

NORMA OFICIAL MEXICANA NOM-AA-101-a-1983,**ANALISIS DE AGUA.-ESTRONCIO RADIATIVO EN AGUA -
METODO DE PRUEBA****PREFACIO**

En la elaboración de esta Norma participaron los siguientes Organismos e Instituciones:

- SECRETARIA DE AGRICULTURA Y RECURSOS HIDRAULICOS.-
Dirección General de Protección y Ordenación Ecológica.
- SECRETARIA DE SALUBRIDAD Y ASISTENCIA.-
Departamento de Radiaciones.
- INSTITUTO NACIONAL DE INVESTIGACIONES NUCLEARES.
- COMISION NACIONAL DE SEGURIDAD NUCLEAR Y SALVAGUARDIAS.
- CELANESE MEXICANA, S.A.-
Desarrollo y Promoción Industrial.
- CAMARA NACIONAL DE LAS INDUSTRIAS DE LA CELULOSA Y DEL PAPEL.
- COMISION FEDERAL DE ELECTRICIDAD.-
Proyecto Nucleoeléctrico Laguna Verde.- Laboratorio de Monitoreo y Dosimetría Ambiental.
- SECRETARIA DE DESARROLLO URBANO Y ECOLOGIA.-
Dirección General de Prevención y Control de la Contaminación de Agua.

ANALISIS DE AGUA - ESTRONCIO RADIOACTIVO EN AGUA - METODO DE PRUEBA.**1.- OBJETIVO Y CAMPO DE APLICACION.**

La presente Norma Oficial Mexicana establece el método para la determinación de estroncio radiactivo (estroncio - 89 y (estroncio - 90) en agua. Esta Norma es aplicable a aguas potables, naturales y residuales.

2.- REFERENCIAS.

Esta Norma se complementa con las siguientes Normas Oficiales Mexicanas en vigor:

- | | |
|-----------|---|
| NOM-AA-3 | "Aguas residuales.- Muestreo". |
| NOM-AA-14 | "Cuerpos receptores.- Muestreo". |
| NOM-BB-14 | "Clasificación y tamaños nominales para utensilios de vidrio usados en el laboratorio". |
| NOM-Z-1 | "Sistema general de unidades de medida.- Sistema Internacional de Unidades (SI)". |

3.- RESUMEN DEL METODO.

3.1. Las aguas residuales y salinas se tratan para eliminar el exceso de sales y materia insoluble.

3.2. A la muestra de agua se le añade un acarreador de estroncio estable, y se precipitan los carbonatos insolubles.

El calcio se separa del estroncio por diferencia de solubilidad de los nitratos en HNC_3 al 70%. El bario y el radio se eliminan como cromatos. El ytrio-90 (hijo del estroncio-90) y otros radionúclidos de tierras raras se separan por precipitación como hidróxidos. El estroncio se vuelve a precipitar como carbonato y se cuenta la actividad beta total emitida, la cual corresponde al estroncio-89, al estroncio-90 más la fracción de ytrio-90 que ha crecido en él.

El ytrio-90 se deja crecer 14 días, se le agrega el acarreador de ytrio estable y se separa como hidróxido. El hidróxido de ytrio, se precipita como exalato y se cuenta como actividad beta. La concentración de

estroncio-90 se determina por la actividad de ytrio-90 producido y la concentración de estroncio-89 se determina por diferencia.

3.3. La eficiencia del contador se determina para estroncio-89, estroncio-90 e ytrio-90, con estándares de esos radioisótopos.

4.- INTERFERENCIAS.

4.1. El calcio, el bario y el radio son precipitados junto con el estroncio como carbonatos. Este método incluye el procedimiento para separarlos.

4.2. Para evitar errores en el cálculo de la recuperación del acarreador de estroncio añadido, debe determinarse por flamometría o absorción atómica el contenido de estroncio natural en las muestras de agua y separar el calcio por diferencia de solubilidades en ácido nítrico al 70% antes de la determinación de estroncio radiactivo.

El bario y el radio se separan como cromatos.

5.- REACTIVOS.

Los reactivos que a continuación se mencionan deben ser grado analítico.

Cuando se hable de agua debe entenderse agua destilada.

5.1. Acarreador de estroncio (20 mg/cm^3).- Disolver en agua en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , 4.832 g de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ (previamente secado en estufa a 353 K (80°C) hasta peso constante), aforar con agua y mezclar perfectamente.

5.2. Acarreador de ytrio (10 mg/cm^3).- Colocar en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , 4.300 g de $\text{Y}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$. Agregar 5 cm^3 de solución de HNO_3 16 N y aforar con agua.

NOTA: Si el nitrato de ytrio contiene impurezas radiactivas, debe purificarse como se indica en el anexo No. 1

5.3. Acarreador de bario (20 mg/cm^3).- Disolver 3.800 g de $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ en agua y diluir a 100 cm^3 con agua.

5.4. Acarreador de hierro (10 mg/cm^3).- Disolver 8.953 g de $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ en 100 cm^3 de HNO_3 (1:99).

5.5. Acarreador de zirconio (10 mg/cm^3).- Disolver en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , 3.530 g de $\text{ZrOCl}_2 \cdot 8\text{H}_2\text{O}$, en HCl (1:99) y diluir hasta el aforo con la misma solución.

5.6. Acarreador de cobalto (10 mg/cm^3).- Disolver 4.990 g de $\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en HNO_2 (1:99) y aforar a 100 cm^3 con HNO (1:99).

5.7. Acarreador de cerio (10 mg/cm^3).- Disolver en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , 3.100 g de $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en HCl (1:99) y diluir hasta el aforo con la misma solución.

5.8. Acarreador de níquel (10 mg/cm^3).- Disolver en un matraz volumétrico de 100 cm^3 , 4.951 g de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ en agua y diluir con agua hasta el aforo.

