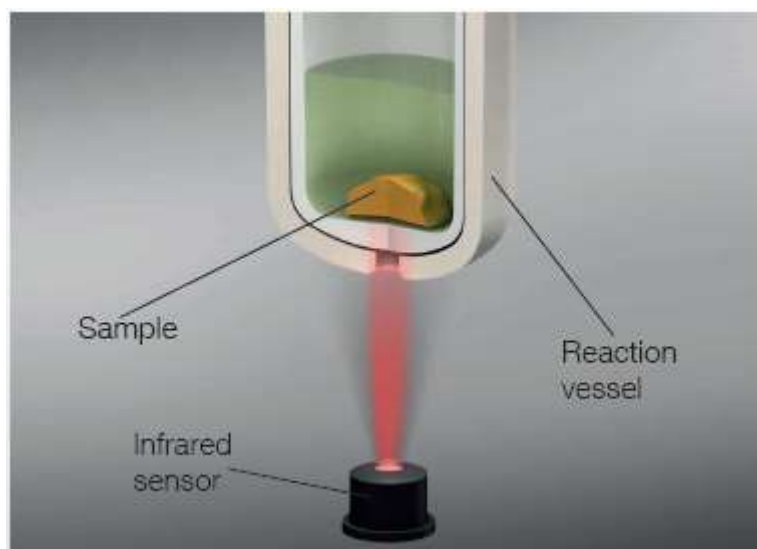


Figura 11. Interior del vessel.



Se caracteriza por su corto proceso de digestión obteniendo un rendimiento de trabajo de digestión de hasta 12 muestras en 18 minutos. Motivo por el cual, hacen de Multiwave Go el equipo de digestión con más rango de calentamiento y más rápido del mercado.

### 2.1.2 Funcionamiento.

Multiwave Go se aplica en la digestión ácida. Las matrices de muestras orgánicas e inorgánicas son destruidas por el uso de ácidos concentrados, y los analitos de interés pasan a la disolución, de forma que puedan ser medidos por alguna técnica instrumental o sirvan de inicio para realizar una posterior separación química. En el sistema se diferencian dos procesos, digestión ácida y lixiviación ácida, los cuales difieren en la completa destrucción de la matriz. Así pues, si se desea que la matriz sea digerida totalmente, se usará el método de “digestión ácida”. Por el contrario, si solo se quiere determinar la cantidad de elementos lixiviados, se aplicará el método de “lixiviación ácida”

Los ácidos utilizados mayoritariamente en este equipo son:

- Ácido Nítrico,  $\text{HNO}_3$  (65%)
- Ácido hidroclicóric,  $\text{HCl}$  (30-32%)
- Peróxido de hidrógeno,  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%)
- Ácido hidroflicóric,  $\text{HF}$  (40-48%)
- Ácido bóric,  $\text{H}_3\text{BO}_3$ (solución saturada fría, 5-5.5% )
- Ácido sulfúric,  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (96%) (con restricciones)
- Ácido fosfóric,  $\text{H}_2\text{PO}_4$  (85%) (con restricciones de uso)

Cabe destacar que el ácido nítrico, el clorhídric y el agua oxigenada cubren la mayoría de las digestiones de muestras ambientales, agricultura o muestras de alimentos. No obstante, para matrices más complicadas las cuales contengan ciertos elementos (Si, Al) se hará uso de HF para completar la digestión.

Por otro lado, recalcar la prohibición del uso de Ácido sulfúric en este equipo.

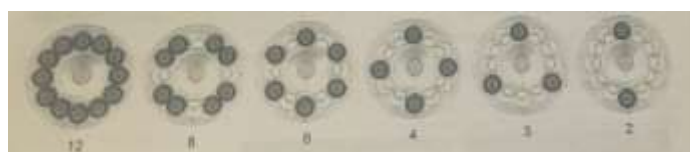
Además, Multiwave Go ya viene con la instalación de métodos para su uso directo. A continuación, se muestra la tabla que recoge la información de cada método:

*Tabla 2. Métodos preinstalados en Multiwave Go.*

Nombre del método	Tipo de aplicación	Modo recipiente	T-Límite (°C)	Tª modo control	Mezcla de ácidos	Programa rampa(min)/Tª(°C)/tiempo(min)
Cleaning	Digestión	MV*	200	Promedio	8-15mL mezcla ácido con HNO <sub>3</sub> y/o HCl y/o H <sub>2</sub> O	10:00/180/05:00
EPA 3015A***	Digestión				2,5mL HNO <sub>3</sub> o 2mL HNO <sub>3</sub> + 0,5mLHCl	10:00/170/10:00
EPA 3015A**	Digestión				10mL HNO <sub>3</sub> o 9mL HNO <sub>3</sub> + 3mL HCl	05:30/175/04:30
EPA 3052	Lixiviación				HNO <sub>3</sub> /HF/HCl/H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00/180/09:30
Inorganic	Digestión				8-12 mL Agua regia	10:00/165/10:00
Organic A	Lixiviación				6-10 mL HNO <sub>3</sub> + 0-2 mL HCl + 0-1 mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	20:00/180/10:00
Organic B	Digestión			Máximo	6-10 mL HNO <sub>3</sub> + 0-2 mL HCl + 0-1 mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00/100/10:00 10:00/180/10:00
PQ***	Digestión				9,9 mL H <sub>2</sub> O + 0,1 mL HNO <sub>3</sub>	01:00/180/10:00

\*\*\*media escala MV\*: modo multivessel

Por otra parte, para asegurar una temperatura uniforme en todos los recipientes, estos deberán ser posicionados correctamente en función del número de recipientes que se utilicen en la digestión, es decir, se colocarán simétricamente. En la figura 12 se muestra el correcto posicionamiento de los recipientes en función del número de los que se dispongan para proceder con la digestión.



*Figura 12. Posición correcta de los recipientes en Multiwave Go.*

En caso de hacer uso de un único recipiente, se deberá indicar en el dispositivo mediante la función "single vessel mode".

### 2.1.3 Calibración del equipo

Se recomienda calibrar el sensor IR del que dispone Multiwave Go, y del que se ha hablado previamente, una vez al mes. No obstante, si se detectasen valores de temperaturas extrañas

tras realizar una digestión, debería comprobarse si el funcionamiento del sensor es correcto, motivo por el cual se procedería a su calibración.

A continuación, se muestra los valores obtenidos en una de las calibraciones realizadas durante este trabajo. En la columna denominada IR Sensor de la tabla 3, se recogen los valores obtenidos tras realizar la calibración. Para dar por válida la calibración, dichos valores han de ser similares a los valores de temperatura de la tercera columna (Calibrator), permitiéndose un rango de desviación de  $\pm 5^{\circ}\text{C}$ .

*Tabla 3. Resultados de calibración.*

Setpoint (°C)	IR Sensor (°C)	Calibrator (°C)
40	39,2	40
50	49	50
75	73,5	75
100	98	100
130	127,5	130
150	147,3	150
170	167,1	170

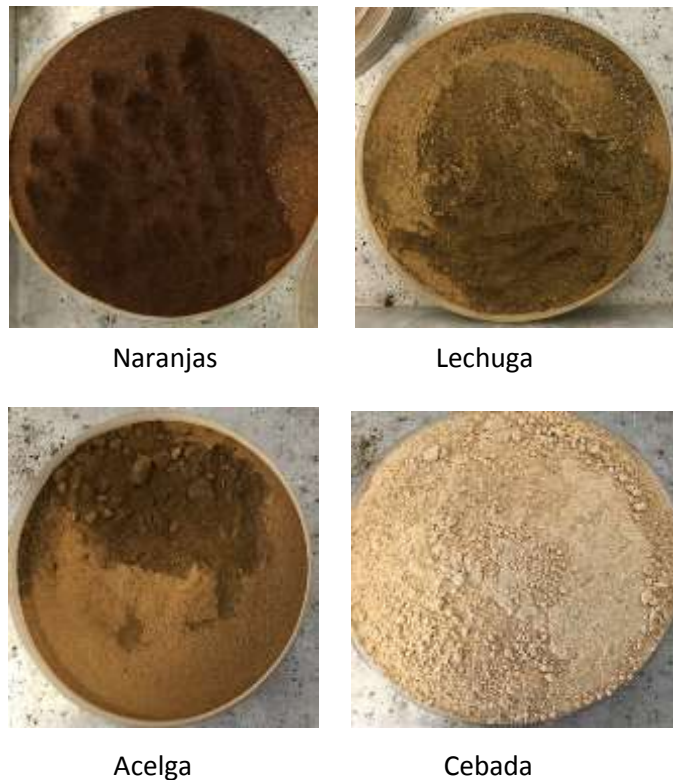
## 2.2 DISOLUCIÓN DE MUESTRAS.

De entre todos los tipos de muestras sólidas que el LRA realiza, y debido a su importancia se han elegido las siguientes para que sirvieran de pruebas en la digestión. En este apartado se comentarán los pasos que se han seguido, así como las modificaciones que se han ido realizando para cada muestra en base a la dificultad presentada por cada matriz.

- Muestras biológicas: naranja, lechuga, acelga, cebada.
- Muestras inorgánicas: sedimento, suelo, filtros de partículas de polvo de celulosa y de fibra de vidrio.
- Muestras de biota: organismos indicadores, césped, tabaco.

### 2.2.1 Pretratamiento.

Todas las muestras analizadas excepto los filtros de partículas, se sometieron previamente a un proceso de secado, molienda y tamizado, de forma tal que la muestra sea lo más homogénea posible (figura 13).



*Figura 13. Muestras de alimentos a digerir en Multiwave Go.*

## 2.2.2 Selección del programa de digestión.

### 2.2.2.1 Muestras biológicas (alimentos).

Tras la recopilación de información en cuanto a distintos métodos, reactivos y cantidad de muestra, se optó por realizar la digestión con uno de los programas preinstalados en el equipo, mostrado en la tabla 2, exactamente se utilizó el método denominado organic B, pero sin la adición de peróxido de hidrogeno. Así se introdujo en cada recipiente de PTFE, 1g de muestra y la mezcla oxidante de 8mL de HNO<sub>3</sub> concentrado al 65% más 2mL de HCl al 37%. El número de recipientes utilizados en la digestión fueron 6. Una vez finalizada la digestión, las muestras se extrajeron en vasos de precipitado de vidrio (Figura 14).



*Figura 14. Muestra de naranja digerida.*

Con este método (organic B-no  $H_2O_2$ ) se digirieron muestras de naranja, lechuga y acelga. La digestión en muestras de naranja fue completa. Sin embargo, tras la digestión de la lechuga y la acelga, se observaron ciertos residuos por lo que se realizaron cambios en la cantidad de reactivos, introduciendo el agua oxigenada. Así pues, se decidió añadir 1mL de  $H_2O_2$  a la mezcla de reactivos citada en la digestión de la naranja y se repitió su digestión. Dados los óptimos resultados de este procedimiento y con la finalidad de unificar un procedimiento para las diversas muestras biológicas a digerir, se probó nuevamente a realizar la digestión de las lechugas y las acelgas con este último método para verificar su correcta digestión, dando un óptimo resultado.

Sin embargo, tras realizar una primera digestión mediante dicho método, se observó que al añadir el reactivo  $H_2O_2$ , incrementaba la reacción en los recipientes. En la figura 15 se muestra tal reacción.

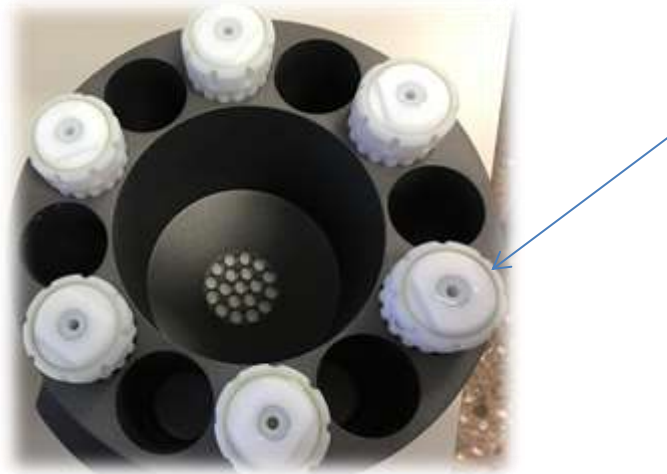


*Figura 15. Reacción dada tras la adición del reactivo  $H_2O_2$ .*

Para garantizar mayor seguridad en la adición de reactivos, se probó nuevamente a añadir los reactivos en distinto orden,  $H_2O_2$ ,  $HNO_3$  y  $HCl$  respectivamente, sin embargo, al añadir el último reactivo se produjo una reacción más violenta por lo que este método fue descartado. Posteriormente se repitió el procedimiento con el orden marcado al principio y en lugar de añadir 1mL de  $H_2O_2$  de una sola vez, se decidió en primer lugar la adición de 0.5mL de  $H_2O_2$ , esperar un par de minutos, y finalizar la adición de reactivos con el 0.5mL de  $H_2O_2$  restante. Una vez añadidos todos los reactivos, y antes de cerrar el vessel, se decidió esperar en torno a 5-10 minutos antes de introducirlos en el horno microondas.

