

VERIFICACIÓN Y CALIBRACIÓN DE EQUIPOS EN UN LABORATORIO DE RADIATIVIDAD AMBIENTAL

Beatriz Romero
CIEMAT

Introducción

Los laboratorios de radiactividad ambiental miden concentración de actividad de radionucleidos



Técnicas principales de medida

Espectrometría gamma



Espectrometría alfa



Contador proporcional de gas



Centelleo líquido



Centelleo sólido

$$A = \frac{N}{t \cdot \varepsilon \cdot P_y}$$

$$U = \sqrt{U_A^2 + U_B^2}$$

Pilares metrológicos

Calibración y Verificación

$$C = \frac{A}{V}$$

$$R = \frac{M_{\text{medido}}}{M_{\text{patrón}}}$$

Garantizan fiabilidad, trazabilidad
y comparabilidad de resultados

Calibración vs Verificación

Calibración

Proceso mediante el cual se establece la relación entre la respuesta del instrumento de medida y los valores conocidos de un patrón trazable.

Objetivo:

Cuantificar sesgo y determinar la incertidumbre.

Verificación

Proceso para aportar evidencia objetiva de que el equipo cumple requisitos específicos previamente definidos.

- Equipo funciona correctamente.
- Se ajusta a especificaciones del fabricante.
- Cumple los criterios de calidad del laboratorio.

Objetivo:

Confirmar que la calibración original sigue vigente optimizando los intervalos entre calibraciones.



Marco Normativo

17025

UNE-EN-ISO/IEC:2017

El equipo debe ser calibrado:

- Cuando la exactitud o incertidumbre afecta la validez de los resultados.
- Para establecer trazabilidad metrológica.

El laboratorio debe diseñar un programa de calibración, que debe revisar y ajustar según sea necesario, para mantener la confianza en el estado de calibración

ISO 9001:2015

Los equipos deben calibrarse a intervalos definidos

Radiactividad Ambiental no hay normalización de frecuencias de calibración

Calibración

Diseño del programa de calibración en función de:

- Estabilidad del instrumento.
- Requisitos regulatorios o del cliente.
- Importancia del resultado.
- Histórico de verificaciones y tendencias.

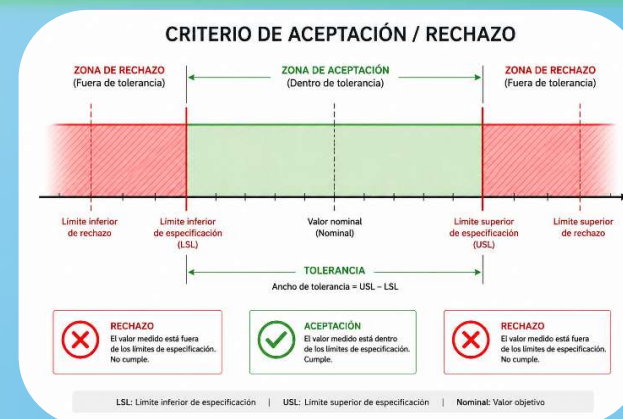


Mantener la confianza en la calibración

Verificación

Programa de verificación:

- Los parámetros a evaluar.
- La frecuencia.
- Los criterios de aceptación o rechazo (A/R).



Espectrometría gamma

Ventajas

- Simplicidad operativa
- Técnica no destructiva
- Carácter multielemental

Limitación:

- Límites de detección altos

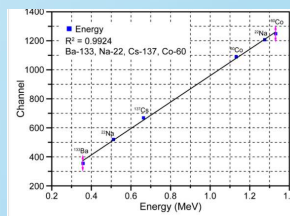
Dos tipos:

- Germanio de Alta Pureza (HPGe)
↳ Mayor resolución
- Yoduro de Sodio dopado con Talio (NaI(Tl))
↳ Mayor eficiencia

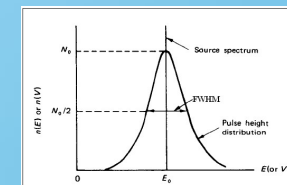
Calibración en espectrometría gamma

Energía: relacionar el número del canal con la energía del fotón gamma.

Identificación



Resolución: Capacidad del detector para separar picos de energías próximas.