5.9. Acido clorhídrico concentrado, HCl 12 N.

5.10. Acido clorhídrico 6N.- Mezclar un volumen de HCl concentrado 12 N con un volumen de agua.

5.11. Acido clorhídrico 1:99 (volumen/volumen).- Mezclar un volumen de HCl concentrado con 99 volúmenes de agua.

5.12. Acido acético glacial, $\text{CH}_3 - \text{COOH}$ 17.4N.

5.13. Acido acético 6N, $\text{CH}_3 - \text{COOH}$.- .- Mezclar 3 volúmenes de solución de ácido acético glacial con volúmenes de agua.

5.14. Acido nítrico fumante.

5.15. Acido nítrico concentrado, HNO_3 16 N (si no se cuenta con ácido nítrico de estas características, modificar en la técnica las proporciones de ácido nítrico concentrado y fumante).

5.16. Acido nítrico 6N.- Mezclar 3 volúmenes de solución de HNO_3 16 N, con 5 volúmenes de agua.

5.17. Acido nítrico 1:99 (volumen/volumen).- Mezclar un volumen de solución de HNO_3 16N, con 99 volúmenes de agua.

5.18. Solución saturada de ácido oxálico, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.

5.19. Acido sulfhídrico, H_2S , obtenido con piritita + HCl.

5.20. Hidróxido de sodio 6N, NaOH 6N.- Disolver 24.000 g de NaOH en agua y diluir a 100 cm^3 con agua.

5.21. Hidróxido de amonio concentrado, NH_4OH 15N.

5.22. Hidróxido de amonio 6N.- Mezclar 2 volúmenes de solución de NH_4OH 15 N con 3 volúmenes de agua.

5.23. Hidróxido de amonio 0.1N.- Mezclar un volumen de solución de NH_4OH 15N con 150 volúmenes de agua.

5.24. Carbonato de sodio 2N, Na_2CO_3 2N.- Disolver 10.600 g de Na_2CO_3 en agua y diluir a 100 cm^3 con agua.

5.25. Carbonato de sodio 3N, Na_2CO_3 3N.- Disolver 15.900 g de Na_2CO_3 en agua y diluir a 100 cm^3 con agua.

5.26. 8-hidroxiquinoleína $\text{HOC}_9\text{H}_6\text{N}$ 7.5% peso/volumen en metanol.

5.27. Oxalato de amonio en solución saturada.

5.28. Oxalato de amonio al 0.5% peso/volumen.- Disolver 0.500 g de oxalato de amonio en 100 cm^3 de agua.

5.29. Cromato de sodio, Na_2CrO_4 1N.- Disolver 16.200 g de Na_2CrO_4 en agua y diluir a 100 cm^3 con agua.

5.30. Solución amortiguadora de acetato de amonio pH 5.0.- Disolver 15.400 g de $\text{NH}_4\text{C}_2\text{H}_3\text{O}_2$ en 60 cm^3 de agua y añadir 5.7 cm^3 de solución de CH_3COOH (glacial) 17.4N. Ajustar la mezcla a un pH 5.0 empleando CH_3COOH ó NH_4OH . Diluir a 100 cm^3 .

- 5.31. Peróxido de hidrógeno, H₂O₂ al 30%.
- 5.32. Acetona anhidra.
- 5.33. Cloruro férrico, FeCl₃ 1N.- Disolver 16.250 g de FeCl₃ en agua y diluir a 100 cm³.
- 5.34. Solución indicadora de verde de bromocresol 0.1% peso/volumen en etanol. Vire amarillo-azul.
- 5.35. Solución indicadora de rojo de metilo.- Disolver 0.010 g de rojo de metilo en 60 cm³ de etanol y diluir a 100 cm³ con agua. Vire rojo-amarillo.
- 5.36. Solución indicadora de fenolftaleína al 1% peso/volumen.- Disolver 1.000 g de fenolftaleína en 50 cm³ de etanol y diluir a 100 cm³ con agua. Vire incoloro-rosa.
- 5.37. Solución indicadora de rojo de fenol.

6.- MATERIAL Y EQUIPO.

- 6.1. Sistema de conteo beta de bajo fondo capaz de medir el límite mínimo de detección establecido en el inciso 11.3.
- 6.2. Centrífuga y tubos para centrífuga de 50 cm³.
- 6.3. Mufla y estufa.
- 6.4. Baño María.
- 6.5. Placa eléctrica de calentamiento con control de temperatura.
- 6.6. Balanza analítica con sensibilidad de 0.1 mg.
- 6.7. Medidor de pH.
- 6.8. Desecador.
- 6.9. Planchetas de acero inoxidable y/o monturas de anillo de plástico, disco y película de mylar. (de acuerdo con el equipo que se disponga).
- 6.10. Filtros de vidrio sintetizado (poro fino).
- 6.11. Equipo para filtración.
- 6.12. Lámparas infrarrojas.
- 6.13. Espectrofotómetro equipado con aditamento de flama o espectrofotómetro de absorción atómica.
- 6.14. Material de vidrio y equipo usual de laboratorio.
- 6.15. Papel filtro de bajo contenido de cenizas.

7.- MUESTREO Y CONSERVACION DE LAS MUESTRAS.

- 7.1. El muestreo se efectúa de acuerdo con las Normas Oficiales Mexicanas NOM-AA-3 "Aguas residuales - Muestreo" y NOM-AA-14 "Cuerpos receptores.- Muestreo", según el caso, utilizando recipientes de polietileno previamente enjuagados con una solución de ácido clorhídrico 6N.

7.2. En caso de que se requiera analizar Sr-89, el análisis debe efectuarse inmediatamente después de ser colectada la muestra.

7.3. En caso de no efectuar de inmediato el análisis, preservar la muestra añadiendo suficiente ácido clorhídrico 6N para tenerla a un pH 2. Se recomienda que la muestra colectada para análisis sea mayor de dos litros.

7.4. Para aguas residuales y salinas, iniciar en el inciso 8.

7.5. Para aguas potables y naturales, iniciar en el inciso 9.

8.- PROCEDIMIENTO PARA AGUAS RESIDUALES Y SALINAS.

