

Actividades de validación de ensayos y aseguramiento de la calidad en la medida por centelleo en fase líquida

Quality Assurance in Liquid Scintillation Counting

Luis Pujol Terés^{1*}

Resumen

Los resultados suministrados por un laboratorio deben ser totalmente fidedignos ya que constituyen datos objetivos que pueden ser la base de decisiones no tan sólo científicas, sino también de orden administrativo, económico, legal o sanitario, y que pueden afectar de manera trascendental a la vida de muchas personas. En consecuencia, es imprescindible que todo laboratorio considere la calidad de sus análisis como prioridad principal, lo cual requiere, por una parte, un alto grado de dedicación del analista y una absoluta honestidad en la manipulación, preparación y medida de las muestras y, por otra parte, disponer de un programa de control de calidad documentado que incluya tanto requisitos de gestión como requisitos técnicos.

Este trabajo está focalizado, principalmente, en el proceso de validación de ensayos y en los controles internos y externos para el aseguramiento de la calidad que se deben realizar para que los ensayos que utilizan la técnica de centelleo en fase líquida cumplan con los requisitos de la norma UNE-EN ISO/IEC 17025 en un laboratorio del sector de la radiactividad ambiental. En primer lugar, se revisa la normativa nacional e internacional aplicable al centelleo en fase líquida y, después, el autor proporciona una serie de recomendaciones de preparación y medida por centelleo en fase líquida basadas en su experiencia profesional. A continuación se establecen los parámetros de validación (precisión, exactitud, estimación de la incertidumbre y límites de detección) aplicables a los laboratorios del sector de radiactividad ambiental consensuados con ENAC y el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN). Finalmente, el autor recomienda diversas actividades de control de calidad interno en los ensayos que utilizan la técnica del centelleo en fase líquida, y se establece la participación de al menos en un ejercicio de intercomparación en el periodo entre reevaluaciones.

Palabras clave: acreditación, validación de métodos, control de calidad, centelleo líquido.

Abstract

The results provided by a laboratory must be totally reliable since they constitute objective data that can be the basis of not only scientific decisions, but also of an administrative, economic, legal or sanitary order, and that can have a transcendental effect on the life of many people. Consequently, it is essential that laboratories consider the quality of their analysis as a main priority, which requires, on the one hand, a high degree of dedication of the analyst and absolute honesty in the preparation of the samples and, on the other hand, of a documented quality control program that includes both management requirements and technical requirements.

This work is focused, mainly, on the process of validation of tests and on the internal and external controls for quality assurance that must be carried out so that the tests that use the liquid scintillation technique comply with the requirements of the UNE-EN ISO/IEC 17025 standard in a laboratory of the environmental radioactivity sector. The national and international regulations applicable to liquid scintillation counting are reviewed and, then, the author provides a series of recommendations for preparation and measurement by liquid scintillation counting based on his professional experience. The validation parameters (precision, accuracy, uncertainty estimation and detection limits) applicable to the laboratories of the environmental radioactivity sector agreed with ENAC and the Nuclear Safety Council (CSN) are set forth below. Finally, the author recommends various internal quality control activities in the tests that use the liquid scintillation counting technique, and establishes the participation of at least one intercomparison exercise in the period between reassessments.

Keywords: accreditation, method validation, quality control, liquid scintillation counting.

1. INTRODUCCIÓN

La acreditación es la herramienta establecida a escala internacional para generar confianza sobre la actuación de los laboratorios y otro tipo de organizaciones (Laboratorios de Calibración, Entidades de Inspección, Entidades de Certificación y Verificadores Medioambientales)

conocidos en términos generales como Organismos de Evaluación de la Conformidad (OEC). En España, la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC) es la encargada de realizar esta actividad, de acuerdo a lo establecido en el Reglamento (CE) nº 765/2008 (Martín, 2011), siendo en el Real Decreto 1715/2010 en el que se designa a ENAC como Organismo Nacional de Acreditación (Ministerio de Industria, Turismo y Comercio, 2011).

El artículo 2 del Reglamento (CE) nº 765/2008 define “organismo de evaluación de la conformidad” como un organismo que desempeña actividades de evaluación de la conformidad, que incluyen calibración, ensayo, certificación e

* Autor de contacto: luis.pujol@cedex.es

¹ Doctor en Física. Centro de Estudios de Técnicas Aplicadas (CEDEX). Ministerio de Fomento.

inspección. En el mismo artículo se define “evaluación de la conformidad” como proceso por el que se demuestra si se cumplen los requisitos específicos relativos a un producto, un proceso, un servicio, un sistema, una persona o un organismo (DOUE, 2008).

ENAC es, desde su fundación hace ya más de 20 años, miembro español de *European Cooperation for Accreditation* (EA), organización reconocida por la Comisión Europea para coordinar la infraestructura de acreditación en la Unión Europea (UE) (<http://www.european-accreditation.org/>). La EA es un organismo que agrupa los Organismos Nacionales de Acreditación de la Unión Europea (COFRAC, en Francia; UKAS en Reino Unido; DAkkS, en Alemania, etc.).

Un organismo de acreditación debe de estar integrado dentro de una infraestructura global de la acreditación para ser totalmente efectivo. A nivel mundial dicha infraestructura opera a través de dos organizaciones, *International Laboratory Accreditation Cooperation* (ILAC) (<http://ilac.org/>) e *International Accreditation Forum* (IAF).

Las decisiones de estas organizaciones determinan los criterios que deben aplicar tanto ENAC como el resto de organismos equivalentes en otros países. Dentro de estas organizaciones se han establecido acuerdos multilaterales de reconocimiento mutuo o MLA (*Multilateral Agreement*). Un MLA supone el reconocimiento de la equivalencia de los sistemas de acreditación y, por tanto, de los certificados e informes emitidos por los evaluadores de la conformidad acreditados por los diferentes acreditadores firmantes. El objetivo de los MLA es reducir las evaluaciones múltiples de evaluadores de conformidad e incluso de los productos que traspasan fronteras de forma que los productores de los países miembros puedan acceder a los mercados exteriores sin necesidad de nuevas evaluaciones.

El CEDEX cuenta con tres laboratorios de ensayo acreditados con la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005: 1) el Laboratorio Central de Estructuras y Materiales (acreditación N°82/LE688), en el área de equipamiento y seguridad vial, y en el área de materiales metálicos, 2) el Laboratorio de Interoperabilidad Ferroviaria (LIF) (acreditación N°465/LE1003) en el área de ferrocarril y sus componentes, y 3) el Laboratorio de Aplicaciones Isotópicas (acreditación N° 82/LE1955) en ensayos de Radiactividad Ambiental.

El objetivo de este trabajo es proporcionar una panorámica general al proceso de acreditación y, a los requisitos de gestión y técnicos que deben cumplir los laboratorios que realizan ensayos de radiactividad ambiental en diferentes matrices (agua, atmósfera, alimentos, etc.) y, en particular, a aquellos laboratorios que utilizan la técnica de medida de centelleo en fase líquida, como es el caso del Laboratorio de Aplicaciones Isotópicas (LAI) del CEDEX, para garantizar que estos ensayos se ejecutan con la adecuada competencia técnica utilizando la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005.

El LAI utiliza la técnica de medida de centelleo en fase líquida para la determinación del tritio en muestras de agua. El tritio es un emisor beta de baja energía que tiene origen natural debido a la interacción de la radiación cósmica con la atmósfera, y un origen artificial, principalmente, como consecuencia del funcionamiento rutinario de las centrales nucleares y de las detonaciones nucleares atmosféricas en la década de los 60. El LAI dispone de dos métodos: i) actividad de tritio por medida directa y, ii) actividad

de tritio por concentración electrolítica previa. El primer método se utiliza habitualmente para protección radiológica, y el segundo método para estudios de hidrología, como trazador de masas de agua o para datación.

2. LA NORMA UNE-EN ISO/IEC 17025:2005

La norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005 contiene todos los requisitos que tienen que cumplir los laboratorios de ensayo y de calibración que deseen demostrar que poseen un sistema de gestión, son técnicamente competentes y son capaces de generar resultados técnicamente válidos.

La norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005 aborda dos grupos de requisitos:

- Requisitos de gestión (apartados 4.1 al 4.15): se refieren al funcionamiento y la efectividad del sistema de gestión de calidad en el laboratorio y esta sección presenta requisitos similares a los de la norma ISO 9001.
- Requisitos técnicos (apartados 5.1 al 5.10): abordan la cualificación de los empleados; la metodología de los ensayos; los equipos y los informes de los resultados de los ensayos así como las calibraciones.

Con el objetivo de adaptarse a los últimos cambios en el ámbito de los laboratorios y las nuevas tecnologías de la información aplicadas a las prácticas de trabajo, además de adecuarse a la estructura del resto de las normas de la serie 17000, en diciembre de 2017 se ha publicado la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2017, que incluye los requisitos para evaluar la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración, y que sustituye al texto vigente desde 2005. Como consecuencia de esta nueva norma, ENAC ha tenido que adecuar algunos documentos, entre otros, el procedimiento de acreditación de los laboratorios, PAC-ENAC-LEC Rev. 6 de mayo 2018 (ENAC, 2018a) y el documento CGA-ENAC-LEC Rev. 7 de Mayo 2018 (ENAC, 2018b), que se desarrollan en los siguientes apartados.

De acuerdo a lo decidido por ILAC, los laboratorios acreditados deberán cumplir con los nuevos requisitos en el plazo de tres años de forma que, para esa fecha, ENAC deberá haber evaluado dicho cumplimiento, y todos los certificados de acreditación deberán haber sido emitidos haciendo referencia a la nueva norma.

En algunos casos es preciso aclarar o precisar el contenido o interpretación de algunos requisitos de la norma cuando ésta va a ser usada en un proceso de acreditación con el fin de asegurar la coherencia en la evaluación. El documento CGA-ENAC-LEC Rev. 7 de Mayo 2018 (ENAC, 2018b), establece dichas aclaraciones y precisiones que deben ser consideradas por los laboratorios como criterios a cumplir en caso de solicitar la acreditación de ENAC y que, por lo tanto, serán evaluados durante los procesos de acreditación de ENAC.

3. PROCEDIMIENTO DE ACREDITACIÓN DE LOS LABORATORIOS

Una vez se ha implantado un sistema de gestión de la calidad en un laboratorio, la siguiente etapa es el proceso de acreditación. El documento que describe el sistema establecido por ENAC para llevar a cabo la acreditación de laboratorios de ensayo, calibración y clínicos de acuerdo con

requisitos establecidos internacionalmente es el documento Procedimiento de Acreditación de Laboratorios, PAC-ENAC-LEC Rev. 6 de mayo 2018 (ENAC, 2018a).

El proceso de acreditación comienza con la solicitud de acreditación recibida, continúa con una fase de evaluación y finaliza con la toma de decisiones sobre la acreditación (figura 1).

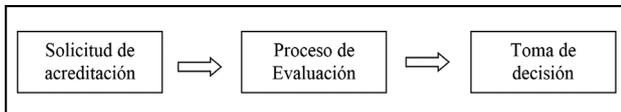


Figura 1. Esquema general del proceso de acreditación para un Laboratorio.

3.1. Solicitud de acreditación

Para solicitar la acreditación se debe cumplimentar un formulario de solicitud en el que se incluyen compromisos legales, así como una serie de anexos que indican la información que es obligatoria presentar. En la solicitud de acreditación hay que incluir el alcance de acreditación (o Anexo Técnico), que es un documento que describe las actividades para las que el laboratorio está acreditado. Tras la recepción de la solicitud, ENAC asigna un responsable del expediente de acreditación que es la persona de contacto con el laboratorio. El responsable del expediente revisa la documentación. Si todo es correcto, antes de iniciar la evaluación, la persona de contacto del laboratorio recibe un presupuesto estimado del coste del proceso para su aceptación y ENAC asigna los auditores. Normalmente se asigna un auditor jefe y un auditor técnico.

3.2. Proceso de evaluación

La siguiente fase del proceso de acreditación es la evaluación de la competencia técnica declarada por el solicitante y del cumplimiento de los requisitos de acreditación,

por lo que el solicitante debe disponer y facilitar a ENAC las evidencias necesarias para ello. El proceso de evaluación incluye las siguientes etapas:

- Estudio de la documentación técnica (EDT).
- Evaluación de la competencia técnica del laboratorio “in situ” (Auditoría).
- Elaboración del Informe de Auditoría (Informe de Auditoría).
- Plan de acciones correctivas del laboratorio (PAC).
- Informe para la Comisión de Acreditación (ICA).

3.3. Toma de decisión

Una vez finalizada la fase de evaluación con la entrega del ICA, se inicia la última fase del proceso de acreditación: la decisión de acreditación. El órgano encargado de la toma de decisiones es la Comisión de Acreditación (CA). La CA analiza la información generada durante el proceso de evaluación y, en base a ello, puede adoptar una de las siguientes decisiones:

- Conceder la acreditación.
- Determinar las actividades de evaluación extraordinarias que sean necesarias para asegurarse de la subsanación de las desviaciones detectadas.
- Denegar la concesión de acreditación.

En caso de una decisión favorable, ENAC emite un Certificado de Acreditación y un Anexo Técnico (o alcance de acreditación), que atestigua la concesión de acreditación a favor del laboratorio. Este documento es propiedad de ENAC y, como tal, no puede ser modificado si no es por el propio organismo de acreditación. La acreditación, su Anexo Técnico y su estado de vigencia se hacen públicos en la página web de ENAC (www.enac.es).

La figura 2 esquematiza de forma detallada el proceso de acreditación de un laboratorio.

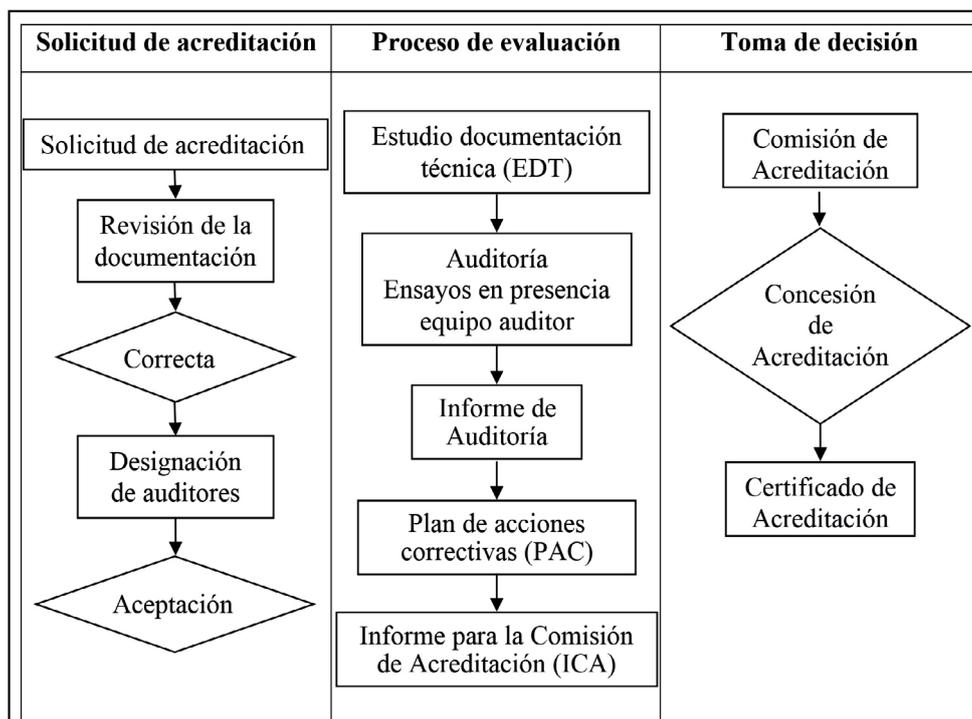


Figura 2. Esquema detallado del proceso de acreditación para un Laboratorio.

4. LA ACREDITACIÓN EN LOS LABORATORIOS DE RADIATIVIDAD AMBIENTAL

La actividad de acreditación de ENAC en el ámbito de la radiactividad ambiental se inició en el año 2000 y, en la actualidad, existen 19 laboratorios acreditados (tabla 1) que realizan ensayos por distintas técnicas de medida, como contador proporcional, espectrometría gamma, espectrometría alfa, centelleo líquido y centelleo sólido, de radionucleidos de origen natural y origen artificial, en matrices de todo tipo de aguas, suelos, lodos, sedimentos, biota (muestras biológicas medioambientales), muestras minerales naturales o artificiales, soportes de muestreo de aire ambiente, fluidos biológicos y dieta tipo (ENAC, 2010; Martin, 2011).