Geometría

Muestra

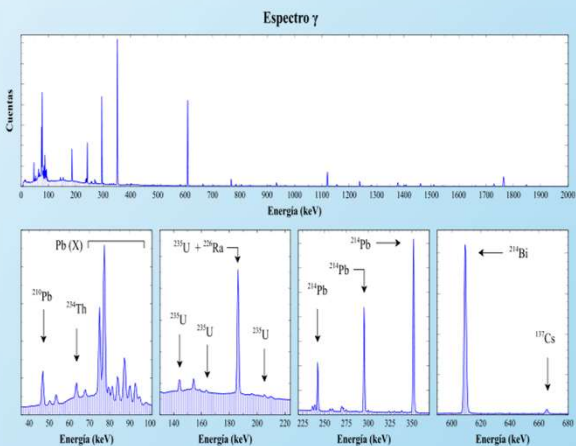
Eficiencia: fotones detectados respecto a los fotones emitidos.

Curvas de eficiencia para cada detector y geometría

Cuantificación

Blindaje

Energía del fotón



Patrones: deben cubrir todo el intervalo energético de trabajo

Verificación en espectrometría gamma

No contaminación
Fondo
Periodicidad
validez

Localización picos
Energía
 ^{241}Am (59,5 keV),
 ^{137}Cs (661,6 keV)
 ^{60}Co (1332,5 keV)

Criterio A/R

Resolución

FWHM de ^{60}Co , ^{137}Cs

Evaluación de la exactitud

Periodicidad

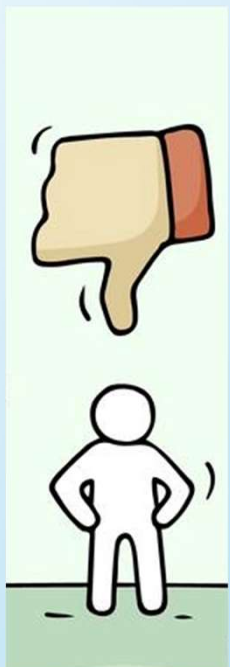
Criterio A/R

Evaluación de tendencias



¿Cuándo se hace una nueva calibración?

Incumplimiento en programa de verificación



Incremento del fondo

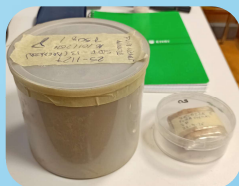
Deriva sistemática en energía
o resolución



Exactitud no cumple
criterio A/R



Cambio de
geometría



Cambio de
detector

Espectrometría alfa

Técnica utilizada para detectar partículas alfa:

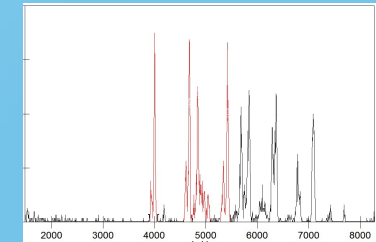
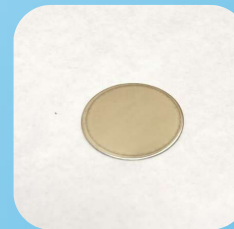
^{238}U , ^{235}U , ^{234}U , ^{232}Th , ^{230}Th , ^{228}Th ,
 $^{239+240}\text{Pu}$, ^{238}Pu , ^{210}Po

Ventajas

- Alta eficiencia.
- Bajo fondo.
- Límites de detección muy bajos.

Requisitos:

- Detectores de barrera de silicio.
- Cámara de vacío.
- Muestras extremadamente delgadas y homogéneas.

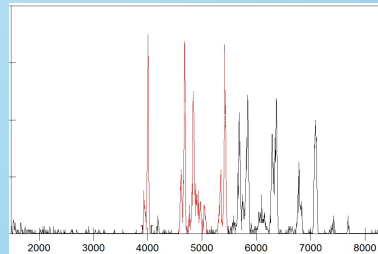
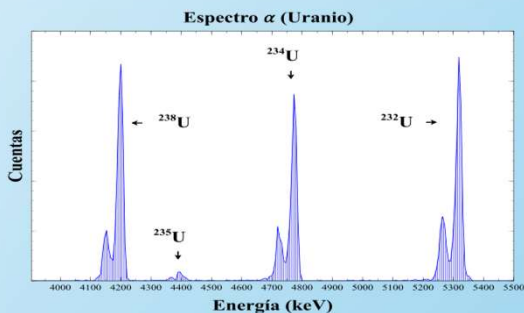


Calibración en espectrometría alfa

Calibración en energía: Relación entre los canales donde se sitúan los picos de emisión y sus energías correspondientes.

