



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



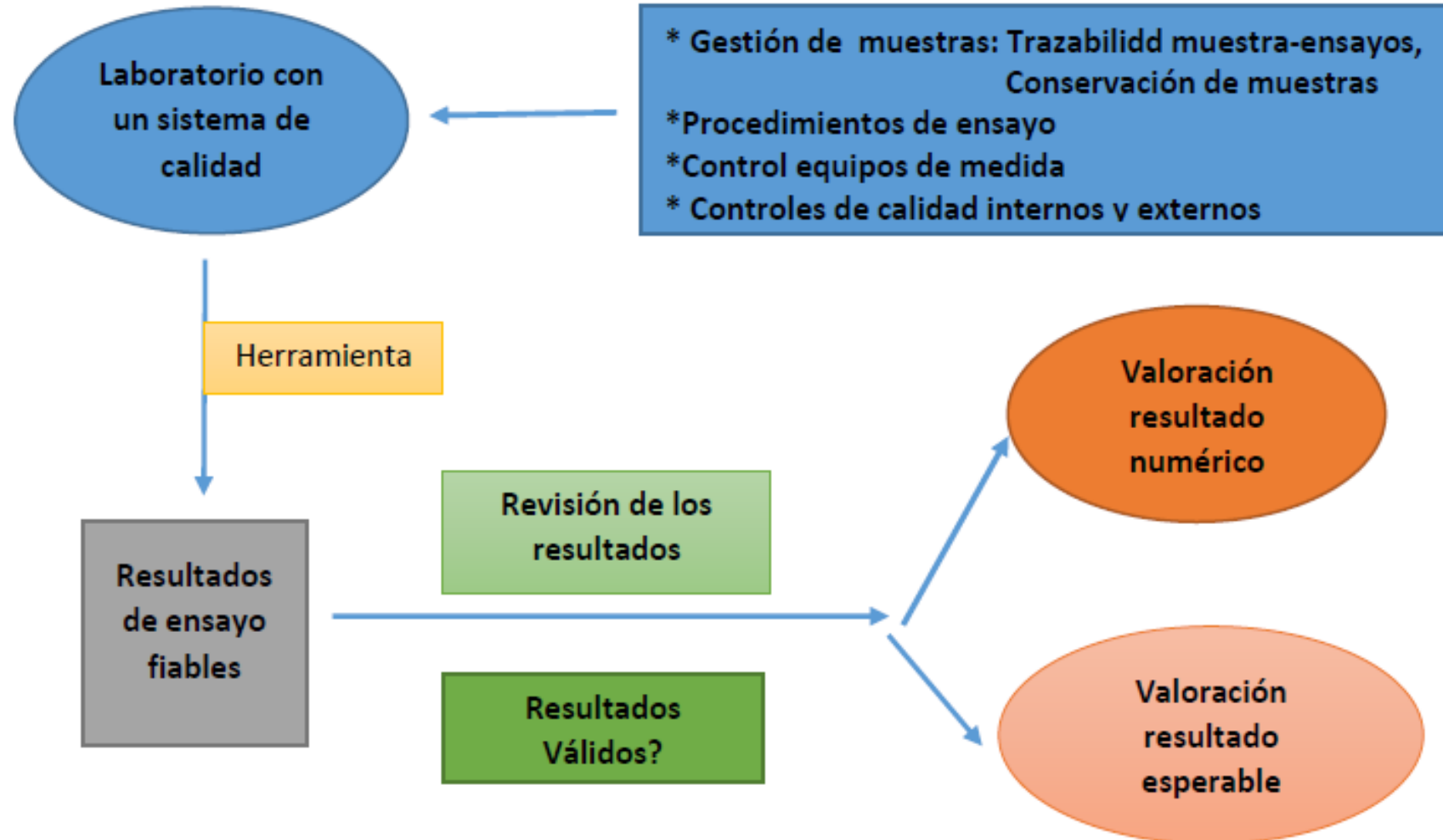
Aseguramiento de la calidad de los resultados

Josefina Ortiz

Laboratorio de Radiactividad Ambiental. Universitat Politècnica de València

e-mail autor: jortiz@iqn.upv.es

I. Introducción



II. Marco Normativo

ISO 17025: “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración”



norma básica para asegurar tanto la **competencia** de **gestión** como la **técnica** para un laboratorio de ensayo



revisada recientemente (2017) y, entre los apartados modificados, se encuentran aquellos relativos al aseguramiento de la calidad de los resultados.



