

**Método analítico para la determinación de  $^{241}\text{Am}$  en muestras  
biológicas y sedimentos marinos mediante uso de una  
columna con extractante orgánico**

Gascó, C.\*  
Paz Antón, M.  
Álvarez, A.\*\*  
Navarro, N.  
Salvador, S.

\* Unidad de Geoquímica e Impacto Ambiental.  
\*\* Unidad de Protección Radiológica.

**CENTRO DE INVESTIGACIONES  
ENERGÉTICAS, MEDIOAMBIENTALES Y TECNOLÓGICAS**

**MADRID, 1994**

CLASIFICACIÓN DOE Y DESCRIPTORES:

400100

540330

RADIOCHEMICAL ANALISYS

AMERICIUM 241

AQUATIC ECOSYSTEMS

LOW-LEVEL COUNTING

TRANSURANIUM COMPLEXES

ION EXCHANGE MATERIALS

SAMPLING

ENVIRONMENTAL QUALITY

Toda correspondencia en relación con este trabajo debe dirigirse al Servicio de Información y Documentación, Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas, Ciudad Universitaria, 28040-MADRID, ESPAÑA.

Las solicitudes de ejemplares deben dirigirse a este mismo Servicio.

Los descriptores se han seleccionado del Thesaurus del DOE para describir las materias que contiene este informe con vistas a su recuperación. La catalogación se ha hecho utilizando el documento DOE/TIC-4602 (Rev. 1) Descriptive Cataloguing On-Line, y la clasificación de acuerdo con el documento DOE/TIC.4584-R7 Subject Categories and Scope publicados por el Office of Scientific and Technical Information del Departamento de Energía de los Estados Unidos.

Se autoriza la reproducción de los resúmenes analíticos que aparecen en esta publicación.

Depósito Legal nº M-15170- 1994  
ISBN 84-7834-230-3  
ISSN 0214-087-X  
NIPO 238-94-9

IMPRIME CIEMAT



## INDICE DE MATERIAS

	<i>Pág.</i>
1. INTRODUCCIÓN .....	9
2. RESUMEN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS DE SEPARACIÓN DE TU.....	
3. EXPERIMENTAL : RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	
3.1 Curvas experimentales de elución de elementos metálicos .....	
3.2 Curvas experimentales de elución con <sup>241</sup> Am .....	
3.2.1 <i>Ensayo en blanco</i> .....	
3.2.2 <i>Muestras de sedimentos</i> .....	
3.2.3 <i>Muestras de orina</i> .....	
3.3 Método de análisis con trazador <sup>243</sup> Am .....	
3.3.1 <i>Sedimentos</i> .....	
3.3.2 <i>Muestras biológicas</i> .....	
4. MÉTODOS PROPUESTOS .....	
4.1 Métodos propuestos para sedimentos .....	
4.4.1 <i>Método para muestras con actividad de Americio entre 0.5 y 3 Bq/Kg</i>	
4.2.2 <i>Método para muestras con actividad de Americio entre 5 y 50Bq/Kg</i>	
4.2 Muestras biológicas .....	
5. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO .....	
6. CONCLUSIONES .....	
7. AGRADECIMIENTOS .....	
8. BIBLIOGRAFÍA .....	



## 1. INTRODUCCIÓN

La determinación analítica cuantitativa de TU a bajos niveles de concentración se realiza en dos laboratorios diferentes del CIEMAT (Laboratorio de Bioeliminación y Laboratorio de Radioecología Marina), aplicándose a muestras de origen diverso: muestras biológicas y sedimentos marinos.

La determinación de TU en muestras biológicas tiene un extraordinario interés desde el punto de vista de Dosimetría, dada la ausencia de métodos de medida directos en el caso de producirse una contaminación con este tipo de radionucleidos. Las medidas en muestras de orina y heces representan el único dato para la realización, a través del correspondiente modelo metabólico, del cálculo de las dosis. Asimismo, el conocimiento de la concentración de estos radionucleidos en muestras ambientales es el dato fundamental para realizar hipótesis sobre su comportamiento en los diversos ecosistemas.

En la mayoría de las muestras a analizar los radionucleidos suelen encontrarse en microcantidades. El problema analítico consiste, por un lado, en concentrar la cantidad suficiente de radionucleido a determinar y por otro lado de disponer de instrumentación sensible, capaz de evaluar las actividades de los radionucleidos. Ambos factores hacen que las técnicas analíticas sean altamente especializadas y complejas. Estas técnicas incluyen: Adición de trazadores, concentración del elemento, eliminación de interferencias químicas y radioquímicas y preparación de microdepósitos superficiales que permitan la determinación de la actividad. En el ANEXO I se ha realizado una recopilación bibliográfica de distintos esquemas de análisis de este tipo.

La determinación analítica de Pu y Am en distintas matrices, una vez realizado el pretratamiento correspondiente a cada muestra, consiste básicamente en la separación secuencial del plutonio en una resina de intercambio aniónica, en la que se fija y eluye selectivamente. El líquido de carga y lavado posterior de esta columna es el punto de partida para el aislamiento del Am. Este aislamiento se realiza utilizando dos columnas con resinas intercambiadoras de iones. Sin embargo se ha observado que este método de análisis no era efectivo en todos los tipos de muestra por pérdida de rendimiento químico.

Recientemente ha aparecido en el ámbito científico un nuevo compuesto aplicable a la realización de este tipo de determinaciones, que combina la técnica del intercambio iónico con la de la extracción orgánica. Se trata de las columnas suministradas por la firma americana Eichrom, denominadas TRU.Spec.

Se decidió aunar la capacidad técnica de los laboratorios de Bioeliminación y Radioecología Marina para realizar el desarrollo de nuevos métodos de determinación de TU mediante aplicación de este nuevo material.

En esta publicación se han realizado una serie de ensayos experimentales para verificar las condiciones óptimas de uso de este nuevo extractante tanto en el caso de muestras biológicas (heces y orinas) como en el de sedimentos. Las experiencias realizadas incluyen desde el estudio de la elución de los distintos elementos químicos que forman parte de las matrices analizadas, a la elución del americio utilizando  $^{241}\text{Am}$  como trazador. Una vez establecidas las condiciones óptimas de empleo de las columnas se han realizado los

análisis utilizando  $^{243}\text{Am}$ , que es el trazador habitual en la realización de estos análisis, incluyendo la preparación de las fuentes alfa mediante electrodeposición. Los resultados aquí expuestos serán utilizados para una nueva versión de los procedimientos normalizados.

## 2. RESUMEN DE LOS MÉTODOS ANALÍTICOS DE SEPARACIÓN DE TU

La elección del método para la determinación de TU depende fundamentalmente de las interferencias que los iones mayoritarios producen en los procesos de extracción y precipitación. Un resumen de los métodos de separación para diversidad de muestras y concentración de actividades se presenta en las tablas 1 a 16.

## 3. EXPERIMENTAL : RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La parte experimental desarrolla el método analítico para la determinación de Am en la matriz resultante de la separación secuencial del Plutonio, estudiando por una parte las interferencias químicas y por otra, el rendimiento químico y la resolución en los espectros alfa de los diferentes tipos de muestras analizadas.

La determinación analítica de TU en sedimentos marinos consiste en una separación secuencial de ambos radionucleidos a partir de la matriz de sedimentos tratada con una mezcla ácida ( $\text{HF}/\text{HNO}_3/\text{HCl}$ ) capaz de extraer y disolver el plutonio procedente del peso radiactivo y el origen refractario que pudiera haber en la muestra. El método seleccionado para la extracción secuencial es el denominado método 1, que ha sido sometido al control de garantía de calidad correspondiente. Una síntesis de este método se presenta en la fig. 1 (A). Este método, aún siendo tedioso para el plutonio, tiene la ventaja de proporcionar unos electrodepositos excelentes sin pérdida de resolución en los espectros alfa. La aplicación del método para la determinación de americio no es válida para ciertas muestras, encontrando que tras un largo proceso analítico de separación, que incluye el empleo de dos columnas de intercambio, los rendimientos químicos no son los esperados, con la consiguiente pérdida de tiempo y reactivos.

El método de determinación en muestras biológicas se esquematiza en la fig. 1 (B), y difiere del anterior en la preconcentración de los TU. Estos se precipitan como fosfatos en medio básico, disolviéndose el precipitado con  $\text{HNO}_3$  8N. La disolución resultante se pasa por una columna con resina AG 1X8, donde en estas condiciones se fija el plutonio y se eluye el americio. Cuando la muestra biológica es sólida como las heces, éstas se someten a un secado e incineración hasta obtención de cenizas blancas, disolviéndose con  $\text{HNO}_3$  8N y realizando ataques adicionales con ácido fluorhídrico si permanece un residuo de sílice.

En ambas matrices (sedimentos y muestras biológicas) el aislamiento del americio se consigue mediante la columna de intercambio empleada para la purificación del plutonio, recogiendo el líquido de carga ( $\text{HNO}_3$  8N) y el primer lavado ácido de la columna.



Los ensayos experimentales se realizaron a partiendo de esta fracción, para investigar el comportamiento del Americio en la resina TRU.Spec. en presencia de los cationes interferentes que, procedentes de la matriz, no se han eliminado todavía. Estas columnas contienen oxido de Octyl(fenil)-N,N-diisobutil carboilmetilfosfina en un 13% y tributil fosfato, todo ello adsorbido en un ester acrílico polimérico no iónico. El método se basó en los trabajos de Horwitz y los correspondientes realizados por la casa comercial, con cambios en estos procedimientos introducidos en base a nuestra experiencia analítica.

El estudio experimental realizado se ha dividido en tres apartados :

- a) Comportamiento de distintos elementos metálicos (interferentes químicos del análisis) que componen la matriz más complicada.
- b) Comportamiento del americio en la columna en presencia de los interferentes químicos constituyentes de la matriz, utilizando  $^{241}\text{Am}$  como trazador.
- c) Estudio de los rendimientos químicos totales con  $^{243}\text{Am}$  para los distintos análisis realizados.

### 3.1 Curvas experimentales de elución de elementos metálicos

La diferencia entre los distintos tipos de muestras es debida a la diversidad de concentraciones de los elementos químicos mayoritarios que componen la matriz original. Estos elementos pueden causar anomalías en la fijación y posterior elución del americio en la columna.

Se han realizado una serie de ensayos experimentales con el propósito de estudiar el comportamiento en la columna de varios interferentes, seleccionándose la matriz de sedimento para la obtención de las curvas de elución. La hipótesis de partida es que la concentración de elementos metálicos interferentes en los sedimentos es la más compleja desde el punto de vista cuantitativo y cualitativo.

El procedimiento seguido para realizar este ensayo fue el siguiente:

Se determinó el contenido total de elementos metálicos existentes en los sedimentos mediante el ataque de una alícuota de 1 g de sedimento hasta disolución total. El resultado de su composición química se muestra en la segunda columna de la Tabla 17 y expresa la cantidad total de elementos metálicos existentes en 10 g de sedimento, con el fin de comparar la curva de elución de los estudios posteriores.

Otra alícuota de 10 g del mismo sedimento fue atacada con una mezcla de HF/HCl/HNO<sub>3</sub> y sometida al proceso de extracción de plutonio. La fracción eluida por la columna del plutonio correspondiente al lavado con nítrico (fracción que contiene el Am) se llevó a sequedad en un vaso de precipitados. Se lavó el vaso con HNO<sub>3</sub> 2N y se llevó a 25 ml en matraz aforado con el mismo ácido. Una alícuota de 1 ml de la disolución fue analizada mediante plasma de Inducción Acoplada para determinar su contenido en elementos metálicos. El propósito de este análisis era la determinación de los interferentes químicos reales que acompañan al americio después del proceso de extracción del plutonio. El

contenido existente en 25 ml aparece en la tercera columna de la tabla 17. Este contenido es el denominado 100% de elemento interferente.

El resto de la disolución existente en el matraz ( 24 ml) fue sometida al proceso de extracción del americio.

a) Esta disolución se pasó a través de la columna TRU.Spec, recogiendo esta primera fracción en distintas alícuotas.

b) Se lavó la columna con 26 ml de  $\text{HNO}_3$  2N, obteniéndose otra serie de alícuotas. El conjunto de las alícuotas obtenidas en los apartados a) y b) se denominó líquido de carga en la fig. 2.

c) Se lavó la columna con 100 ml de  $\text{HNO}_3$  2N (solución de lavado).

d) Se eluyó por último la fracción teórica de Am, empleando 10 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05N (elución).

Las curvas experimentales de elución de Mn, Pb, Sr, Ti, V, Zn, Al, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe, Mg y Ce, La e Y expresadas en porcentaje por volumen de columna eluido ( 2ml = 1 volumen de columna) se representan en la fig. 2 (A y B). y corresponden a las alícuotas del líquido de carga, líquido de lavado  $\text{HNO}_3$  2N y elución en  $\text{HNO}_3$  0.05N.

Se observa en la fig.2 que el Mn, Pb, Sr, Ti, V, Zn, Al, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe y Mg se eluyen en su totalidad (100%) en el líquido de carga no produciendo interferencia en la determinación de Am.

En la fig. 2 (C). se presentan las curvas de elución de dos cationes interferentes en el electrodeósito: Cerio y Lantano. Estos elementos se eluyen en una amplia banda con  $\text{HNO}_3$  2N, completándose su elución a los 30 ml de lavado con  $\text{HNO}_3$  2N para el La, y a los 100 ml para el Ce. El volumen óptimo para la eliminación de estos interferentes en  $\text{HNO}_3$  2N es por lo tanto de 100 ml.

Estos datos experimentales no son suministrados por la casa comercial y son esenciales según observamos en el apartado 3.3.1.

### 3.2. Curvas experimentales de elución con $^{241}\text{Am}$

El estudio del comportamiento del americio en la columna TRU.Spec en las distintas etapas de los métodos de análisis se realizó utilizando  $^{241}\text{Am}$  como trazador, debido a la facilidad de su medida mediante espectrometría gamma.

El procedimiento consistió (en cada uno de los ensayos) en añadir al comienzo del análisis una actividad conocida de dicho trazador, midiéndose luego los líquidos procedentes de las distintas etapas. La actividad de  $^{241}\text{Am}$  de estas fracciones fue determinada cuantitativamente por espectrometría gamma a partir de la emisión del pico de 59.54 keV, utilizando un

detector de Ge(i) Canberra y su sistema electrónico asociado.

La comparación entre la medida de un patrón de  $^{241}\text{Am}$  (preparado en la misma geometría en la que se recogen las fracciones) y las fracciones resultantes de cada elución indica el porcentaje de Americio recuperado en cada alícuota.

### 3.2.1 *Ensayo Muestra "blanco"*

Se realizó un primer ensayo experimental de elución con una muestra denominada "blanco" de  $^{241}\text{Am}$  en 25 ml de  $\text{HNO}_3$  2N.

Se siguió el procedimiento sugerido por la casa comercial:

- a) La disolución "blanco" se pasó por la columna TRU.Spec previamente acondicionada con  $\text{HNO}_3$  2N. Se recogió la fracción eluida y se lavó la columna con 25 ml de  $\text{HNO}_3$  2N. Estas fracciones se denominaron líquido de carga.
- b) Se lavó la columna con un volumen total de 100 ml de  $\text{HNO}_3$  2N (líquido de lavado)
- c) Se eluyó el americio con 10 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05 N (se recogen dos fracciones de 1 ml y ocho de 0.5 ml hasta completa elución del americio).

Los resultados obtenidos se representan en la fig. 3 (A y B). Se observa que sólo el 45.3 % de Americio se eluye en la fracción de  $\text{HNO}_3$  0.05N, mientras que hay una pérdida del 62.5% en el líquido de lavado.

Este resultado no se ajusta a lo predicho por la casa comercial, según la cual es posible lavar con  $\text{HNO}_3$  2N hasta un volumen total de 160ml (80 volúmenes de columna) sin pérdida de americio, recuperándose el 100% en una estrecha banda con  $\text{HNO}_3$  0.05N.

La elución del La y Ce según se menciona en el apartado 3.1 se produce después del lavado con 100 ml de  $\text{HNO}_3$  2N, siendo éste el volumen óptimo. Sin embargo se aprecia una pérdida de americio del 62 %. La rapidez del método compensaría esta pérdida de rendimiento.

### 3.2.2 *Muestras de sedimentos*

Se procedió a realizar el mismo ensayo pero con los interferentes químicos de la matriz de sedimento, por si su presencia, junto con una mayor fuerza iónica del medio, modificasen la retención del americio por este tipo de columnas.