Identificación

Control del FWHM (Resolución del pico)



Calibración en eficiencia: Relación entre las partículas detectadas y la actividad de la fuente.

Cuantificación

Depende:

- Geometría
- Distancia fuente detector

Trazador

Corrige efectos de autoabsorción y dispersión de las partículas alfa



Patrones: fuente que contiene tres radionucleidos con energías separadas y que cubre el intervalo de trabajo (^{233}U , ^{239}Pu y ^{241}Am)

Verificación en espectrometría alfa

Vacío

Fondo

No contaminación

Periodicidad

validez

Energía

Picos de interés en
canales correspondientes

no solapamiento

Eficiencia

Trazador

Evaluación de la exactitud

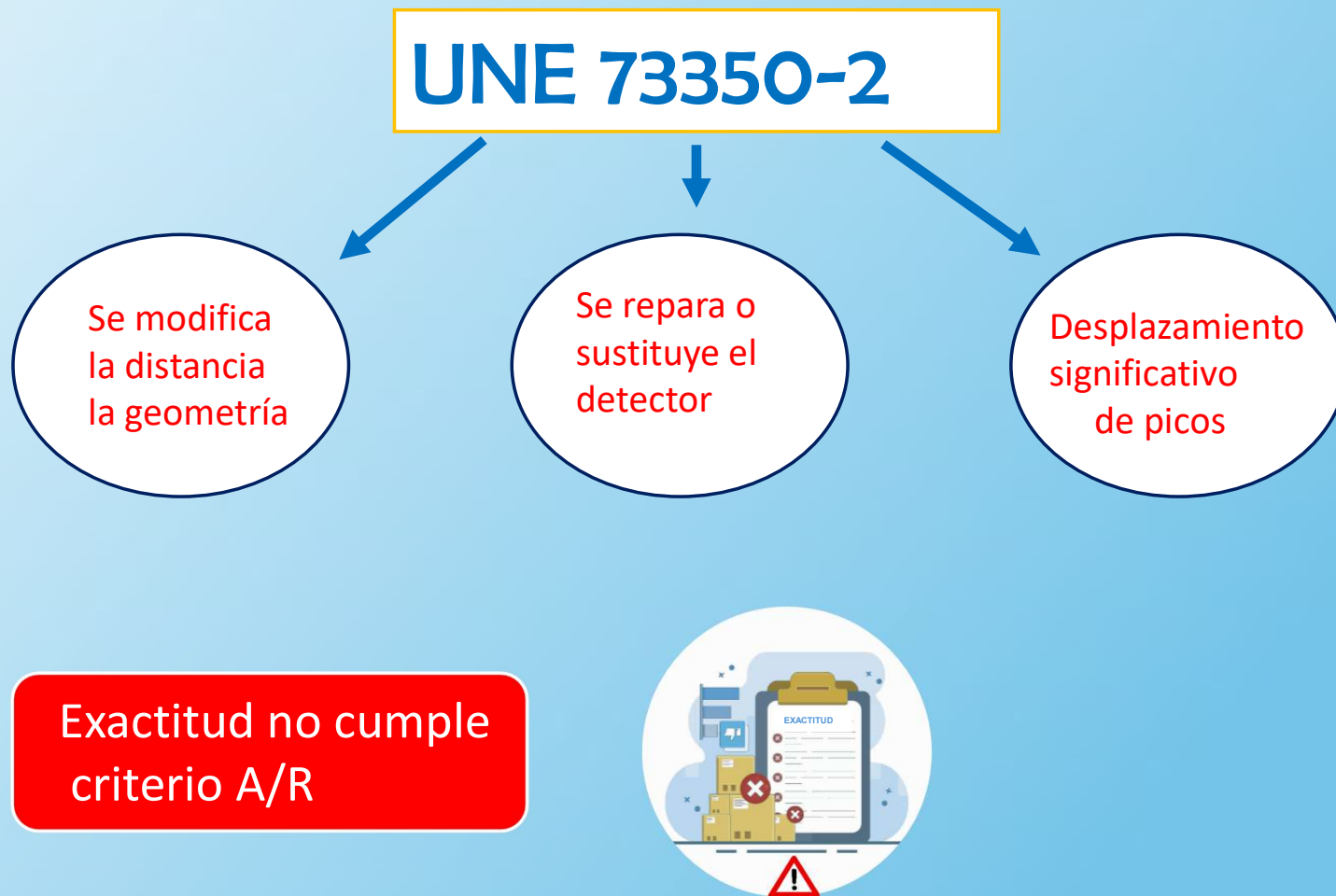
Periodicidad

Criterio A/R

Evaluación de tendencias



¿Cuándo se hace una nueva calibración?