2005: Aseguramiento de la calidad de los resultados de ensayo y calibración”

Puede incluir, entre otros, los elementos siguientes

- *Uso MR*
- *Repetición de ensayo con el mismo método u otro alternativo*
- *Repetición del ensayo de los objetos retenidos*
- *Correlación de resultados para diferentes características de un ítem*
- Participación en intercomparaciones

2017: Apartado 7.7 de título “Aseguramiento de la validez de los resultados”

Debe incluir, cuando sea apropiado, pero sin limitarse a

- *Uso MR*
- *Repetición de ensayo con el mismo método u otro alternativo*
- *Reensayo de los ítems conservados*
- *Correlación de resultados para diferentes características de un ítem*
- Uso instrumentos alternativos
- Comprobación funcionamiento de equipos
- Uso de patrones de verificación o patrones de trabajo con gráficos de control, cuando sea aplicable
- Comprobaciones intermedias en los equipos
- **Revisión de los resultados informados**
- Ensayos de muestras ciegas



III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

III.1. El resultado está dentro de los requisitos técnicos establecidos por el laboratorio.

Puesta a punto procedimiento analítico: * ámbito de aplicación

* requisitos técnicos: repetibilidad exactitud,
límite de detección e incertidumbre

Resultado 1

Determinación de la actividad beta total en un agua subterránea

Resultado: $39,2 \pm 21,8$ Bq/m³ LD: 33,8 Bq/m³

Requisitos laboratorio | LD: 25 Bq/m³
| U:50%



valor de U 55,6 % > 50 %

RESULTADO NO ACEPTADO



medida mas tiempo o preparando otra alícuota con más volumen.

III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

III.2. El resultado cumple o no con un valor normativo externo al laboratorio

Comparación entre el resultado obtenido y un determinado valor normativo para tomar una decisión

actividad alfa total y beta resto en
muestras de agua de consumo
RD 314/2016 de 29 de julio