Con este procedimiento se realizó correctamente la digestión para naranjas, lechuga y acelgas. Cabe destacar el escape de vapores que se da al destapar los recipientes tras la digestión, motivo por el cual se procede a su apertura siempre en una campana con buena ventilación y nunca enfocando el recipiente hacia nosotros.

Sin embargo, la aplicación del mismo presentó diversos problemas cuando la muestra a digerir fue cebada. Tras destapar el recipiente que contiene a su vez los recipientes donde se introducen las muestras, se pudo observar con claridad la pérdida de muestra (Figura 16). Los recipientes se encontraban mojados y se habían producido salpicaduras en la tapa.



*Figura 16. Pérdidas provocadas en la reacción.*

Pese a que las muestras digeridas no contenían residuos, no se obtuvieron los volúmenes deseados. A continuación, en la figura 17 se presentan los volúmenes obtenidos tras la digestión de cebada.



*Figura 17. Resultado de la digestión de cebada.*

Se puede comparar el volumen obtenido tras la digestión de cebada de la figura 17 con la figura 14 de la muestra de naranja. Claramente se observa un menor volumen en esta última digestión.

Debido al resultado obtenido, se decidió aumentar la cantidad de reactivos, a fin de conseguir un mayor volumen de la muestra. Se repitió el procedimiento modificando la cantidad de reactivos de forma proporcional, es decir, se introdujo en cada recipiente 1g de cebada, 10 mL de HNO<sub>3</sub> 65%, 2.5 mL de HCl 37% y 1.5 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. En este caso, el equipo no llegó a finalizar el tiempo del programa, advirtiéndolo con un mensaje en la pantalla del dispositivo, que se había producido un error. Gracias al sistema de enfriamiento del que dispone el equipo y del cual se ha hablado previamente, automáticamente el equipo comienza el proceso de enfriamiento de los recipientes. Una vez se pudo abrir el sistema, se observaron salpicaduras en el recipiente donde se introducen los vasos con la muestra, habiéndose producido de nuevo pérdidas de la muestra y evaporaciones.

Tras los resultados obtenidos, se redujo la cantidad de muestra a la mitad. Se introdujo 0.5g de cebada por recipiente y se retomaron las cantidades de reactivos: 8 mL de HNO<sub>3</sub> 65%, 2 mL HCl 37% y 1mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>. Con ello se pretendía determinar el parámetro por el cual estaba dando problemas este tipo de muestra. Además, dejamos un día de reposo desde que los reactivos fueron añadidos hasta que se introdujeron en el horno microondas, de esta forma se pretendía evitar que la reacción dada por la adición de reactivos afectase al proceso de digestión del equipo. No obstante, nuevamente se produjeron pérdidas por evaporación, claramente visibles en los tapones de los recipientes del sistema. La disminución del número de recipientes no solucionó el error.

Tras diversas pruebas con cebada, realizando modificaciones en cada uno de los parámetros, cantidad de muestra, volumen de reactivos y número de recipientes utilizados en el horno microondas, y dando un resultado erróneo, se decide avisar a Astoon Parr para comunicarles el posible fallo del equipo. Tras lo cual, procedieron a su revisión y en efecto, los escapes de ácidos provocados en las digestiones habían afectado a una de sus conexiones, deteriorándolas, motivo por el cual el sistema daba continuamente error en las operaciones.

Una vez solucionado dicho problema, y después de recalibrar el equipo, se repitió de nuevo la digestión de la cebada con el método inicial con el que se había probado, es decir:

- 1g de cebada por cada recipiente (un total de 6 recipientes)
- 8mL de HNO<sub>3</sub> 65% + 2mL de HCl 37% + 1mL H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.

Resultando dar una óptima digestión, sin residuos en la muestra y sin la evaporación producida en ocasiones anteriores, con lo cual, el problema que venía apareciendo en el procedimiento de digestión de la cebada había sido provocado únicamente por un problema del equipo.

Tras realizar 8 digestiones de naranja, 6 digestiones de lechuga, 6 digestiones de acelga y 6 de cebada, dando como resultado la digestión libre de residuos, se concluye que el procedimiento óptimo para su total disolución es el siguiente:

- Cantidad: 0,5-1g de muestra por vessel (un total de 6 vessels).
- Reactivos: 8ml HNO<sub>3</sub> 65% + 2ml HCl 37% + 0.5 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (5 minutos de espera) + 0.5ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>.
- Programa: Organic B-UPV.

#### **2.2.2.2 Muestras inorgánicas.**

##### *Filtros de partículas.*

La siguiente matriz escogida para proceder con la digestión fue, en primer lugar, filtros de celulosa y después, filtros de fibra de vidrio, ambos de diámetro 48mm.

- **Filtros de celulosa.**

La digestión de los filtros de celulosa (Figura 18) pudo realizarse sin problema con el mismo método que veníamos anteriormente empleando (organic B-UPV). Al tratarse de una muestra mas compleja, que no estaba en forma pulvurenta, se decidió visualizar previamente en vaso

abierto la reacción que se daba al añadir los reactivos con un solo filtro. Así pues, se dispuso de un filtro dentro de un vaso de vidrio, se añadieron los respectivos reactivos y apenas con un breve calentamiento de la muestra ésta se disolvió totalmente.



*Figura 18. Filtros de celulosa utilizados en la digestión*

Posteriormente se realizó la digestión en el horno microondas. En una primera digestión se introdujo un solo filtro de celulosa por cada recipiente y en un total de 3 recipientes. El filtro se debía doblar varias veces hasta alcanzar un mínimo volumen, de esa forma se garantizaba que dicho filtro estuviera en pleno contacto con los reactivos posteriormente añadidos para su digestión.

Una vez finalizado el programa, se observaron muestras exentas de residuos, por lo que su digestión había finalizado con éxito. Además, se repitió nuevamente la digestión de los filtros de celulosa del diámetro citado, si bien esta vez introduciendo 3 filtros de celulosa por cada recipiente y hasta 3 recipientes, de esa forma se comprobaría la digestión con una mayor cantidad de muestra. El resultado obtenido en este caso también fue el de su completa disolución.

- **Filtros de fibra de vidrio.**

Para la digestión de filtros de fibra de vidrio GF/C (Figura 19), se confirmó visualmente, que tal y como era de esperar debido al tipo de soporte, no había reacción cuando se añadían los reactivos del protocolo anteriormente utilizado, por ello se buscó información acerca de los procedimientos en cuando a sus digestiones y se decidió modificar los reactivos. Así, en lugar de añadir 1mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, se añadió 1mL de ácido fluorhídrico (HF) (programa Organic B-UPV-modi), en el que se mantuvo la rampa de calentamiento. Se tomaron 2 filtros de fibra de vidrio GF/C, introduciendo uno por recipiente con sus respectivos reactivos.



El uso de HF tiene ciertas limitaciones, entre las que se destaca el ataque que provoca al vidrio, por lo que al finalizar la digestión, la muestra se ha de pasar a vasos de Teflón y no de cristal, como veníamos utilizando en el resto de muestras.

Realizada la digestión se observaron residuos, probablemente resultado de la formación de silicatos en la reacción. Para evitar cualquier alteración por estos silicatos en un posterior análisis de contenido radiactivo, la mezcla residuos/muestra fue filtrada, con la obtención de una mezcla ácido/muestra.



*Figura 19. Filtro de fibra de vidrio.*

#### *Suelos y sedimentos.*

Para decidir el procedimiento de digestión en este tipo de matrices, previamente se estudiaron los métodos EPA que se muestran en la tabla 4.

*Tabla 4. Métodos EPA para digestión en muestras de suelos y sedimentos.*

<b>METODO</b>	<b>Masa de muestra</b>	<b>Reactivos</b>	<b>Proceso: rampa/alcance T°C/sostener</b>
EPA 3051A	0,25-0,5g	10 mL HNO <sub>3</sub> 65% ó 9mL HNO <sub>3</sub> 65% + 3mL HCl 37%	5,5 min / 175°C ± 5°C /4,5 min
EPA 3052	>0,5g	9mL HNO <sub>3</sub> + 3 mL HF	5,5 min / 180°C ± 5°C /9,5 min

En primer lugar, se realizó una primera digestión de sedimentos con el método con el que se venían realizando las anteriores digestiones (Organic B-UPV), con la adición de 8 mL de HNO<sub>3</sub>, 2 mL de HCl y 1 mL de H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>, dando como resultado una mala digestión al tratarse de una matriz más compleja, tal y como era de esperar. Descartado este procedimiento, se decidió utilizar el método EPA 3051A. Se introdujeron 0.5g de sedimento junto a 9mL de HNO<sub>3</sub> 65% + 3mL HCl 37% en cada recipiente en un total de 3 recipientes del horno. El método escogido no fue el adecuado, puesto que no se alcanzó la temperatura esperada del programa, y tras finalizarlo, se observaron residuos en la muestra.

Se comprobó mediante la calibración del equipo, la posibilidad de que hubiese algún tipo de fallo en el sensor IR del que dispone el dispositivo y del que se ha hablado previamente en el apartado anterior. Tras calibrar el equipo no se mostró ningún fallo. Lo siguiente que se hizo, fue repetir la digestión de sedimentos, esta vez mediante el método EPA 3051A con una pequeña modificación. Puesto que el problema de la anterior digestión había sido el de no alcanzar la temperatura del programa, incrementamos el tiempo de la rampa cambiando los 5,5 minutos que había inicialmente a 10 minutos, de esa forma lo que se pretendía era facilitar al equipo alcanzar los 175°C programados. El resto de parámetros no fueron sometidos a ningún cambio. El resultado fue poco exitoso. Aunque se había aumentado el tiempo de la rampa inicial, de nuevo, no se alcanzó la temperatura esperada.

Posteriormente se probó con el método EPA 3052 obteniendo un ligero residuo. Tras la realización de modificaciones de este último, que incluyen un cambio de reactivos y un aumento del tiempo de rampa a fin de que se alcanzase la temperatura programada, se realizó la digestión de forma óptima con las siguientes características:

- Cantidad de muestras por recipiente: 0.5g en cada recipiente
- Nº de recipientes: 6
- Reactivos: 9mL de mezcla oxidante en proporción 1:3 HCl:HNO<sub>3</sub> y 3mL de HF.
- Rampa de calentamiento: 10 minutos de rampa alcanzando una temperatura de 175° y manteniendo dicha temperatura durante 9.5 minutos: 10 min / 175°C ± 5°C /9,5 min
- Programa: Inorganic-UPV

El equipo logra alcanzar la temperatura esperada, y se consigue el resultado esperado en la digestión de sedimentos.

### **2.2.2.3 Muestras de biota.**

Para esta matriz se escogieron muestras de organismos indicadores, césped y por último de tabaco.

Previamente a realizar la digestión tanto de organismos indicadores como de césped, se observó la reacción que se producía en 1g de muestra al adicionar los reactivos elegidos de en vaso abierto: 8 mL HNO<sub>3</sub>, 2 mL de HCl y 1 ml H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>



*Figura 20. Visualización de 1 g de césped en vaso abierto*

Se introdujo 1g de cesped, se añadieron los reactivos citados y se colocó el vaso de precipitado con la mezcla muestra/reactivos sobre la placa calefactora durante unos minutos. La figura 20 presenta el resultado obtenido tras realizar el procedimiento en vaso abierto del cesped. Se aprecia una textura pastosa. Se realizó por igual para los organismos indicadores. Lo siguiente fue realizar la digestión (Organic B-UPV) de ambas muestras en el Horno microondas con la misma cantidad de reactivos. En vista de la pasta que se había formado al realizarlo en vaso abierto, se redujo la cantidad de muestra a 0.5g por cada recipiente, y en un total de 6 recipientes para cada muestra. La figura 21 muestra el resultado obtenido tras la digestión de los organismos indicadores así también como del cesped.



*Figura 21. Resultado visual de la digestión de organismos indicadores y cesped.*

La digestión del tabaco se realizó sobre una muestra de marca comercial, mediante el programa Organic B-UPV, resultando ser adecuada dicha metodología. En cuanto a la cantidad de tabaco pesada fue también de 0.5 g por cada recipiente en un total de 6 recipientes, ya que se consideró por el tipo de muestra (mas fibrosa) mas conveniente.

### **3 SEPARACIÓN RADIOQUÍMICA DE PO-210.**

#### **3.1 INTRODUCCIÓN.**

El procedimiento de separación radioquímica del Polonio en muestras solidas implica una digestión previa de la muestra para llevar el elemento de interés a disolución. El Polonio tiende a volatilizarse a bajas temperaturas, por lo que realizar la calcinación de la muestra no es un procedimiento adecuado ya que son necesarias temperaturas muy altas (525 °C). Por otro lado, la digestión ácida en vaso abierto también puede producir pérdidas de Polonio durante el proceso de calentamiento. Por ello, el uso de horno microondas para la digestión de muestras

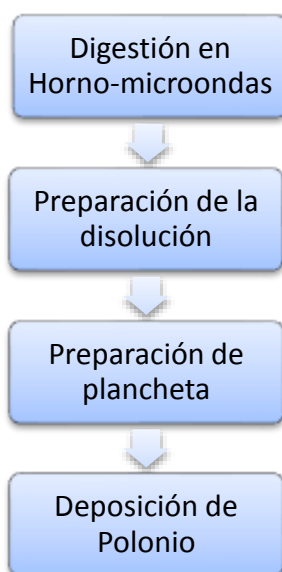
cuando se quiere determinar la presencia de Polonio-210 es la alternativa más adecuada, puesto que se realiza en vasos cerrados, evitando las posibles pérdidas que puedan darse tras calentar la muestra.