8.1. Agitar la muestra y medir con probeta una alícuota de un litro de la misma.

8.2. Filtrar al vacío la alícuota a través de un papel filtro de poro fino de bajo contenido de cenizas, en un kitasato de 2L. Enjuagar la probeta con una pequeña cantidad de agua y pasar el líquido a través del filtro.

8.3. El filtrado se guarda para el paso 8.7.

8.4. Colocar el filtro en un crisol de porcelana, secarlo y quemarlo con mechero. Calcinar en la mufla a 873 K (600°C), hasta cenizas blancas o ligeramente grisáceas.

8.5. Pasar las cenizas a un vaso de precipitados de 250 cm³ y adicionar lentamente suficiente solución de CHI 6N para cubrirlas. Lavar el crisol con agua caliente y agregar las aguas de lavado al vaso. Agitar durante 30 minutos y después dejar reposar durante 2 horas.

8.6. Filtrar la solución por succión a través del papel filtro de poro fino, usando un embudo Buchner. Lavar el residuo con agua caliente, después con solución de HCl 6N y nuevamente con agua caliente. Descartar el residuo.

8.7. Unir y pasar cuantitativamente los filtrados 8.6 y 8.3 a un vaso de precipitados de 2 L.

8.8. Verificar si la solución está ácida, acidificar si es necesario con 2 cm³ de solución de HCl 6N, agregar 1 cm³ de cada acarreador (Sr, Ba, Fe, Ni, Zr y Co) y mezclar perfectamente.

8.9. Evaporar la muestra en baño de arena o placa de calentamiento, hasta aproximadamente 750 cm³, sin permitir que hierva.

8.10. Si la solución se ha enfriado, calentar casi a ebullición. Ajustar el pH a 8 con solución de NH₄OH, usando fenolftaleína como indicador.

8.11. Agitar la solución mientras se burbujea H₂S, hasta obtener un precipitado negro abundante (la solución debe tener un claro olor a sulfhídrico). Digerir de 30 a 60 minutos en placa eléctrica de calentamiento, manteniendo el pH en 8 con solución de NH₄OH 6N. Dejar enfriar.

8.12. Decantar y filtrar con vacío a través de un filtro de membrana de 0.45 µm.

8.13. Lavar el vaso y el precipitado con la menor cantidad posible de agua caliente y pasarla a través del filtro. Descartar el precipitado.

8.14. El filtrado y las aguas de lavado del paso 8.13 se pasan cuantitativamente a un vaso de precipitados de 2 L.

8.15. Acidificar a pH 4, con solución de HCl 6N usando rojo de metilo como indicador.

8.16. Hervir la solución sobre la placa eléctrica de calentamiento hasta eliminar todo el H_2S (15 a 20 minutos aproximadamente). Para evitar proyecciones tapar con un vidrio de reloj o una cápsula.

8.17. Quitar el vaso de la placa y agregar a la solución caliente 100 cm^3 de solución de 8-hidroxiquinoleína al 7.5%, agitando continuamente.

8.18. Agregar unas gotas de indicador rojo de fenol (amarillo- ojo). Ajustar el pH a 7, con NH_4OH concentrado.

8.19. Dejar que se enfríe la solución y se asiente el precipitado. Si es necesario reajustar el pH a 7, con NH_4OH concentrado ó $\text{CH}_3\text{-COOH}$ 6N.

8.20. Decantar y filtrar en un embudo Buchner la solución a través de 2 hojas de papel filtro de poro fino.

8.21. Lavar el precipitado con 3 porciones de 50 cm^3 de agua. Descartar el precipitado.

8.22. Transferir cuantitativamente el filtrado a un vaso de precipitados de 2L. Añadir 30 cm^3 de solución de NaOH 6N. Calentar casi a ebullición.

8.23. Agitar la solución con agitador de vidrio y raspar las paredes del vaso, mientras se añade lentamente 50 cm^3 de solución de Na_2CO_3 3N. Permitir que se asiente el precipitado y comprobar que la precipitación sea completa, si no es así agregar un exceso de solución de Na_2CO_3 3N. Digerir el precipitado 30 minutos en baño María o en placa de calentamiento y dejar reposar (varias horas).

8.24. Continuar con el procedimiento para determinación de estroncio a partir del inciso 9.1.6.

9.- PROCEDIMIENTO PARA AGUAS POTABLES Y NATURALES.

9.1. Separación de radio estroncio.

9.1.1. Medir con probeta un litro de la muestra, filtrar a través de un filtro de membrana de $0.45 \mu\text{m}$ y transferir a un vaso de precipitados de 2 L.

9.1.2. Agregar 5 cm^3 de solución de HCl 6N y mezclar.

9.1.3. Añadir 1 cm^3 de acarreador de bario, agitar perfectamente, añadir 1 cm^3 de acarreador de estroncio, agitar y calentar a ebullición.

NOTA: En las aguas con un contenido de ión sulfato mayor de 50 mg/L , puede formarse un precipitado al añadir el acarreador de bario. Este precipitado desaparece posteriormente con ácido nítrico.

9.1.4. Añadir 10 cm^3 de solución de NaOH 6N, mezclar perfectamente y añadir 50 cm^3 de Na_2CO_3 3N agitando continuamente.

9.1.5. Continuar calentando y agitando. Raspar las paredes con la varilla hasta que empiece a aparecer el precipitado de carbonatos. Digerir el precipitado durante media hora en baño María o en placa de calentamiento. Permitir que se asiente el precipitado (varias horas).

9.1.6. Decantar y filtrar el líquido a través de un filtro de membrana de $0.45 \mu\text{m}$.

9.1.7. Lavar el precipitado con 100 cm^3 de solución de $\text{NH}_4 \text{OH}$ 0.1 N con unas gotas de solución de Na_2CO_3 . Dejar asentar el precipitado y separar el líquido como el inciso anterior.

9.1.8. Disolver el precipitado en el menor volumen posible de solución de HNO_3 6N y transferirlo a un vaso de 100 cm^3 . Si queda un precipitado blanco, pasarlo junto con la solución. Lavar el vaso de 2 L y el equipo de filtración con solución de HNO_3 6N, agregando el lavado al vaso de 100 cm^3 .