$AT > 0,1 \text{ Bq/L}$
 $BR > 1 \text{ Bq/L}$



Cuantificación radionúclidos de interés

Resultado 2

Determinación de la actividad alfa total en un agua
de consumo

Resultado: $0,089 \pm 0,031 \text{ Bq/L}$



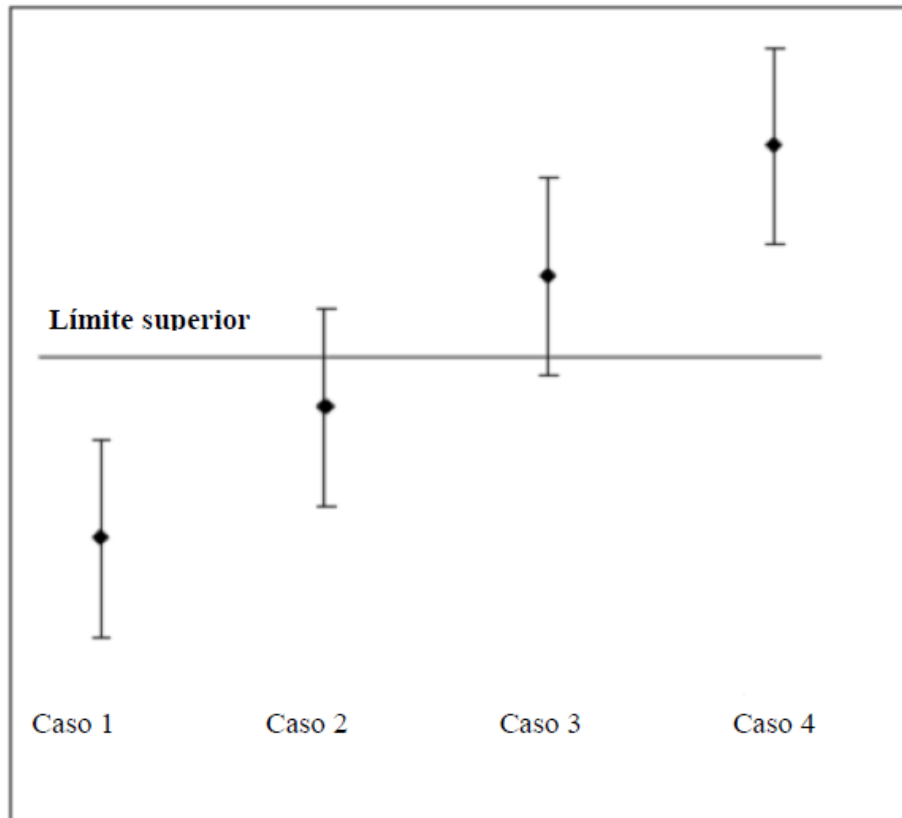
➤ Resultado valido pero
ambiguo para poder cumplir
con el requerimiento

➤ Toma de decisión cliente: se informa el resultado
y que el lo valore

➤ Toma decisión Laboratorio: repetir si es posible
el ensayo con mas cantidad de muestra para
disminuir la incertidumbre

III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

*Guía para informar sobre el cumplimiento con especificaciones (ILAC G8:03/2009).
G-ENAC Rev 1. Julio 2009*



- Caso 1: el resultado de la medida más la incertidumbre expandida, no supera el requerimiento. Cumplimiento.
- Caso 2: el resultado de la medida menos la incertidumbre expandida supera el valor límite del requerimiento. No-cumplimiento.
- Caso 3: Caso 3: el resultado de la medida más/menos la incertidumbre expandida incluye el valor del requerimiento. No es posible declarar el cumplimiento o no-cumplimiento, debiendo informar del valor del resultado y su incertidumbre

III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

III.3. Sobre la muestra se realiza más de un tipo ensayo

La validez de un resultado debe incluir “la correlación de resultados para diferentes características del ítem” ISO 17025

Resultado 3

Sobre una misma muestra de agua se determina la actividad de K-40 (espectrometría gamma), la actividad beta total y la actividad beta resto

Actividad beta total: $18,5 \pm 0,4$ Bq/L
Actividad beta resto: $16,8 \pm 0,4$ Bq/L
Actividad K-40: $10,45 \pm 0,67$ Bq/L



RESULTADOS NO ACEPTADOS

beta resto (beta total menos K-40)



BR aprox 8 Bq/L

repetirlo y buscar las causas de esta diferencia.



III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

Resultado 4

Sobre una misma muestra de agua se cuantifica la actividad alfa total y las actividades de U-234, U-238, Ra-226 y Po-210

Actividad alfa total: $0,141 \pm 0,032$ Bq/L
Actividad U-234: $0,131 \pm 0,016$ Bq/L
Actividad U-238: $0,191 \pm 0,018$ Bq/L
Actividad Ra-226: $0,011 \pm 0,018$ Bq/L
Actividad Po-210 $< 0,02$ Bq/L



- ✓ Revisión antes de ser dado por valido
- ✓ Incoherencia entre el valor de la actividad alfa total y la suma de las actividades alfa correspondientes ($0,333$ Bq/L)
- ✓ Posiblemente no explicada por el distinto valor de la eficiencia de conteo entre el Am-241 y los uranios



III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

III.4. El valor está muy cerca del límite de detección, pudiendo ser un “falso positivo”

A veces cuando el **resultado** obtenido está **muy cerca del valor del límite de detección** puede **ser necesario** realizar alguna otra medida para descartar que se trate de un falso positivo, como preparar otra alícuota con más volumen, repetirla para tener un mejor rendimiento de separación o medir la muestra más tiempo.