El Laboratorio de Radiactividad Ambiental de la UPV dispone de un procedimiento para determinar Po-210 en aguas (UPV/LRA). En este Trabajo de Fin de Grado se va a adaptar dicho procedimiento para las muestras ambientales que han sido digeridas de acuerdo a los protocolos establecidos en este trabajo.

La actividad de Polonio 210 se determinará mediante su medida por espectrometría alfa una vez depositado espontáneamente en una plancheta de plata.

### 3.2 ETAPAS GENERALES EN LA CUANTIFICACIÓN DE PO-210.

A continuación, en la figura 22 se muestra un esquema con la metodología empleada para para la cuantificación de Polonio en muestras ambientales. Seguidamente se da una explicación detallada de cada uno de las etapas que se han seguido.



*Figura 22. Metodología empleada en la Deposición de Polonio.*

#### 3.2.1 Digestión.

La gran mayoría de las muestras ambientales se encuentran en mezcla con diversos radionúclidos. Para cuantificar la actividad de algún radionúclido en concreto (Po-210 en este caso), es necesario someter a la muestra a un proceso de digestión para conseguir la separación del elemento en cuestión para su correcta cuantificación.

En el presente trabajo, las muestras secas se digieren en el horno microondas MULTIWAVE GO según los protocolos establecidos en el apartado anterior.

La disolución resultante se filtra para eliminar la posible materia en suspensión que pueda contener (0,47  $\mu\text{m}$  tamaño de poro) y se reserva para su posterior preparación para la determinación de Po-210.

### 3.2.2 Preparación de la disolución para la deposición.

Durante el almacenamiento de la disolución, puede darse la deposición de hidróxidos insolubles de actínidos sobre la superficie del recipiente. En este caso, la disolución se ha de filtrar de nuevo hasta la eliminación de los residuos. Una vez realizada la filtración, se evapora y se disuelve en HCl para obtener una disolución a pH 2. A continuación y con el fin de eliminar posibles interferentes se adiciona clorhidrato de hidroxilamina para reducir a los iones oxidantes ( $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Cr(VI)}$ , etc) que podrían competir con el Po(IV) y citrato sódico como complejante del Teluro que podría formar un depósito negro sobre la plancheta. Además, se adiciona portador de Bismuto para prevenir la interferencia de Bi-212 que podría depositarse junto con el Polonio. Se adiciona Po-209 como trazador para determinar el rendimiento de la separación. Se ajusta la disolución a pH 2 y se diluye a 50 ml. A continuación, en la figura 23, se presentan los pasos seguidos en la preparación de la disolución.

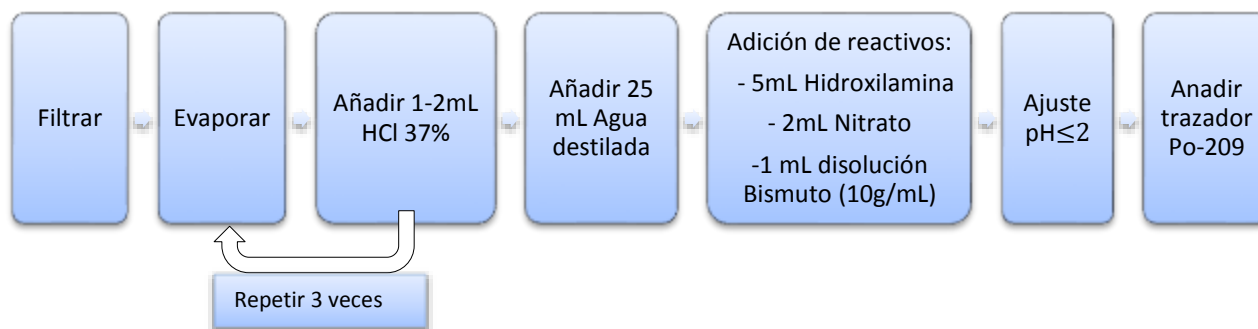


Figura 23. Esquema de la preparación de la disolución.

### 3.2.3 Preparación de la plancheta de plata.

El polonio es un emisor alfa. Para determinar su actividad se emplea la espectrometría alfa. La espectrometría alfa proporciona la intensidad de radiación alfa, es decir, el número de partículas emitidas en un determinado tiempo (cuentas) en función de su energía. La técnica de la espectrometría alfa necesita de una fuente radiactiva que contenga el elemento a determinar.

Tras realizar la separación química se ha de preparar dicha fuente. Una fuente espectrométrica consiste en un soporte de una sustancia sólida (metal) sobre cuya cara pulida, se encuentre depositado de forma adherente el elemento radiactivo.

Se ha comprobado que las pérdidas de polonio en un soporte de plata son inferiores a las de otros metales (Journal of Environmental Radioactivity, May 2011), motivo por el cual se utiliza para su deposición una plancheta de plata.

La plancheta de plata se limpia previamente utilizando un limpiador de metal (Tarni Shield) y a continuación se lava con jabón. A continuación, se cubre una cara de la plancheta con cinta adhesiva para evitar que la plata se deposite en ambas caras.

### 3.2.4 Deposición.

La disolución se calienta a 75-80 °C durante 2-3 min para favorecer la reducción de los iones interferentes. Se introduce la plancheta de plata con la cara cubierta con la cinta adhesiva hacia abajo y se mantiene con agitación calentando a 75-80 °C durante 75 minutos.

La figura 24 muestra el montaje utilizado para la deposición.



*Figura 24. Montaje para la deposición espontánea.*

Una vez finalizada la deposición se retira la plancheta con unas pinzas, se lava con agua destilada y etanol y se seca. Hasta que se proceda con la medida, la plancheta se guarda en una caja Petri convenientemente identificada. Así pues, la fuente alfa ya está en condiciones adecuadas para poder ser medida en el espectrómetro alfa. Este dispositivo proporcionará las partículas alfa emitidas durante un tiempo y las irá acumulando por canales gracias al sistema electrónico al que está asociado el equipo de espectrometría. A su vez, se genera un espectro que representa todas las cuentas que llegan al detector en forma de histograma. Realizada la medida se observan los diferentes picos del espectro. Las medidas de las muestras se dan con mayor detalle en el capítulo 3, apartado “2 ACTIVIDAD DE PO-210 EN MUESTRAS AMBIENTALES”.

### 3.3 MEDIDA POR ESPECTROMETRÍA ALFA.

La determinación de la actividad de Polonio se realiza por espectrometría alfa con un detector de barrera de silicio. La interacción de las partículas alfa con el detector provoca un cambio en la corriente que es proporcional a la energía de las partículas. Los pulsos generados se amplifican y se muestran en forma de espectro de energías empleando un ADC (Convertidor Analógico-Digital) y un MCA (Analizador Multicanal). A continuación, en la figura 25 se muestra el diagrama de bloques de un espectrómetro alfa.

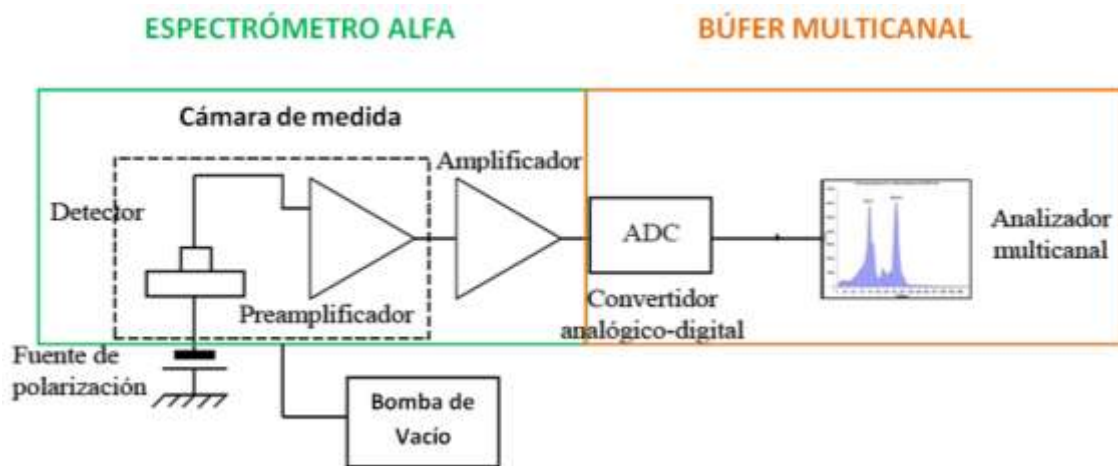


Figura 25. Diagrama de bloques de un espectrómetro alfa.

El equipo de espectrometría alfa utilizado, consta de cuatro cámaras de vacío con sus correspondientes detectores alfa (Figura 26). La plancheta se coloca en el interior de la cámara donde está el detector. Se hace el vacío en el interior de la cámara para minimizar la absorción en la capa de aire que separa la muestra del detector y se mide durante el tiempo necesario para obtener los picos correspondientes a Po-209 y a Po-210 bien definidos.

Además, se mide una plancheta nueva para conocer el fondo del equipo.



Figura 26. Equipo de espectrometría.

### 3.3.1 Calibración del equipo de detección.

En primer lugar, es necesario realizar la calibración del equipo de espectrometría alfa para afianzar una correcta interpretación de los resultados. Por un lado, se encuentra la calibración en energías y por otro la calibración en eficiencias, teniéndose que realizar ambas calibraciones antes de llevar a cabo las medidas de las muestras.

Para realizar la calibración es necesario disponer de un patrón de energía y actividad conocida, y certificada por un laboratorio de reconocido prestigio. El LRA-UPV dispone de una fuente triple constituida por  $U^{233}$ ,  $Pu^{(239+240)}$  y  $Am^{241}$ . (Centro de Investigaciones Energéticas)

A continuación se da una breve explicación de las calibraciones citadas.

#### *Calibración en eficiencias.*

No todas las partículas alfa emitidas por la fuente son detectadas por el equipo. La eficiencia de detección se caracteriza como el cociente entre el número de partículas detectadas y el número de partículas emitidas. En otros términos, es la relación entre los impulsos generados en el detector por cada partícula alfa que llega (conocido como cuentas por segundo) y la actividad real de la fuente (medida en Bq). Así pues, la Eficiencia o Rendimiento de Detección se expresa de la siguiente forma:

$$RD = \text{Rendimiento de detección} = \frac{cps_{Fuente} - cps_{FFuente}}{A_{Fuente}} \quad (6)$$

Siendo:

$cps_{Fuente}$ : Cuentas o detecciones alfa por segundo de la fuente triple de  $U^{233}$ ,

$Pu^{(239+240)}$  y  $Am^{241}$ .

$cps_{FFuente}$ : Cuentas o detecciones alfa por segundo del fondo en la región de la fuente triple.

$A_{Fuente}$ : Actividad de la fuente triple de  $U^{233}$ ,  $Pu^{(239+240)}$  y  $Am^{241}$  (242,6 Bq).

La eficiencia de un detector depende del tipo de detector del que se trate, de la geometría de preparación de la fuente, así como de la distancia entre la fuente y el detector. Se refleja un incremento en la eficiencia con la aproximación de la muestra al detector. No obstante, una distancia demasiado pequeña puede provocar un error en la medida debido a que las partículas alfa no logran incidir perpendicularmente en el detector, produciéndose un empeoramiento en la resolución del pico. Por tanto, el objetivo es encontrar una distancia fuente-detector que resulte dar una buena resolución sin que la eficiencia de detección sea muy baja. Las cámaras utilizadas en el LRA-UPV tienen una distancia fuente-detector fija.



### Calibración en energías.

La calibración en energías se realiza normalmente con una fuente radiactiva que contiene al menos dos nucleídos, con energías de emisión separadas y conocidas en la región de energía de interés.

El método de calibración en energías se basa en adjudicar la energía conocida del radionúclido patrón al canal del espectro donde aparece. Se da una relación lineal entre ellos, pudiéndose aproximar a una recta con pendiente keV/canal. No obstante, se realiza una aproximación cuadrática que resulta ser más exacta. A continuación se muestra la expresión utilizada:

$$E \text{ (keV)} = A + B \cdot \text{canal} + C \cdot \text{canal}^2 \quad (7)$$

Se plantea un sistema de tres ecuaciones con tres incógnitas (A, B y C) para la fuente tripe.

### 3.3.2 Determinación del Fondo

La determinación del fondo del equipo, es decir de conocer posibles aportes de contaje debidos a la propia instrumentación o a otras causas, toma un papel importante cuando se tratan muestras ambientales con niveles pequeños de radiactividad. Se necesitan valores muy bajos del fondo para que no interfieran en las medidas y no se vean incrementados los límites de detección.