Para el control y vigilancia de la calidad radiológica del medio ambiente en todo el territorio nacional, el Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) ha establecido un sistema de redes de vigilancia radiológica, constituido por la Red de vigilancia radiológica en el entorno de las centrales nucleares e instalaciones del ciclo del combustible nuclear y por

la Red de vigilancia radiológica de ámbito nacional no asociada a las instalaciones (CSN, 2015).

Desde el año 1998 los profesionales involucrados en el control radiológico del medio ambiente vienen desarrollando las Jornadas bienales sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental. En estas Jornadas se debate principalmente sobre la calidad de las medidas que se llevan a cabo en las diferentes Redes de Vigilancia del Consejo de Seguridad Nuclear, así como sobre nuevos desarrollos técnicos y reguladores (tabla 2).

5. LA PREPARACIÓN Y LA MEDIDA POR CENTELLEO EN FASE LÍQUIDA

5.1. Normas aplicables al centelleo en fase líquida

Una norma es un documento de aplicación voluntaria que contiene especificaciones técnicas basadas en los resultados de la experiencia y del desarrollo tecnológico que se elabora por consenso entre todas las partes interesadas e involucradas en la actividad objeto de la misma y que

Tabla 1. Laboratorios acreditados en el ámbito de la radiactividad ambiental

Laboratorio	Acreditación nº
Canal de Isabel II, S.A.	287/LE2016
Centro de Estudios y Experimentación de Obras Públicas (CEDEX)	82/LE1955
Centro de Investigaciones energéticas, medioambientales y tecnológicas (CIEMAT). Unidad de Radiactividad Ambiental y Vigilancia Radiológica.	144/LE471
Centro de Investigaciones energéticas, medioambientales y tecnológicas (CIEMAT). Laboratorio de Medidas de Protección Radiológica.	144/LE2101
ENUSA INDUSTRIAS AVANZADAS, S.A.	368/LE735
INTITUT DE TÈCNiques ENERGÈTIQUES DE LA UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE CATALUNYA	326/LE666
INSTITUTO NACIONAL DE TÉCNICA AEROSPAZIAL "ESTEBAN TERRADAS" (INTA), CAMPUS DE LA MARAÑOSA	66/LE1285
INSTITUTO GEOLÓGICO Y MINERO DE ESPAÑA (IGME)	62/LE169
INVESTIGACIÓN Y PROYECTOS MEDIOAMBIENTE, S.L. (IPROMA)	103/LE268
LABAQUA, S.A.	109/LE285
LABORATORIO DE FÍSICA MÉDICA Y RADIOACTIVIDAD AMBIENTAL (FIMERALL), SERVICIO GENERAL DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN (SEGAI), UNIVERSIDAD DE LA LAGUNA	1164/LE1941
LABORATORIO DE MEDIDAS DE BAJA ACTIVIDAD DE LA UNIVERSIDAD DEL PAÍS VASCO	350/LE560
LABORATORIO DE RADIATIVIDAD AMBIENTAL DE LA UNIVERSIDAD DE CANTABRIA (LARUC)	1204/LE2219
LABORATORIO DE RADIOACTIVIDAD AMBIENTAL DE LA UNIVERSIDAD DE EXTREMADURA (LARUEX)	628/LE1260
LABS & TECHNOLOGICAL SERVICES AGQ, S.L.	305/LE1322
Universidad de Valencia. Laboratorio de Radiactividad Ambiental	959/LE1381
Universidad Politécnica de Valencia. Laboratorio de Radiactividad Ambiental	620/LE1050
Universidad Rovira i Virgili. Unitat de Radioquímica Ambiental i Sanitaria	518/LE970
Universitat de Barcelona. Laboratori de radiologia ambiental	520/LE1117

Tabla 2. Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental

Jornada	Organizador	Lugar	Fechas
I Jornadas	Universidad del País Vasco	Bilbao	Septiembre 1998
II Jornadas	Universidad de Salamanca	Salamanca	Noviembre 2000
III Jornadas	Univ. Politécnica de Valencia	Valencia	26 – 28 febrero 2003
IV Jornadas	Universidad de Sevilla	Sevilla	18 – 20 mayo 2005
V Jornadas	Universidad de Zaragoza	Jaca (Huesca)	28 – 30 mayo 2008
VI Jornadas	Universidad de Extremadura	Cáceres	20 – 23 septiembre 2010
VII Jornadas	Universitat Rovira i Virgili	Tarragona	30 mayo – 1 junio 2012
VIII Jornadas	Universidad de Huelva	Huelva	11 – 13 junio 2014
IX Jornadas	Universitat de Barcelona	Sitges (Barcelona)	15 – 17 junio 2016
X Jornadas	Universidad del País Vasco	Bilbao	19 – 22 junio 2018

Tabla 3. Normas españolas vigentes de centelleo en fase líquida

Norma	Título
UNE 73350-3: 2003	Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Equipos de medida. Parte 3: Centelleo líquido.
UNE-EN ISO 9698:2016	Calidad del agua. Determinación de la actividad volumétrica del tritio. Método por recuento de centelleo líquido. (ISO 9698:2010).
UNE-EN ISO 11704:2016	Calidad del agua. Medición de la concentración de actividad de alfa total y beta total en agua no salina. Método de recuento de centelleo líquido. (ISO 11704:2010).
UNE-EN ISO 13160:2016	Calidad del agua. Estroncio 90 y estroncio 89. Métodos de ensayo utilizando recuento de centelleo líquido o recuento proporcional. (ISO 13160:2012).
UNE-EN ISO 13162:2016	Calidad del agua. Determinación de la actividad del carbono 14. Método de medición por centelleo líquido (ISO 13162:2011).

Tabla 4. Normas internacionales vigentes sobre control de calidad en equipos de centelleo en fase líquida

Norma	Título
ANSI N42.15-1997	American National Standard Check Sources for and Verification of Liquid-Scintillation Counting Systems
IEC 61304:1994	Nuclear instrumentation – Liquid-scintillation counting systems – Performance verification
ASTM E181-17	Standard Test Methods for Detector Calibration and Analysis of Radionuclides
ASTM D4107-08(2013)	Standard Test Method for Tritium in Drinking Water
ASTM D7282-14	Standard Practice for Set-up, Calibration, and Quality Control of Instruments Used for Radioactivity Measurements
ASTM D7283-17	Standard Test Method for Alpha and Beta Activity in Water By Liquid Scintillation Counting

debe ser aprobada por un Organismo de Normalización reconocido, Organismo que en España es AENOR (Legarda, 2005). Las normas españolas se denominan UNE (Una Norma Española) y son elaboradas por los Comités Técnicos de Normalización (CTN) de AENOR (Sollet, 2002).

El CTN 73 se encarga con carácter general del área denominada Industria Nuclear y su campo de actividad es la normalización de la industria nuclear en sus aplicaciones pacíficas, incluyendo combustibles, diseño, construcción y explotación de las instalaciones, en especial en sus aspectos de gestión de calidad e higiene y seguridad frente a las radiaciones. A nivel internacional mantiene relaciones con el Comité Técnico (TC) 85 de la International Organization for Standardization (ISO) dedicado a la Energía Nuclear y con el Comité Técnico (TC) 45 de la International Electrotechnical Commission (IEC) dedicado a la Instrumentación Nuclear (Legarda, 2005). Las normas españolas vigentes en centelleo en fase líquida se resumen en la tabla 3.

Las normas sobre control de calidad en centelleo líquido se han encontrado en organizaciones de normalización de carácter internacional como la IEC (International Electrotechnical Commission) y organizaciones de normalización americanas como la ANSI (American National Standards Institute) y la ASTM (American Society for Testing and Materials) (tabla 4).

5.2. Actividades de mantenimiento, verificación y control de los equipos de centelleo en fase líquida

En la tabla 5 se especifican los equipos de centelleo en fase líquida que se utilizan en los laboratorios de radiactividad

ambiental para la determinación de niveles muy bajos de actividad mediante la técnica del centelleo en fase líquida.