9.1.9. Evaporar la solución a sequedad, en placa de calentamiento, añadir 40 cm^3 de HNO_3 concentrado y evaporar a $20\text{-}25 \text{ cm}^3$.

9.1.10. Transferir la suspensión a un tubo de centrifuga seco, utilizando la menor cantidad posible de HNO_3 concentrado para lavar el vaso. Enfriar el tubo de centrifuga en un baño de hielo. Centrifugar y descartar el sobrenadante. Retener el vaso para el paso siguiente.

9.1.11. Añadir 30 cm^3 de solución de HNO_3 17.5 N. Calentar a baño María agitando continuamente durante 10 minutos. Enfriar en baño de hielo y continuar agitando durante unos 5 minutos. Centrifugar y descartar el sobrenadante. Repetir este paso 3 veces para reducir el contenido de calcio de la muestra.

NOTA: La concentración de la solución de HNO_3 17.5N es crítica para la separación y se prepara con ácido nítrico concentrado y ácido nítrico fumante en las cantidades adecuadas.

9.1.12. Añadir al precipitado de $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2$ gota a gota y con cuidado, solución de Na_2CO_3 3N, agitando hasta que ya no produzca espuma. Añadir 15 cm^3 de solución de Na_2CO_3 3N y calentar en baño María durante 15 minutos agitando continuamente. Enfriar, centrifugar y descartar el sobrenadante.

9.1.13. Disolver el precipitado de carbonatos formado con $2\text{-}3 \text{ cm}^3$ de solución HCl 6N, agregados gota a gota. Calentar para ayudar a la disolución y eliminar el CO_2 formado; diluir a 10 cm^3 con agua.

9.1.14. Añadir 3-4 gotas de indicador verde de bromocresol o rojo de metilo y ajustar el pH de la solución a 5.0 con NH_4OH 6N o HCl 6N.

Añadir 5 cm^3 de solución amortiguadora de acetato de amonio (pH 5.0), agitar perfectamente y añadir 1 cm^3 de Na_2CrO_4 1N. Calentar en baño María durante 10 minutos, agitar para precipitar cromato de bario (el radio es arrastrado por el precipitado de BaCrO_4).

NOTA: En este paso, el pH es crítico. El BaCrO_4 no precipita completamente en soluciones más ácidas y el Sr precipita parcialmente en soluciones más básicas.

9.1.15. Centrifugar, filtrar a través de un filtro de poro fino y pasar el filtrado a otro tubo de centrifuga.

9.1.16. Lavar el precipitado con 5 cm^3 de solución de acetato de amonio pH 5. Centrifugar y añadir el agua del lavado al tubo de centrifuga del inciso anterior.

9.1.17. Ajustar el pH del filtrado y agua del lavado de los pasos 9.1.15 y 9.1.16 a 8.3 con solución de NH_4OH 6N.

Añadir $3\text{-}5 \text{ cm}^3$ de solución de Na_2CO_3 3N para precipitar el carbonato de estroncio. Enfriar, centrifugar y descartar el sobrenadante.

9.1.18. Lavar el precipitado con 10 cm^3 de agua helada. Centrifugar y descartar el agua del lavado.

9.1.19. Disolver el precipitado en $2\text{-}3 \text{ cm}^3$ de solución de HCl 6N. Calentar la solución y diluir a 15 cm^3 con agua.

9.1.20. Añadir 1-2 gotas de solución de FeCl_3 1N. Mezclar y calentar por 5 minutos. Enfriar y añadir 1-2 gotas de indicador de fenoltaleína. Ajustar el pH a 8.3 con solución de NH_4OH 6N para precipitar hidróxido férrico.

9.1.21. Centrifugar, decantar y filtrar el sobrenadante a través de un filtro de fibra de vidrio.

9.1.22. Lavar el precipitado con 5 cm^3 de agua. Pasar cuantitativamente el filtrado a un vaso de precipitado de 100 cm^3 .

9.1.23. Añadir 1-2 gotas de acarreador de cerio y zirconio. Disolver el precipitado que se forma añadiendo solución de HCl 6N. Calentar la solución a baño María durante 5 minutos.

9.1.24. Añadir 1-2 gotas de indicador de fenolftaleína. Ajustar el pH a 8.3 usando solución de NH_4OH 6N para precipitar hidróxidos de zirconio y cerio.

9.1.25. Centrifugar y filtrar el sobrenadante a través de un filtro de fibra de vidrio. Anotar la hora y fecha de la centrifugación como t_1 (comienzo de crecimiento de ytrio).

9.1.26. Lavar el precipitado del punto 9.1.25 con 5 cm^3 de agua. Descartar el precipitado.

9.1.27. Precipitar carbonato de estroncio añadiendo $3-5 \text{ cm}^3$ de solución de Na_2CO_3 3N; mezclar bien. Calentar la solución en baño María y dejar reposar durante 5 minutos. Enfriar, centrifugar y descartar el sobrenadante.

9.1.28. Si se va a determinar estroncio 89, continuar inmediatamente con el inciso 9.1.29 a 1.29.1; en caso contrario, pasar al 9.1.30.

9.1.29. Pasar el precipitado a un filtro de fibra de vidrio y microsorbán previamente pesado, secar bajo lámpara infrarroja. Enfriar y pesar el filtro con precipitado, montarlo con anillo y disco y contar tan pronto como sea posible. Anotar el tiempo a la mitad del período de conteo como t_4 . Continuar con el paso 9.1.30.

9.1.29.1. En el caso de que el conteo se haga en planchetas pasar el precipitado a una plancheta de acero inoxidable previamente pesada, secar bajo lámpara infrarroja, pesar la plancheta con el precipitado y contar tan pronto como sea posible. Anotar el tiempo de conteo a la mitad del período como t_4 . Continuar con el paso

9.1.30. Disolver el precipitado de SrCO_3 con $2-3 \text{ cm}^3$ de solución de HCl 6N. Calentar a baño María hasta expulsar el CO_2 .