El fondo se determina empleando los mismos soportes que se hayan utilizado para las muestras pero sin deposición alguna. De esta forma, las cuentas que se detecten por el fondo proceden de las desintegraciones de los átomos presentes en el detector.

### 3.3.3 Cálculo de la Actividad específica.

Para el cálculo de la actividad específica A del Po-210, en Bq por cantidad de muestra, se ha de emplear la siguiente expresión:

$$A = \frac{cps_M - cps_{FM}}{RT \cdot M} \quad (8)$$

siendo:

$$RT = \text{Rendimiento total del proceso} = \frac{cps_{Traz} - cps_{FTraz}}{A_{Traz}(\text{Bq/mL}) \cdot V_{Traz}(\text{mL})} \quad (9)$$

donde:

$cps_M$ : Cuentas por segundo del pico de la muestra.

$cps_{FM}$ : Cuentas segundo del fondo en la región del pico de la

*muestra.*

*cps<sub>Traz</sub>: Cuentas por segundo del pico del trazador.*

*cps<sub>FTraz</sub>: Cuentas por segundo del fondo en la región del pico del trazador.*

*A<sub>Traz</sub>: Actividad del trazador añadido.*

*V<sub>Traz</sub>: Volumen de trazador añadido.*

*M: Cantidad de muestra analizada.*

### 3.3.4 Cálculo del Rendimiento químico del proceso

El rendimiento total de la separación tiene en cuenta tanto el rendimiento químico de la misma como el rendimiento del detector. Así, para cuantificar el Rendimiento Químico de la separación, se calcula el cociente entre el Rendimiento Total (ec. 4) y el Rendimiento de Detección (ec. 1):

$$RQ(\%) = \frac{RT}{RD} \cdot 100 \quad (9)$$

### 3.3.5 Cálculo de Incertidumbres

La incertidumbre de la Actividad específica:

$$u(A) = A \cdot \sqrt{\frac{u^2(cps_M) + u^2(cps_{FM})}{(cps_M - cps_{FM})^2} + \frac{u^2(RT)}{RT^2} + \frac{u^2(M)}{M^2}} \quad (10)$$

Desarrollando la expresión se obtiene la relación con las cuentas por segundo:

$$u(cps) = \frac{u(x)}{t} = \frac{\sqrt{\text{cuentas}}}{t} = \sqrt{\frac{cps}{t}} \quad (11)$$

siendo *t* el tiempo de medida en segundos.

### 3.3.6 Límite de detección.

El límite de detección es la actividad mínima que se puede cuantificar en el equipo. Para hallar el límite de detección se tiene en cuenta la cantidad de la muestra, el rendimiento químico de

separación y el tiempo de medición. De esta forma, para tiempos de medida iguales del fondo y de la muestra la expresión que se utiliza es la siguiente:

$$LD = \frac{2.71 + 4.65 \cdot \sqrt{C_F}}{t_{\text{contaje}} \cdot RT \cdot M} \quad (\text{Bq/muestra}) \quad (12)$$

Siendo  $C_F$  el número total de cuentas del fondo en la región del pico de interés,  $RT$  el Rendimiento Total y  $M$  el tamaño de muestra en kg, litros, etc.

## CAPÍTULO III: RESULTADOS OBTENIDOS

## 1 PROCEDIMIENTOS DE DIGESTIÓN POR MICROONDAS EN MUESTRAS AMBIENTALES.

Como consecuencia del procedimiento experimental realizado en el presente trabajo, redactado en el capítulo anterior y, tras la modificación en parámetros de la digestión como lo son la cantidad de muestra, la cantidad de reactivos, temperatura máxima y tiempos de digestión, se han logrado definir dos procedimientos para realizar la digestión por microondas de las diversas matrices estudiadas: Organic B-UPV para muestras orgánicas, Organic B-UPV-modi para filtros de partículas de fibra de vidrio y Inorganic-UPV para muestras de suelos y sedimentos.

A continuación, se muestran los programas utilizados mediante el horno microondas MULTIWAVE GO. En ellos se puede observar el tiempo empleado hasta el alcance de la temperatura marcada, así como el porcentaje de potencia del que hace uso el dispositivo (Figura 27 y Figura 28)

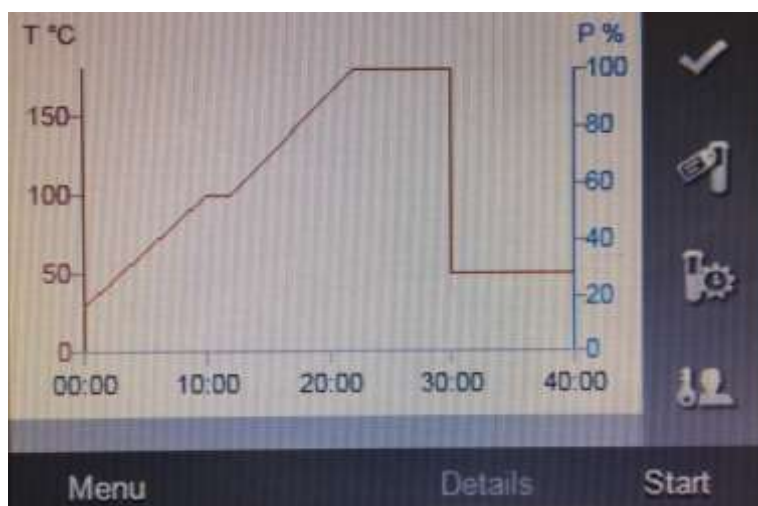


Figura 27. Programa Organic B-UPV.

En la figura 27, se muestra el programa Organic B-UPV. Se observan dos etapas; la primera con un incremento de temperatura de 10 minutos de duración y hasta alcanzar los 100°C, manteniéndose dicha temperatura durante 2 minutos. Seguidamente, una segunda etapa con un incremento de temperatura de 10 minutos alcanzando los 180°C, temperatura que se mantiene 8 minutos y tras la cual comienza el enfriamiento del equipo, aproximadamente durante 10 minutos

Tabla 5. Etapas del programa Organic B-UPV

Nº Etapa	Ramp (mm:ss)	Temp (°C)	Hold (mm:ss)
1	10:00	100	2:00
2	10:00	180	8:00

La tabla 5 recoge las etapas del programa Organic B citado.

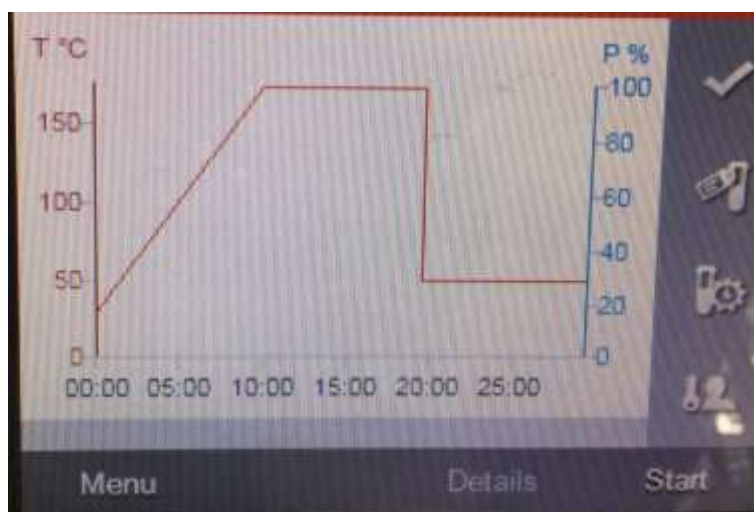


Figura 28. Programa Inorganic-UPV.

La figura 28 muestra el programa Inorganic-UPV. En él se observa una sola etapa. Se produce un incremento de temperatura de 10 minutos de duración y hasta alcanzar los 175°C. Esta temperatura se mantiene 9:30 y acto seguido, comienza el enfriamiento del equipo, aproximadamente de 10 minutos.

Tabla 6. Etapas del programa Inorganic-UPV

Nº Etapa	Ramp (mm:ss)	Temp (°C)	Hold (mm:ss)
1	10:00	175	9:30

La tabla 6 recoge la etapa del programa Inorganic-UPV.

En la figura 29 se muestra el programa Organic B-UPV correspondiente a la digestión de la naranja.

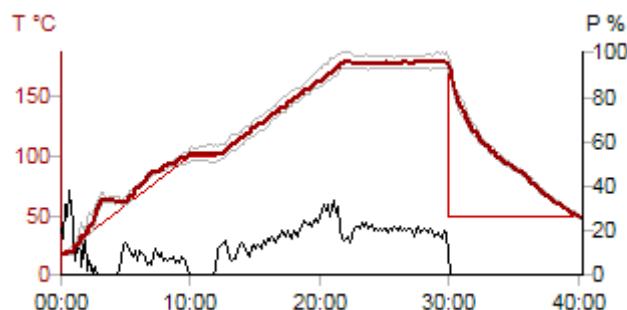
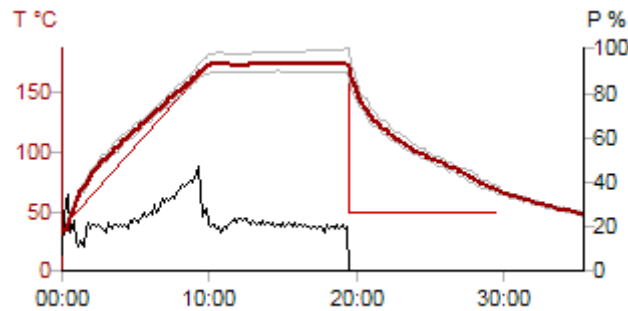


Figura 29. Digestión de la naranja.

Se aprecia el seguimiento de la línea roja (correspondiente a la temperatura) sobre la rampa programada en el dispositivo, así como los porcentajes de potencia que ha alcanzado el equipo para lograr el programa escogido.

Por otro lado, en la figura 30 se muestra otra de las digestiones realizadas mediante el método Inorganic-UPV, correspondiente a la digestión de sedimentos.



*Figura 30. Digestión de sedimentos.*

Por último, en la Tabla 7 se recogen los procedimientos óptimos alcanzados a modo resumen tras realizar las diversas digestiones sobre las matrices analizadas. En ella se presenta la cantidad de muestra a emplear, cantidad de reactivos, tiempos de digestión y alcance de temperatura para las distintas muestras ambientales digeridas, así como el programa de digestión utilizado en el equipo Multiwave Go. Dichos procedimientos constituyen la base de la elaboración por parte del LRA de una instrucción técnica de referencia UPV/LRA/IT-7 “Procedimientos para la digestión de muestras ambientales mediante horno microondas”

Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

*Tabla 7. Procedimientos de digestión óptimos.*

Categoría	Tipo de alimento	Cantidad (g)	Reactivos (ml)	Rampa(min)/T <sup>1</sup> (°C)/T <sup>2</sup> cte(min)	Programa MULTIWAVE GO
Fruta	Naranja seca	1	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV
Verdura	Lechuga seca	1	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV
	Acelga seca	1	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV
Cereal	Cebada	1	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV
Biota Suelos	Césped	0,5	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV
	Organismos indicadores	0,5	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV
	Suelo	0,5	9mL Mezcla oxidante (1:3 HCl:HNO <sub>3</sub> ) 3mL HF	10:00 / 175 / 9:30	INORGANIC-UPV
	Sedimentos	0,5	9mL Mezcla oxidante (1:3 HCl:HNO <sub>3</sub> ) 3mL HF	10:00 / 175 / 9:30	INORGANIC-UPV
Filtros	Filtros de celulosa	3	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV



	Filtros fibra de vidrio	1	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL HF	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV-modi
Otros	Tabaco	0,5	8mL HNO <sub>3</sub> (65%) 2mL HCl (37%) 1mL H <sub>2</sub> O <sub>2</sub>	10:00 / 100 / 2:00 10:00 / 180 / 8:00	ORGANIC B-UPV

## 2 ACTIVIDAD DE PO-210 EN MUESTRAS AMBIENTALES

De algunas de las muestras digeridas en el apartado anterior, se realizó la separación radioquímica del Po-210, en concreto de:

- Muestras biológicas: naranja, lechuga, acelga y cebada.
- Muestras inorgánicas: filtro de partículas de polvo de fibra de vidrio
- Biota: tabaco

A continuación se muestran los diferentes espectros obtenidos tras introducir las muestras en el sistema de espectrometría alfa, así como las concentraciones obtenidas tras realizar los cálculos con las expresiones que previamente se han definido. Los resultados se han comparado con la actividad de Po-210 obtenida en diferentes países de Europa así como también con la actividad de otros continentes. (UNSCEAR, 2000)

El primer pico del espectro corresponde con el trazador añadido (Po-209). El segundo pico hace referencia al Po-210 que se encuentra en la muestra. Para todas las muestras se ha añadido 50 µL de trazador Po-209, excepto en el tabaco que se ha añadido 100 µL.