Entre las actividades de mantenimiento planificadas a realizar en los equipos de centelleo en fase líquida se encuentran (Herranz, 2016):

1. Control del mantenimiento y limpieza de los filtros del sistema de refrigeración del laboratorio y de los compresores de los equipos de centelleo.
2. Limpieza en seco del interior de la cámara de recuento de los equipos.
3. Rellenado periódico de recipientes con agua para mantener la humedad ambiental en el laboratorio.
4. Medida de la temperatura de la cámara de recuento de los equipos (temperatura interior) y del laboratorio.

Las actividades de verificación y calibración de los equipos de centelleo líquido dependen del sistema. En todos los equipos el fabricante suministra fuentes selladas, en vial de vidrio y sin extinción (*unquenched standards*) de: 1) un patrón de tritio, 2) un patrón de carbono-14, y 3) un fondo. Se determina la eficiencia del equipo para tritio, para el carbono-14, y el fondo del sistema. Además también se realiza la prueba chi-cuadrado para estudiar la reproducibilidad del sistema (Ortiz, 2003). Estas fuentes tienen una fecha de caducidad, que hay que tener en cuenta para no utilizarlas una vez sobrepasada dicha fecha (ASTM, 2014).

En los equipos de centelleo líquido de la serie Tri-Carb esta actividad de verificación y calibración está implementada en su software en el menú denominado IPA

Tabla 5. Equipos de centelleo en fase líquida utilizados para la medida de radiactividad ambiental de muy baja actividad

Modelo	Suministrador	Página web
Quantulus 1220 (ha sido reemplazado por el Quantulus GCT 6220).	PerkinElmer	www.perkinelmer.com
Serie Tri-Carb (4810TR, 4910TR, 5110TR)	PerkinElmer	www.perkinelmer.com
Hidex SL 300	Hidex	www.hidex.com

(*Instrument Performance Assessment*) y se realiza con un protocolo de medida denominado SNC (*Self-Normalization and Calibration*). Una vez ejecutado el protocolo de medida, el sistema proporciona un registro sobre el resultado de los parámetros de control de calidad del equipo: eficiencia, fondo y figura de mérito para el tritio, eficiencia, fondo y figura de mérito para el carbono-14 y pruebas chi-cuadrado para ambos radionucleidos. Los datos obtenidos se almacenan en el equipo y se pueden imprimir gráficos y tablas con los datos obtenidos.

El Laboratorio debe tener en cuenta que las eficiencias y los fondos obtenidos con estos patrones sirven para verificar y calibrar el equipo, pero los valores no se utilizan para el cálculo de la actividad de las muestras ya que en las medidas, los viales, el cóctel y la proporción volumen muestra/cóctel suele ser distinto, al igual que el grado de extinción (Broda y otros, 2007).

5.3. Preparación de muestras y selección de las condiciones de medida en centelleo en fase líquida

Previo a la puesta en funcionamiento rutinario de un ensayo por centelleo en fase líquida se deben realizar diferentes procesos para optimizar tanto de la preparación como la selección de las condiciones de la medida de las muestras:

1. Procedimiento de preparación de la muestra:
 - Selección del método de pretratamiento de la muestra (pre-concentración, filtración, destilación, etc.). La selección del método dependerá de la muestra a procesar.
 - Selección del cóctel de centelleo. En medidas de radiactividad ambiental se utilizan cócteles que admiten un volumen elevado de muestra acuosa.
 - Selección de la proporción muestra/cóctel. La proporción aconsejable es 8 ml de muestra y 12 ml de cóctel.
 - Selección de los viales para la medida (capacidad 20 ml). Se recomienda la utilización de viales de plástico de polietileno para la medida de tritio y los de plástico con revestimiento de teflón para la medida de emisores alfa/beta.
2. Selección de las condiciones de medida de la muestra
 - Selección del tiempo de medida de la muestra y del fondo. El tiempo de medida de las muestras es función de los límites de detección que sean adecuados para el objetivo del laboratorio.
 - Optimización de la ventana de medida. Se realiza determinando la figura de mérito (FM) que se define como la eficiencia (E) al cuadrado dividido entre el fondo (B).

$$FM = \frac{E^2}{B} \quad [1]$$

- Ajustes de la separación alfa/beta. Los detectores de centelleo disponen de un circuito electrónico que el usuario puede activar para realizar la separación de emisores alfa/beta (PSA, en el Quantulus 1220, y PDD, en la serie Tri Carb, ver tabla 5 para los modelos de detectores).

- Estudio de quimiluminiscencia. En la preparación de la muestra se pueden originar fenómenos que interfieren en la medida como la quimiluminiscencia. Esta interferencia se debe corregir en la medida de tritio.

La programación de las medidas de las muestras se realiza mediante un protocolo de medida. En este protocolo de medida deben contemplarse los siguientes aspectos:

- Establecer un protocolo de medida de tiempo de espera entre la preparación y la medida para adaptar la temperatura del vial y para disminuir la quimiluminiscencia.
- En el mismo protocolo de medida de las muestras se miden uno o varios fondos, y uno o varios patrones.
- La medida suele realizarse en ciclos. De forma que tanto las muestras, como el fondo y el patrón se miden varias veces. Esto permite eliminar valores anómalos mediante métodos estadísticos.
- En algunos equipos (equipos de la serie Tri-Carb) se debe poner a medir un protocolo con patrones de verificación antes de la medida de las muestras para ajustar el voltaje de los tubos fotomultiplicadores (ver IPA en el apartado 5.2).

5.4. Recomendaciones para la preparación y la medida de muestras por centelleo en fase líquida

A continuación se listan una serie de recomendaciones y precauciones, basadas en la experiencia del autor, que deben tenerse en cuenta en la preparación y medida de muestras por centelleo en fase líquida, que complementan a la preparación de muestras y la selección de las condiciones de medida indicados en el apartado anterior. Las recomendaciones son las siguientes:

1. Recomendaciones para la preparación de muestras
 - Utilizar guantes en la preparación de muestras y al echar el cóctel. Algunos emisores beta como el tritio pueden ser absorbidos a través de la piel.
 - Inspeccionar visualmente si la mezcla es homogénea y que no hay separación de fases.
 - Una vez preparadas las muestras, limpiar con un papel/paño húmedo los viales para eliminar la electricidad estática.
 - No mezclar viales de polietileno y viales de polietileno teflonado.
 - Mezclar vigorosamente muestra y cóctel. Se puede utilizar un mezclador de vórtice o agitador tipo vórtex.
 - No refrigerar las muestras ya preparadas en nevera ya que varían las propiedades de la mezcla muestra/cóctel.
 - Cuando se prepare una tanda de muestras, preparar el patrón al final para evitar contaminaciones cruzadas.
 - Utilizar un fondo adecuado. En el caso de tritio, hay que utilizar agua exenta de tritio.

2. Recomendaciones para la medida de muestras

Activar la medida del parámetro de quenching. En el caso del Quantulus 1220 es el parámetro de SQP(E) y en el caso del Packard es el parámetro de tSIE. Este parámetro puede indicar:

- 1) Si la mezcla es homogénea o hay separación de fases.
- 2) Malfuncionamiento del equipo.
- 3) Si falta cóctel en la muestra.
- 4) Si no se han mezclado correctamente muestra y cóctel.
- 5) Si se han alterado las condiciones ambientales de la mezcla, p.e., dejando los viales en la nevera.

6. VALIDACIÓN DE LOS MÉTODOS DE ENSAYO EN RADIATIVIDAD AMBIENTAL

En las V Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental (ver tabla 2) se analizaron diversos temas relacionados sobre la calidad de los ensayos y con la implantación de la norma UNE-EN ISO/IEC 17025. Durante dichas jornadas y a partir de diversas reuniones mantenidas entre representantes de distintos laboratorios, se propuso constituir un grupo de trabajo con el objetivo de clarificar y homogenizar las actividades relacionadas con la validación de los métodos de ensayo.

Después de varias reuniones, entre los distintos laboratorios, se consensuó un documento no publicado titulado: "Requisitos mínimos para la validación de métodos de ensayo en el campo de la radiactividad" en su versión 6 (18/11/2011). Este documento aplica a la validación de métodos de ensayo, dentro del ámbito de la radiactividad ambiental y es utilizado por ENAC en sus evaluaciones dentro del proceso de acreditación.