9.1.31. Pasar la solución de SrCl_2 , cuantitativamente, con agua a un frasco de polietileno, agregar 1 cm^3 de acarreador de Y y mezclar bien. Guardar la solución durante 14 días. Separar el ytrio-90 según se indica en el inciso 9.2.

9.2. Separación de Y_{90} .

9.2.1. Transferir la solución cuantitativamente del inciso 9.1.31 de este procedimiento a un tubo de centrifuga y ajustar el volumen a unos 20 cm^3 con agua. Calentar a baño María.

9.2.2. Ajustar el pH a 8.3 con solución de NH_4OH 6N y precipitar $\text{Y}(\text{OH})_3$

NOTA: Usar fenolftaleína como indicador para el pH.

9.2.3. Enfriar a temperatura ambiente, centrifugar y decantar el sobrenadante en un vaso de precipitados de 150 cm^3 .

9.2.4. Apuntar la fecha y hora, de centrifugación t_2 como final del período de crecimiento de Y_{90}

NOTA: Los pasos siguientes deben efectuarse rápidamente.

- 9.2.5. Disolver el precipitado en la mínima cantidad de solución de HCl 6N. (1 cm³).
- 9.2.6. Diluir la solución a 20 cm³ con agua y calentar a baño María. Añadir 6 gotas de H₂O₂ (30%). Continuar calentando por aproximadamente una hora para eliminar el exceso de H₂O₂ .
- 9.2.7. Ajustar el pH a 8.3 con solución de NH₄OH 6N, usando fenolftaleína como indicador.
- 9.2.8. Enfriar a temperatura ambiente, centrifugar y decantar el sobrenadante en el vaso de precipitados del inciso 9.2.3.
- 9.2.9. Repetir los incisos de 9.2.5 a 9.2.8 inclusive, para obtener una buena separación de estroncio.
- 9.2.10. Disolver el precipitado de hidróxido de Ytrio con 1 cm³ de solución de HCl 6N y diluir a 20 cm³ con agua.
- 9.2.11. Añadir 1 cm³ de solución saturada de ácido oxálico y ajustar el pH de 2 a 3 con solución de NH₄OH 6N.
- 9.2.12. Digerir el precipitado de oxalato de Ytrio durante aproximadamente una hora a baño María.
- 9.2.13. Enfriar en baño de agua helada. Centrifugar y descartar el sobrenadante.
- 9.2.14. Lavar el precipitado con 20 cm³ de agua caliente. Centrifugar y descartar el sobrenadante.
- 9.2.15. Filtrar el filtro de fibra de vidrio previamente pesado, usando agua caliente para transferir el precipitado cuantitativamente, al filtro.
 - 9.2.15.1. En caso de utilizar planchetas para el conteo, pasar cuantitativamente el precipitado a una plancheta previamente pesada.
- 9.2.16. Evaporar a sequedad el precipitado bajo la lámpara infrarroja, enfriar en un desecador y pesar con exactitud. Contar en un detector beta de bajo fondo. Apuntar la fecha y hora a la mitad del período de conteo, como t₃ .

10.- CALCULOS DE LA ACTIVIDAD.

$$B / L \text{ Sr} = C = \frac{(cpm_{MY} - cpm_F)}{(FD_Y)(FC_Y)(FD_{Sr})(60)(V)(R_Y)(R_{Sr})(E_Y)}$$

Donde:

- cpm_{My} = Cuentas por minuto de la muestra de oxalato de Y.
- cpm_F = Cuentas por minuto del fondo.
- V = Volumen de la muestra en L.
- E_{Y90} = Eficiencia para Y₉₀ por el factor de transmisión.
- R_Y = Rendimiento químico para Y.
- R_{Sr} = Rendimiento químico para Sr.

$$FD_Y = \text{Factor de decaimiento para Y} = e^{-\lambda(t_3 - t_2)}$$

t₃ - t₂ en horas.

3 2

Donde: $\lambda_{90} = \text{Coeficiente de decaimiento de } Y_{90} \text{ en (horas)}^{-1} = \frac{0.693}{T_{\frac{1}{2}}}$

Donde: $T_{\frac{1}{2}} = \text{Vida media de } Y_{90} \text{ en horas.}$

$t_2 = \text{Fecha y hora de la segunda separación de } Y_{90}$

$t_3 = \text{Fecha y hora de conteo } Y_{90}$

FC_y = Factor de crecimiento para Y₉₀ = 1 - e^{-λ₉₀(t₂ - t₁)}

$t_2 - t_1$ en horas.

Donde: $t_1 = \text{Fecha y hora de la primera separación de } Y_{90}$

FD_{Sr} = Factor de decaimiento de Sr₉₀ = 1 para tiempos menores de 1 año;

Para tiempos mayores de 1 año = FD_{Sr} = e^{-λ₂(t₂ - t_d)}

$t_2 - t_d$ en días.

Donde: $\lambda_{2,90} = \text{Coeficiente de decaimiento de Sr}_{90} \text{ en días}^{-1}$

$t_d = \text{Fecha del muestreo.}$

60 = Factor de conversión de dpm a dps

$$B/L \text{ de Sr89} = \frac{((\text{cpm}_{MSR} - \text{cpm}_F) / R_{Sr}) - P}{60 (e^{-\lambda_{2,90}(t_4 - t_d)} - VE_{Sr-89})}$$

$t_4 - t_d$ en horas.

Donde:

$\text{cpm}_{MSr} = \text{Conteo de la muestra de Sr total.}$

$R_{Sr} = \text{Rendimiento químico de Sr.}$

$E_{Sr-89} = \text{Eficiencia de Sr- 89, por el factor de transmisión.}$

-

$$P = Q + T; Q = \frac{C}{A} 60 V ((1 - e^{-\lambda (t_4 - t_1)})) E_Y$$

$t_4 - t_1$ en horas.

$$T = (\frac{C}{A} 60 V E_{Sr})_{90}$$

t_4 = Tiempo de conteo de Sr total.

λ = Coeficiente de decaimiento de Sr en (horas⁻¹).

E_Y = Eficiencia para Y por el factor de transmisión.

E_{Sr} = Eficiencia para Sr por el factor de transmisión.