## 2.1 MUESTRAS BIOLÓGICAS.

### Naranjas.

La figura 31 representa el espectro de la naranja medido en el equipo de espectrometría alfa.

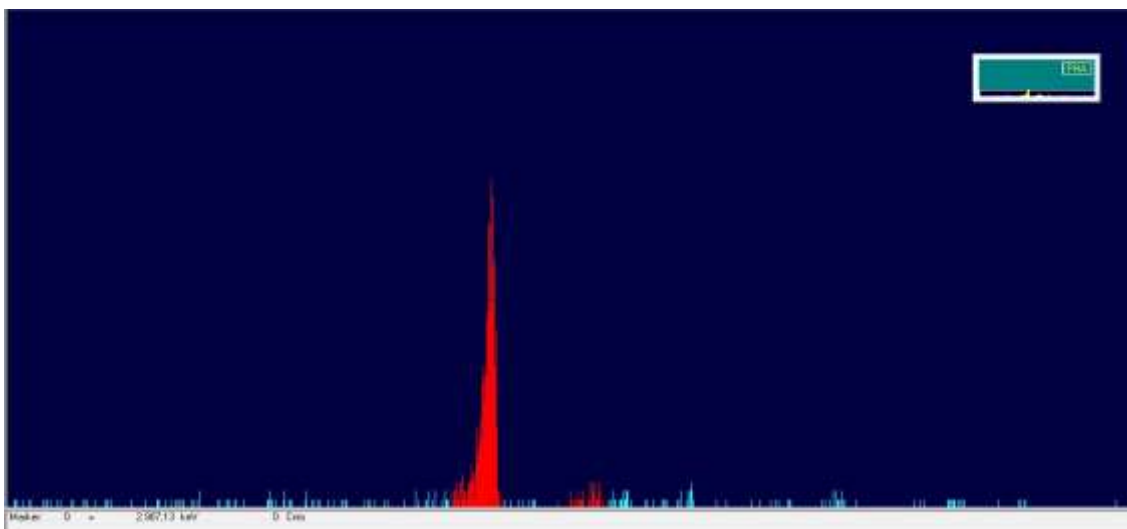


Figura 31. Espectro de la naranja.

En la tabla 8 se muestran los valores de actividad incertidumbre y LD para el Po-210, obtenidas para las dos réplicas de la muestra de naranja analizada. Los rendimientos de separación obtenidos fueron del 83 y 69 %. Las dos replicas tienen actividades estadísticamente iguales con un valor medio de 0,0902 Bq/kg y una dispersión inferior al 2 %. La actividad hallada en la naranja está dentro del intervalo obtenido en frutas en diferentes países de Europa, como pueden ser Polonia y Rumanía, encontrándose dicho intervalo entre 0.028-0.210 Bq/kg y 0.012-0.140 Bq/kg respectivamente. No obstante, se ha encontrado un intervalo de 0.022-5.200 en Alemania, superando con creces este último límite los resultados obtenidos en la cuantificación de Po-210 realizada.

Tabla 8. Actividad de Po-210 en naranja

Muestra	A (Bq/kg)	u-A (Bq/L) k=1	ER-A	u-A (Bq/L) k=2	LD (Bq/L)
Naranja 1	0,0910	0,02325	0,2327	0,04650	0,0600
Naranja 2	0,0894	0,02645	0,2960	0,05290	0,0740

### Vegetales (lechuga y acelga)

La figura 32 y la figura 33 muestran los espectros de la lechuga y de la acelga respectivamente.

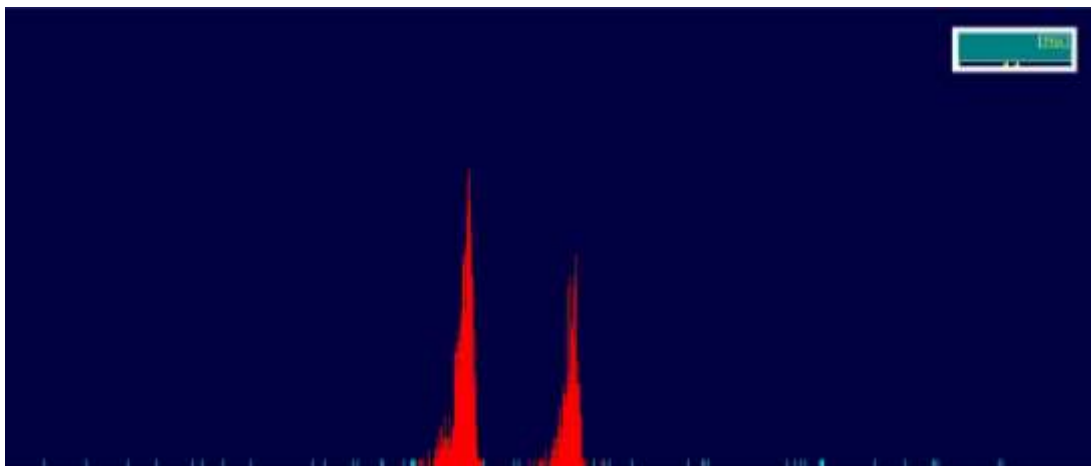


Figura 32. Espectro de la lechuga.

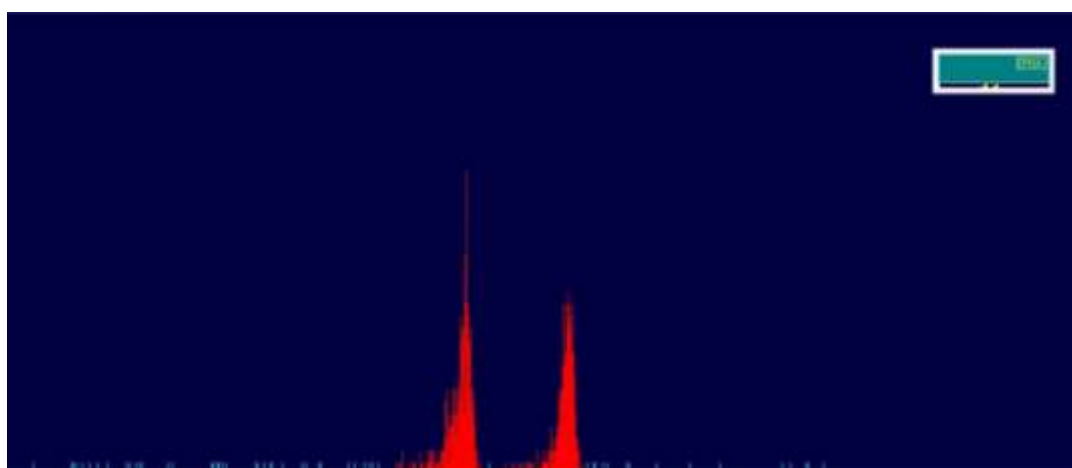


Figura 33. Espectro de la acelga.

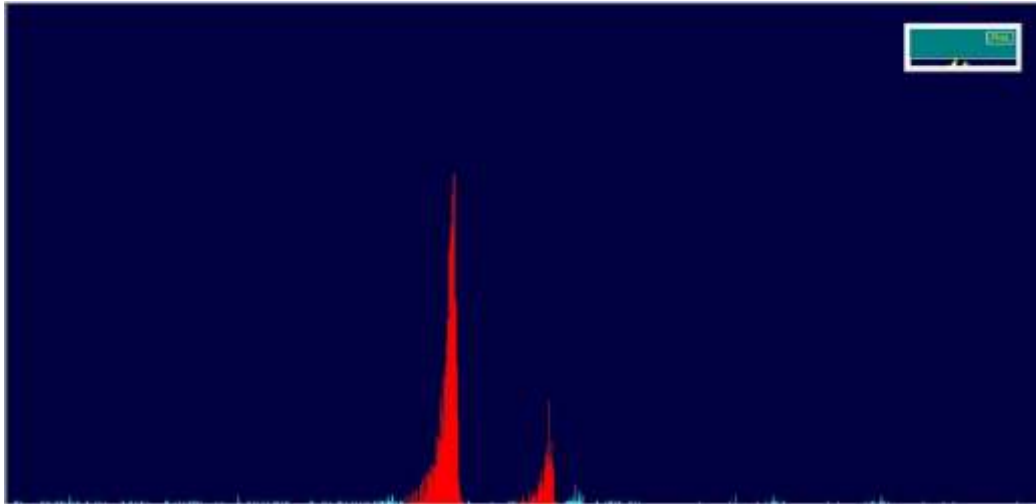
Los rendimientos químicos de separación fueron del 85 % para la muestra de lechuga y del 76 % para la muestra de acelga. En la tabla 9 se muestran los valores de actividad incertidumbre y LD para el Po-210, obtenidas para las muestras analizadas. La actividad hallada en los vegetales citados se encuentra dentro del rango hallado en estudios realizados en otros países de Europa, encontrándose dicho intervalo entre  $4 \cdot 10^{-3}$  - 7.4 Bq/kg (UNSCEAR, 2000)

Tabla 9. Actividad de Po-210 en lechuga.

Muestra	A (Bq/kg)	u-A (Bq/L) k=1	ER-A	u-A (Bq/L) k=2	LD (Bq/L)
Lechuga 1	2,6256	0,1633	0,0622	0,3266	0,0592
Acelga 1	1,8252	0,1532	0,0839	0,3064	0,1032

### Cebada.

En la figura 34 se presenta el espectro correspondiente a una de las dos réplicas de muestra de cebada analizadas.



*Figura 34. Espectro de la cebada*

La tabla 10 corresponde con los valores de actividad obtenidos tras la separación y cuantificación de Po-210 en la cebada. Los valores para el rendimiento de separación fueron altos del 98 y del 92 %. La actividad hallada en la cebada se asemeja al valor de referencia obtenido en productos de grano en estudios realizados en otros países de Europa (Exposures from natural radiation sources). El valor de referencia del que se habla es de 0.6 Bq/kg. El intervalo en el que se encuentra este tipo de muestra es de 0.04-4 Bq/kg en Alemania, siendo un intervalo menor para otros países como Polonia y Rumanía.

*Tabla 10. Actividad de Po-210 en cebada.*

Muestra	A (Bq/kg)	u-A (Bq/kg) k=1	ER-A	u-A (Bq/kg) k=2	LD (Bq/kg)
Cebada 1	0,5224	0,0454	0,0869	0,0908	0,0514
Cebada 2	0,7417	0,0611	0,0824	0,1222	0,0612

## 2.2 MUESTRAS INORGÁNICAS.

En la figura 35 se presenta el espectro correspondiente a una de las dos muestras de filtros de fibra analizadas.

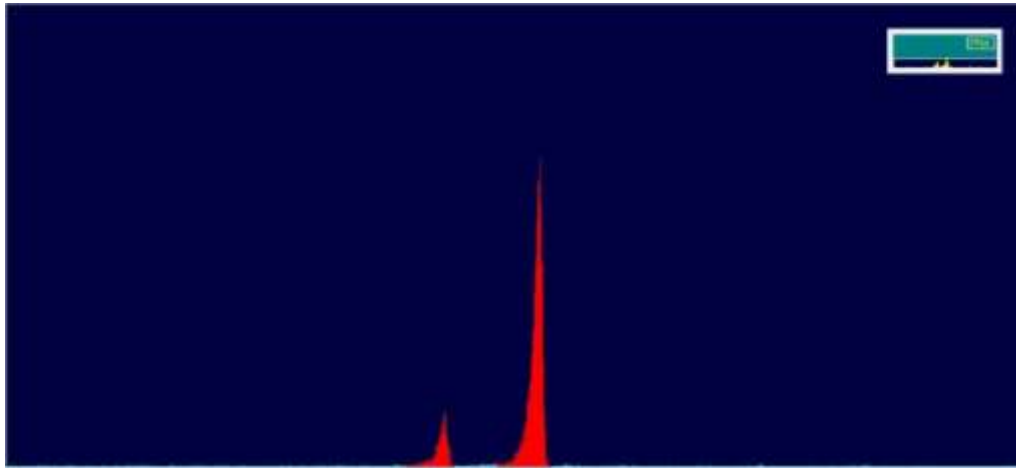


Figura 35. Espectro de filtro fibra de vidrio

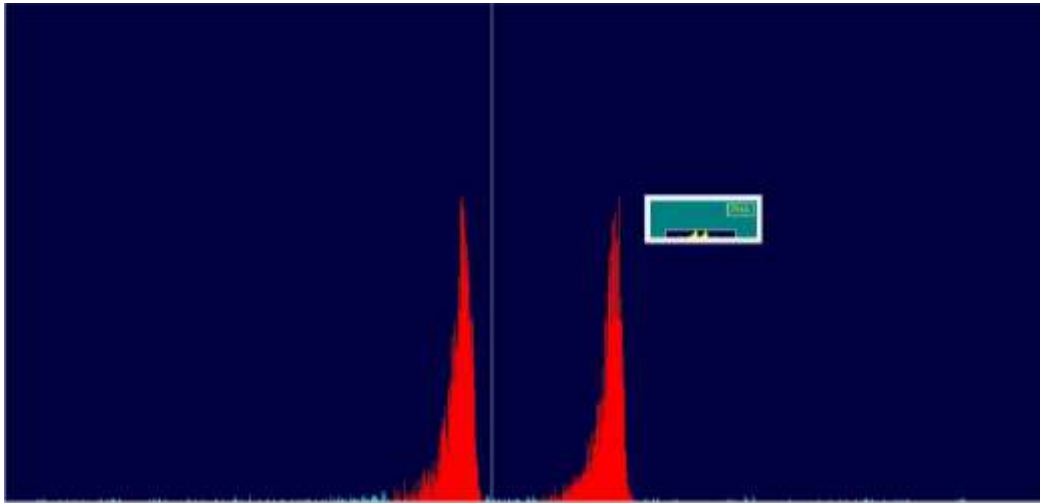
En la tabla 11 se muestra la actividad de Po-210 en el aire en filtros de fibra de vidrio, siendo del orden de  $10^{-4}$  Bq/m<sup>3</sup>. Este valor se encuentra por debajo del valor de referencia del LRA/UPV, cuyo valor es de 0.05 Bq/m<sup>3</sup> (UNSCEAR, 2000)

Tabla 11. Actividad de Po-210 en Filtros de fibra de vidrio.