Una muestra de sedimento marino de 10 g fue atacada con una mezcla de HF/ HCl/  $\text{HNO}_3$ , analizándose según el procedimiento esquematizado en la fig. 1 (A). hasta obtener la fracción de Americio.

- a) Se añadió  $^{241}\text{Am}$  a la fracción de americio.

- b) Se llevó a sequedad.
- c) Se añadieron 25 ml de  $\text{HNO}_3$  2N.
- d) Se pasó la disolución c) por la columna Elchrom TRU.Spec, recogiendo las fracciones eluidas. Se lavó la columna con 25 ml de  $\text{HNO}_3$  2N. Las alícuotas resultantes se denominaron líquido de carga en la fig. 4.
- e) Se lavó la columna con 100 ml de  $\text{NO}_3$  2N. Las fracciones se denominaron líquido de lavado
- f) Se eluyó el americio con 10 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05 N.

Los resultados se muestran en la fig. 4. El 100% de americio se pierde en el líquido de lavado.

### 3.2.3 Muestras de orina

Un ensayo experimental similar a los anteriores fue realizado con una muestra de orina real, siguiéndose todas las etapas del método de análisis de plutonio hasta obtener la solución nítrica que contiene, junto con el americio, todos los elementos químicos mayoritarios de esta matriz.

El procedimiento para la determinación de americio fue el siguiente:

- a) Se llevó a sequedad la fracción procedente de la purificación del plutonio según el esquema de la fig. 1 (B).
- b) Se disolvió el residuo en 15 ml de  $\text{HNO}_3$  2N. Esta solución es el líquido de carga de la columna, a la que se añadió una actividad conocida de  $^{241}\text{Am}$ , que se toma en las representaciones gráficas de las curvas de elución como 100%.
- c) Se pasó esta disolución por la columna (líquido de carga).
- d) Se lavó la columna con 50 ml de  $\text{HNO}_3$  2N (líquido de lavado).
- e) Se eluyó el americio con 10 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05N, recogiendo fracciones de 1 ml.

En la fig. 5. se ha representado la curva de elución del  $^{241}\text{Am}$ . Se representa el porcentaje de actividad eluida en cada fracción en función del volumen total pasado por la columna expresado en ml. Según se observa en la figura, hay una pérdida de un 5% del  $^{241}\text{Am}$  en el líquido de lavado.

Según el estudio de elución de elementos químicos recogido en el apartado 3.1 y según la composición química media de la orina, sería óptimo un lavado con 25 ml de  $\text{HNO}_3$  2N, evitando de esta manera la pérdida de rendimiento.

Se repitió el experimento anterior variando únicamente el volumen de lavado. Según se

observa en la fig. 6. todo el americio añadido aparece en la elución con  $\text{HNO}_3$  0.05N.

### 3.3 Método de análisis con trazador $^{243}\text{Am}$

El cálculo del rendimiento de la separación radioquímica se realiza utilizando Am-243 como trazador interno. El procedimiento consiste en añadir a la muestra una actividad conocida de este radionucleido, realizar el proceso completo de análisis (incluyendo la preparación de la fuente) y medir finalmente mediante espectrometría alfa. A partir del espectro obtenido se calcula la actividad encontrada de Am-243, y por tanto el rendimiento químico global de la separación. Este proceso ha sido realizado para cada tipo de muestra tal y como se describe en los apartados siguientes.

#### 3.3.1 Sedimentos

Se seleccionaron tres sedimentos procedentes de Tarragona, denominados URTAR 01,02 y 03, para la determinación secuencial del plutonio y americio.

Se añadieron los trazadores ( $^{242}\text{Pu}$  y  $^{243}\text{Am}$ ) a muestras de 10 g atacadas con  $\text{HF}/\text{HNO}_3/\text{HCl}$ , efectuándose posteriormente la separación analítica de los dos radionucleidos según el esquema de la fig. 1 (A). La fracción de americio en  $\text{HNO}_3$  8N se llevó a sequedad, procediéndose como se indica a continuación:

- a) Se disolvió el residuo en 10 ml de  $\text{HNO}_3$  2N. Se calentó sobre placa calefactora lentamente. Se espera un día a la desaparición de la coloración roja debida al hierro.
- b) El vaso del apartado a) se lavó con 10 ml de  $\text{HNO}_3$  2N, que se añadieron a la columna.
- c) Se lavó la columna con 30 ml de  $\text{HNO}_3$  2N.
- d) Se eluyó el Am (desechando las 50 primeras gotas) con 8 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05 N.
- e) Se electrodepositó el americio sobre un disco de acero inoxidable en medio  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{SO}_4^{2-}$ , a una intensidad de corriente de 1.2 A y con un ánodo de Pt espiral (ver método normalizado).
- f) Al desmontar la célula, se observó en las tres muestras un depósito superficial blanquecino, que podría deberse al La o Ce.

Las muestras fueron medidas en un espectrómetro alfa con detectores de Si implantado ( $450 \text{ mm}^2$  de área activa) y con una resolución para muestra electrodepositada de Am de 17 KeV, en la misma geometría que las muestras (discos de 2.5 cm de diámetro).

Los resultados del análisis espectral se muestran en la fig. 7 (B, C y D). El rendimiento químico es muy bajo, entre el 5% y 8%, lo que indica un electrodepósito no cuantitativo y la presencia de algún interferente químico. El análisis de este interferente químico fue realizado mediante microscopía de electrones sobre el disco de acero, y posterior

espectroscopía de rayos X para identificar los elementos ( fig. 8.). Los espectros obtenidos por este procedimiento muestran dos zonas perfectamente definidas: una zona clara donde se ha identificado como posible elemento Si, P, o Pt, y una zona oscura cuyo elemento constituyente es el Sc. En la fig. 9 (A,B,C y D) se representan los espectros del acero de la plancheta: A, de la zona negra: B, de la zona blanca: C y de la totalidad suma de las dos zonas. Se ha identificado como Sc el interferente principal. El Sc es parte constituyente de los sedimentos y podría seguir al Am en todo el proceso de separación.

### 3.3.2 Muestras Biológicas

Una vez establecidas las condiciones óptimas de elución del americio para el tipo de muestras descrito en el apartado 3.2.2, se realizó una determinación conjunta de Pu y Am en muestras de orina y heces. En este caso se añadió a las muestras una actividad conocida de  $^{243}\text{Am}$ .

Tras el paso por columna de las muestras (de acuerdo con lo descrito en el apartado 3.2.2) el eluido se llevó a sequedad, electrodepositando según el método del  $\text{SO}_4\text{H}_2/\text{SO}_4^{2-}$  durante una hora a una intensidad de corriente de 1.2 A. Como ánodo se empleó un electrodo de Pt tipo espiral y una célula de teflón.

Una vez preparada, la fuente se midió en un equipo de espectrometría alfa (cuyos detectores se describieron en el apartado anterior). El espectro obtenido se muestra en la fig. 10 y corresponde a una recuperación del trazador del 78%. En el caso de las muestras de heces el resultado fue igualmente satisfactorio.

## 4. METODOS PROPUESTOS

### 4.1 Métodos propuestos para sedimentos

En este tipo de análisis, la cantidad de muestra a tomar viene determinada por la actividad de  $^{241}\text{Am}$  presente en la misma; si la actividad de este radionucleido oscila entre 0.3 y 3 Bq, es necesario tomar muestras de 10 g, mientras que actividades más elevadas, entre 5 y 50 Bq, permiten trabajar con cantidades de muestra más pequeñas, entre 1 y 2 g.

Según lo descrito en el apartado 3.3.1, dos constituyentes naturales de los sedimentos como el Sc y el La, constituirían un grave inconveniente a la hora de trabajar con muestras de 10 g, puesto que su proporción es suficiente para inhibir la electrodeposición del americio. La solución en este tipo de situaciones consistiría en emplear una segunda columna para aislar estos elementos, tal y como se describe en el apartado 4.1.1.

Este problema no se plantea sin embargo en el caso de muestras con una actividad de Am-241 entre 5 y 50 Bq, siendo posible trabajar con cantidades de muestra mucho más pequeñas, del orden de 1 ó 2 g, y aplicar el método que se intentaba desarrollar, como se recoge en el apartado 4.2.2.

#### 4.1.1 Método para muestras con actividad de Americio entre 0.5 y 3 Bq/Kg

- a) Se toman 10 g de sedimento y se someten al tratamiento químico de separación del plutonio y americio y se realizan los pasos b) al h) del apartado anterior
- b) Disolver el residuo en 2 ml de HCl 12N y evaporar a sequedad
- c) Añadir 4 ml de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  6M, neutralizar el ácido con adición de  $\text{NH}_4\text{OH}$  1M hasta que el color rosa desaparezca. Restaurar el color con adición de HCl 0.2N ( Ligeramente ácido pH entre 1 y 2) No debe haber hidróxido de hierro precipitado. No se debe exceder de 5 ml.
- d) Transferir la solución a la columna (preparada según se describe en la nota1). No esparcir la muestra por las paredes. Hacerlo con pipeta en pequeñas porciones. Debe dejarse decantar antes de añadir la siguiente alicuota.
- e) Añadir 3 porciones sucesivas de 2 ml de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  2M
- f) Eluir los lantánidos con 130 ml de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  2M.( Velocidad de flujo: 0.7-1.2 ml/min). Desechar esta fracción.
- g) Eluir el Am con 70 ml de HCl 4M.
- h) Recoger y añadir 10 ml de  $\text{HNO}_3$  16N a un vaso con agitador magnético en placa calefactora. Evaporar hasta humos de  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Esta operación se ha de hacer en vitrina ya que se desprende  $\text{NO}_2^+$  muy corrosivo.
- i) El residuo se electrodeposita de la manera habitual.

Nota 1: La columna mide 1 cm de diámetro y 20 de longitud, contiene un resina AG 1x8, de 100-200 mallas en forma Cl<sup>-</sup>, y se acondiciona con 200 ml de HCl 4M, 100 ml de HCl 0.01M y 50 ml de  $\text{NH}_4\text{SCN}$  2M.

\* Ver espectro fig. 11 (C). correspondiente a una muestra real de sedimento denominada PASD08.

#### 4.2.2 Método para muestras con actividad de Americio entre 5 y 50 Bq/Kg

- a) Se toman de 1 a 2 g de sedimento y se someten al tratamiento químico de los normalizados. El líquido efluente de la columna en medio  $\text{NO}_3\text{H}$  8N que contiene Am se lleva a sequedad.
- b) Se disuelve el residuo obtenido en el apartado a) en 10 ml de  $\text{NO}_3\text{H}$  2N.
- c) La disolución resultante se pasa por una columna de 2 ml TRU.Spec, previamente acondicionada con 5 ml de  $\text{NO}_3\text{H}$  2N.
- d) Se lava el vaso con porciones sucesivas de  $\text{NO}_3\text{H}$  2N hasta un total de 10 ml.
- e) Se lava la columna TRU.Spec con 30 ml de  $\text{HNO}_3$  2N.

- f) Se eluye el Am con 6 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05N (desechando las 50 primeras gotas).
- g) Se lleva sequedad el líquido de elución del apartado f).
- h) Se trata con  $\text{HNO}_3$  cc varias veces hasta la desaparición de la materia orgánica.
- i) Se electrodeposita en planchetas de acero según el procedimiento normalizado.
- j) Se mide por espectrometría alfa.

#### **4.2 Método propuesto para muestras biológicas**

- a) La fracción de la columna que contiene el americio (en medio  $\text{NO}_3\text{H}$  8N) se lleva a sequedad.
- b) El residuo se disuelve en 10-15 ml de  $\text{NO}_3\text{H}$  2N.
- c) Se pasa por una columna previamente acondicionada con  $\text{NO}_3\text{H}$  2N.
- d) Se lava con 25 ml de  $\text{HNO}_3$  2N.
- e) Se eluye el Am con 10 ml de  $\text{HNO}_3$  0.05 N
- f) Se lleva a sequedad esta última fracción.
- g) Se trata con  $\text{HNO}_3$  cc varias veces, hasta la desaparición de la materia orgánica.
- h) Se electrodeposita en planchetas de acero según procedimiento.
- i) Se mide por espectrometría alfa.

#### **5. CONTROL DE CALIDAD ANALÍTICO**

Para verificar que el procedimiento aplicado es válido para la determinación analítica del americio en sedimentos, se aplicó el procedimiento a dos muestras patrón IAEA-368 y NBS-4353 con actividad certificada de americio, realizándose el análisis sobre 1 y 10 g respectivamente.

El rendimiento químico obtenido fue bajo y por tanto alta la incertidumbre asociada al valor final. Sin embargo, en el espectro alfa obtenido (fig.11 A y B) no se aprecia la existencia de ningún interferente espectrográfico, con una concordancia entre resultados aceptable, según se muestra en la tabla 18.

Por otra parte, se realizó asimismo el análisis de dos muestras de intercomparación cuyos espectros se representan en la fig.11 (D). Los valores correspondientes a la actividad de



$^{241}\text{Am}$  encontrada se recogen en la tabla 19. Los resultados de esta intercomparación no se conocerán hasta finales de año.

En el caso de muestras biológicas, se efectuó el análisis de muestras de heces correspondientes al ejercicio de Intercomparación Radiotoxicológica del año 1993 organizado por CEA-COGEMA. La muestra analizada correspondía a una solución ácida de 3 g de cenizas de heces conteniendo  $^{239+240}\text{Pu}$ ,  $^{238}\text{Pu}$  y  $^{241}\text{Am}$ . El resultado del Laboratorio de Bioeliminación junto con el valor medio (de un total de 20 laboratorios europeos participantes) y error asociado para el resultado de  $^{241}\text{Am}$  aparece en la tabla 20.

## 6. CONCLUSIONES

El método con columna de intercambio Eichrom se puede utilizar con buenos rendimientos, resolución y ausencia de interferentes para muestras biológicas, no siendo aconsejable el uso para sedimentos marinos a no ser que la actividad se halle comprendida en el rango de 5 a 50 Bq/ Kg ( orientativo ) y se analice 1 g de muestra. En el caso de no ser así sería necesaria una segunda columna de eliminación de lantánidos para obtener buenos rendimientos y una pérdida de resolución compatible con el análisis de  $^{241}\text{Am}$

## 7. AGRADECIMIENTOS

A la Dra. Ana Lancha del departamento de Metalurgia del CIEMAT por sus comentarios y realización de la microscopía electrónica de las planchetas de acero y su análisis cualitativo. Al Dr. Alberto Quejido del departamento de Química de la División de Tecnología Nuclear por su aportación del análisis de cationes de la muestra.