Contador proporcional de flujo de gas

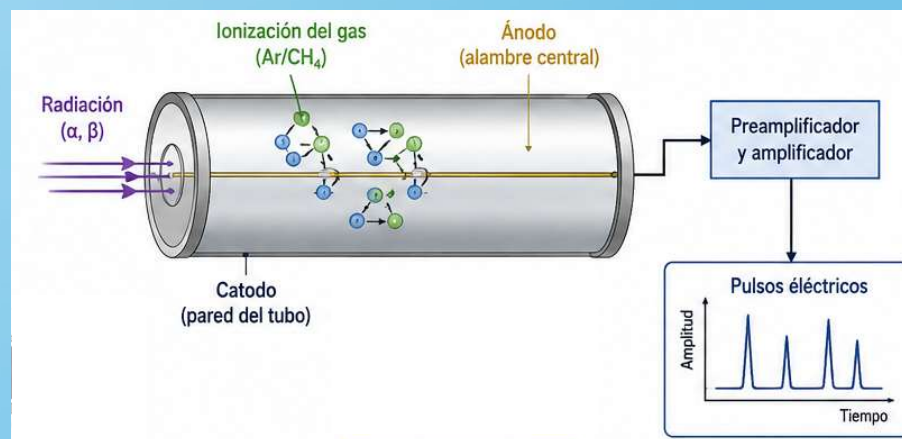
APLICACIONES EN RADIATIVIDAD AMBIENTAL

Determinación de los índices de actividad **alfa total y beta total**.

Determinación de las concentraciones de actividad de radionucleidos emisores alfa (como el ^{226}Ra) o beta (^{90}Sr) que previamente deben ser separados radioquímicamente.

PRINCIPIO DE FUNCIONAMIENTO

Su funcionamiento se basa en la ionización del gas por partículas alfa o beta, generando pulsos eléctricos cuya amplitud es proporcional a la energía depositada.



Calibración contador proporcional

$$E = \frac{\text{partículas detectadas}}{\text{partículas emitidas por el patrón}}$$

Eficiencia

Ventana alfa

Ventana beta

Spill-over

Factores que afectan a la eficiencia:

- Energía del emisor.
- Geometría del portamuestras.
- Uniformidad del depósito.
- **Espesor másico de la muestra (autoabsorción).**

Curvas de autoabsorción

Permiten corregir la eficiencia en función del espesor másico del residuo de la muestra

Validez de la calibración → Criterio A/R

Inicial: Evaluar Exactitud

Periódica: Histórico de resultados

Frecuencia

Semestral: uso intensivo.