6.1. Estrategia de validación

La validación es la actividad que permite a un laboratorio verificar que los métodos de ensayo son adecuados para un uso previsto (VIM, 2012). En la validación hay que tener en cuenta los siguientes aspectos básicos (Ortiz, 2012):

- **Validar el proceso radioquímico en su conjunto.** Se deben incluir las etapas de tratamiento de la muestra, previas a la medida, tales como el secado, la destilación, etc., y especialmente cuando se aplica una separación radioquímica.
- **Validar el método en todo el intervalo de concentraciones de actividad.** Se debe validar como mínimo en 2 niveles de concentración. El nivel inferior se situará entre el límite de detección (LD) y 10 veces el LD, y el nivel superior, entre 10 y 100 veces el LD.
- **Validar el método en la matriz más compleja de entre aquellas a las que se va a aplicar.**

La validación debe ser tan amplia como sea necesario para satisfacer las necesidades del tipo de aplicación o del campo de aplicación dados (UNE, 2005). En este sentido se definen tres niveles de validación de la siguiente manera (CSN, 2011):

- El nivel A está indicado para métodos basados en normas, emitidos por instituciones de reconocido

prestigio en el sector o de uso general. El laboratorio debe demostrar experiencia en el método de ensayo, considerando que la experiencia incluye su ejecución habitual.

- El Nivel B está indicado para métodos basados en normas o bien emitidos por instituciones de reconocido prestigio en el sector, de nueva aplicación en el laboratorio.
- El nivel C es aplicable a la validación de los métodos que no son ni A ni B.

El nivel de validación (A, B o C) dependerá del tipo de procedimiento de ensayo objeto de validación. En general, los métodos de ensayo en el sector de la radiactividad ambiental son métodos propios del laboratorio, emitidos por instituciones de reconocido prestigio del sector y basados en la experiencia del laboratorio, utilizando bibliografía internacional, no suelen estar basados en normas, por lo que aplicará el nivel C de validación.

De acuerdo a los diferentes niveles de validación, y para los dos niveles de concentración considerados, se establecen el número mínimo de réplicas a realizar para evaluar tanto la precisión como la exactitud del método de ensayo a validar (tabla 6).

Tabla 6. Concentración de actividad y número de réplicas según el nivel de validación

Nivel de validación	Niveles de concentración	Nº de réplicas
A	2	3
B	2	5
C	2	7

En cualquiera de estos niveles de validación, para considerar el método validado, se debe disponer de resultados satisfactorios en actividades de aseguramiento de la calidad, como son la participación en ejercicios de intercomparación, y la realización de controles de calidad internos.

6.2. Parámetros de validación

Los parámetros a determinar para la validación de un método de ensayo en radiactividad ambiental serán como mínimo los siguientes:

- **Precisión.** Proximidad entre las indicaciones o los valores medidos obtenidos en mediciones repetidas de un mismo objeto, o de objetos similares, bajo condiciones especificadas (VIM, 2012).
- **Exactitud.** Proximidad entre el valor medido y un valor verdadero de un mensurando (VIM, 2012).
- **Incertidumbre.** Parámetro no negativo que caracteriza la dispersión de los valores atribuidos a un mensurando, a partir de la información que se utiliza (VIM, 2012).
- **Límite de detección.** Valor medido, obtenido mediante un procedimiento de medida dado, con una probabilidad b de declarar erróneamente la ausencia de un constituyente en un material, dada una probabilidad a de declarar erróneamente su presencia (VIM, 2012).

6.3. Expresiones para el cálculo de los parámetros de validación

Existen diferentes métodos de cálculo para determinar la precisión de un método. El método utilizado habitualmente es la determinación del porcentaje de desviación típica:

$$RSD(\%) = \frac{SD}{\bar{X}} \cdot 100 \quad [2]$$

donde $RSD(\%)$ es el porcentaje de desviación típica, SD es la desviación típica y \bar{X} es el valor medio.

Para la determinación de la exactitud se deben utilizar muestras de actividad conocida, tanto si son materiales de referencia como muestras trazadas por el propio laboratorio. También se pueden utilizar la evaluación de los resultados presentados en ejercicios de intercomparación. El método más utilizado para la evaluación de la exactitud es el error relativo (ER) o sesgo (S):

$$ER(\%) = \frac{|\bar{X} - X_{ref}|}{X_{ref}} \cdot 100 \quad [3]$$

donde \bar{X} es el valor medio de la actividad medida, y siendo X_{ref} el valor de referencia.

Los resultados del valor de precisión y exactitud serán aceptables si los valores son menores o iguales a los indicados en la tabla 7. Estos valores son orientativos y cada laboratorio deberá determinar la precisión para cada uno de sus métodos de ensayo.

Tabla 7. Criterios de aceptación de la precisión y de la exactitud

Intervalo de concentración de actividad	Precisión (%)	Exactitud (%)
1 – 10 LD	30	30
10 – 100 LD	25	25

Los laboratorios de ensayo acreditados tienen que indicar las incertidumbres asociadas a los resultados cuantitativos según se establece en la GUM (Guía para la expresión de la incertidumbre de medida) utilizando un modelo matemático en el que se incluyen todas las magnitudes significativas, así como documentar su metodología de cálculo (CEM, 2008). Sea un mensurando Y que se mide a partir de otras magnitudes x_i , la relación funcional genérica puede expresarse como: $Y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$. La forma más extendida de evaluación de la incertidumbre combinada es la conocida como ley de propagación de incertidumbres (ENAC, 2005). El documento "Procedimiento para la evaluación de incertidumbres en la determinación de la radiactividad ambiental" (CSN, 2003) se puede tener en cuenta para la estimación de la incertidumbre en el sector de la radiactividad ambiental.

El límite de detección (L_D), indica el menor valor verdadero del mensurando que puede ser detectado con el procedimiento de medida aplicado (ISO 11929:2010). El laboratorio deberá documentar la expresión utilizada para determinar el límite de detección y las condiciones de medida en que han sido calculados y realizar una

declaración de los límites de detección. La aplicación de los límites característicos definidos en la ISO 11929:2010 es compleja y la correcta aplicación de la norma en los laboratorios requiere la comprensión de varios conceptos. Por ello, la Organización Internacional de la Energía Atómica ha elaborado recientemente una publicación para proporcionar información adicional que permite comprender la terminología, definiciones y conceptos de la norma para facilitar su implementación en los laboratorios (IAEA, 2017). En la actualidad la ISO 11929:2010 está en revisión y se han publicado las ISO/DIS 11929-1, 11929-2 y 11929-3. A pesar todos estos inconvenientes la mayor parte de los laboratorios del sector de radiactividad ambiental tienen adaptados sus procedimientos a la norma ISO 11929:2010.

7. ASEGURAMIENTO DE LA CALIDAD

El requisito técnico 5.9 de aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayos y de calibración de la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005 indica que:

"El laboratorio debe tener procedimientos de control de calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos y calibraciones llevadas a cabo. Los datos resultantes deben ser registrados en forma tal que se puedan detectar las tendencias y, cuando sea posible, se deben aplicar técnicas estadísticas para la revisión de los resultados. Dicho seguimiento debe ser planificado y revisado y puede incluir, entre otros, los elementos siguientes:

- El uso regular materiales de referencia certificados o un control de la calidad interno utilizando materiales de referencia secundarios.
- La participación en comparaciones interlaboratorios.
- La repetición de ensayos/calibraciones.
- La repetición del ensayo o de la calibración de los objetos retenidos.
- La correlación de los resultados para diferentes características de un ítem.

Los procedimientos habituales de control de calidad pueden incluir: i) medida de materiales de referencia, ii) uso de muestras de control de calidad y gráficos de control, iii) medida de blancos, iv) medida de muestras fortificadas, v) análisis de duplicados y, vi) participación en intercomparaciones (Simonet, 2005).

El aseguramiento de la calidad (QC, Quality Control en inglés) se puede clasificar en dos grupos:

- Controles de calidad internos (IQC).
- Controles de calidad externos (EQC).