## 8. BIBLIOGRAFIA

- (1) A procedure for analysis of Americium in marine environmental samples  
R.Bojanowski et al. On Reference Methods for Marine Radioactivity Studies II.pag 77.  
IAEA Vienna 1975.
- (2) Methods for radiochemical analysis of Pu,Am and Cm. Holm, E.Ballestra, S.  
Measurements of Radionuclides in Food and the Environment. IAEA. Pag 105.Vienna  
1989.
- (3) Método para la determinación de  $^{241}\text{Am}$  en sedimentos marinos.Normalizado  
CIEMAT.MA2.L.Romero 1990.
- (4) Bentley,G.E,Daniels W.R (1971) LA-4756.Alamos National Laboratory.US.Dept of  
Energy.
- (5) Mathew,E et al. J.Radioanalytical Chem 62,267-278.
- (6) Mayor,W.J et al. NVO-153 (1975) UC-2 Nevada Applied Ecology Group. Las Vegas  
Nevada.
- (7) Hodge,V.F et al. (1974) Anal Chem 46,1334-1336
- (8) Extraction Chromatographic Material for Rapid Separation of the Transuranic  
elements.Elchrom,Industries.Not authors.8. BIBLIOGRAFÍA

## ANEXO I. MÉTODOS DE EXTRACCIÓN SECUENCIAL DE PU Y AM.



TABLA 1

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