Resultado 5

Medida de actividad K-40 en un filtro de partículas

Resultado: $2,4 \pm 1,2$ Bq/filtro LD: 2,1 Bq/filtro



El filtro no tenía K-40

rango de actividades esperables (1,2-3,6)
con muchos valores probables
por debajo del límite de detección.

III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

III.5. El valor numérico no se adecua al criterio físico de las cifras significativas

Todos los resultados experimentales deberían ir acompañados de su incertidumbre y en principio está debería incluir las cifras significativas necesarias para informar correctamente del resultado. Se suele aceptar que es suficiente incluir solo una cifra significativa de la incertidumbre

Resultado 6

Actividad alfa total: $0,158 \pm 0,034$ Bq/L
 $0,16^0 \pm 0,03$ Bq/L



El segundo resultado sería el correcto

En muchos resultados de radiactividad también se acepta el primero.



III. Aspectos relacionados con el valor numérico del resultado

III.6. El número de cifras significativo no responde a los requerimientos del cliente

La persona o institución que solicita el ensayo puede requerir un número determinado de cifras significativas en la incertidumbre y también en el resultado.

Base Keeper del CSN tienen por defecto 4 cifras significativas y notación científica

Resultado 7

La actividad beta total de un filtro de partículas para introducir en la base Keeper es

$$9,3E-04 \pm 0,70E-4 \text{ Bq/m}^3$$



RESULTADO RECHAZADO

no cumple el requisito Keeper del número de cifras significativas

RESULTADO VALIDO



$$9,295E-04 \pm 7,010E-5 \text{ Bq/m}^3$$



IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable

Un **resultado “esperable”** es un resultado que resulta probable porque

- Se sabe que existen radionúclidos en *equilibrio radiactivo*
- Se conoce la procedencia de la muestra y existe en *la bibliografía* información sobre el valor ensayado
- La muestra tiene en el laboratorio *un histórico de valores* para un determinado ensayo
- El *resultado*, forma parte de un estudio en el que se tiene que *correlacionar con otras variables* y de las que se conoce su *relación funcional*

La revisión del resultado tiene que incluir estas comparaciones para poder dar un resultado válido y en su caso ir hacia atrás para confirmar la bondad del mismo e intentar explicar las posibles desviaciones.



IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable

Resultado 8

Si en el análisis de una muestra se cuantifican radionúclidos que pueden estar en equilibrio radiactivo se deberá revisar la presencia de la cadena y sus actividades.

Se ha determinado la actividad de Pb-212 en una muestra de suelo mediante espectrometría gamma.

En este ensayo aparte de cuantificar este radionúclido también se cuantifican los restantes Emisores gamma presentes en la muestra. El Pb-212 está en equilibrio con el Bi-212 y el Tl-208