La figura 3 describe los objetivos y las actividades de control de calidad que hay que realizar en cada caso. Los IQC tienen como principal objetivo verificar que los parámetros de validación para un determinado ensayo se mantienen controlados a lo largo del tiempo, mientras que los EQC tienen como objetivo asegurar que los resultados obtenidos para un determinado ensayo son reproducibles en ejercicios interlaboratorio.

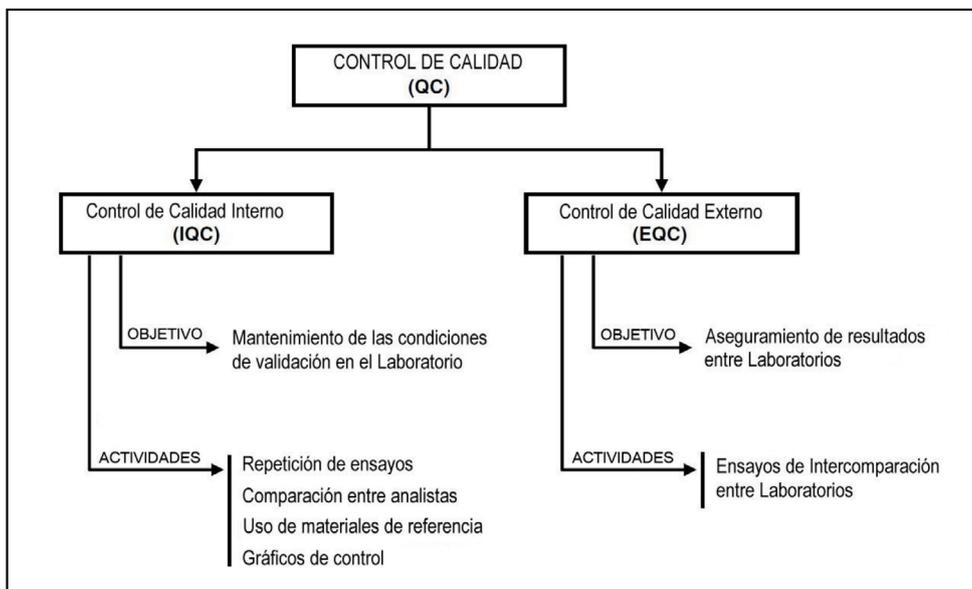


Figura 3. Clasificación de los controles de calidad (Simonet, 2005).

7.1. Controles de calidad internos en los ensayos de centelleo líquido

En la tabla 8 se recomiendan los controles de calidad internos para realizar en los ensayos que utilizan el centelleo en fase líquida para la determinación de la actividad de diferentes parámetros radiactivos. Una manera adecuada de controlar los parámetros es mediante gráficos de control.

Tabla 8. Controles de calidad interno recomendados para los ensayos que utilizan el centelleo en fase líquida como técnica de medida

Actividad de control	Descripción
Medida de un fondo/blanco	Medida de un fondo/blanco en cada tanda de muestras
Medida de la eficiencia	Medida de patrones en dos niveles de actividad en cada tanda de muestras
Control de la precisión	Duplicado de muestras a dos niveles de actividad
Control de la exactitud	Medida de un material de referencia certificado (MRC) o muestra de intercomparación
Rendimiento químico	Evaluación del rendimiento químico con un trazador
Factor de enriquecimiento (Z)	Utilizado en tritio por concentración electrolítica
Curvas de extinción	En el caso de los equipos de centelleo en fase líquida de la serieTri-Carb (ver tabla 5)

En la selección y uso de los Materiales de Referencia, el laboratorio deberá tener en cuenta lo establecido en la ISO Guide 33 “Uses of certified reference materials” (ISO, 2015a) y en el documento ILAC P10 “Política de ILAC sobre la Trazabilidad de los Resultados de Medición” (disponible en español en la página web de Inter American Accreditation Cooperation (IAAC) <http://www.iaac.org.mx>) (apartado C 5.6.3.2 del CGA-ENAC-LEC Rev. 6 Octubre 2014) (ENAC, 2014).

La base de datos COMAR se puede usar para seleccionar organizaciones que suministren MRC (<https://www.comar.bam.de>). Entre estas organizaciones están:

Organización	Página web
IAEA (International Atomic Energy Agency)	https://nucleus.iaea.org/rpst/referenceproducts/referencematerials/index.htm
European Commission	https://crm.jrc.ec.europa.eu/
NIST (National Institute of Standards and Technology)	https://www.nist.gov/srm
NPL (National Physical Laboratory)	http://www.npl.co.uk/science-technology/radioactivity/products-and-services/primary-and-secondary-standards

Los materiales de referencia certificados deben ser suministrados por proveedores de materiales de referencia que cumplan la norma UNE-EN ISO/IEC 17034:2017 (UNE, 2017).

7.2. Controles de calidad externos: Intercomparaciones

El objetivo principal de los ejercicios de intercomparación es dotar a los laboratorios de una herramienta de control de la calidad que les permite comparar sus resultados con laboratorios similares, monitorizar sus resultados a lo largo del tiempo, detectar tendencias y considerar acciones preventivas o correctivas cuando sea necesario. En este sentido, la norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005 Apartado 5.9 recoge “El laboratorio debe tener procedimientos de control de la calidad para realizar el seguimiento de la validez de los ensayos y las calibraciones llevados a cabo”, y dentro de los controles mencionados por la norma para que los laboratorios evalúen su calidad, figura la participación en ejercicios de intercomparación (ENAC, 2012).

La Nota Técnica NT-03 de ENAC sobre Política de ENAC sobre Intercomparaciones subraya los siguientes aspectos sobre las familias y la frecuencia de participación (ENAC, 2012):

- Una familia es un conjunto de ensayos o calibraciones en el que cualquiera de sus miembros es razonablemente representativo de los demás en cuanto a la evaluación de la calidad de los resultados obtenidos.

- Se deberá establecer una frecuencia mínima de participación adecuada teniendo en consideración los aspectos descritos en el apartado 7 del documento G-ENAC-14 (ENAC, 2008). En el sector de ensayos de radiactividad ambiental se considera adecuada una participación al menos en el periodo entre reevaluaciones para cada una de las familias de ensayos incluidas en su alcance.
- Por otra parte, el laboratorio deberá revisar anualmente, por ejemplo como parte de la revisión anual por la dirección, su plan de participación en intercomparaciones, así como su grado de cumplimiento con el establecido y tomar acciones en caso de incumplimiento.

7.2.1. Proveedores de Intercomparaciones de radiactividad ambiental

En el sector de la radiactividad ambiental en cuanto la elección del programa adecuado pueden darse las siguientes posibilidades de participación (ENAC, 2012):

1. Intercomparaciones organizadas por proveedores independientes (comerciales o no) con un número adecuado de participantes.
2. Intercomparaciones en las que participan un número estadísticamente adecuado de laboratorios, organizadas por alguno de los laboratorios participantes. En este caso el ejercicio se debería organizar de acuerdo con los requisitos mínimos establecidos en el apartado 8 de la G-ENAC-14 (ENAC, 2008).
3. Intercomparaciones en las que participa un número estadísticamente no adecuado de laboratorios y, como caso especial, los ejercicios entre dos laboratorios. En este caso, en la medida de lo posible debe recurrirse a valores asignados de referencia.

Independientemente de las posibilidades que se han enumerado, el laboratorio participará de forma obligatoria en aquellos ejercicios que sean requeridos reglamentariamente dentro del sector aplicable a su actividad.

Existen diversos organismos que realizan de modo sistemático ejercicios inter-laboratorios en el campo de la medida de la radiactividad ambiental, tanto a escala nacional como internacional (Ramos y Romero, 2002):

- **Organismo Internacional de la Energía Atómica (OIEA).** Entre las actividades realizadas por el OIEA para mejorar los niveles de calidad de los laboratorios de sus Estados miembros se encuentra la organización de ejercicios inter-laboratorios y la producción de materiales de referencia.
- **Consejo de Seguridad Nuclear (CSN)/Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (CIEMAT).** El CSN estableció a partir de 1992 un programa anual de ejercicios inter-laboratorios, partiendo de la experiencia previa del Ciemat y contando con su apoyo técnico. El CSN organiza y financia las campañas, seleccionando la matriz y radionucleidos objeto de estudio entre los habituales en los programas de vigilancia radiológica.