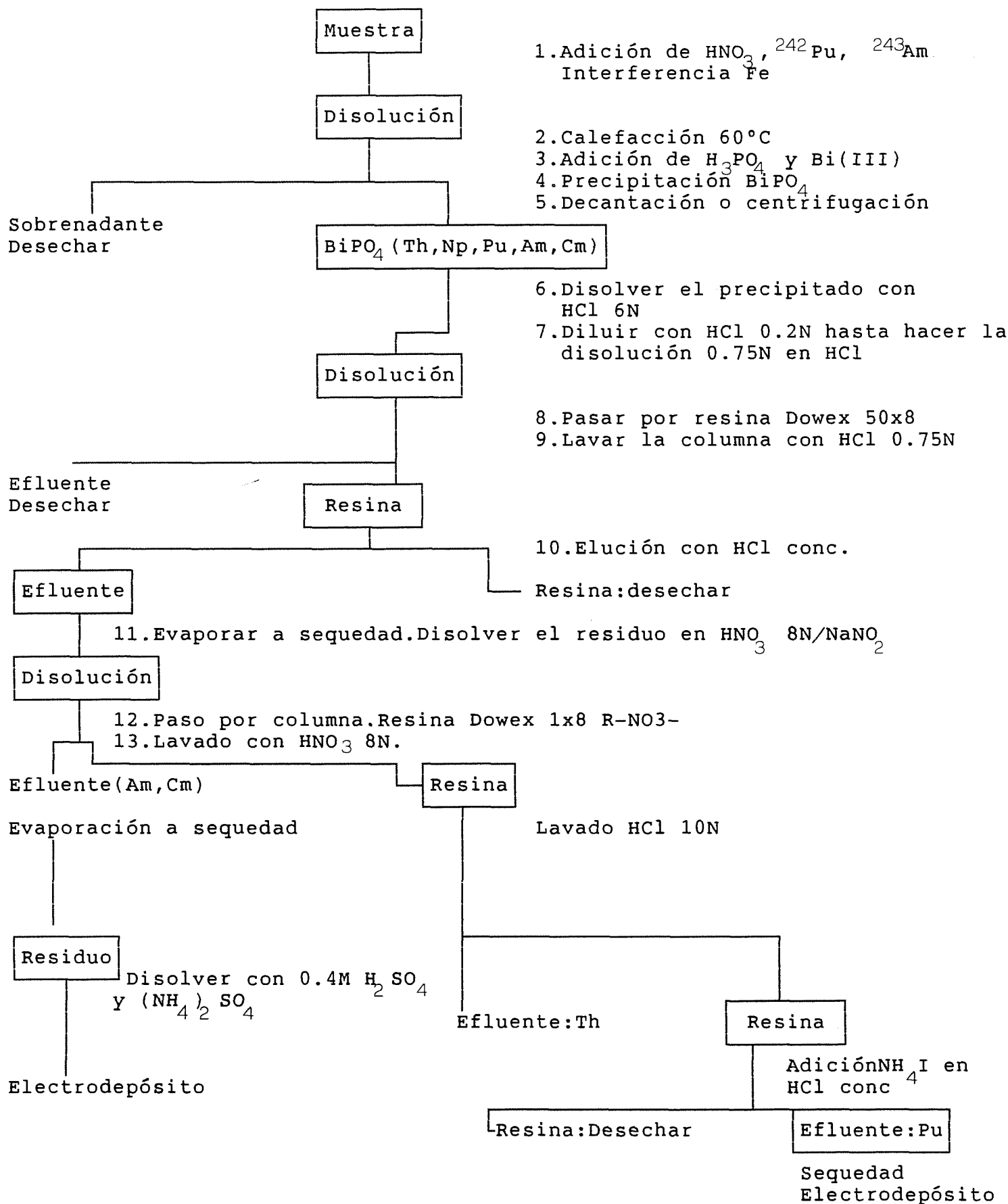


TABLA 2

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

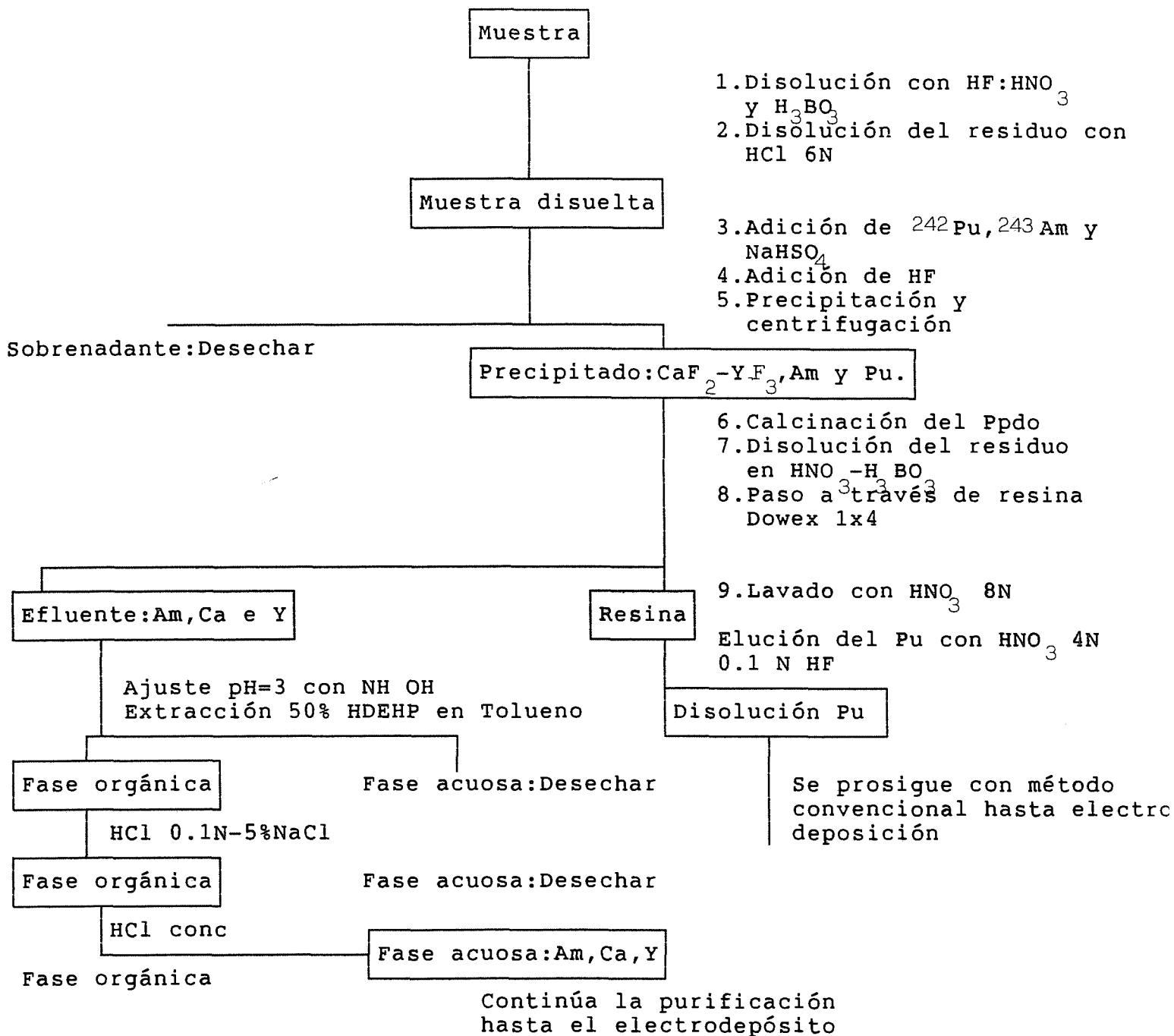


TABLA 3

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

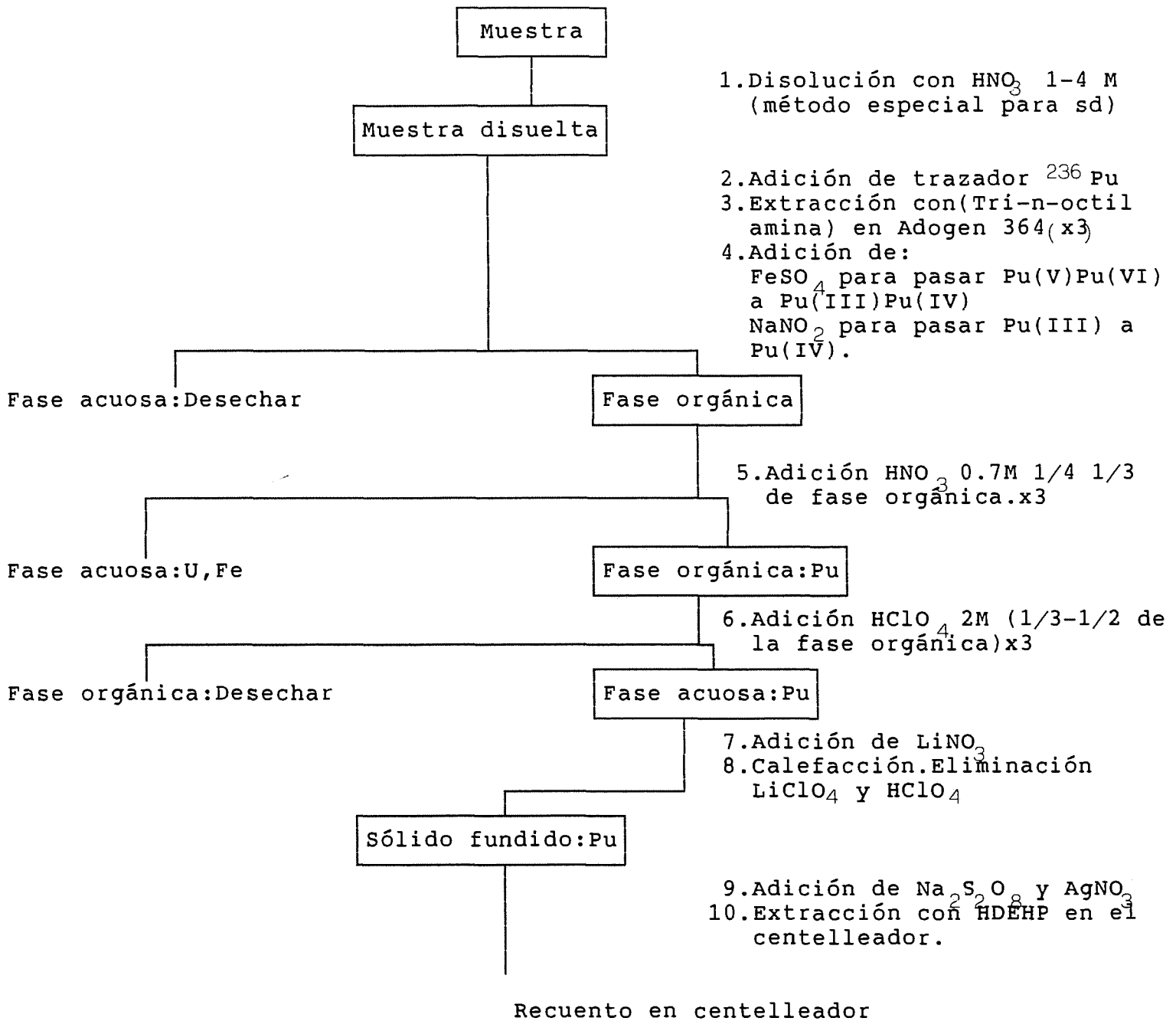


TABLA 4

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

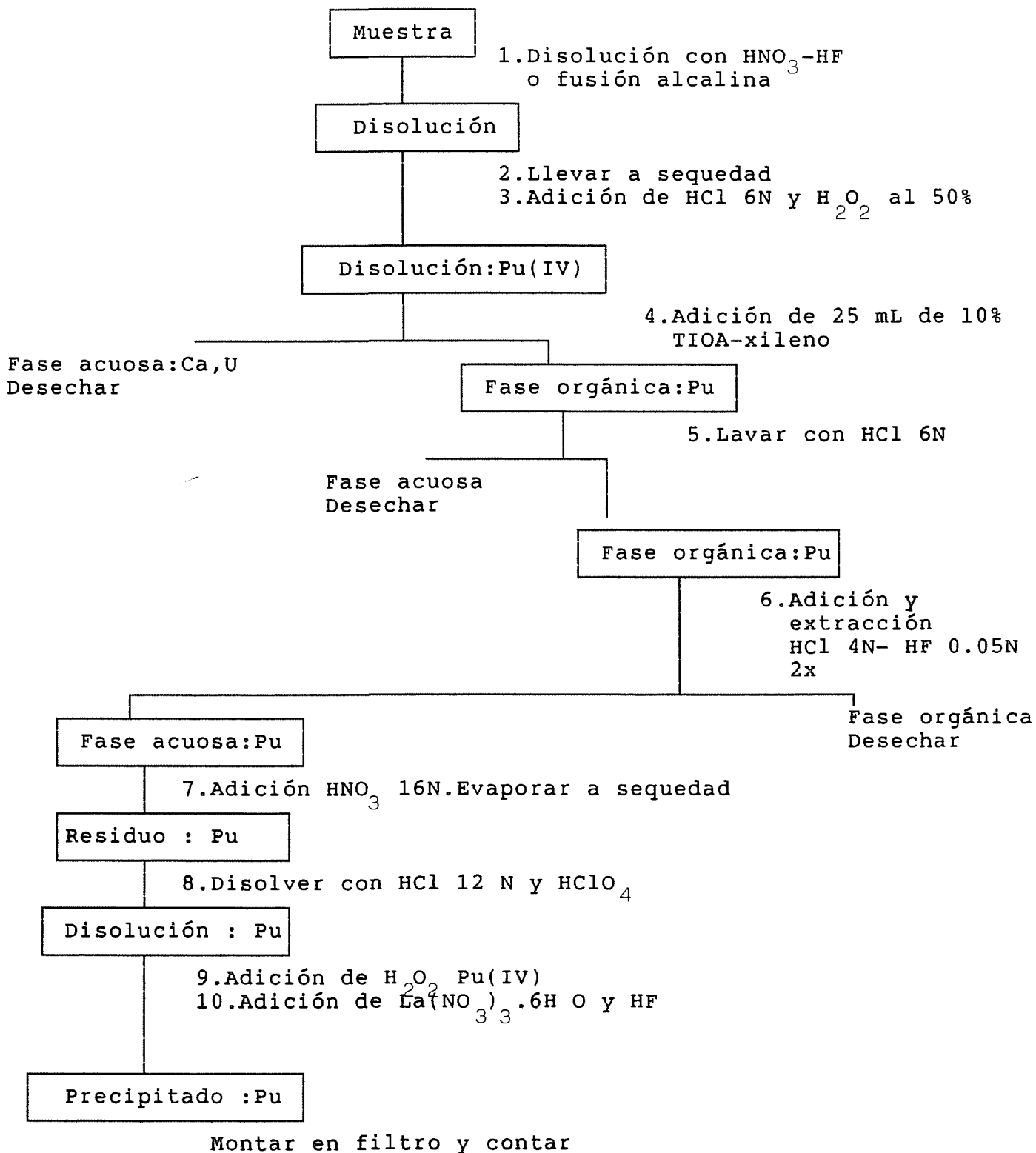




TABLA 5

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

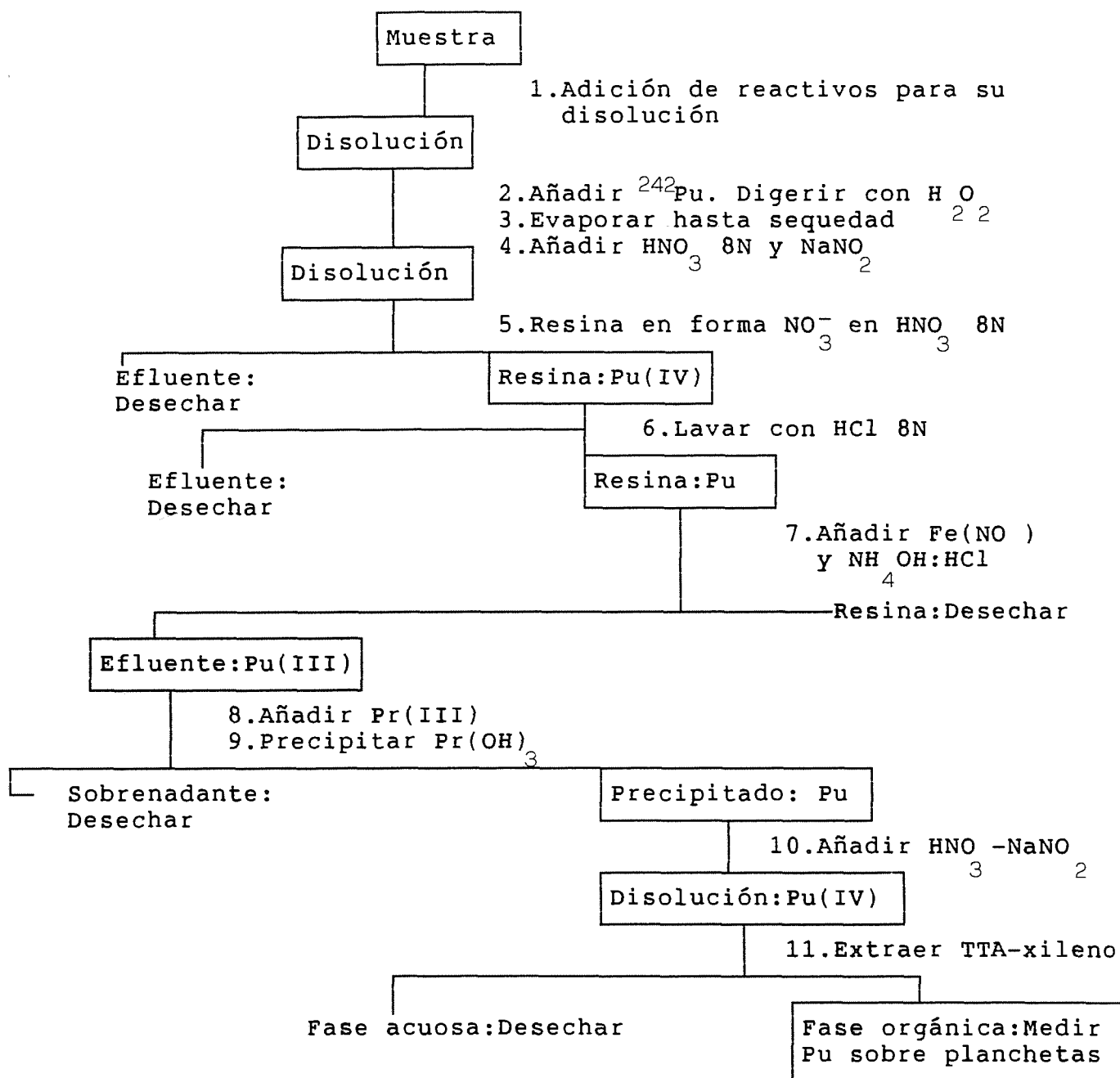


TABLA 6

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

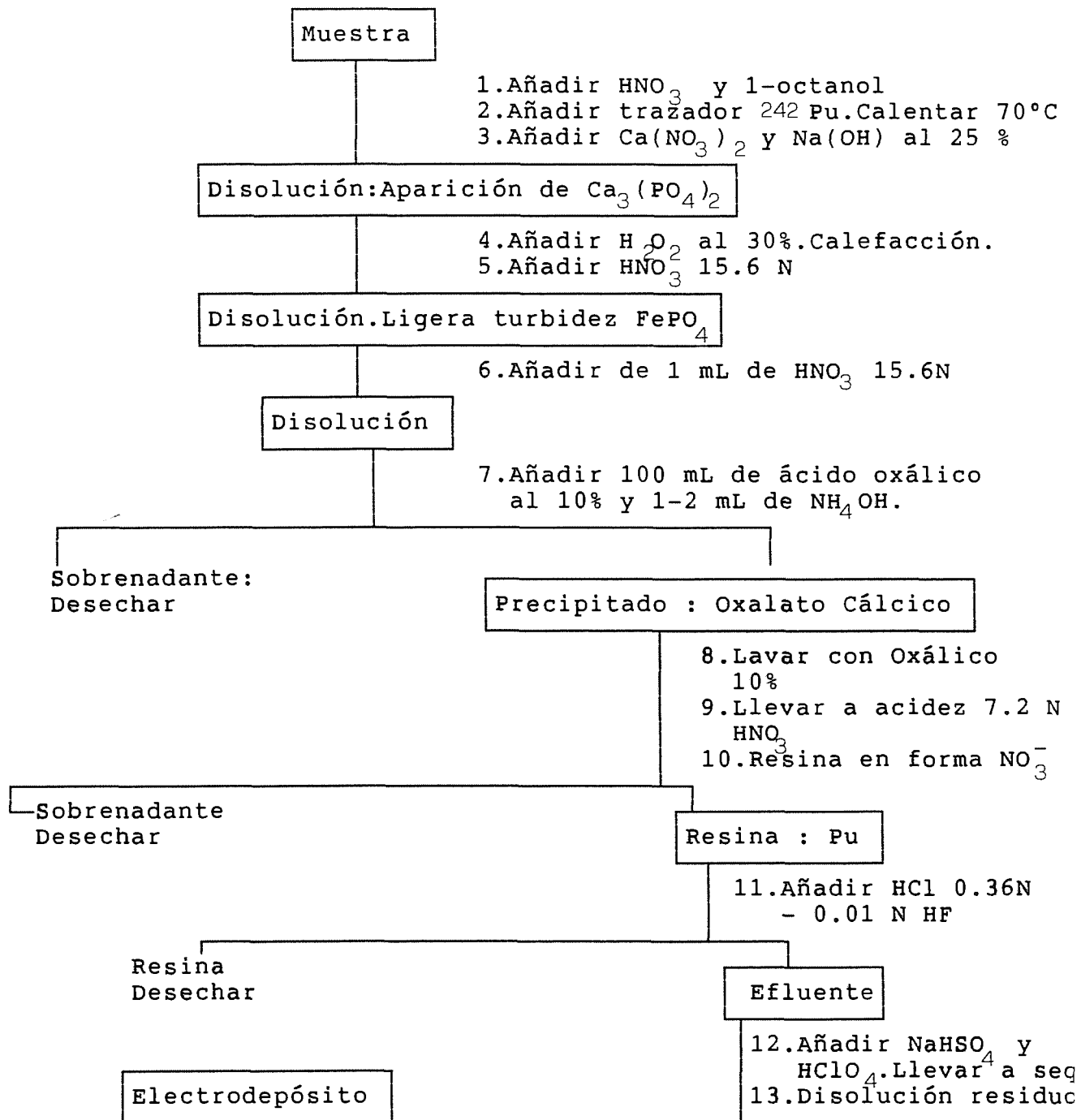


TABLA 7

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

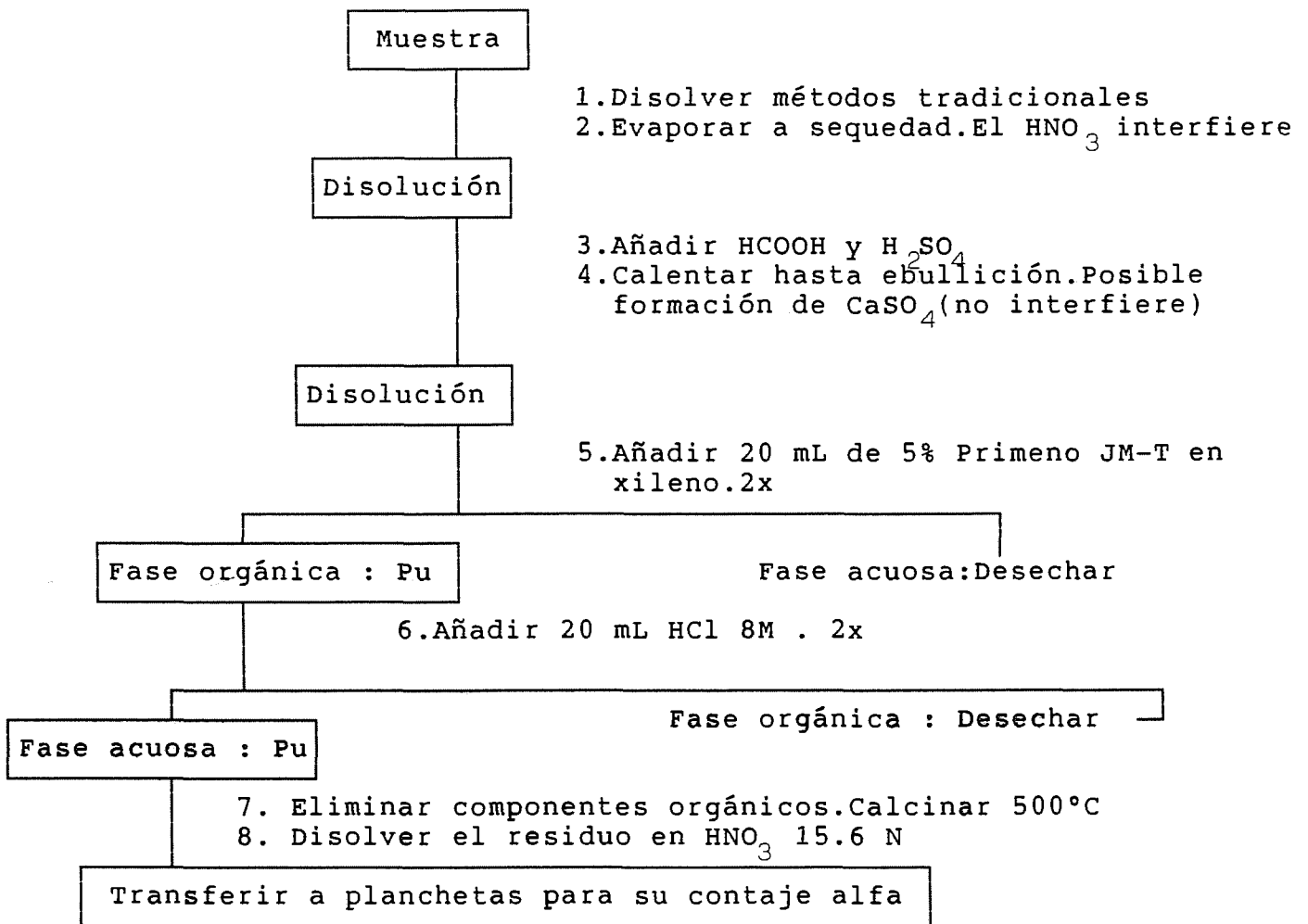


TABLA 8

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

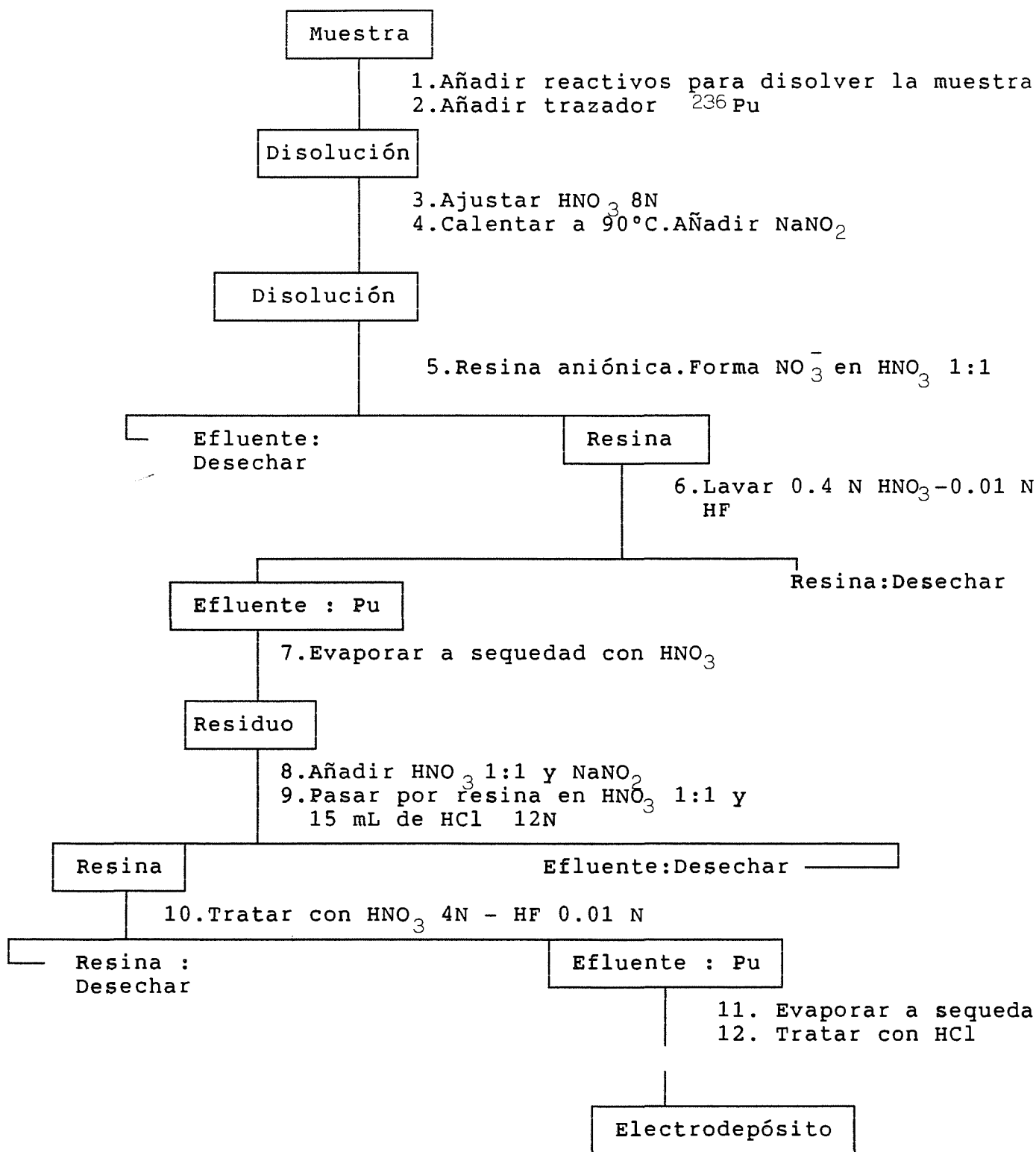


TABLA 9

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

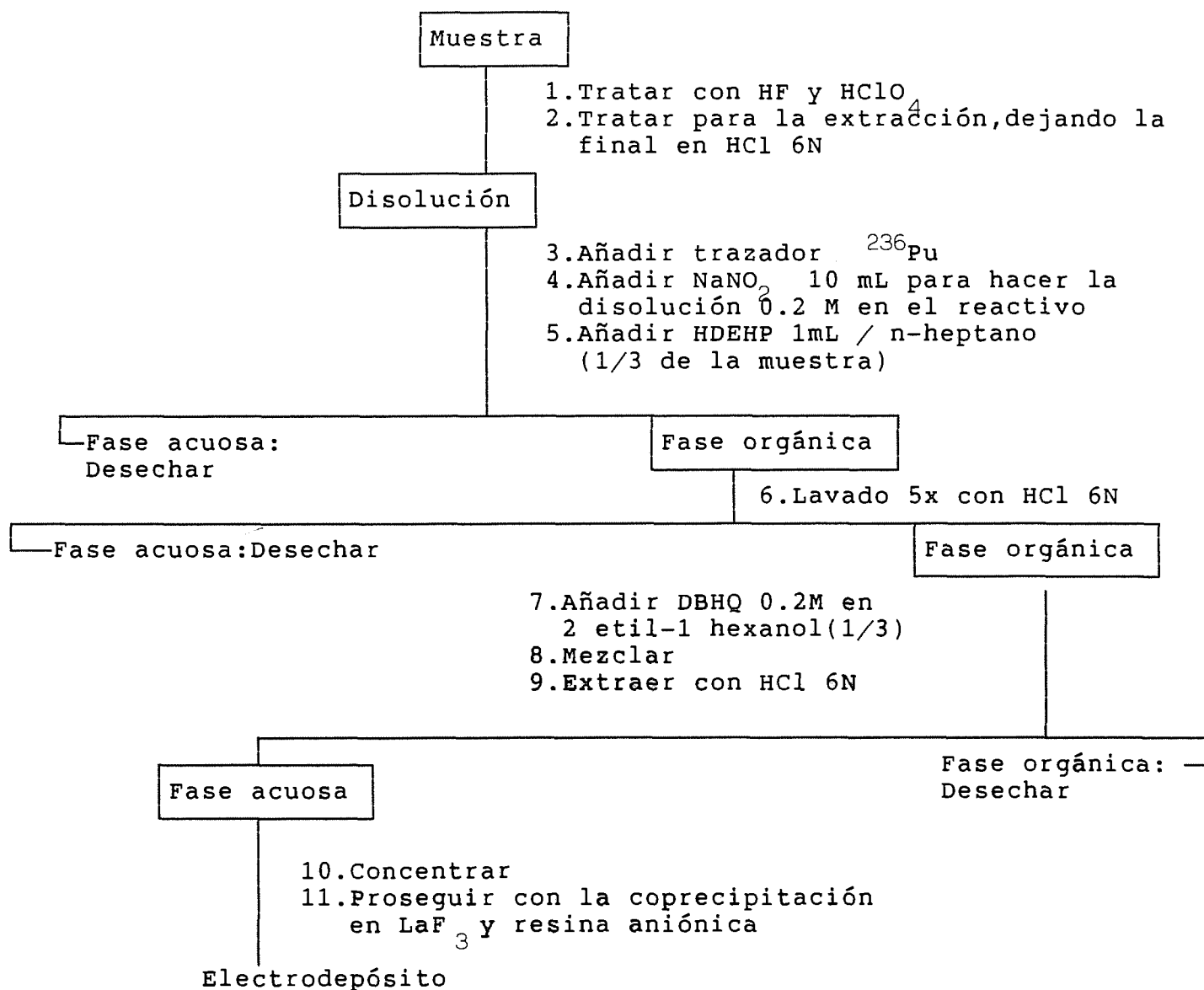


TABLA 10

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

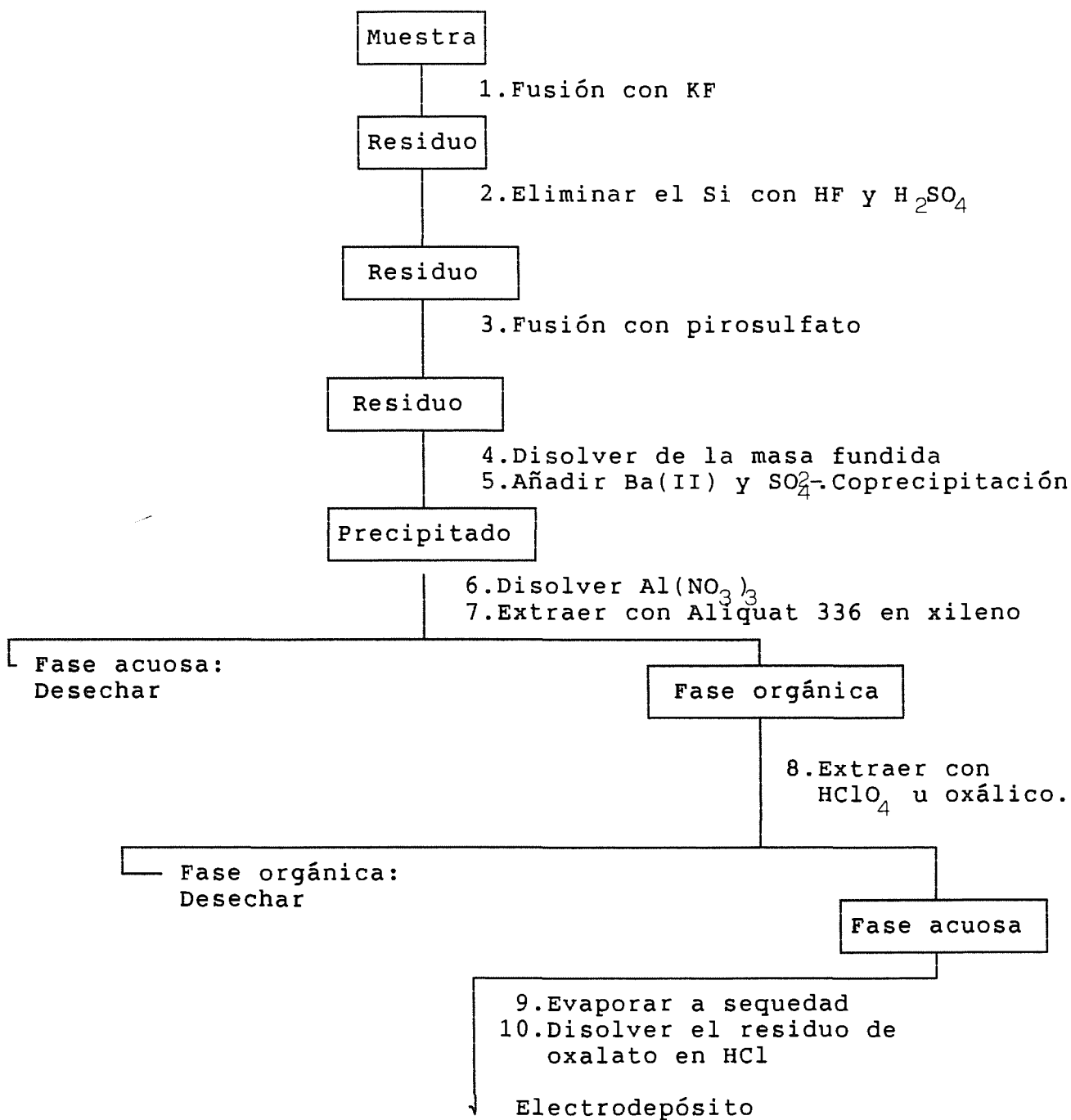
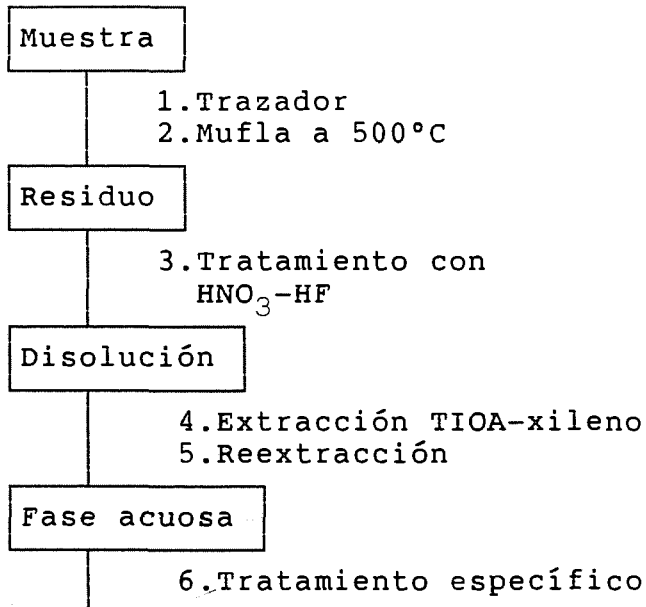