Actividad Pb-212: $32,5 \pm 2,1$ Bq/Kg
Actividad Tl-208: $18,5 \pm 1,9$ Bq/Kg

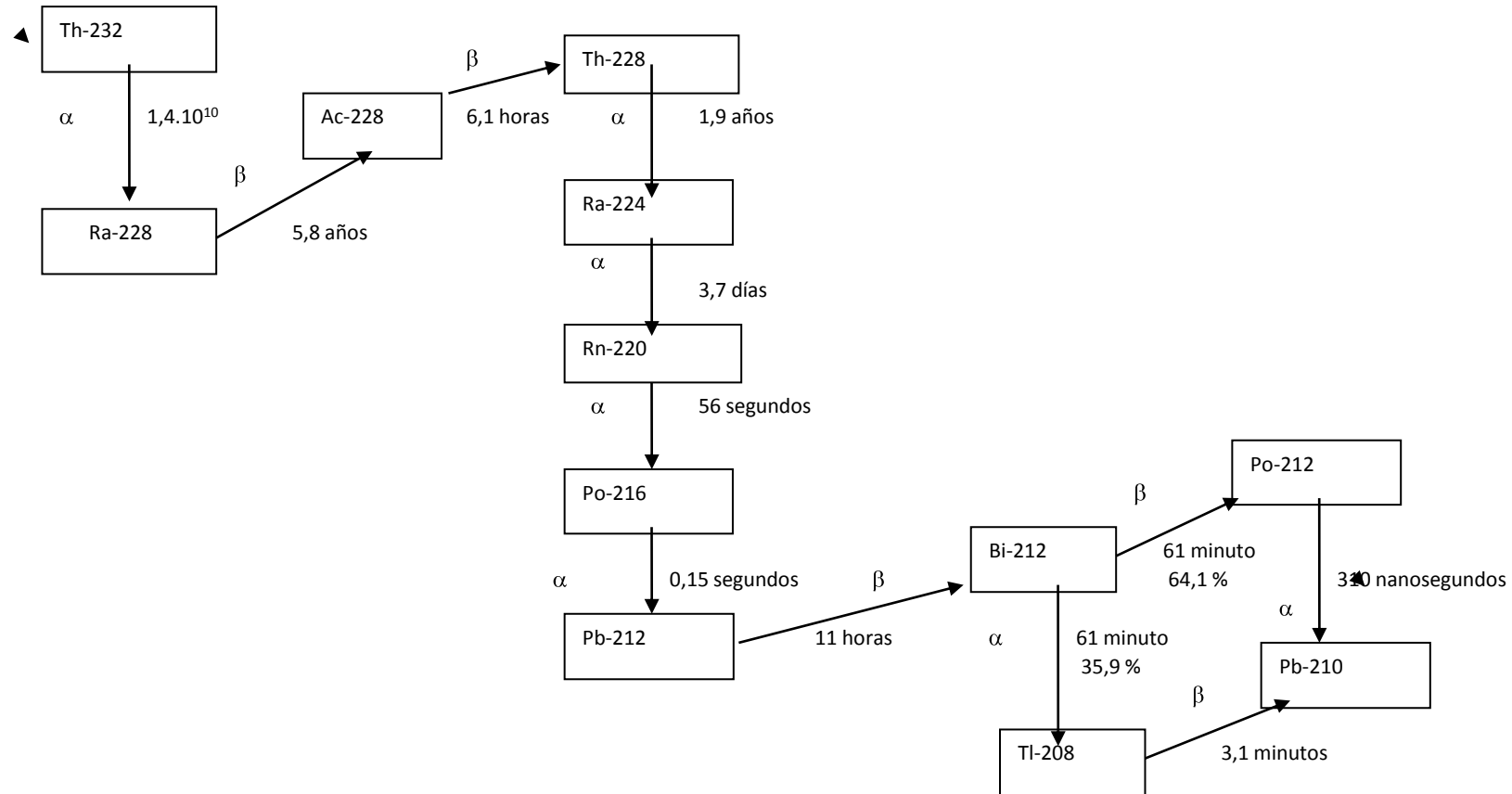


RESULTADO NO VÁLIDO

incumple la existencia del equilibrio

no ratio de actividades cercana a **3**

IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable



Cadena de desintegración del Th-232



IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable

Resultado 9

Se analiza el Pb-210 y el Po-210 de una muestra de agua de la que se espera, por su procedencia que estén en equilibrio radiactivo.