Existen numerosas publicaciones donde figuran todos los ejercicios inter-laboratorios organizados en España por

el CSN/CIEMAT (Ramos y otros, 2000; Romero y Ramos, 2000; Nuñez-Lagos y otros, 2014). En la tabla 9 se presentan los últimos ejercicios realizados. Cada 4 años se rotan las siguientes matrices: agua, suelos, filtros de captación de aire y matriz orgánica.

Tabla 9. Últimas Intercomparaciones CSN/CIEMAT

Campaña	Matriz	Radionucleidos
2015	Agua potable	Muestra 1 (emisores gamma, ⁹⁰ Sr, emisores alfa y tritio), muestra 2 (alfa total, beta total y beta resto), muestra 3 (¹⁴ C), muestra 4 (¹²⁹ I) y 5 (⁵⁹ Fe, ⁶³ Ni)
	Agua de mar	Muestra 6 (emisores gamma, Sr-90, emisores alfa y tritio) y muestra 7 (alfa total, beta total y beta resto)
2016	Suelo	²³⁴ U, ²³⁸ U, U _{natural} , ²³⁰ Th, ²³⁴ Th, ²²⁶ Ra, emisores gamma, ⁸⁹ Sr, ⁹⁰ Sr, ²⁴¹ Am, Pu, alfa total, beta total, ⁵⁵ Fe, ⁶³ Ni
2017	Filtros de aire	Filtro 1: (47 mm φ) emisores gamma, Sr, Th, U, Pu
		Filtro 2: (47 mm φ) alfa total y beta total
		Filtro 3: (44 x 44 cm ²) emisores gamma
		Filtro 4: (20 x 25 cm ²) emisores gamma
2018	Leche en polvo	Muestra A: emisores gamma, alfa total, beta total, ⁹⁰ Sr, U _{natural} , ²³⁴ U, ²³⁸ U y ¹⁴ C
		Muestra B: Determinación de ¹³¹ I

Otros proveedores de Intercomparaciones de radiactividad ambiental a nivel internacional son:

Página web	País
www.eraqc.com	Estados Unidos
www.iarma.co.uk	Reino Unido
www.lgcstandards.com	Reino Unido
mapep.inl.gov/	Estados Unidos
www.procorad.org	Francia

También a través de la documentación recibida en el laboratorio de organizaciones que ofrecen sus programas, otros laboratorios del sector, internet o consultando la página www.eptis.bam.de, se puede seleccionar organizaciones capaces de suministrar ejercicios de intercomparación que permitan cubrir los requisitos del programa de participación (G-ENAC-14) (ENAC, 2008).

7.2.2. Requisitos generales para los proveedores de ensayos de aptitud

La Norma Internacional UNE-EN ISO/IEC 17043:2010 (UNE, 2010) especifica los requisitos generales para la competencia de los proveedores de programas de ensayos de aptitud y para el desarrollo y la operación de los programas de ensayos de aptitud. Estos requisitos son generales para todos los tipos de programas de ensayos de aptitud, y pueden utilizarse como base para definir requisitos técnicos específicos para campos particulares de aplicación. Estos ensayos de aptitud son una herramienta que permite a los laboratorios de ensayo asegurar que los resultados que se producen son adecuados, fiables, exactos y reproducibles. La acreditación por parte de la Entidad Nacional de Acreditación (ENAC) obliga a los laboratorios y organizaciones proveedoras de programas de intercomparación que quieran acreditarse a cumplir los requisitos de la norma UNE-EN ISO 17043:2010 (UNE, 2010).

La participación en ejercicios de intercomparación resulta poco eficaz si el participante no hace un uso completo de los resultados de cada ejercicio. Por este motivo, la evaluación que el laboratorio haga de su participación no debe limitarse al estudio del rendimiento (por ejemplo: valor de z-score, índices de compatibilidad...) realizado por el proveedor. El laboratorio deberá elaborar un informe que incluya la evaluación de los aspectos relevantes y las conclusiones obtenidas. Para realizar este informe el laboratorio puede utilizar la norma ISO 13528:2015. “*Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*” (ISO, 2015b). Esta norma proporciona descripciones detalladas de los métodos estadísticos a utilizar por los proveedores de ensayos de aptitud para diseñar esquemas de ensayos de aptitud y para analizar los datos obtenidos a partir de estos esquemas, pero también puede ser usada por los participantes y por los acreditadores.

8. CONCLUSIONES

- La acreditación es una herramienta que permite generar confianza sobre la actuación de los laboratorios y otros Organismos de Evaluación de la Conformidad (OEC).
- ENAC es el Organismo Nacional designado como Organismo de Acreditación en España.
- La norma UNE-EN ISO/IEC 17025 contiene los requisitos que un laboratorio de calibración o ensayo debe cumplir para demostrar su competencia técnica y asegurar la validez de sus resultados.
- El proceso de acreditación comienza con la solicitud de acreditación a ENAC, continúa con una fase de evaluación y finaliza con la toma de decisión sobre la acreditación por la comisión de acreditación.
- La actividad de acreditación de ENAC en el sector de la radiactividad ambiental se inició en España en el año 2000 y, en la actualidad, existen 19 laboratorios acreditados, entre ellos el Laboratorio de Aplicaciones Isotópicas (LAI) del CEDEX.
- Desde el año 1998 los profesionales involucrados en el control radiológico del medio ambiente vienen desarrollando las Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental.
- Se han encontrado diferentes normas nacionales (UNE) e internacionales (IEC, ANSI y ASTM) sobre control de calidad en los equipos de centelleo líquido y en los ensayos.
- Los equipos de centelleo líquido que se utilizan en medidas ambientales de muy baja actividad son: Quantulus 1220, GCT 6220, familia Tri-Carb todos ellos de PerkinElmer, y el Hidex SL 300.
- Entre los parámetros a seleccionar para la preparación y la medida en la técnica del centelleo en fase líquida se encuentran: tipo de vial, cóctel de centelleo, proporción muestra/cóctel, valor del discriminador alfa/beta, definición de la ventana de recuento y disminución de la quimiluminiscencia.
- En este trabajo se proporcionan una serie de recomendaciones de preparación y de medida en centelleo líquido basadas en la experiencia del autor.
- Los laboratorios del sector de Radiactividad Ambiental consensuaron con ENAC y el CSN un docu-

mento no publicado titulado: “Requisitos mínimos para la validación de métodos de ensayo en el campo de la radiactividad”.

- Los parámetros de validación considerados para los ensayos de radiactividad ambiental fueron: 1) precisión, 2) exactitud, 3) estimación de la incertidumbre y 4) límites de detección.
- Los laboratorios de ensayo acreditados tienen que indicar las incertidumbres asociadas a los resultados cuantitativos según se establece en la GUM (Guía para la expresión de la incertidumbre de medida) utilizando un modelo matemático en el que se incluyen todas las magnitudes significativas.
- Los controles de calidad son herramientas esenciales para asegurar que los datos producidos por el laboratorio son válidos. Se pueden clasificar en dos grupos: 1) controles de calidad internos y 2) controles de calidad externos. Los controles internos tienen como objetivo mantener los parámetros de validación y los externos asegurar la reproducibilidad de los resultados mediante intercomparaciones.
- Los laboratorios de ensayos del sector de radiactividad ambiental deben participar al menos en una intercomparación en el periodo entre reevaluaciones para cada una de las familias de ensayos incluidas en su alcance.
- Se recomienda la participación en Intercomparaciones organizadas por proveedores independientes con un número adecuado de participantes que cumplan la norma UNE-EN ISO 17043:2010. Existen diferentes organismos nacionales e internacionales que organizan periódicamente intercomparaciones.
- La evaluación de las intercomparaciones por parte del Laboratorio se puede realizar utilizando la norma ISO 13528:2015.

9. BIBLIOGRAFÍA

ANSI N42.15 (1997). American National Standard Check Sources for and Verification of Liquid-Scintillation Counting Systems. ieeexplore.ieee.org.

ASTM D4107-08 (2013). Standard Test method for tritium in drinking water. ASTM International, West Conshohocken, PA. www.astm.org.

ASTM D7282-14 (2014). Standard practice for set-up, calibration, and quality control of instruments used for radioactivity measurements. ASTM International, West Conshohocken, PA. www.astm.org.