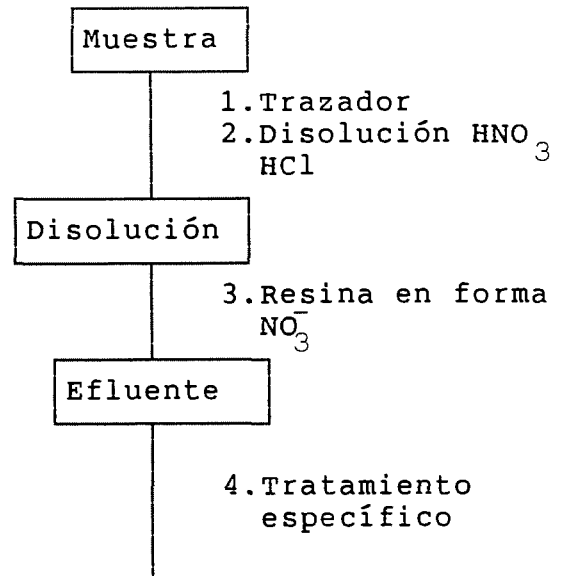
TABLA 11

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

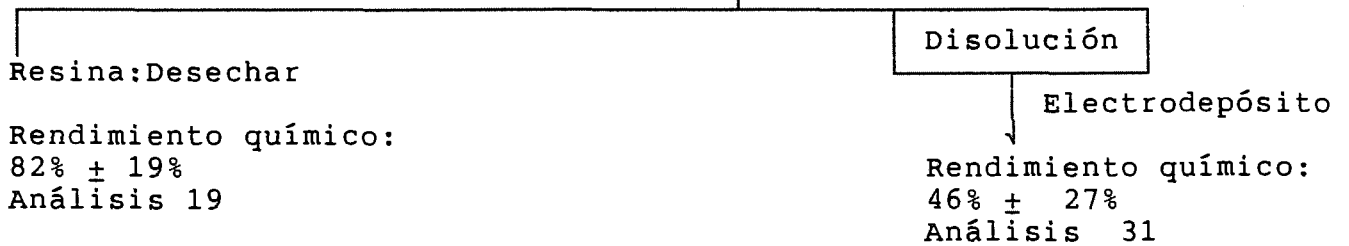
Método Mound



Método general



Resina en forma Cl



**TABLA 12**  
**Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio**

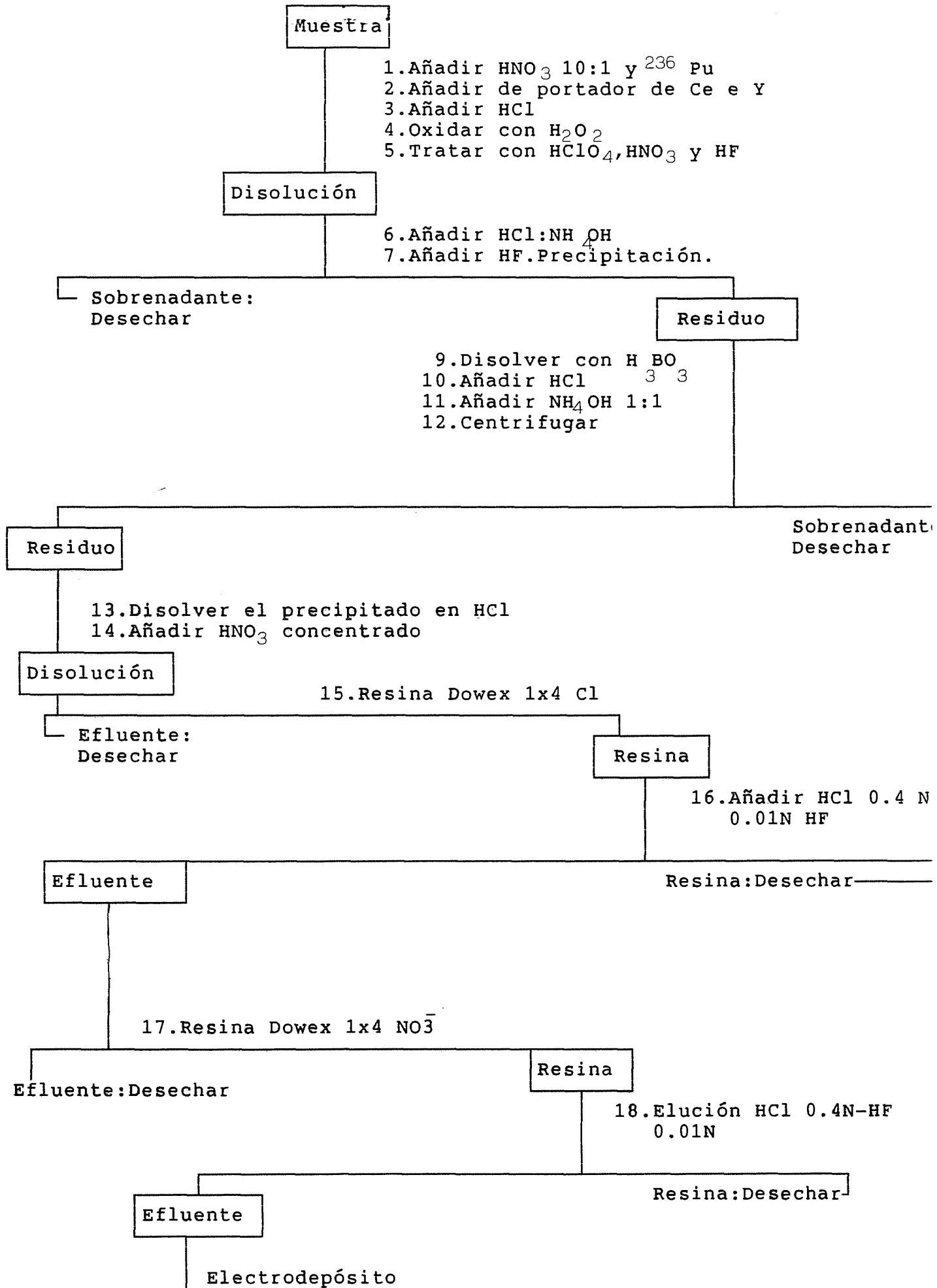




TABLA 13

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

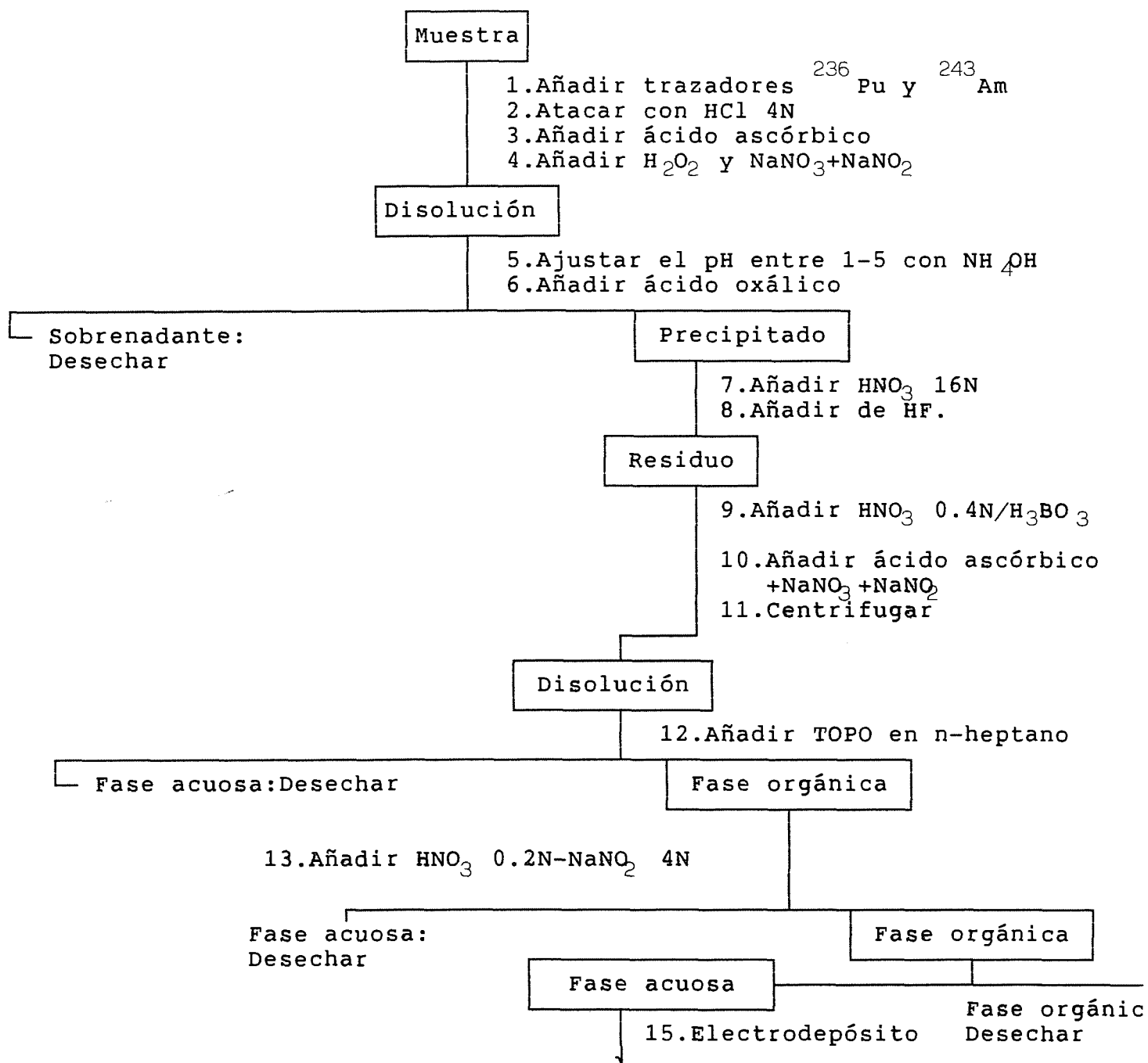


TABLA 14

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

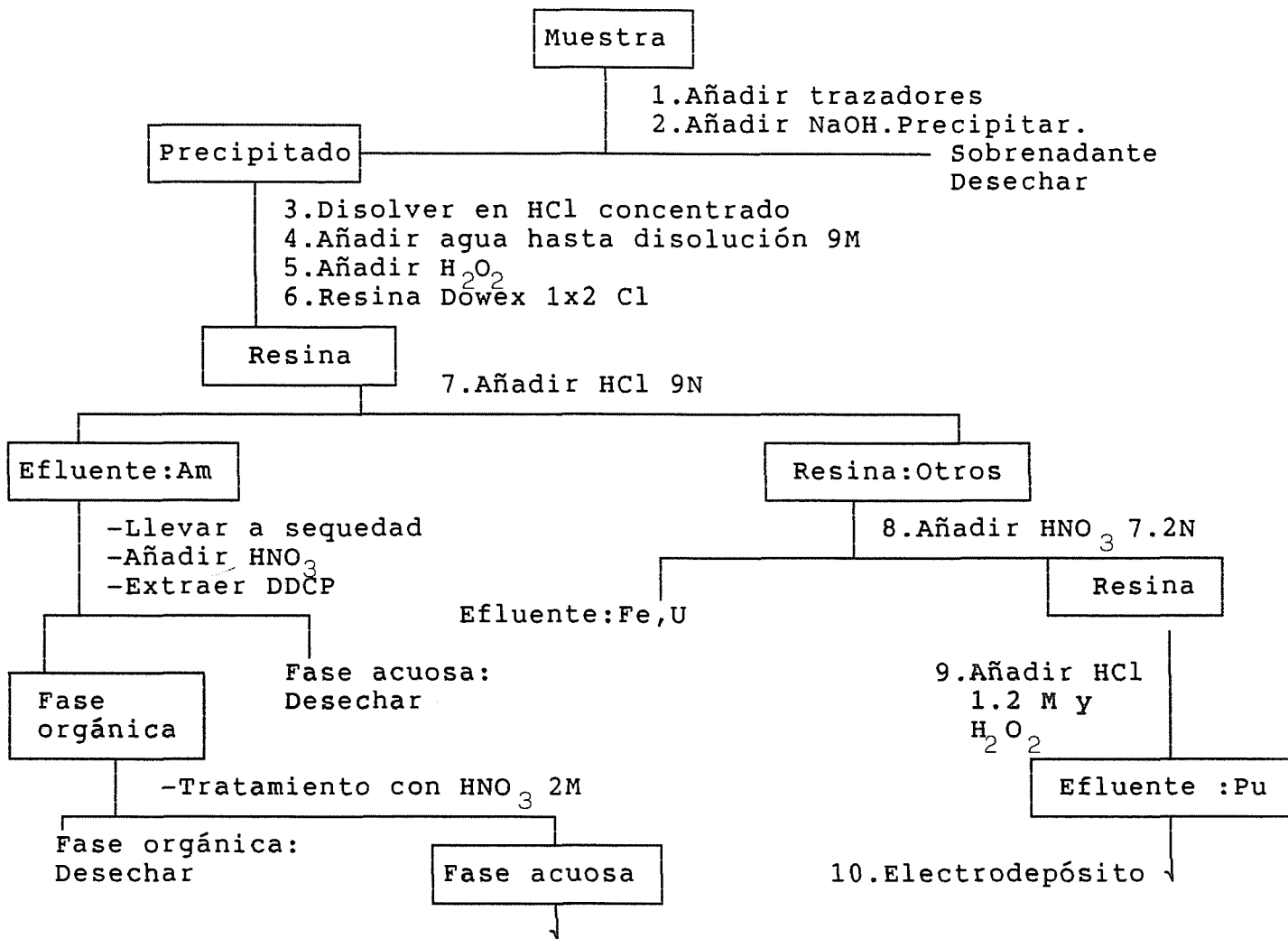


TABLA 15

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