Desviación estándar.

$$Sr_{90} = \frac{\sqrt{\frac{cpm_{MY}}{T_{MY}} + \frac{cpm_F}{T_F}}}{W}$$

Donde:

T_{MY} = Tiempo de conteo de la muestra de Y

T_F = Tiempo de conteo del fondo.

cpm_F

$\frac{cpm_F}{T_F}$ Puede sustituirse por la desviación estándar del fondo elevada al cuadrado, si ésta se obtiene separadamente.

$$W = (60) (V) (\frac{FD_Y}{Y}) (\frac{FC_Y}{Y}) (\frac{FD_{Sr}}{Sr}) (\frac{E_Y}{90}) (\frac{R_Y}{Y}) (\frac{R_{Sr}}{Sr})$$

$$Sr - 89 = \frac{\sqrt{A + B + D}}{60 V (e^{-\lambda (t_4 - t_d)}) E_{Sr} - 89}$$

$t_4 - t_d$ en horas.

Donde:

$$A = \left(\left(\frac{Sr}{90} \right) (R) (V) \left(\frac{E}{Sr} \right) (60) \right)$$

$$B = \left(\left(\frac{Sr}{90} \right) (E) (R) (R) (V) (F) (60) \right)^2$$

$$D = \frac{\text{cpm}}{M Sr} + \frac{\text{cpm}}{F}$$

F_Y = Factor de crecimiento para el Y₉₀ entre la primera separación y el conteo de estroncio total.

$$F_Y = 1 - e^{-\lambda (t_4 - t_1)}$$

t₄ - t₁ en horas.

11.- INFORME DE LA PRUEBA.

El informe de la radiactividad ambiental debe contener los datos que reúnan las siguientes características.

11.1. Cifras significativas.

En las mediciones de radiactividad se reportarán 2 cifras significativas para el valor, y una o dos cifras significativas para la incertidumbre según el número de decimales en el valor informado.

11.2. Precisión de la medición.

Se indicará el número de desviaciones estándar que se empleen al presentar incertidumbre de actividad.

Cuando se efectúe comparaciones de datos deberá ser presentada y claramente identificada la desviación estándar de la serie de mediciones.

11.3. Límite mínimo de detección.

Este límite se recomienda que sea una décima parte del límite máximo permisible y en ningún caso deberá ser mayor que la quinta parte del valor máximo permisible de estroncio radiactivo establecido en la reglamentación vigente.

12.- BIBLIOGRAFIA.

National Center for Radiological Health "Radiosay Procedures for Environmental Samples".- U.S. Dept. of Health, Education and Welfare, Public Health Service.- Publication No. 999-RH-27. Washington, D.C. (1976).

Environmental Measurements Laboratory "1982 EML Procedures Manual".- HASL-300.- Environmental Measurements Laboratory. U.S. Department of Energy.- New York, N.Y. (1982).

Manual de Procedimientos del Proyecto Nucleoeléctrico de Laguna Verde:
Procedimiento CFE/PNLV-200/MA No. 3.4.1 "Análisis Radioquímico de Sr₉₀".

Sr-89, Ba-140, Cs-137 y Ra-226".

Procedimiento CFE/PNLV - 200/MA No. 2.5 "Muestreo de Aguas Superficiales y Subterráneas".

Procedimiento CFE/PNLV-200/MA No. 3.3.3 "Preparación de Muestras para Análisis Radioquímicos de Isótopos de Sr, Cs, Ba, Ra y Pu".

Proyecto Nucleoeléctrico Laguna Verde, Ver.

13.- CONCORDANCIA CON NORMAS INTERNACIONALES.

No concuerda con ninguna por no existir sobre el tema.

APENDICE. A.

1.- Purificación del acarreador de Ytrio.

1.1. Disolver 100 g de nitrato de Ytrio $Y(NO_3)_3 \cdot 6H_2O$ en 80 cm^3 de agua. Agregar unas gotas de HNO_3 . Transferir la solución a un embudo de separación usando 2 porciones de 20 cm^3 de agua.

1.2. Agregar al embudo de separación 120 cm^3 de solución saturada NH_4NO_3 .

Adicionar 240 cm^3 de tributil fosfato (TBP) y agitar durante 5 minutos. Dejar separar las fases durante 10 minutos.

1.3. Transferir la fase inferior acuosa a un segundo embudo de separación. Agregar otros 240 cm^3 de TBP y agitar durante 5 minutos. Dejar que se separen las fases y desechar la fase inferior acuosa.

1.4. Unir ambas fases de TBP en un embudo de separación, agregar 200 cm^3 de agua y agitar durante 5 minutos. Dejar separar las fases y transferir la fase acuosa inferior a un embudo de separación limpio.

1.5. Repetir el lavado con agua y combinar las fracciones acuosas. Desechar el TBP.

1.6. Agregar 50 cm^3 de tetracloruro de carbono CCl_4 a la solución acuosa agitar durante 1 minuto y dejar separar. Desechar el CCl_4 .

1.7. Diluir a 2 litros con agua y almacenar en frasco de polietileno.

2.- Determinar la cantidad de Y.

2.1. Transferir con pipeta 1 cm^3 del acarreador de Ytrio en c/u de 3 tubos de centrifuga de 50 cm^3 y diluir a 20 cm^3 con agua.

2.2. Calentar en baño de agua a 363 K (90°C). Agregar NH_4OH agitando hasta obtener un $\text{pH} = 8$. Digerir por 10 minutos y enfriar a temperatura ambiente.

2.3. Centrifugar durante 5 minutos. Decantar y desechar el sobrenadante.

2.4. Suspender el precipitado con unos cm^3 de agua. Diluir a 20 cm^3 con agua. Adicionar unas cuantas gotas de HCl concentrado para solubilizar el precipitado. Calentar la solución en baño de agua 363 K (90°C) y agregar 1 cm^3 de solución saturada de ácido oxálico, agitando constantemente.