Actividad Pb-210: $0,249 \pm 0,043$ Bq/L
Actividad Po-210: $0,393 \pm 0,015$ Bq/L



RESULTADO NO ACEPTABLE



Diferencias del 56 % (Pb-210) y del 37 % (Po-210) > 30%

IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable

Resultado 10

Un laboratorio integrado en la REM realiza mensualmente medidas de actividad beta total en muestras de agua de la red

Actividad beta total: 250 ± 50 Bq/m³



No debería reportarse

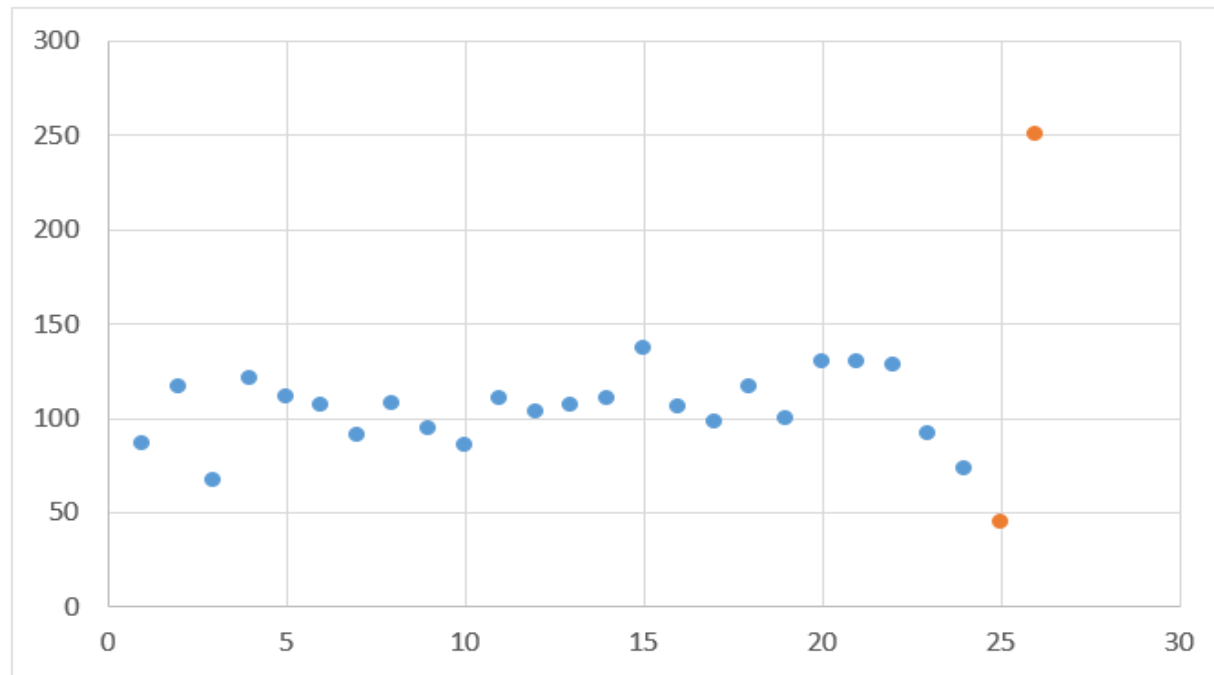
Repetir la muestra

✓ no parece anómalo

✓ < 1 Bq/L (valor guía-apta consumo)

IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable

Resultado 10



Valores de actividad beta total en muestras de agua de red



IV. Aspectos relacionados con el resultado esperable

V. Conclusión

- ✓ Parece evidente que la obtención de resultados fiables no garantiza la validez de los mismos.
- ✓ Solo una revisión de los mismos atendiendo a diversos factores, algunos de los cuales se han enumerado en esta presentación, puede garantizar la emisión de resultados válidos en cualquiera de los ámbitos en los que un laboratorio de radiactividad ambiental trabaja: desde informes relacionados con la vigilancia radiológica ambiental, hasta un análisis que le requiera un cliente particular, y por supuesto de forma previa a cualquier publicación científica.



UNIVERSITAT
POLITÈCNICA
DE VALÈNCIA



Gracias por su atención

Josefina Ortiz

Laboratorio de Radiactividad Ambiental. Universitat Politècnica de València

e-mail autor: jortiz@iqn.upv.es