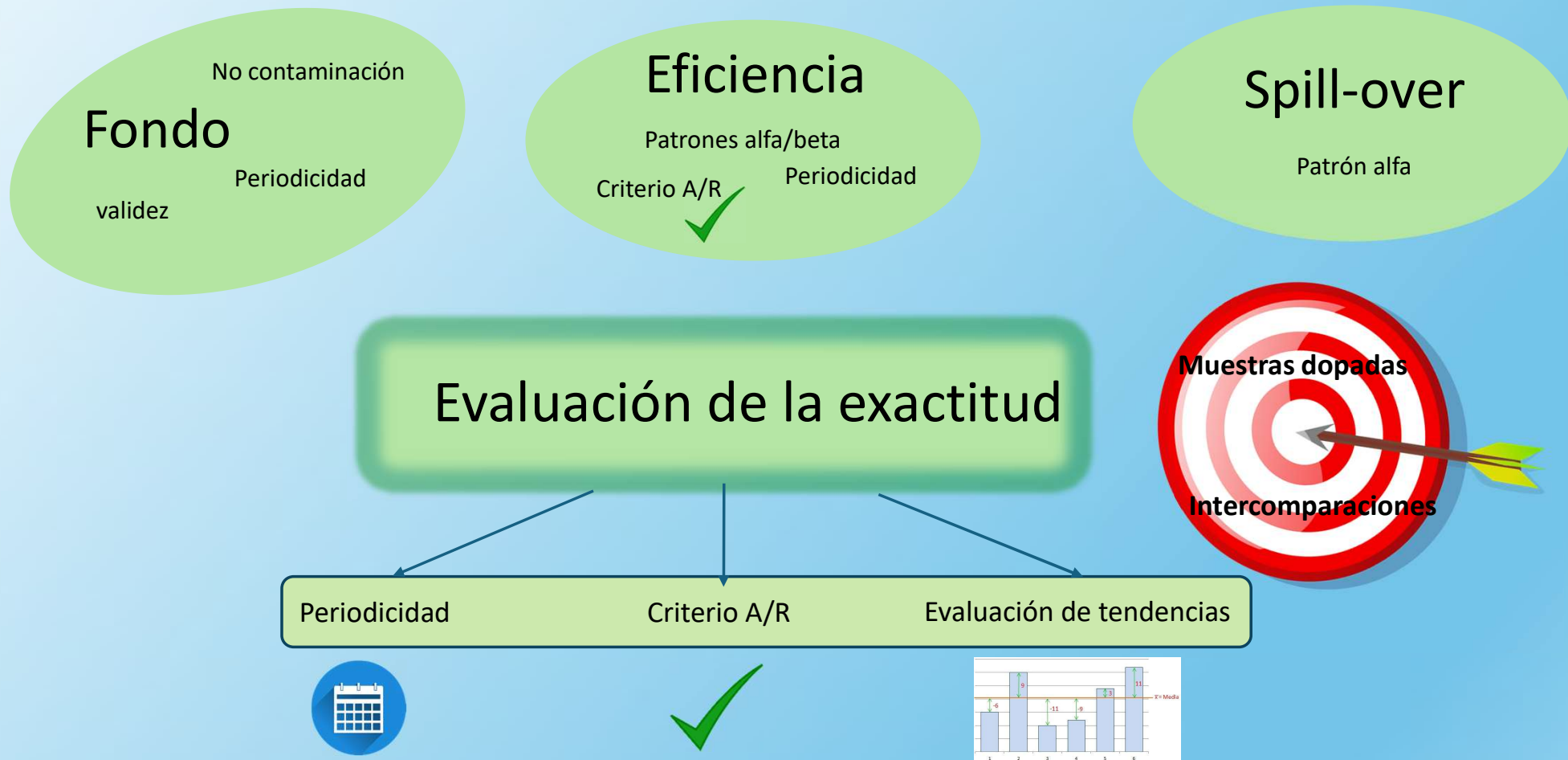
Anual: habitual.

Bienal: verificaciones frecuentes.



Patrones: ^{241}Am ventana alfa y $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ o ^{36}Cl ventana beta

Verificación contador proporcional

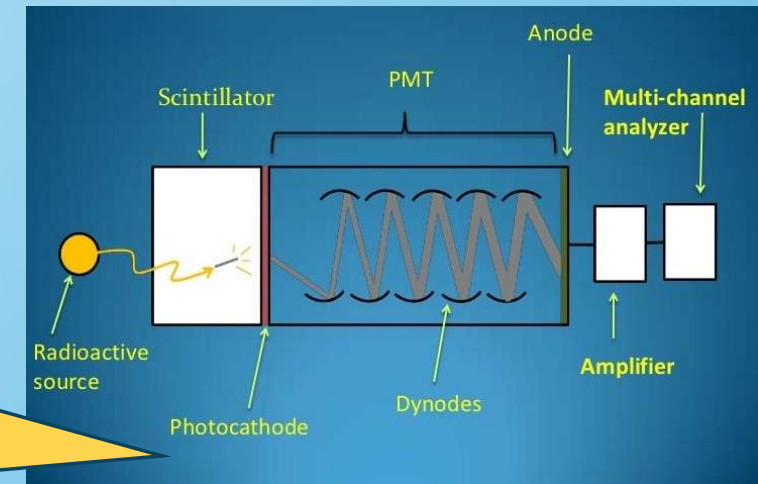


Centelleo

La técnica se basa en la capacidad de algunos materiales (centelleadores) que al interactuar con la radiación sus átomos o moléculas son excitados, produciéndose su desexcitación mediante emisión de luz que es captada por el fotocátodo y amplificada por los tubos fotomultiplicadores.

Centelleo sólido

Centelleo líquido



Centelleo sólido de ZnS (Ag)

Detección y cuantificación de partículas alfa

Calibración

Eficiencia: relaciona las cuentas detectadas por el equipo con la actividad real del patrón.