2.5. Para que se forme un buen precipitado digerir durante 1 hora. Enfriar a temperatura ambiente.

2.5.1. En caso de utilizar plancheta, centrifugar, descartar el sobrenadante y transferir cuantitativamente el precipitado a una plancheta.

2.5.2. Si se usa anillo y disco, filtrar con papel filtro, desechar el filtrado, secar a peso constante y montar en anillo y disco.

2.6. Contar en un contador beta de bajo fondo. No se debe detectar actividad superior al fondo en el acarreador.

B

1.- Rendimiento químico de estroncio.

Pueden usarse tres métodos.

1.1. Absorción atómica.

1.2. Gravimetría.

1.3. Flamometría con espectrofotómetro con aditamento de flama.

NOTA: Los métodos 1.1 y 1.3 son más exactos, ya que no hay interferencia de Ca. El método 1.2 requiere de una buena separación de Ca.

1.1. Rendimiento por absorción atómica.

1.1.1. La solución de los incisos 9.2.3 y 9.2.8 se pasa a un matraz aforado de 100 cm³.

1.1.2. Ajustar a la marca con agua acidulada con unas gotas de solución de HNO₃ (1:99) en el matraz aforado. Mezclar perfectamente la solución y medir su contenido de estroncio por absorción atómica, de acuerdo con el procedimiento recomendado para el equipo.

1.1.3. Poner 2 cm³ del acarreador de Sr utilizado en la determinación, en un matraz aforado de 100 cm³, ajustar a la marca con agua acidulada con unas gotas de solución de HNO₃, (1:99). Mezclar perfectamente y medir el contenido de Sr por absorción atómica, de acuerdo con el procedimiento recomendado.

1.1.4. Calcular el rendimiento químico como sigue:

$$R_{Sr} = \frac{C_M}{\frac{C_A}{A} + \left(\frac{C_o}{O} \times V \times 0.01 \right)}$$

Donde:

R_{Sr} = Rendimiento químico de estroncio.

C_M = Concentración de Sr en la muestra inciso 1.1.2 en mg/cm³.

C_A = Concentración de Sr en el acarreador inciso 1.1.3 en mg/cm³.

C_o = Concentración de Sr en la muestra original, determinada antes de la separación de Sr en mg/L ó p.p.m., si se encuentra presente en la muestra.

V = Volumen de muestra utilizada para el análisis en L.

0.01 = Factor de dilución del Sr original 1/100 cm³.

1.2. Rendimiento por método gravimétrico.

- 1.2.1. Evaporar la solución reservada en el vaso de 150 cm³ de los incisos 9.2.3 y 9.2.8 a menos de 20 cm³.
- 1.2.2. Pasar la solución cuantitativamente, usando unos mililitros de agua caliente, a un tubo de centrifuga.
- 1.2.3. Añadir de 3 a 5 cm³ de solución de Na₂ CO₃ 3N; mezclar bien. Calentar en baño María y dejar reposar 5 minutos. Centrifugar y descartar el sobrenadante.
- 1.2.4. Pasar el precipitado cuantitativamente a un filtro de fibra de vidrio o microsorbán previamente pesado, secar bajo lámpara infrarroja. Pesar el filtro.
- 1.2.5. Restar del peso del filtro con precipitado, el peso del filtro vacío, obtenidos en el inciso 1.2.4 y apuntarlo como C_M
- 1.2.6. Pasar 1 cm³ del acarreador de Sr usado para la determinación y diluir a 10 cm³ en un tubo de centrifuga.
- 1.2.7. Continuar con los pasos 1.2.3 y 1.2.4 de este procedimiento.
- Apuntar la diferencia de pesos del filtro vacío y con precipitado, como C_A.
- 1.2.8. Calcular el rendimiento químico como sigue:

$$R_{Sr} = \frac{C_M}{C_A + (C_o \times V \times 1.685)}$$

Donde:

- R_{Sr} = Rendimiento químico de estroncio.
 C_M = peso neto de SrCO₃ de la muestra, en mg.
 C_A = Peso neto de SrCO₃ del acarreador, en mg.
 C_o = Partes por millón ó mg/L de Sr en la muestra original.
 V = Volumen de la muestra en litros.
 1.685 = Factor de conversión de Sr en SrCO₃.

1.3. Rendimiento por flamometría.

Después de separar el Ytrio de la muestra de estroncio, ésta se diluye a un litro en un matraz aforado, con agua y unas gotas de ácido nítrico. Para compensar por el efecto de cualquier sustancia que pudiera interferir, se emplea el método de adición de estándar interno. En esta técnica se añaden volúmenes iguales de la muestra a una serie de soluciones estándar de estroncio. Se atomiza una alícuota de cada una de estas soluciones en un fotómetro de flama de oxígeno-hidrógeno y la intensidad de la emisión se mide a la longitud de onda de 460.7 nm. La concentración de estroncio se determina de una gráfica de emisión contra la concentración.

1.3.1. Transferir con pipeta alícuotas de 5 cm³ de cada solución estándar de estroncio, en el respectivo matraz Erlenmeyer de 50 cm³ que se marcan como 0, 20, 50, 100 mg/L Sr ++ (el frasco marcado 0 contiene 5 cm³ de agua).

1.3.2. Añadir 5 cm³ de la muestra a cada uno de los frascos Erlenmeyer con estándar.

1.3.3. Atomizar una alícuota de cada una de las soluciones en la flama y apuntar el valor obtenido a 460.7 nm.

1.3.4. Tomar la lectura del fondo a 454 nm y apuntar (usar el Manual de Operación y Manejo del equipo particular para seleccionar la sensibilidad, amplitud de ventana, presiones de gas, etc.).

1.4. Tratamiento de datos.

1.4.1. Graficar la emisión neta (lectura a 460.7 nm. menos lectura a 454 nm) como la concentración de estroncio. La concentración de estroncio se grafica como $X \pm Sr$ añadido, donde X es la concentración desconocida de estroncio en la muestra. La muestra desconocida (x) se determina extrapolando la línea recta a intensidad de emisión o (ver gráfica 1).

C

1.- Rendimiento químico de Ytrio.