Muestra	A (Bq/m <sup>3</sup> )	u-A (Bq/m <sup>3</sup> ) k=1	ER-A	u-A (Bq/ m <sup>3</sup> ) k=2	LD (Bq/ m <sup>3</sup> )
ppc1-3	$2 \cdot 10^{-4}$	$10^{-5}$	0,0539	$2 \cdot 10^{-4}$	0,0015
ppc2-3	$1 \cdot 10^{-4}$	$10^{-5}$	0,0799	$1 \cdot 10^{-4}$	0,0036

## 2.3 MUESTRAS DE BIOTA

Pese a que se realizaron numerosas digestiones para diferentes muestras de biota, tan solo se separó para su medida por espectrometría alfa la muestra de tabaco. El motivo de la elección se ha basado en el conocimiento por referencias bibliográficas del contenido de Po-210 de dicha muestra. La presencia de Po-210 en el tabaco tiene su origen en el uso de fertilizantes de fosfato específicos para este tipo de cultivos que contienen cantidades elevadas de Ra 226, isótopo radiactivo de origen natural y que decae en Po-210 y Pb-210, que, a su vez, son absorbidos por la planta así como las características de dicho cultivo (absorción por raíces, tiempo de crecimiento...).



*Figura 36 Espectro del tabaco.*

La tabla 12 muestra la actividad hallada en las muestras de tabaco digeridas previamente. Se observan una actividad media de 11,90 Bq/kg. Dicho valor encuentra dentro del intervalo observado en diversos países, como Egipto, Grecia (A. Savidou, 2005) y Brasil (Hiromoto), encontrándose dichos intervalos entre 14.8 – 27.2 Bq/kg, 3,6 – 17 Bq/kg y 11.9-30.2 Bq/kg respectivamente

*Tabla 12. Actividad de Po-210 en tabaco*

<b>Muestra</b>	<b>A (Bq/kg)</b>	<b>u-A (Bq/kg) k=1</b>	<b>ER-A</b>	<b>u-A (Bq/kg) k=2</b>	<b>LD (Bq/kg)</b>
Tabaco 1	10,2937	0,6142	0,0597	1,2284	0,1215
Tabaco 2	13,7634	0,9059	0,0658	1,8117	0,2607
Tabaco 3	11,6638	0,6844	0,0587	1,3688	0,1533

Los rendimientos de separación obtenidos son altos: 96,98 y 76 % respectivamente.



## CAPÍTULO IV: CONCLUSIONES



## Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

---

En el presente trabajo se han puesto a punto tres procedimientos de digestión de muestras ambientales con horno microondas válido para los tipos de muestras ambientales sólidas analizadas de forma rutinaria en los programas de vigilancia radiológica ambiental.

Se elaboró una instrucción técnica útil para el LRA-UPV, de referencia UPV/LRA/IT-7 "Procedimientos para la digestión de muestras ambientales mediante horno microondas".

Se han analizado por espectrometría alfa las muestras digeridas con los programas de digestión por horno microondas establecidos para la cuantificación de Po-210, obteniéndose elevados rendimientos de separación y actividades comparables a las existentes en otros estudios.

## CAPÍTULO V: BIBLIOGRAFÍA.

- A. Savidou, K. K. (2005). Concentration levels of  $^{210}\text{Pb}$  and  $^{210}\text{Po}$  in dry tobacco leaves in Greece.
- Acta, A. C. (1968). *Analytica Chimica Acta*. Netherlands.
- Analytical Chemistry. (July 15, 2004).
- Centro de Investigaciones Energéticas, M. y. (s.f.).  
(s.f.). *Exposures from natural radiation sources*.
- GIDOLQUIM. (2014). TÉCNICAS Y OPERACIONES AVANZADAS EN EL LABORATORIO QUÍMICO.
- Hiramoto, A. P. (s.f.). Determination of  $\text{Pb}^{210}$  and  $\text{Po}^{210}$  in Brazilian Cigarette Tobacco.  
*Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. (2001).
- Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. (2007).
- Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry*. (2012). DOI 10.1007/s10967-012-1651-z.
- MATERIALS, A. S. (1916). En *MATERIALS, AMERICAN SOCIETY FOR TESTING AND MATERIALS*.  
(May 2011). En *Journal of Environmental Radioactivity* (Vol. 102, págs. 415-49).
- Paar, A. (s.f.). *Microwave assisted digestion for food analysis*.
- Paar, A. (s.f.). *Multiwave Go*.
- Robert C. Richter. Dirk Link. H. M, ". K. (January 2001). *ANALYTICAL CHEMISTRY*. Duquesne University.
- Skoog, D. A. (s.f.). *Fundamentos de Química Analítica* (octava ed.).
- UNSCEAR. (1993). Sources and effects of ionizing radiation.  
(2000). *UNSCEAR*. New York.
- UPV/LRA. (s.f.). Determinación de Polonio-210 en aguas de consumo y continentales.

# ANEXOS.

---

**FICHA DE SEGURIDAD ÁCIDO FLUORHÍDRICO.**

**1. Identificación de la sustancia o la mezcla y de la sociedad o la empresa**

**1.1 Identificador del producto**

Denominación:  
Acido Fluorhídrico 40%

**Sinónimo:**  
Acido Hidrofluórico

**CAS:** [7664-39-3]

**Nº de Registro REACH:** 01-2119458860-33-XXXX

**1.2 Usos pertinentes identificados de la sustancia o de la mezcla:**

Usos: para usos de laboratorio, análisis, investigación y química fina.

**1.3 Identificación de la sociedad o empresa:**

PANREAC QUIMICA S.L.U.  
C/Garraf 2  
Polígono Pla de la Bruguera  
E-08211 Castellar del Vallès  
(Barcelona) España  
Tel. (+34) 937 489 400  
e-mail: [product.safety@panreac.com](mailto:product.safety@panreac.com)

**1.4 Teléfono de emergencia:**

Número único de teléfono para llamadas de urgencia: 112 (UE)  
Tel.: (+34) 937 489 499

**2. Identificación de los peligros**

**2.1 Clasificación de la sustancia o de la mezcla.**

**Clasificación Reglamento (CE) nº 1272/2008.**

Tox. ag. 2  
Tox. ag. 1  
Tox. ag. 2  
Corr. cut. 1A

**Clasificación (67/548/CEE o 1999/45/CE).**

C Corrosivo R35  
T+ Muy tóxico R26/27/28

**2.2 Elementos de la etiqueta:**

**Pictogramas de peligrosidad**



**Palabra de advertencia**

Peligro

**Indicaciones de peligro**

H330 Mortal en caso de inhalación.

H310 Mortal en contacto con la piel.

H300 Mortal en caso de ingestión.

H314 Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves.

**Consejos de prudencia**

P260 No respirar el polvo/el humo/el gas/la niebla/los vapores/el aerosol.

P262 Evitar el contacto con los ojos, la piel o la ropa.

P264 Lavarse...concienzudamente tras la manipulacion.

P270 No comer, beber ni fumar durante su utilización.

P271 Utilizar únicamente en exteriores o en un lugar bien ventilado.

P501 Eliminar el contenido/el recipiente segun Directive 94/62/CE o 2008/98/CE.

Para más información de las Frases R mencionadas en este epígrafe, vea epígrafe 16.

**2.3 Otros peligros:**

No existen más datos relevantes disponibles.

**3. Composición/información sobre los componentes**

Solución acuosa

Denominación: Acido Fluorhídrico 40%

Fórmula: HF M.= 20,01 CAS [7664-39-3]

Número CE (EINECS): 231-634-8

Número de índice CE: 009-003-00-1

Nº de Registro REACH: 01-2119458860-33-XXXX

**4. Primeros auxilios**

**4.1 Indicaciones generales:**

El socorrista debe autoprotgerse. En caso de pérdida del conocimiento nunca dar a beber ni provocar el vómito.

**4.2 Inhalación:**

Trasladar a la persona al aire libre. En caso de asfixia proceder inmediatamente a la respiración artificial. Pedir inmediatamente atención médica.

**4.3 Contacto con la piel:**

Lavar abundantemente con agua. Quitarse las ropas contaminadas. Pedir inmediatamente atención médica.

**4.4 Ojos:**

Lavar con agua abundante (mínimo durante 15 minutos), manteniendo los párpados abiertos. Pedir inmediatamente atención médica.

**4.5 Ingestión:**

Riesgo de perforación. Beber agua abundante o leche. Evitar el vómito. Pedir inmediatamente atención médica. Indicaciones para el médico: aplicación posterior, gluconato cálcico.

**5. Medidas de lucha contra incendios**

**5.1 Medios de extinción apropiados:**

Los apropiados al entorno.

**5.2 Medios de extinción no apropiados:**

No se conocen.

**5.3 Peligros específicos derivados de la sustancia o la mezcla:**

Incombustible. En contacto con metales puede formarse hidrógeno gaseoso (existe riesgo de explosión). En caso de incendio pueden formarse vapores tóxicos de HF. Refrigerar los recipientes con agua. Precipitar los vapores formados con agua. No permitir el paso del agua de extinción a acuíferos superficiales o subterráneos.

**5.4 Recomendaciones para el personal de lucha contra incendios:**

Ropa y calzado adecuados. Equipo de respiración autónomo.

**6. Medidas en caso de vertido accidental**

**6.1 Precauciones personales, equipo de protección y procedimientos de emergencia:**

No inhalar los vapores.

**6.2 Precauciones relativas al medio ambiente:**

No permitir el paso al sistema de desagües. Evitar la contaminación del suelo, aguas y desagües.

**6.3 Métodos y material de contención y de limpieza:**

Recoger con materiales absorbentes (Absorbente General Panreac, Kieselguhr, etc.) o en su defecto arena o tierra secas y depositar en contenedores para residuos para su posterior eliminación de acuerdo con las normativas vigentes. Limpiar los restos con agua abundante. Tratar

con una mezcla de cal en solución de carbonato sódico (se forma un precipitado de fluoruro cálcico).

## 7. Manipulación y almacenamiento

### 7.1 Precauciones para una manipulación segura:

Sin indicaciones particulares.

### 7.2 Condiciones de almacenamiento seguro, incluidas posibles incompatibilidades:

Almacenar entre 15 y 20°C. Recipientes bien cerrados. En local bien ventilado. Protegido de la luz. Almacenar en recipientes de plástico. No almacenar en recipientes de vidrio. No almacenar en recipientes metálicos. Acceso restringido, sólo autorizado a técnicos.

## 8. Controles de exposición/protección individual

### 8.1 Controles de la exposición:

Asegurar una buena ventilación y renovación de aire del local.

### 8.2 Parámetros de control:

VLA-EC(HF): 3 ppm = 2,5 mg/m<sup>3</sup> VLA-ED(HF): 1,5 mg/m<sup>3</sup> VLA-ED(HF): 1,8 ppm

### 8.3 Protección respiratoria:

En caso de formarse vapores/aerosoles, usar equipo respiratorio adecuado. Filtro B3.

### 8.4 Protección de las manos:

Usar guantes apropiados neopreno

### 8.5 Protección de los ojos/la cara:

Usar gafas de seguridad.

### 8.6 Medidas de higiene particulares:

Quitarse las ropas contaminadas. Usar equipo de protección completo. Lavarse manos y cara antes de las pausas y al finalizar el trabajo.

### 8.7 Control de la exposición medio ambiental:

Cumplir con la legislación local vigente sobre protección del medio ambiente.

## 9. Propiedades físicas y químicas

Aspecto: Líquido  
Color: incoloro  
Granulometría: N/A  
Olor: Picante  
pH:



N/A  
Punto de fusión/punto de congelación: -44 °C  
Punto inicial de ebullición e intervalo de ebullición: 112 °C  
Punto de inflamación:  
N/A  
Inflamabilidad (sólido, gas):  
N/A  
Límites superior/inferior de inflamabilidad o de explosividad:  
N/A  
Presión de vapor: N/A  
Densidad de vapor: N/A  
Densidad relativa:  
(20/4) 1,13 g/ml  
Solubilidad: en ( ) Soluble en agua.  
Coeficiente de reparto n-octanol/agua:  
N/A  
Temperatura de auto-inflamación:  
N/A  
Temperatura de descomposición: N/A  
Viscosidad cinemática: N/A  
Viscosidad dinámica:  
N/A

## 10. Estabilidad y reactividad

### 10.1 Condiciones que deben evitarse:

Temperaturas elevadas.