Depende del espesor másico de la muestra

Curva de autoabsorción



Cálculo de exactitud con muestra patrón.
Criterios



Verificación

Medida de fondo: Se mide con el detector sin muestra.

Evaluación de la exactitud. Se utilizan muestras patrón o muestras de ejercicios de intercomparación.

Establecer criterios   periodicidad y tendencias



No es necesario
nueva calibración



Patrones: Fuentes planas certificadas, habitualmente ^{241}Am o ^{226}Ra

Centelleo líquido

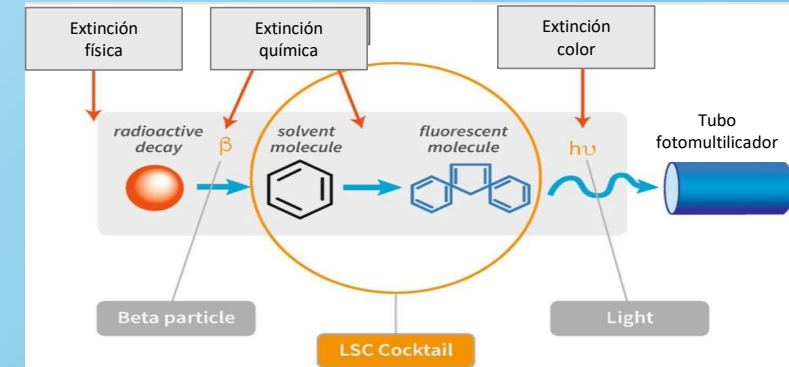
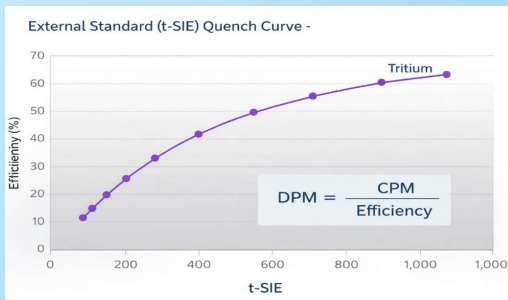
Destaca por su alta eficiencia en la detección de emisores alfa y beta

Calibración

Eficiencia: relación entre la tasa de recuento registrada (cpm) y el número de desintegraciones reales de la muestra patrón (dpm).

Métodos

- CIEMAT/NIST
- TDCR
- Estándar interno
- Curvas de extinción



Verificación

- Fondo, eficiencia y figura de mérito (IPA)
- Curva extinción: patrones para evaluar la exactitud.

Establecer criterios



y periodicidad

Resultados



No es necesario realizar nueva curva

Cambio líquido centelleo, cambio de vial $\Rightarrow$ Recalibrar

El laboratorio debe
definir programas de
calibración

La calibración asegura
la trazabilidad
metroológica

Un sistema robusto de
calibración y verificación
de los equipos de medida
garantiza resultados
técnicamente válidos

CONCLUSIONES

La verificación periódica
confirma la validez de la
calibración a lo largo del tiempo

La combinación de calibraciones trazables, verificaciones periódicas, criterios de aceptación/rechazo y análisis de tendencias constituye la base para asegurar la calidad y fiabilidad de NUESTROS RESULTADOS.

Yo calibro
anualmente,
¿y vosotros?



Yo, depende de
mis verificaciones



Yo no hago
verificaciones



	FONDO <i>No contaminación</i>	ENERGÍA/RESOLUCIÓN <i>Identificación</i>	EXACTITUD <i>Validez del método</i>
Espectrometría Gamma	¿Frecuencia?	¿Cada medida?	¿Frecuencia?
Espectrometría Alfa	Distancia fuente/detector ¿Frecuencia?	¿Cada medida?	Radioquímica ¿Frecuencia?



	FONDO <i>No contaminación</i>	EICIENCIA	SPILL-OVER	EXACTITUD <i>Validez del método</i>
Contador proporcional	¿Frecuencia?	¿Frecuencia?	¿Frecuencia?	¿Frecuencia?
Centelleo sólido ZnS(Ag)	¿Frecuencia?	¿Frecuencia?		¿Frecuencia?



	FONDO <i>No contaminación</i>	EICIENCIA	FIGURA DE MÉRITO	CURVA DE EXTINCIÓN
Centello Liquido	≈ Semanal (IPA)	≈ Semanal (IPA)	≈ Semanal (IPA)	¿Frecuencia?




¿Cuándo
calibro?