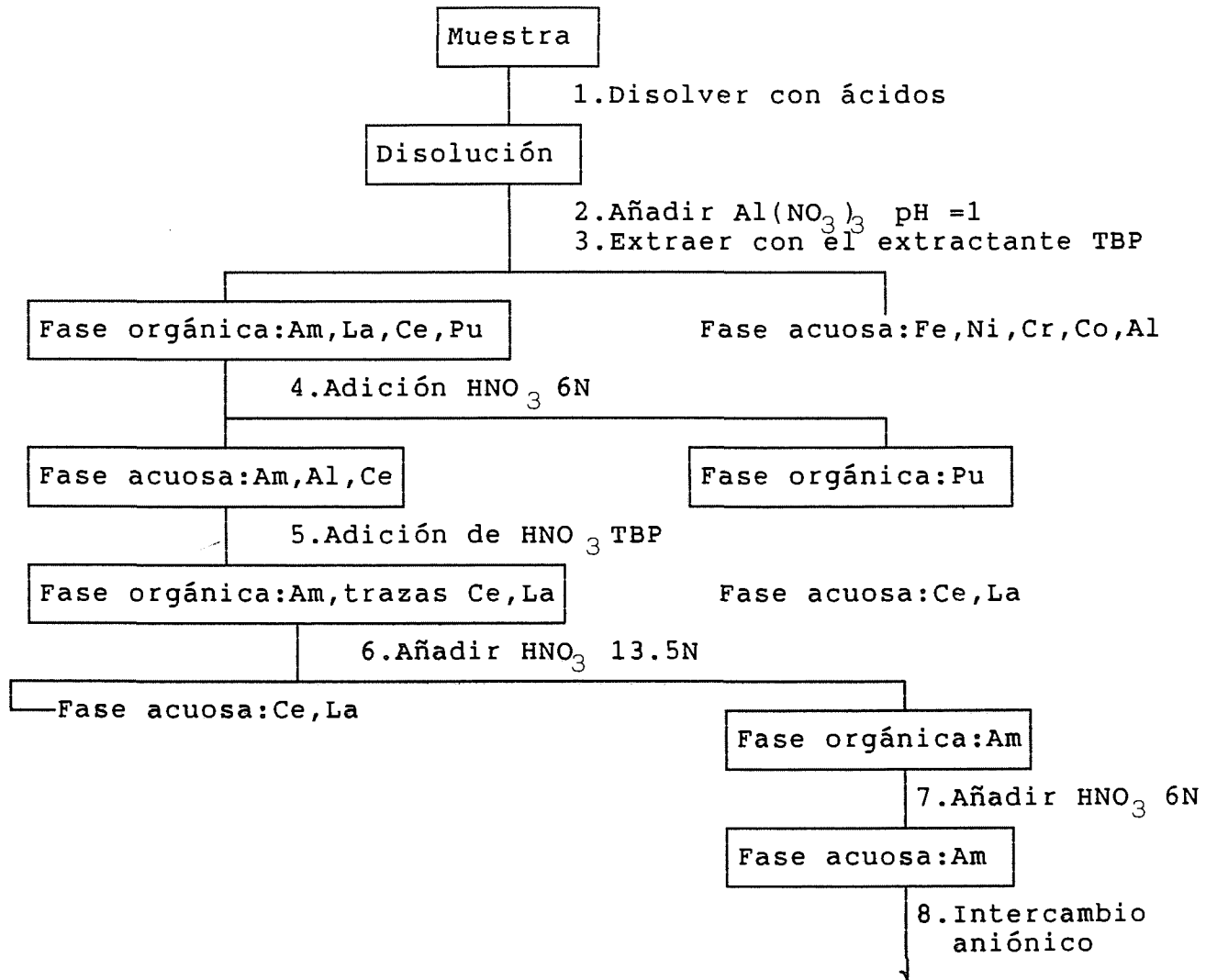


TABLA 16

Esquema de un método para la extracción secuencial de Plutonio y Americio

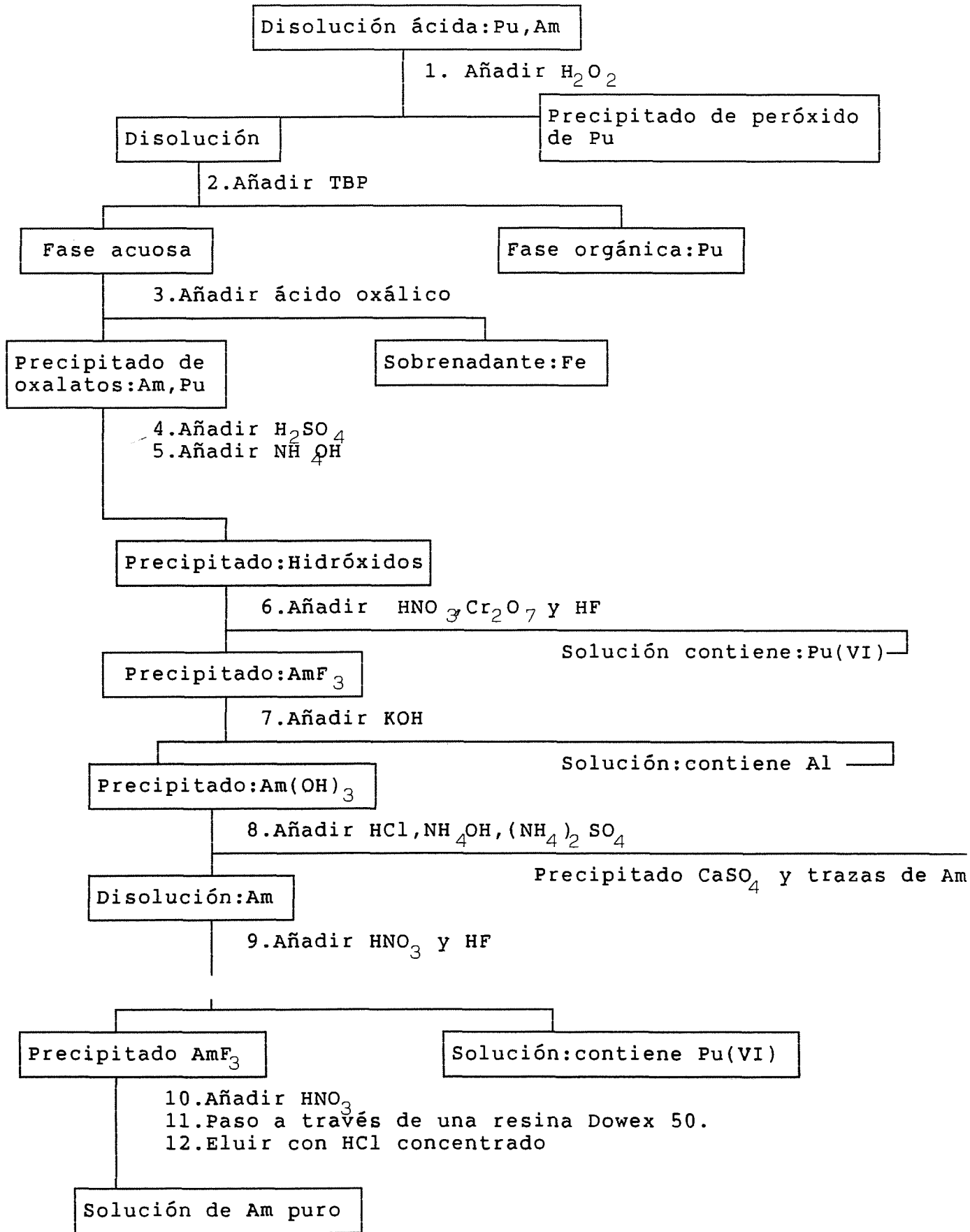


Tabla 16

## Método de separación del Plutonio y Americio

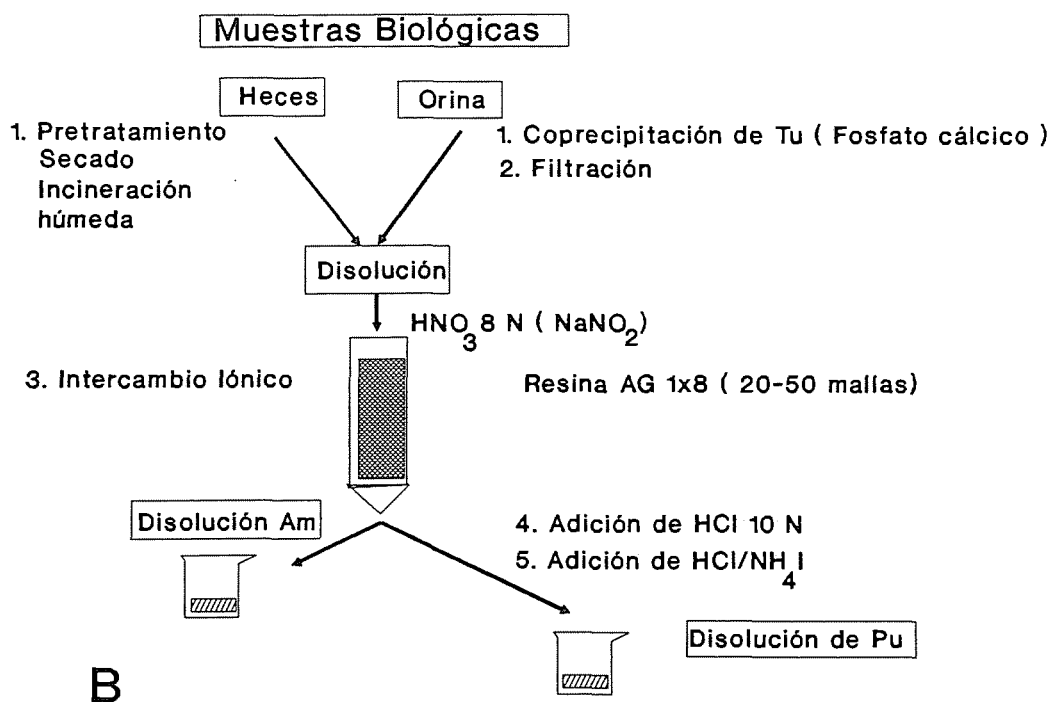
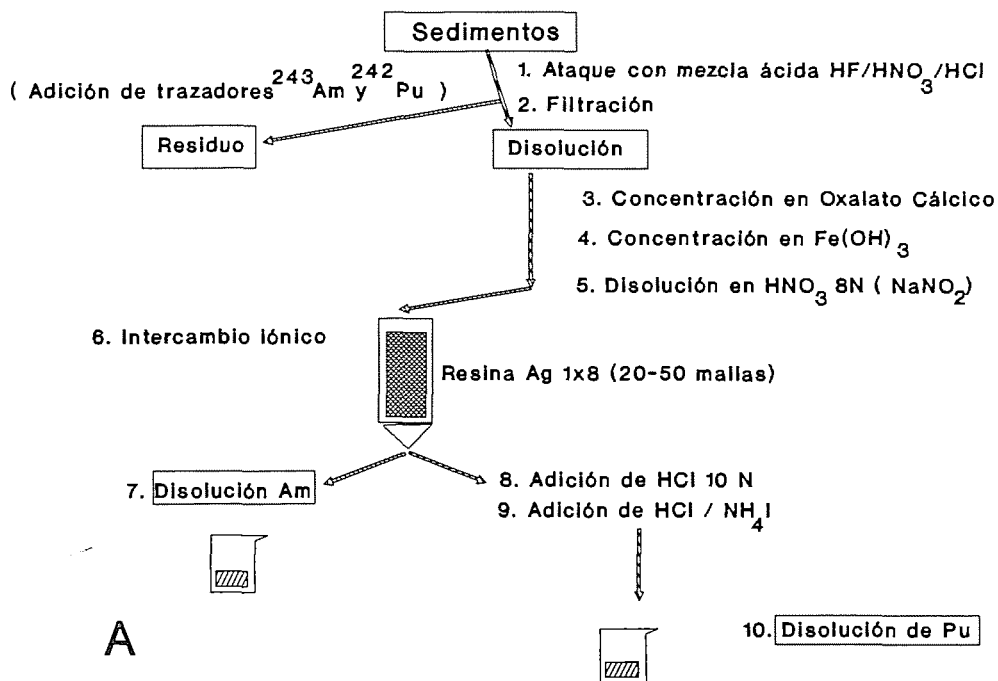
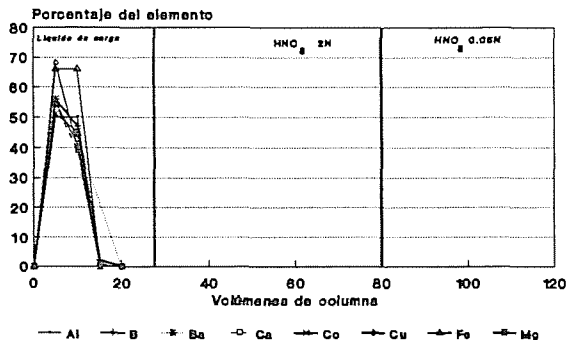


Fig. 1

Esquemas de los métodos de separación de Pu y Am utilizados en este trabajo  
( A ) Sedimentos marinos ( B ) Muestras biológicas

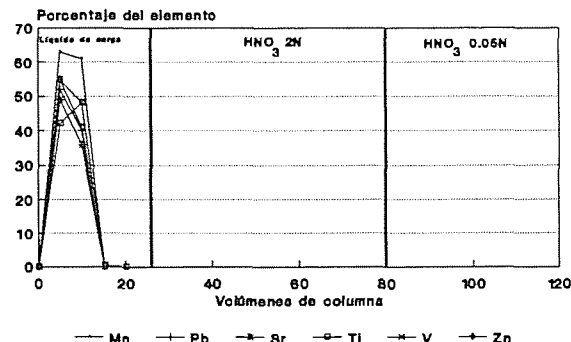
# A

Elución de Al, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe, Mg  
Matriz de sedimento