1.1. Obtener el peso neto de oxalato de Y de los pasos 9.2.15 y 9.2.16 y apuntarlo como C_M

1.2. Pasar 1 cm³ de la solución de acarreador de Ytrio a un tubo de centrífuga, diluir con 20 cm³ de H₂O y precipitar oxalato de Ytrio como se indica en los pasos 9.2.11 a 9.2.15.

1.3. Evaporar a sequedad el filtro bajo la lámpara infrarroja, enfriarlo en desecador y pesarlo con exactitud.

Apuntar el peso neto de oxalato de Ytrio como C_A .

1.4. Calcular el rendimiento químico como sigue:

$$R_Y = \frac{C_M}{C_A}$$

Donde:

R_Y = Rendimiento químico de Ytrio.

C_M = Peso de oxalato de Ytrio en la muestra, en mg.

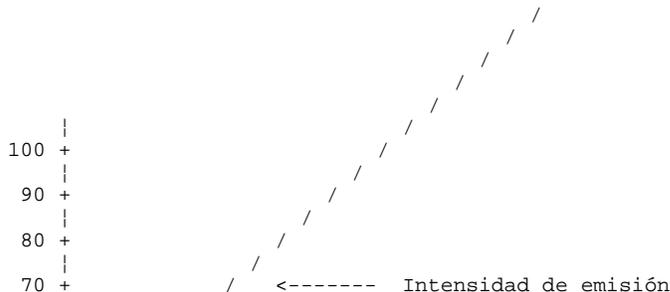
C_A = Peso de oxalato de Y en el acarreador, en mg.

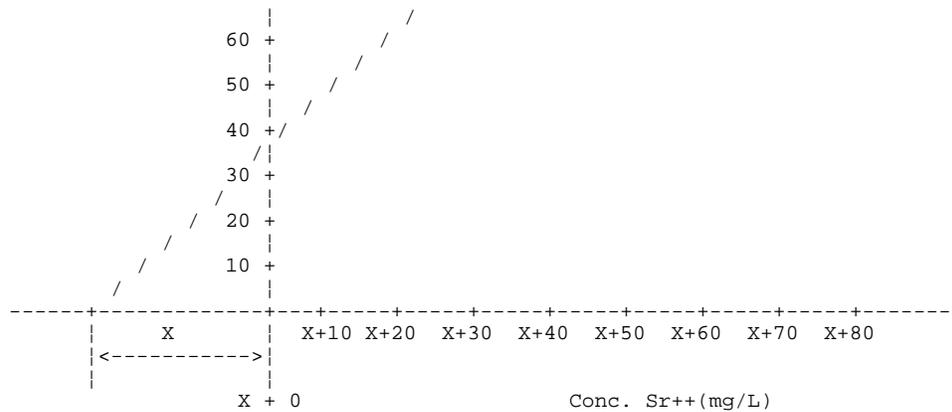
D

Obtención de datos para el cálculo de actividad.

1.- Fondo.

El fondo del equipo es el obtenido por el método de estandarización que se use para el mismo, con la desviación estándar correspondiente.





Método de estándar interna

2.- Factor de eficiencia para Y₉₀ .

Se obtiene mensualmente o después de cada determinación contando Y₉₀ preparado a partir de 20 mg de un estándar de Sr₉₀ con actividad específica conocida (aproximadamente 5 dpm/mg) en forma de carbonato de estroncio. La separación de Y₉₀ se efectúa de acuerdo con el inciso 9.2 de este procedimiento (separación de Y₉₀).

$$E_{Y_{90}} = \frac{\text{cpm N}}{(\text{dpm}) (R_Y)}$$

Donde:

E_{Y₉₀} = Eficiencia del contador para Y₉₀ .

cpm N = Cuentas por minuto netas.

dpm = Desintegraciones por minuto de Y₉₀ (corregido por decaimiento Y₉₀ de entre el tiempo de separación y la mitad del tiempo de conteo).

R_Y = Rendimiento químico de Y (apéndice C de esta Norma).

3.- Factor de eficiencia para Sr₉₀

El estándar de carbonato de estroncio del inciso anterior, que en equilibrio con Y₉₀ , por decaimiento cuando menos de dos semanas se monta con anillo y disco o se pasa a plancheta una cantidad pesada con exactitud y se cuenta en el detector.

La eficiencia de Sr₉₀ se determina conociendo la eficiencia del contador para Y₉₀ obtenida como se indica en el inciso anterior.

$$E_{Sr_{90}} = \frac{\text{cpm N}}{\text{dpm Sr}_{90}} - \frac{E_{Y_{90}}}{90}$$

Donde:

E_{Sr₉₀} = Eficiencia para Sr₉₀

cpm N = Cuentas netas del estándar en cuentas por minutos.

dpm Sr₉₀ = Desintegraciones por minuto del estándar.

E_{Y₉₀} = Eficiencia del detector para Y

NOTA: No se considera autoabsorción de las betas de Sr₉₀ e Y₉₀ por lo que debe hacerse la corrección correspondiente.

4.- Eficiencia para Sr-89.

Como el Sr-89 tiene una vida media muy corta, se puede utilizar potasio 40 para determinar la eficiencia del detector para Sr-89, ya que ambos tienen energías muy similares. El error es pequeño, pero puede eliminarse si se dispone cuando menos una vez de Sr-89, aplicando un factor que relaciona la rapidez de conteo de los dos isótopos.

$$\frac{\text{dpm Sr-89 std}}{\text{dpm aparentes (0.2 g KCl)}} = \frac{\text{cpm Sr-89 std}}{\text{cpm KCl}} \times \text{cpm KCl}$$

Para determinar rutinariamente la eficiencia, se montan 0.2 g de cloruro de potasio, exactamente pesados, en anillo y disco o en plancheta y se cuenta. La eficiencia se obtiene dividiendo las cuentas por minuto de los 200 mg de KCl entre las desintegraciones por minuto aparentes obtenidas arriba.

Si se dispone de estándar de Sr-89, puede calcularse la eficiencia directamente dividiendo las cpm entre las dpm del estándar del Sr-89 corregido por decaimiento.