### 10.2 Materiales incompatibles:

Compuestos alcalinos. Metales. Metales alcalinos. Vidrio. Compuestos de silicio.

### 10.3 Productos de descomposición peligrosos:

Fluoruro de hidrógeno-vapor.

### 10.4 Estabilidad química:

No se conocen.

## 11. Información toxicológica

### 11.1 Toxicidad aguda:

DLL0 skn mus : 500 mg/kg

CL L0 inh hm : 50 ppm 30 min

CL 50 inh rat : 1276 ppm 1h

### 11.2 Efectos peligrosos para la salud:

Por inhalación de vapores: Irritaciones en vías respiratorias. Sustancia muy corrosiva. Puede provocar: bronquitis bronconeumonía edema pulmonar En contacto con la piel: quemaduras No se descarta: necrosis La penetración del producto origina heridas de difícil curación. Por contacto ocular: quemaduras ceguera (lesión irreversible del nervio óptico) Por ingestión: Quemaduras en esófago y estómago. Fuertes dolores, con riesgo de perforación. vómitos espasmos Efectos sistémicos: colapso Por

absorción: efecto letal Tiene efectos latentes. Es imprescindible tomar contramedidas de inmediato.

## 12. Información Ecológica

### 12.1 Toxicidad :

#### - Test EC50 (mg/l):

Peces 40 - 60 mg/l

Clasificación :

Altamente tóxico.

Algas (Elodea densa) 8 mg/l

Clasificación :

Extremadamente tóxico.

#### - Medio receptor:

Riesgo para el medio acuático

Alto

Riesgo para el medio terrestre

Alto

#### - Observaciones:

Ecotóxico para organismos acuáticos y terrestres debido a la desviación del pH. Efectos agudos importantes en la zona de vertido.

### 12.2 Persistencia y Degradabilidad :

#### - Test:

#### - Clasificación sobre degradación biótica:

DBO5/DQO

Biodegradabilidad

#### - Degradación abiótica según pH:

#### - Observaciones:

No consume oxígeno de forma biológica.

### 12.3 Potencial de bioacumulación :

#### - Test:

#### - Bioacumulación:

Riesgo

#### - Observaciones:

Producto no bioacumulable.

### 12.4 Movilidad en el suelo :

Datos no disponibles.

### 12.5 Valoración PBT y MPMB :

Datos no disponibles.

### 12.6 Otros efectos adversos:

En general su efecto es importante en la zona de vertido y de forma aguda. Su efecto a largo plazo no es tan importante si el vertido no es frecuente.

No permitir su incorporación al suelo ni a acuíferos.

El tratamiento es la neutralización.

## 13. Consideraciones relativas a la eliminación

### 13.1 Métodos para el tratamiento de residuos:

En la Unión Europea no están establecidas pautas homogéneas para la eliminación de residuos químicos, los cuales tienen carácter de residuos especiales, quedando sujetos su tratamiento y eliminación a los reglamentos internos de cada país. Por tanto, en cada caso, procede contactar con la autoridad competente, o bien con los gestores legalmente autorizados para la eliminación de residuos.

2001/573/CE: Decisión del Consejo, de 23 de julio de 2001, por la que se modifica la Decisión 2000/532/CE de la Comisión en lo relativo a la lista de residuos. Directiva 91/156/CEE del Consejo de 18 de marzo de 1991 por la que se modifica la Directiva 75/442/CEE relativa a los residuos. En España: Ley 10/1998, de 21 de abril, de Residuos. Publicada en BOE 22/04/98.

ORDEN MAM/304/2002, de 8 de febrero, por la que se publican las operaciones de valorización y eliminación de residuos y la lista europea de residuos. Publicada en BOE 19/02/02.

### **13.2 Envases contaminados:**

Los envases y embalajes contaminados de sustancias o preparados peligrosos, tendrán el mismo tratamiento que los propios productos contenidos.

Directiva 94/62/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 20 de diciembre de 1994, relativa a los envases y residuos de envases. En España: Ley 11/1997, de 24 de abril, de Envases y Residuos de envases. Publicada en BOE 25/04/97.

Real Decreto 782/1998, de 30 de abril, por el que se aprueba el Reglamento para el desarrollo y ejecución de la Ley 11/1997, de 24 de abril, de Envases y Residuos de Envases. Publicado en BOE 01/05/98.

## **14. Información relativa al transporte**

Terrestre (ADR):

Denominación técnica: ÁCIDO FLUORHÍDRICO con no más del 60% de ácido fluorhídrico

UN 1790 Clase: 8 6.1 Grupo de embalaje: II (E)

Marítimo (IMDG):

Denominación técnica: ÁCIDO FLUORHÍDRICO con no más del 60% de ácido fluorhídrico

UN 1790 Clase: 8 6.1 Grupo de embalaje: II

Aéreo (ICAO-IATA):

Denominación técnica: Ácido fluorhídrico

UN 1790 Clase: 8 6.1 Grupo de embalaje: II

Instrucciones de embalaje: CAO 855 PAX 851

## **15. Información Reglamentaria**

Sustancia sujeta al Reglamento (CE) No 1334/2000 DEL CONSEJO de 22 de junio de 2000 por el que se establece un régimen comunitario de control de las exportaciones de productos y tecnología de doble uso.

## 16. Otra información

### Otras frases de precaución

P280 Llevar guantes, prendas, gafas o máscara de protección.

P284 Llevar equipo de protección respiratoria.

P301+P310 EN CASO DE INGESTIÓN: Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACIÓN TOXICOLÓGICA o a un médico.

P301+P330+P331 EN CASO DE INGESTIÓN: Enjuagarse la boca. NO provocar el vómito.

P302+P350 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL: Lavar suavemente con agua y jabón abundantes.

P303+P361+P353 EN CASO DE CONTACTO CON LA PIEL (o el pelo): Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas. Aclararse la piel con agua o ducharse.

P304+P340 EN CASO DE INHALACIÓN: Transportar a la víctima al exterior y mantenerla en reposo en una posición confortable para respirar.

P305+P351+P338 EN CASO DE CONTACTO CON LOS OJOS: Aclarar cuidadosamente con agua durante varios minutos. Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

P310 Llamar inmediatamente a un CENTRO DE INFORMACION TOXICOLOGICA o a un médico.

P320 Se necesita urgentemente un tratamiento específico (ver en esta etiqueta).

P321 Se necesita un tratamiento específico (ver en esta etiqueta).

P322 Se necesitan medidas específicas (ver en esta etiqueta).

P330 Enjuagarse la boca.

P338 Quitar las lentes de contacto, si lleva y resulta fácil. Seguir aclarando.

P361 Quitarse inmediatamente las prendas contaminadas.

P363 Lavar las prendas contaminadas antes de volver a usarlas.

P403+P233 Almacenar en un lugar bien ventilado. Mantener el recipiente cerrado herméticamente.

P405 Guardar bajo llave.

### Etiquetado (65/548/CEE o 1999/45/CE)

Frases R:	<b>R35</b> Provoca quemaduras graves. <b>R26/27/28</b> Muy tóxico por inhalación, por ingestión y en contacto con la piel.
Frases S:	<b>S45</b> En caso de accidente o malestar, acúdase inmediatamente al médico (si es posible, muéstresele la etiqueta). <b>S36/37</b> Úsense indumentaria y guantes de protección adecuados. <b>S26</b> En caso de contacto con los ojos, lávense inmediata y abundantemente con agua y acúdase a un médico. <b>S7/9</b> Manténgase el recipiente bien cerrado y en lugar bien ventilado.

Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

---

Versión y fecha de revisión: 4 30.06.16

Fecha de edición: 3.11.10

Respecto a la revisión anterior, se han producido cambios en los apartados: 7

Los datos consignados en la presente Ficha de Datos de Seguridad, están basados en nuestros actuales conocimientos, teniendo como único objeto informar sobre aspectos de seguridad y no garantizándose las propiedades y características en ella indicadas.

FUENTE TRIPLE DEL LABORATORIO LRA-UPV.

REF. 132-93 / MR93A002  
HOJA 1 DE 5  
ANEXO Nº 1

  
**MINISTERIO DE INDUSTRIA, COMERCIO Y TURISMO**  
**SECRETARÍA GENERAL DE LA ENERGÍA Y RECURSOS MINERALES**  
**CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS**

  
**RESULTADOS DE MEDIDAS, ENSAYOS Y CALIBRACIONES**

**1. Datos de Referencia**  
**1.1 Material, equipo o componente**  
Una fuente triple de  $^{235}\text{U}$ ,  $^{239}\text{Pu}$  y  $^{241}\text{Am}$ , número de referencia P-62, depositada por electrolisis sobre acero inoxidable, adecuada para calibración de espectrómetros de partículas alfa.

**1.2 Solicitante**  
Servicio de Radiaciones. Universidad Politécnica de Valencia.

**1.3 Tipo de medida, ensayo o calibración realizada**  
Determinación de la actividad alfa de la fuente con una cámara de ionización con rejilla y geometría 2 $\pi$ .


**1.4 Norma, guía o recomendación seguida**  
Correcciones diversas según métodos de la Unidad de Metrología de Radiaciones.

**2. Datos del Laboratorio que ha efectuado el estudio**  
**2.1 Laboratorio**  
Unidad de Metrología de Radiaciones: Metrología de Radionucleidos Emisores Alfa

**2.2 Personal técnico que ha intervenido y titulación**  
M.L. Aceña Barrenechea - Dr. Ciencias Químicas

**2.3 Equipos utilizados y fecha de calibración (si procede)**  
Analizador de impulsos marca "Canberra", serie 40 MCA.  
Cámara de ionización con rejilla y flujo de argón-metano marca "Numelec"  
Detector de semiconductor, de Si implantado, de 25 mm<sup>2</sup> de área activa, marca Canberra.

REF. 132-93 / M/93A002  
HOJA 2 DE 5  
ANEXO Nº 4



MINISTERIO DE INDUSTRIA, COMERCIO Y TURISMO  
SECRETARÍA GENERAL DE LA ENERGÍA Y RECURSOS MINERALES  
CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS,  
MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS

**RESULTADOS DE MEDIDAS, ENSAYOS Y CALIBRACIONES**

**3. Resultados obtenidos**

Actividad  $\alpha$  total de la fuente:  $242,6 \pm 1,3$  Bq. Incertidumbre relativa: 0,54 % (\*)  
Tasa de emisión de partículas  $\alpha$  en geometría 2  $\pi$ :  $123,2$  s<sup>-1</sup>  
Coeficiente de retrodispersión medio para el acero inoxidable: 1,53 %  
Diámetro del soporte: 2,5 cm.  
Diámetro del depósito: 2,2 cm.

Actividad de cada nucleído obtenida por espectrometría  $\alpha$  con semiconductor:

$A(^{210}\text{U}) =$	$80 \pm 2$ Bq.
$A(^{210}\text{Po}) =$	$82 \pm 2$ Bq.
$A(^{210}\text{Am}) =$	$80 \pm 2$ Bq.

(\*) La incertidumbre global se ha calculado por la expresión:

$$I = K \sqrt{\sum S_i^2 + \sum U_j^2}$$

donde:

- $S_i$  es la incertidumbre relativa estimada por métodos estadísticos, tipo A,
- $U_j$  es la incertidumbre relativa estimada por otros métodos, tipo B.

$K = 3$ .

Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

REF. 132-93 / MR93A002  
 HOJA 4 DE 5  
 ANEXO Nº 1



**MINISTERIO DE INDUSTRIA, COMERCIO Y TURISMO**  
**SECRETARÍA GENERAL DE LA ENERGÍA Y RECURSOS MINERALES**  
**CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS**  
**MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS**

**RESULTADOS DE MEDIDAS, ENSAYOS Y CALIBRACIONES**

**Energías e intensidades recomendadas para las partículas  $\alpha$  emitidas por los nucleidos  $^{235}\text{U}$ ,  $^{239}\text{Pu}$ ,  $^{240}\text{Pu}$  y  $^{241}\text{Am}$  componentes de la fuente triple P-62.**

Nucleido	Energía (keV)	Intensidad (%)	Período (años)
$^{235}\text{U}$	4729	1,61	$1,592 \times 10^8$
	4783,5	13,2	
	<u>4824,12</u>	84,4	
$^{239}\text{Pu}$	5105	10,6	24065
	5142	15,1	
	<u>5155</u>	73,2	
$^{240}\text{Pu}$	5123,43	26,5	6537
	<u>5168,3</u>	73,4	
$^{241}\text{Am}$	5389	1,3	432,2
	<u>5443</u>	12,7	
	<u>5486</u>	85,2	
	5513	0,1	
	<u>5545</u>	0,3	

(\*) Las energías subrayadas corresponden a las líneas más intensas del espectro. Son las que deben ser tenidas en cuenta para la calibración de un espectrómetro en energías.



# Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

REF. 132-93. / MR93A002	
HOJA 3 DE 5	
ANEXO Nº 1	

  
**MINISTERIO DE INDUSTRIA, COMERCIO Y TURISMO**  
**SECRETARÍA GENERAL DE LA ENERGÍA Y RECURSOS MINERALES**  
**CENTRO DE INVESTIGACIONES ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS**

**RESULTADOS DE MEDIDAS, ENSAYOS Y CALIBRACIONES**

**4. Información complementaria**

Se adjunta:

- 1) Tabla de energías y actividades recomendadas (Hoja 4).
- 2) Espectrograma de la fuente P-62 realizado con un detector de Silicio implantado de 25 mm<sup>2</sup> de área activa (Hoja 5).

Madrid, 17 de Junio de 1993

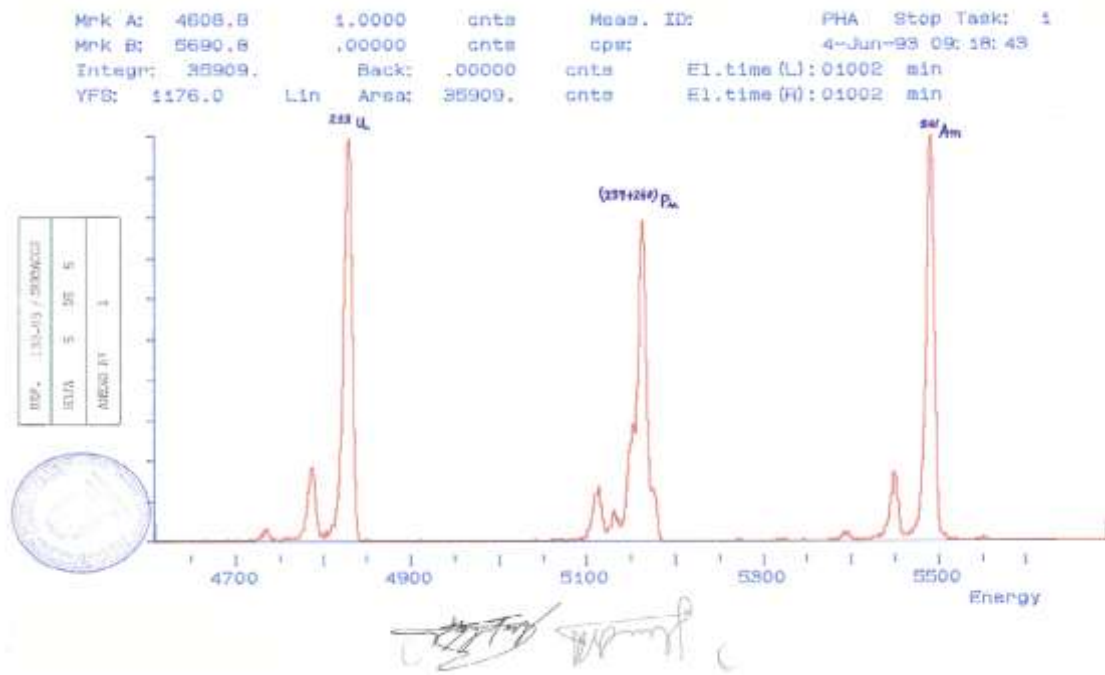
El Responsable Técnico  
de la Calibración o Ensayo

*M.L. Aceña*  
**M.L. Aceña**

vº Bº  
El Jefe de la Unidad de Metrología

*J.M. Los Arcos*  
**J.M. Los Arcos**

Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.



# PRESUPUESTO

---



## CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN.

## Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

---

Se procede a calcular el coste total de la realización del trabajo de fin de grado. Se van a presentar los diversos cuadros de precios para cada tipo de coste con su respectiva justificación. El presupuesto se ha organizado en dos partes, en primer lugar, se describen los costes descompuestos y después los costes totales.

Se ha considerado un determinado período de amortización para hallar el precio unitario de cada sistema. Así pues, el período de amortización considerado es de 10 años para el sistema microondas y de 6 años para el resto de sistemas del equipamiento principal. De esta forma, el precio unitario se ha obtenido dividiendo el coste de adquisición del equipo entre la totalidad de horas del período de amortización considerado.

Una vez calculados y representados los distintos cuadros de precios para cada tipo de coste se procede a calcular los costes totales del proyecto, teniendo en cuenta un IVA del 21%.

## CAPÍTULO II: PRECIOS DESCOMPUESTOS.

## 1 PERSONAL

La Tabla 1 muestra el coste horario que supone cada trabajador a la empresa. A continuación se muestra el cuadro de precios final para el personal de la empresa, teniendo en cuenta la cantidad de horas empleadas en la realización del proyecto (Tabla 1).

*Tabla 1. Cuadro de precios del personal que interviene en el proyecto.*

Personal				
Unidad	Descripción	Precio unitario (€)	Cantidad	Importe (€)
hr	Técnico de laboratorio	16,82	125	2102,50
hr	Resp. Análisis de resultados	17,98	60	1078,80
Total personal				3181,30

## 2 EQUIPAMIENTO

La Tabla 2 muestra el coste asociado a los equipos empleados durante el desarrollo del proyecto. Se tiene en cuenta el equipamiento necesario para la medida por espectrometría alfa y el resto de equipamiento auxiliar que se ha empleado en el resto del procedimiento.

*Tabla 2. Cuadro de precios del equipamiento principal necesario en el proyecto.*

Equipamiento principal				
Unidad	Descripción	Precio unitario (€)	Cantidad	Importe (€)
hr	Espectrómetro alfa 576A	0,06	300,00	18,17
hr	Microwave Go	0,20	500,00	99,89
hr	Detector alfa BR-SNA-450-100	0,02	300,00	6,85
hr	Búfer Multicanal 919 EtherNIM	0,02	50,00	1,14
hr	Bomba -vacío-Pfeiffer DUQ 1,5A	0,01	50,00	0,62
hr	Ordenador personal	0,03	80,00	2,28
hr	Bomba filtración Büchi V-500	0,01	30,00	0,37
hr	Bin 401A de EG&G ORTEC	0,02	200,00	3,81
hr	Placa calefactora multiplaza	0,02	300,00	5,43
Total Equipamiento				138,56

### 2.1 FUNGIBLES

A continuación se va a mostrar detalladamente los costes que suponen todos los fungibles, en este caso, reactivos, soluciones trazadoras empleadas y material consumido o desgastado en los diferentes ensayos del proyecto. La suma total de dichos costes supondrá el coste total de los fungibles.



### 2.1.1 Reactivos

A continuación se desglosa el coste que suponen los reactivos consumidos en el proyecto para el desarrollo del procedimiento. De esta forma se muestra el consumo en mL o gramos por ensayo y el número de ensayos en los que se ha consumido cada uno de ellos. Teniendo en cuenta el precio unitario se obtiene el coste total que suponen para el proyecto (Tabla 3).

*Tabla 3. Cuadro de precios de los reactivos principales empleados en el proyecto.*

Reactivos				
Unidad	Descripción	Precio unitario (€)	Cantidad	Importe (€)
mL	Ácido clorhídrico (37-38%)	0,03	300,00	9,00
mL	Ácido nítrico (65%)	0,03	500,00	15,00
mL	Amoníaco (25%)	0,01	100,00	1,00
mL	Cloruro hidroxilamina	0,18	50,00	9,00
mL	Éter di-isopropílico	0,06	50,00	3,00
mL	Citrato sódico	0,02	80,00	1,60
mL	Ácido fluorhídrico	0,03	30,00	0,90
mL	Etanol	0,02	200,00	4,00
g	Amonio yoduro	0,06	50,00	3,00
g	Bismuto	0,02	50,00	1,00
mL	Peróxido de hidrógeno	0,01	300,00	3,00
Total Reactivos				50,50

### 2.1.2 Trazadores

Durante el desarrollo del proyecto se han realizado numerosos ensayos con el trazador Po-209. A continuación se muestra un cálculo aproximado del coste que supone el empleo de dicho trazador en función del coste inicial de la solución trazadora primaria (Tabla 4). Teniendo en cuenta el coste por Bq, el consumo por ensayo y el número de ensayos en los que se emplea cada trazador, se puede calcular un precio unitario.

*Tabla 4. Cuadro de precios de los trazadores empleados en el proyecto.*

Trazadores				
Unidad	Descripción	Precio unitario (€)	Cantidad	Importe (€)
mL	Po-209	0,80	1,30	1,04
Total trazadores				1,04

### 2.1.3 Material fungible.

En la Tabla 5 se recoge el desglose del coste asociado al material consumido durante la realización del procedimiento. Se tiene en cuenta el precio unitario de cada uno de ellos, por el consumo que se ha llevado a cabo en cada ensayo, y el número de ensayo en los que se han empleado. Finalmente se obtiene el coste total que supone el Material fungible consumido en todo el proyecto.

Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210.

*Tabla 5. Cuadro de precios del material fungible empleado en el trabajo.*

Material fungible				
Unidad	Descripción	Precio unitario (€)	Cantidad	Importe (€)
ud	Papel de filtro (Whatman GF/C)	0,49	20	9,8
ud	Plancheta de plata ( $\varnothing=25\text{mm}$ )	0,9	40	36
ud	Papel indicador pH 0-2,5	29,61	1	29,61
Total Material Fungible				75,41

#### 2.1.4 Otro material de Laboratorio.

Aparte del material consumible, existe otro tipo de material de laboratorio que no se consume en cada ensayo. Para asociar un coste al desgaste que puede sufrir dicho material, se ha prorrateado el coste de adquisición entre los años que puede durar cada material (entre uno y tres años) y se ha tenido en cuenta que se pueden realizar hasta unos 50 ensayos al año. Dicho coste por ensayo se ha multiplicado por el número de ensayos y se ha obtenido el coste total del desgaste en todo el proyecto (Tabla 6).

*Tabla 6. Cuadro de precios del resto de material de laboratorio empleado en el trabajo.*

Resto de Material				
Unidad	Descripción	Precio unitario (€)	Cantidad	Importe (€)
ud	Equipo de filtración	1,05	70	52,50
ud	Vaso de precipitados 1L	0,08	100	8,00
ud	Vaso de precipitados 250mL	0,08	50	4,00
ud	Vaso de precipitados 25mL	0,02	20	0,40
ud	Probeta 1L	0,44	20	8,80
ud	Probeta 250mL	0,20	20	4,00
ud	Probeta 100mL	0,22	10	2,20
ud	Pie y soporte	0,20	2	0,40
ud	Pipeta certificada 100-1000 $\mu\text{L}$	0,18	50	9,00
ud	Pipeta certificada 20-200 $\mu\text{L}$	0,18	40	7,20
ud	Calibración cada pipeta	1,61	4	6,44
Total del resto de material				102,94

### 3 PRESUPUESTO FINAL.

Una vez conocido el coste asociado al personal, el equipamiento y el material fungible, se ha de calcular el coste real del proyecto completo. En primer lugar se calcula el Presupuesto de Ejecución Material (PEM), que se corresponde con la suma de los costes totales que suponen las distintas partidas comentadas anteriormente. Sin embargo, el PEM no tiene en cuenta los gastos generales de luz, agua, mobiliario, y material adicional que también se consume durante la realización del proyecto. Los Gastos Generales suponen un 15% del PEM y se incluyen en el Presupuesto de Inversión. El Presupuesto de Inversión es, por tanto, la suma del Presupuesto de Ejecución Material más el coste asociado a los Gastos Generales. Finalmente, al Presupuesto de Inversión se le ha de aplicar el 21% de IVA y se obtiene el Presupuesto Total del proyecto. Cabe destacar que se trata de un proyecto sin fines lucrativos, destinado exclusivamente para la Universidad Politécnica de Valencia, en concreto para el Laboratorio de Radiactividad Ambiental de la UPV. En este caso no cabría aplicar el sobre coste debido al Beneficio Industrial (6%), ya que no se pretende obtener un beneficio económico con el proyecto. Finalmente el presupuesto quedaría como muestra la Tabla 7.

*Tabla 7. Presupuesto final del proyecto de investigación.*

Concepto	Coste total (€)
Personal	3.181,30 €
Equipos	138.56 €
Fungibles (material, reactivos, trazadores, ...)	229.89 €
<b>Presupuesto de Ejecución Material (PEM)</b>	<b>3.549,75 €</b>
Gastos Generales (15%)	532,46€
<b>Presupuesto de inversión</b>	<b>4.082,21 €</b>
IVA (21%)	857,26 €
<b>Presupuesto TOTAL</b>	<b><u>4.939,47€</u></b>

Por tanto, el Presupuesto Total del proyecto “Optimización de un procedimiento de digestión en muestras ambientales con horno microondas y su aplicación a la separación radioquímica del Po-210” asciende a:

#Cuatro mil novecientos treinta y nueve euros con cuarenta y siete céntimos. #

Valencia, septiembre 2017.

Fdo.