# B

Elución de Mn, Pb, Sr, Ti, V y Zn  
Matriz de sedimento



# C

Elución de Ce, La e Y  
Matriz de sedimento

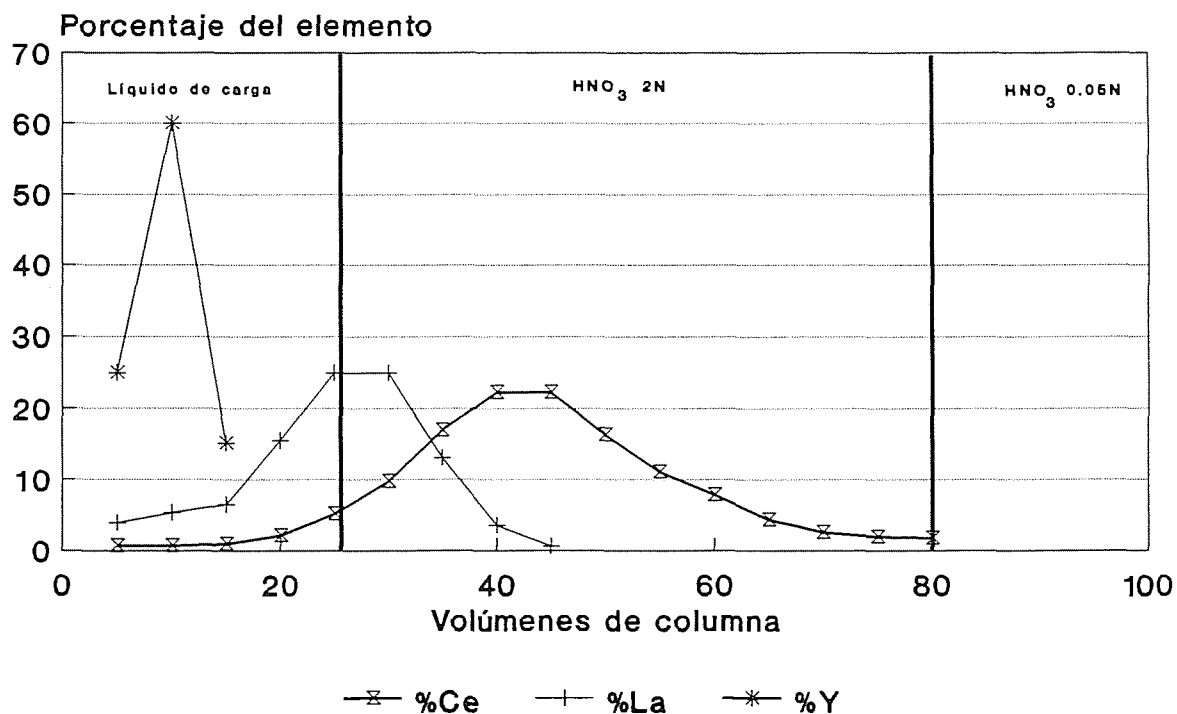
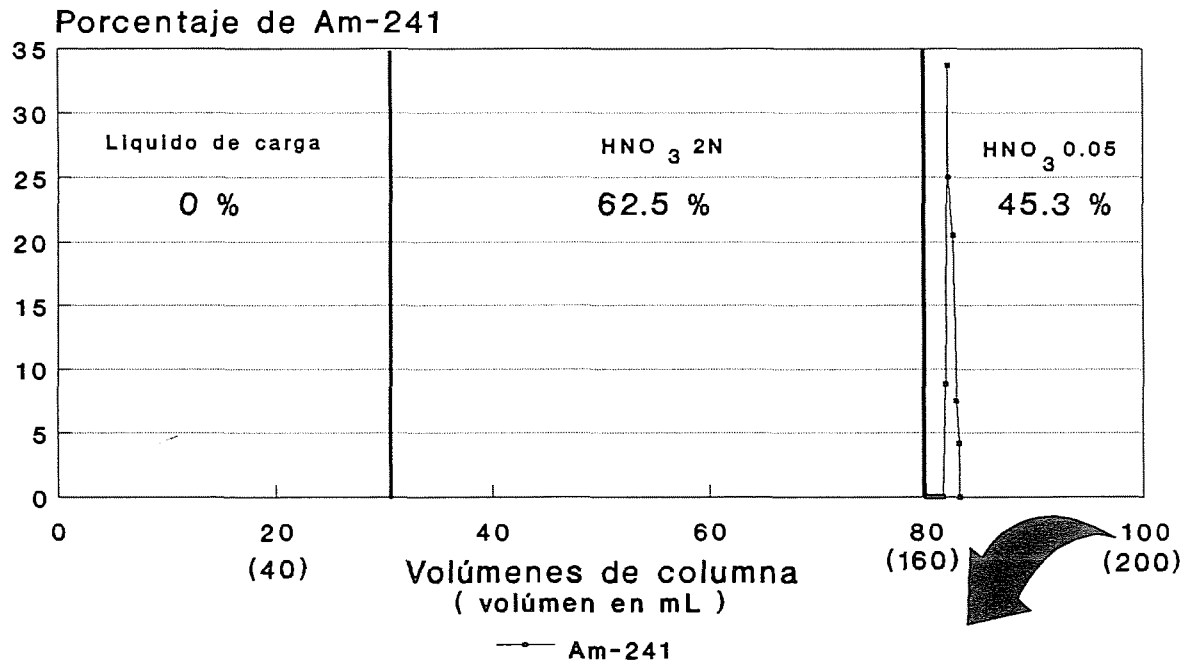


Fig. 2

Curva de elución de elementos metálicos interferentes contenidos en la fracción de Am expresada en porcentaje de elemento eluído ( A ) Al, B, Ba, Ca, Co, Cu, Fe y Mg ( B ) Mn, Pb, Sr, Ti, V y Zn ( C ) Ce, La y Y

# A Curva de elución de Am<sup>241</sup> en función de volúmenes de columna



# B Curva de elución en HNO<sub>3</sub> 0.05N

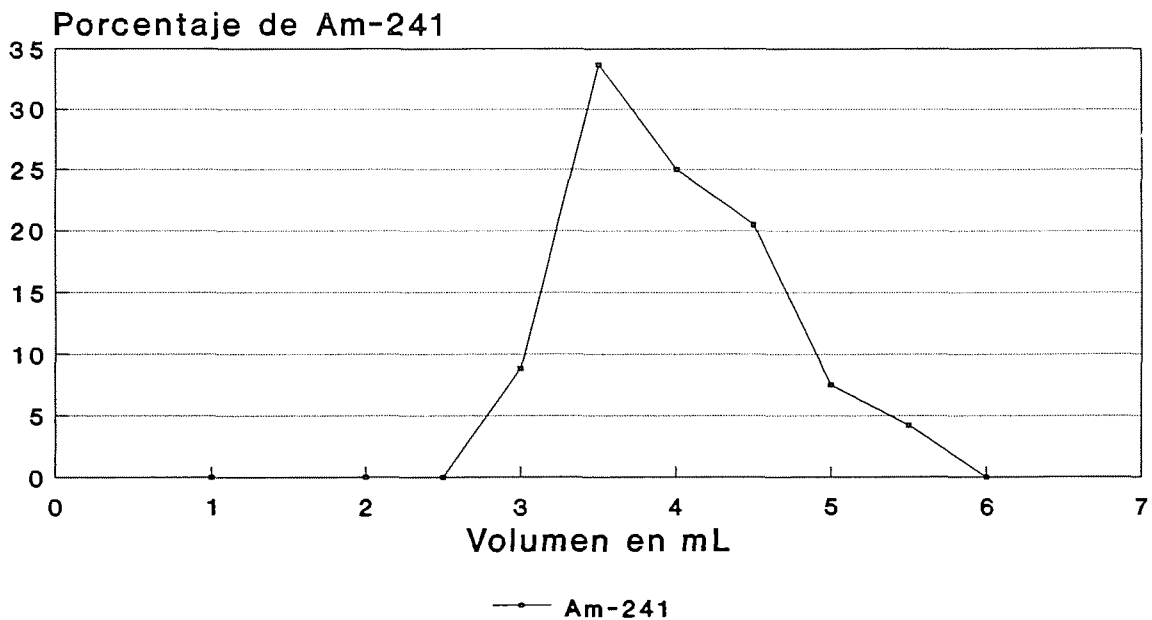
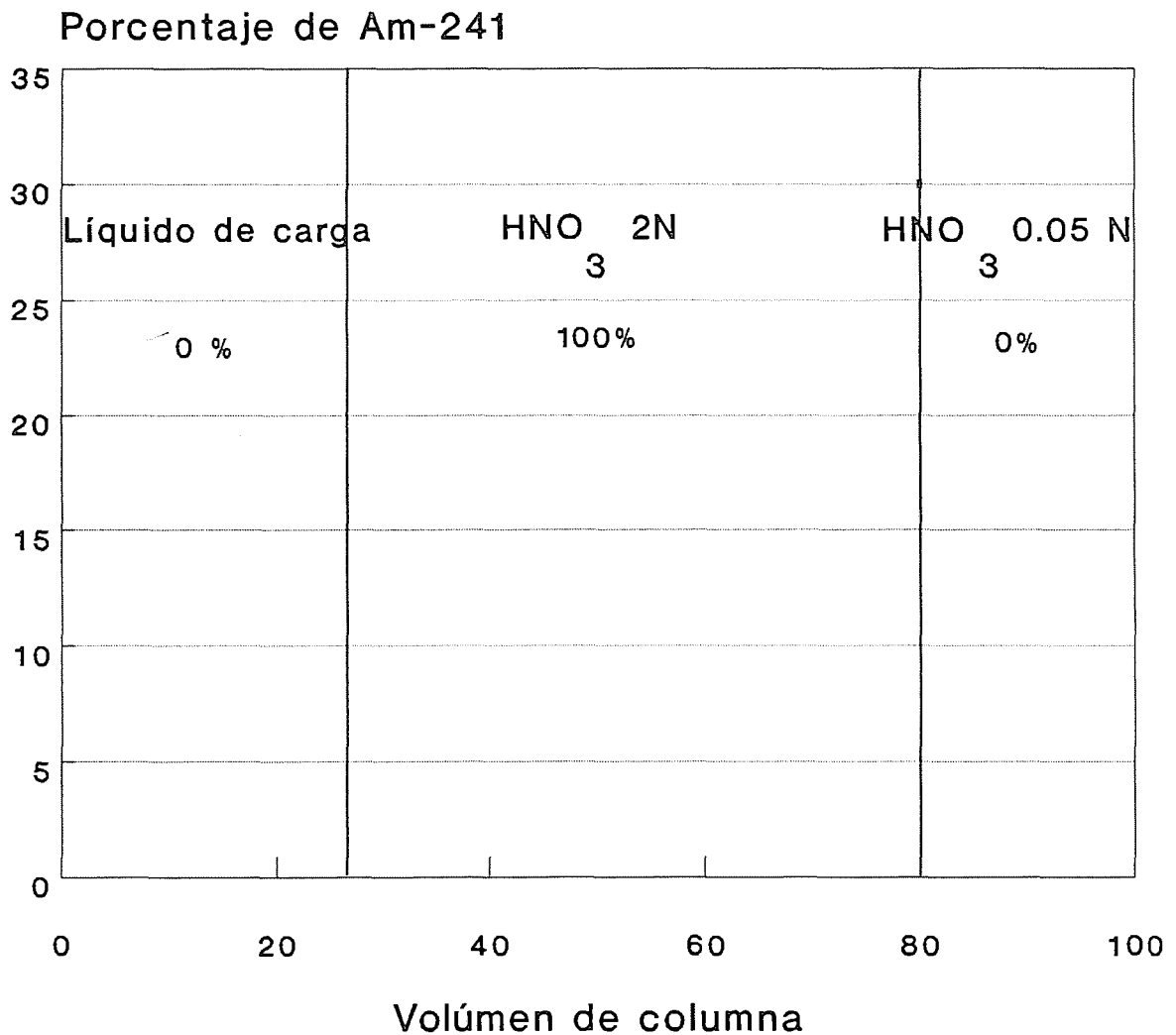


Fig. 3

Elución de <sup>241</sup>Am en una muestra en blanco ( A ) En todas las fracciones ( B ) Elución de <sup>241</sup>Am en HNO<sub>3</sub> 0.05N. Porcentaje según el total recogido en dicha fracción

# Curva de elución de Am-241 en matriz de sedimento



<sup>241</sup>Am-241

Fig. 4

Esquema de elución de <sup>241</sup>Am en una muestra con la matriz de sedimento



## Curva de elución de Am-241 (matriz de orina)

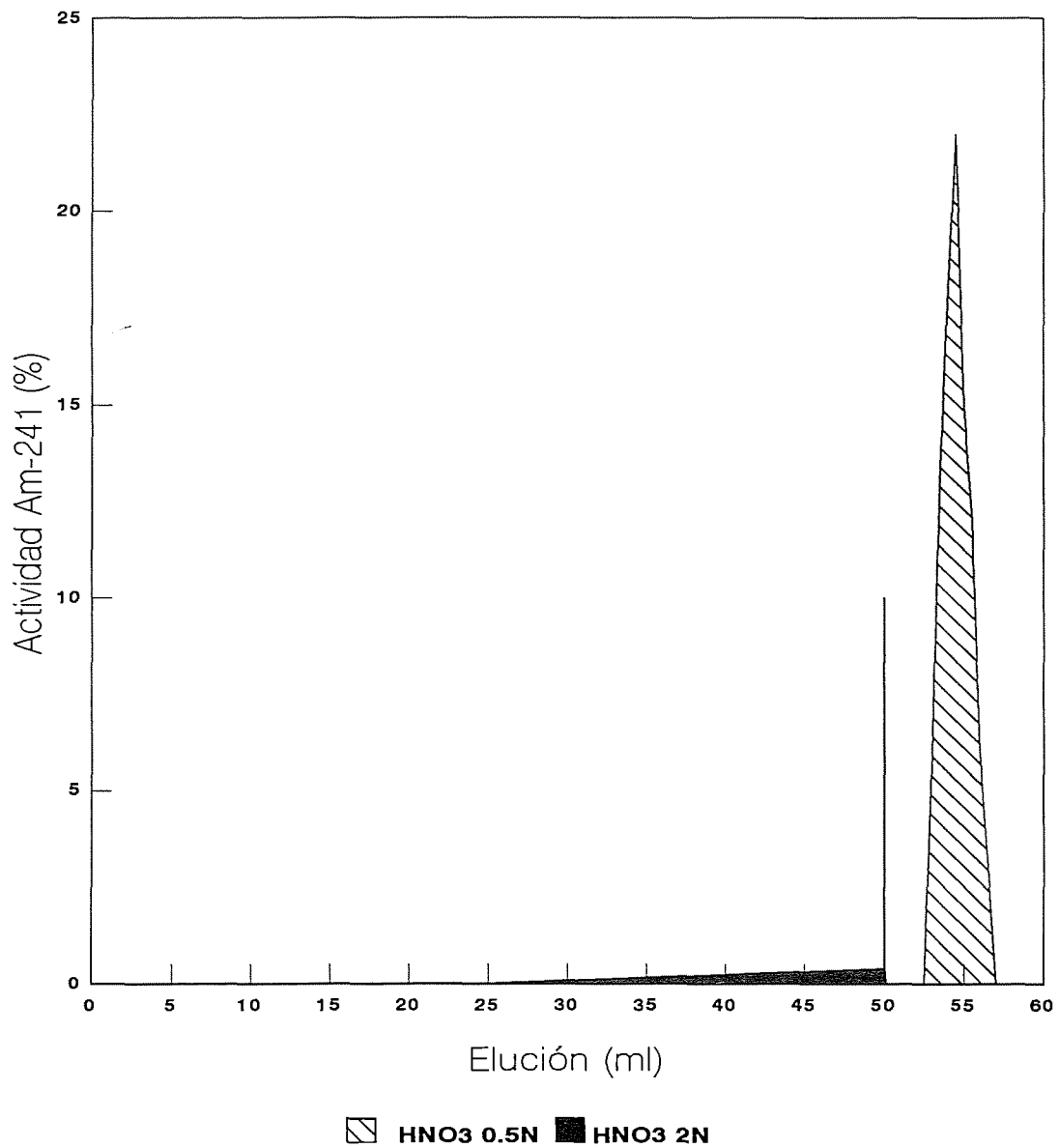


Fig. 5

Curva de elución de  $^{241}\text{Am}$  en la matriz de orina optimizada lavando con 50 mL de  $\text{HNO}_3$  2N la columna que retiene el americio