ASTM D7283-17 (2017). Standard test method for alpha and beta activity in water by liquid scintillation counting. ASTM International, West Conshohocken, PA. www.astm.org.

ASTM E181-17 (2017). Standard Test Methods for Detector Calibration and Analysis of Radionuclides. ASTM International, West Conshohocken, PA. www.astm.org.

Broda, R., Cassette, P., y Kossert, K. (2007). Radionuclide metrology using liquid scintillation counting. *Metrologia*, Vol. 44, nº 4, S36-S52.

Centro Español de Metrología (CEM) (2008). Evaluación de datos de medición. Guía para la Expresión de la Incertidumbre de Medida. Edición en español de la GUM. Centro Español de Metrología. www.cem.es.

Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) (2003). *Procedimiento para la evaluación de incertidumbres en la determinación de la radiactividad ambiental*. Colección Informes Técnicos 11.2003. Se-

rie Vigilancia Radiológica Ambiental. Procedimiento 1.3. Madrid: Consejo de Seguridad Nuclear.

Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) (2011). Requisitos mínimos para la validación de métodos de ensayo en el campo de la radiactividad. Rev. 18/11/2011. Documento no publicado.

Consejo de Seguridad Nuclear (CSN) (2015). *Programas de Vigilancia Radiológica Ambiental. Resultados 2014*. Colección Informes Técnicos 47.2015. Madrid: Consejo de Seguridad Nuclear.

Diario Oficial de la Unión Europea (DOUE) (2008). *Reglamento (CE) n° 765/2008 del Parlamento Europeo y del Consejo de 9 de julio de 2008, por el que se establecen los requisitos de acreditación y vigilancia del mercado relativos a la comercialización de los productos y por el que se deroga el Reglamento (CEE) n° 339/93, L218, 13/8/2008*.

ENAC (Entidad Nacional de Acreditación) (2005). *Guía para la expresión de la incertidumbre en los ensayos cuantitativos G-ENAC-09*. Rev. 1 Julio 2005.

ENAC (2008). *Guía sobre la participación en programas de intercomparaciones G-ENAC-14*. Rev. 1 Septiembre 2008.

ENAC (2010). *Actividades acreditadas en el entorno de la protección radiológica*, Actualidad de la Acreditación 53, 3er Trimestre 2010. www.enac.es

ENAC (2012). *Política de ENAC sobre Intercomparaciones NT-03*. Rev. 5 Septiembre 2012.

ENAC (2014). *Criterios generales para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración según norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2005*. CGA-ENAC-LEC Rev. 6 Octubre 2014.

ENAC (2018a). *Procedimiento de Acreditación de Laboratorios*. PAC-ENAC-LEC Rev. 6, Mayo 2018.

ENAC (2018b). *Criterios generales para la acreditación de laboratorios de ensayo y calibración según norma UNE-EN ISO/IEC 17025:2017*. CGA-ENAC-LEC Rev. 7 Mayo 2018.

Herranz, M. (2016). *Controles y calibración de los equipos de detección*. IX Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental, Sitges 15-17 de junio 2016. Madrid: Colección Coediciones COE-04.08. Consejo de Seguridad Nuclear.

IAEA (International Atomic Energy Agency) (2017). *Determination and Interpretation of Characteristic Limits for Radioactivity Measurements: Decision Threshold, Detection Limit and Limits of the Confidence Interval*. IAEA Analytical Quality in Nuclear Applications Series No. 48.

IEC 61304:1994. Nuclear instrumentation – Liquid-scintillation counting systems – Performance verification.

ISO 11929:2010. *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application*. (Under review). www.iso.org.

ISO Guide 33:2015a. *Reference materials – Good practice in using reference materials*.

ISO 13528:2015b. *Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison*. www.iso.org

Legarda, F. (2005). *La Normalización en España*. IV Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental, Sevilla 18-20 de mayo 2005. Universidad de Sevilla: G. Manjón y R. García-Tenorio, pp. 31-36.

Martín, E. (2011). La acreditación de ENAC, una garantía en el entorno de la protección radiológica. *Radioprotección*, Vol. XVIII, n° 69, pp. 55-56.

Ministerio de Industria, Turismo y Comercio (2011). *Real Decreto 1715/2010, de 17 de diciembre, por el que se designa a ENAC como organismo nacional de acreditación de acuerdo con lo establecido en el Reglamento (CE) n° 765/2008 del Parlamento Euro-*

peo y el Consejo, de 9 de julio de 2008, por el que se establecen los requisitos de acreditación y vigilancia del mercado relativos a la comercialización de los productos y por el que se deroga el Reglamento (CEE) n° 339/93, BOE n° 7, 8/1/2011.

Núñez-Lagos, R., Pérez-Marín, C., y Rodríguez-Vallejo, S. (2014). *Comparando las Intercomparaciones*. VIII Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental, Huelva 11, 12 y 13 de junio 2014. Madrid: Colección Coediciones COE-04.07. Consejo de Seguridad Nuclear, pp. 117-130.

Ortiz Moragón, J. (2003). *Calibración y verificación de los distintos detectores y su periodicidad*. III Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental. Valencia 26-28 de febrero de 2003. Universidad Politécnica de Valencia: Vicente Serradell, pp. 107-118.

Ortiz Moragón, J. (2012). *Criterios desarrollados para la validación de procedimientos*. VII Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental. Tarragona, mayo-junio 2012, pp. 135-144.

Ramos, L., y Romero, L. (2002). *Los ejercicios de intercomparación en el aseguramiento de la calidad*. Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental. Bilbao, septiembre 1998, Salamanca, noviembre 2000. Madrid: Colección Coediciones COE-04.03. Consejo de Seguridad Nuclear, pp. 127-137.

Ramos, L., Romero, L., y Salas, R. (2000). *Intercomparaciones analíticas en muestras ambientales*. Campaña 1999. *Seguridad Nuclear*, n° 16, III Trimestre, pp. 2-10.

Romero, L., y Ramos, L. (2000). *Experiencia de Control de Calidad en laboratorios de Radiactividad Ambiental*. *Radioprotección*, n° 26, Vol. VIII, pp. 17-23.

Simonet, B.M. (2005). *Quality control in qualitative analysis*. *Trends in Analytical Chemistry*, Vol. 24, n° 6, pp. 525-531.

Sollet, E. (2002). *Acreditación y Normalización de Laboratorios de Medida de Radiactividad*. *Espectro Normativo. Situación Española. Perspectiva de Futuro*. pp. 13-24. Jornadas sobre calidad en el control de la radiactividad ambiental. Bilbao, septiembre 1998, Salamanca, noviembre 2000. Madrid: Colección Coediciones COE-04.03. Consejo de Seguridad Nuclear.

UNE 73350-3:2003. *Procedimiento para la determinación de la radiactividad ambiental. Equipos de medida. Parte 3: centelleo líquido*. www.aenor.es

UNE-EN ISO/IEC 17025:2005. *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*. www.aenor.es.

UNE-EN ISO/IEC 17043:2010. *Evaluación de la conformidad — Requisitos generales para los ensayos de aptitud*. (ISO/IEC 17043:2010). www.aenor.es.

UNE-EN ISO 9698:2016. *Calidad del agua. Determinación de la actividad volumétrica del tritio. Método por recuento de centelleo líquido*. (ISO 9698:2010). www.aenor.es.

UNE-EN ISO 11704:2016. *Calidad del agua. Medición de la concentración de actividad de alfa total y beta total en agua no salina. Método de recuento de centelleo líquido*. (ISO 11704:2010). www.aenor.es.

UNE-EN ISO 13160:2016. *Calidad del agua. Estroncio 90 y estroncio 89. Métodos de ensayo utilizando recuento de centelleo líquido o recuento proporcional*. (ISO 13160:2012). www.aenor.es.

UNE-EN ISO 13162:2016. *Calidad del agua. Determinación de la actividad del carbono 14. Método de medición por centelleo líquido*. (ISO 13162:2011). www.aenor.es.

UNE-EN ISO/IEC 17025:2017. *Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración*. www.aenor.es.

UNE-EN ISO/IEC 17034:2017. *Requisitos generales para la competencia de los productores de materiales de referencia*. (ISO 17034:2016). www.aenor.es.

VIM (Vocabulario Internacional de Metrología) (2012).