## Curva de elución de Am-241 (matriz de orina)

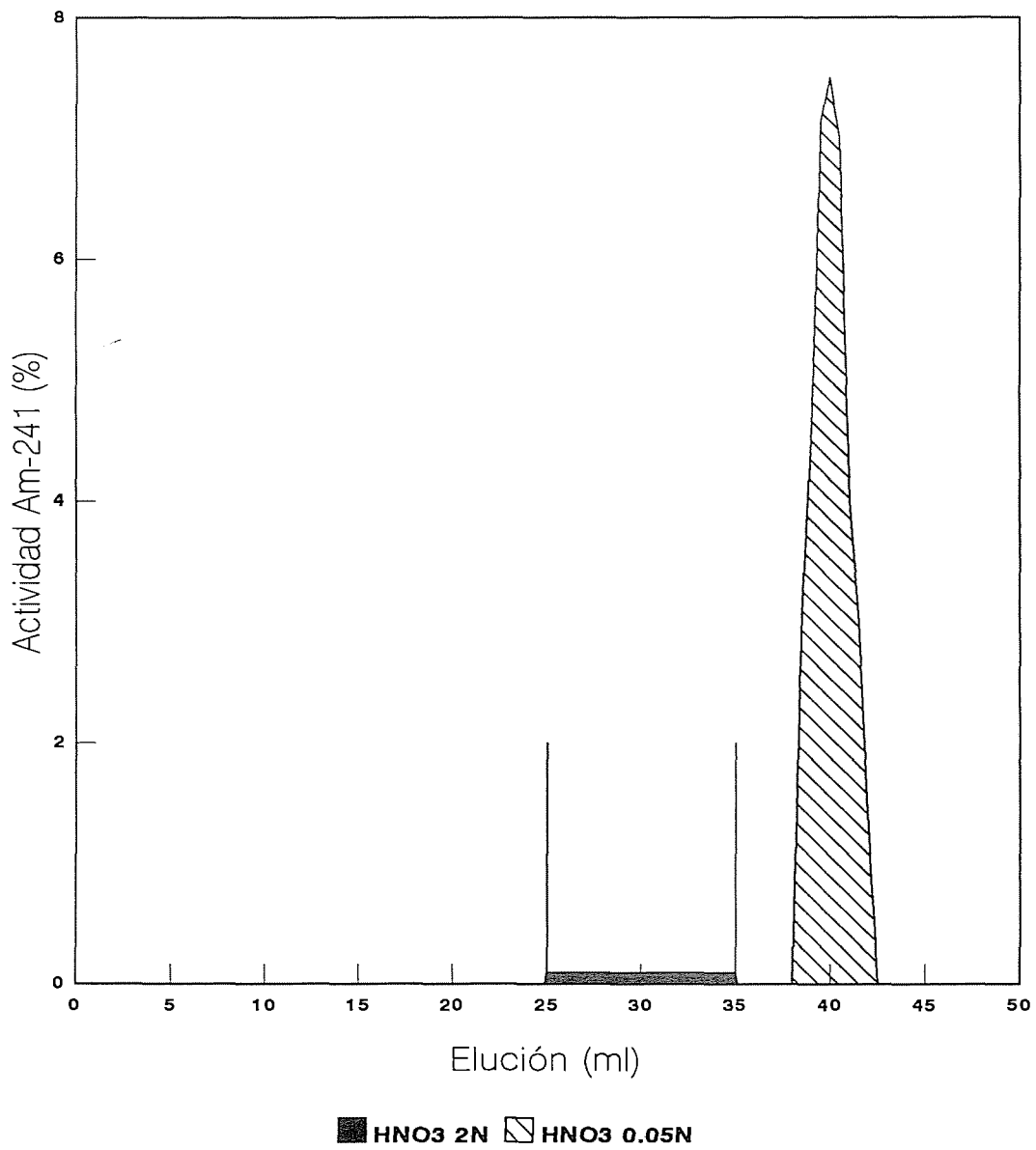
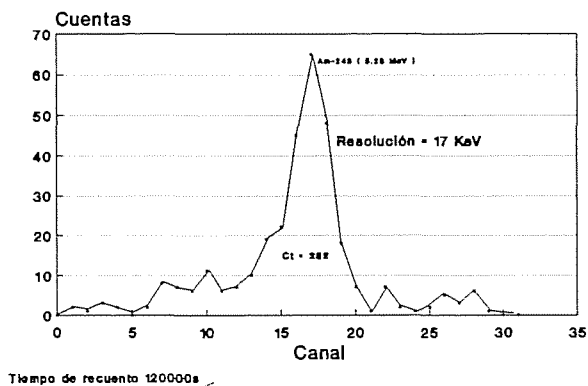


Fig. 6

Curva de elución de <sup>241</sup>Am en la matriz de orina optimizada lavando con 35 mL de HNO<sub>3</sub> 2N la columna que retiene el americio

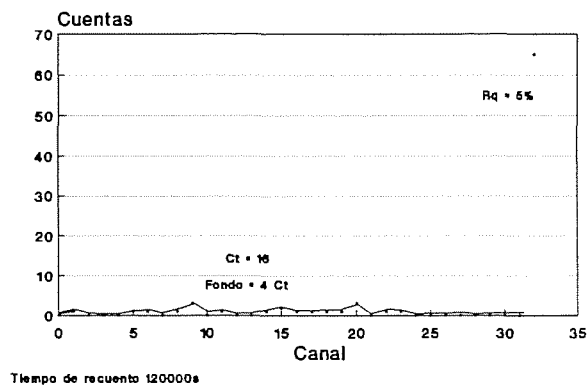
# A

**Espectro alfa de Am-243**  
Electrodeposición (16.3 mBq)



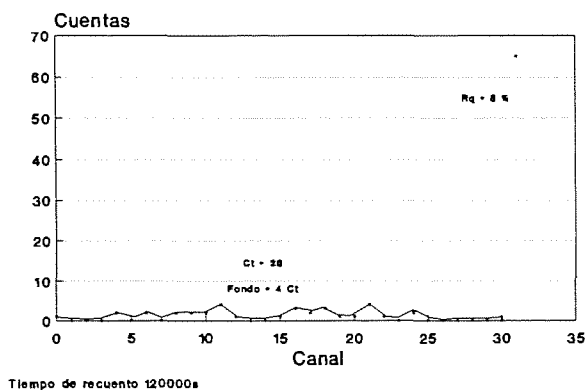
# B

**Espectro del sedimento URTAR01**  
Electrodeposición Am-243 16.3 mBq



# C

**Espectro del sedimento URTAR02**  
Electrodeposición Am-243 16.3 mBq



# D

**Espectro del sedimento URTAR03**  
Electrodeposición Am-243 16.3 mBq

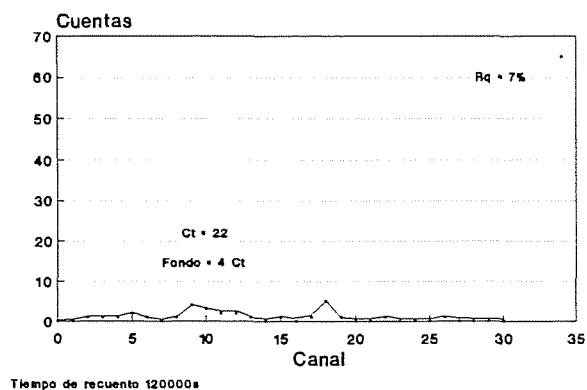


Fig. 7

Espectros  $\alpha$  correspondientes a: ( A ) Patrón electrodepositado en la misma geometría y con la misma actividad de trazador añadida a los sedimentos ( B ) Sedimento marino 1 ( C ) Sedimento marino 2 ( D ) Sedimento marino 3

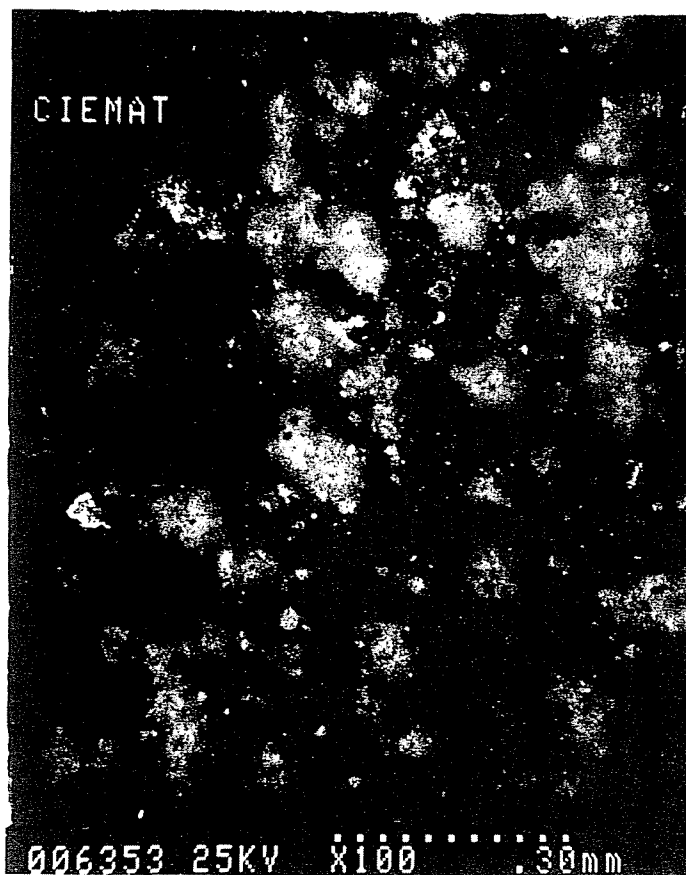


Fig. 8

Fotografía obtenida del barrido electrónico del disco de acero de la muestra de sedimento 1 que contiene electrodepositado el Americio

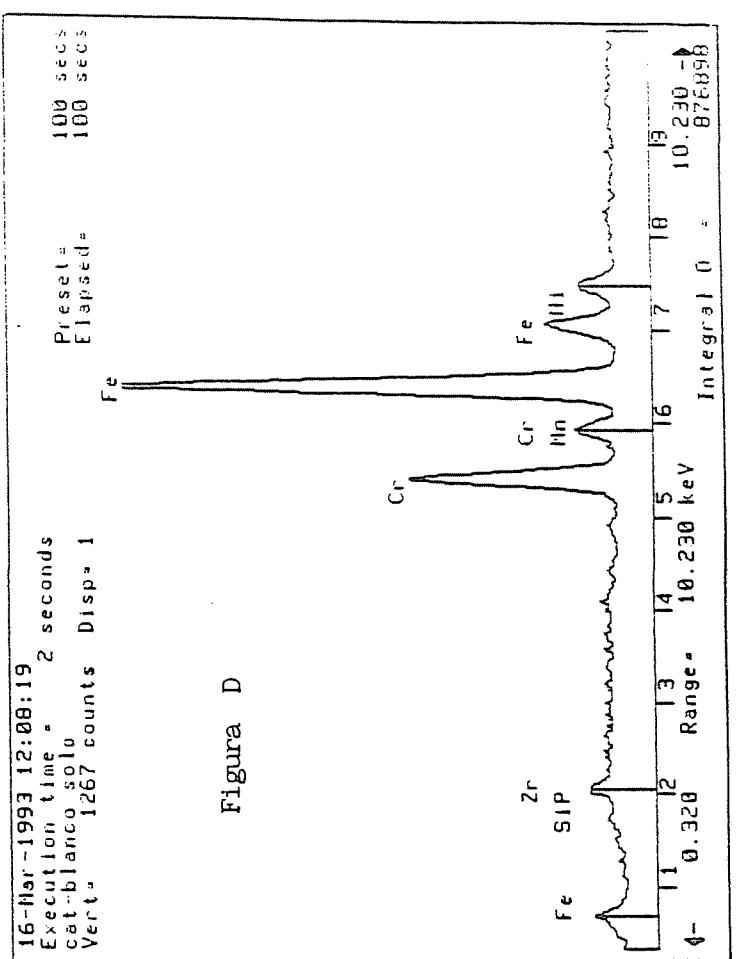
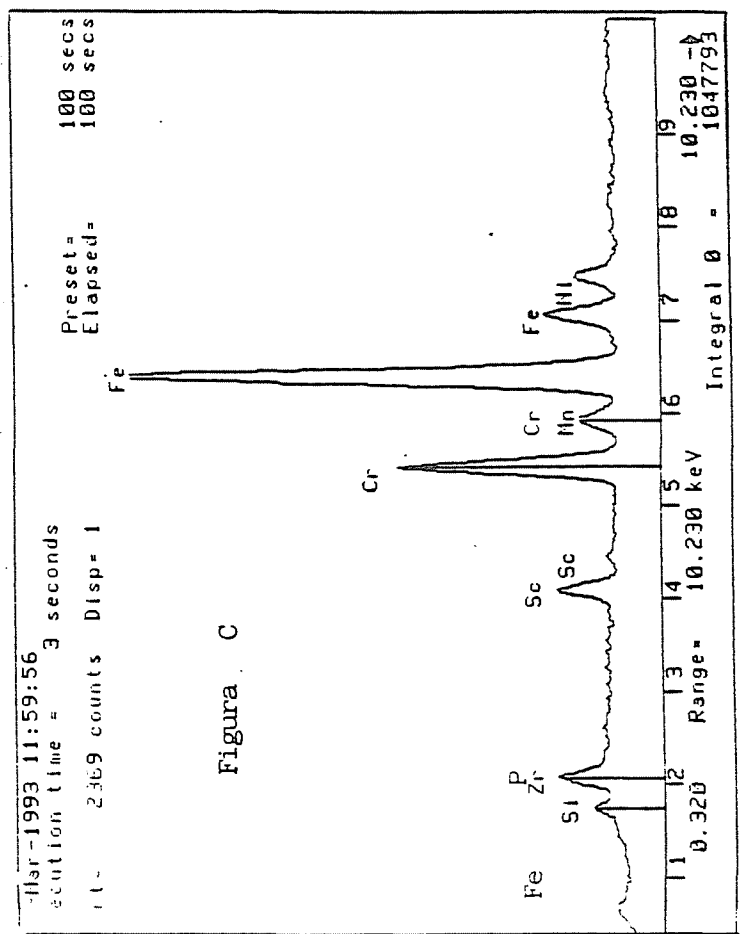
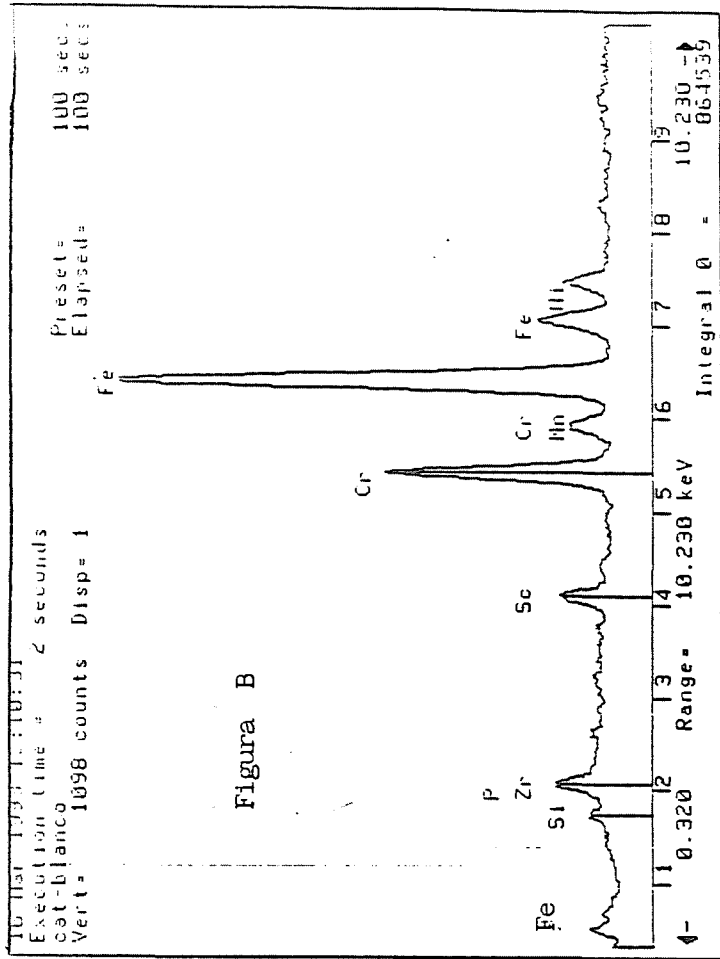
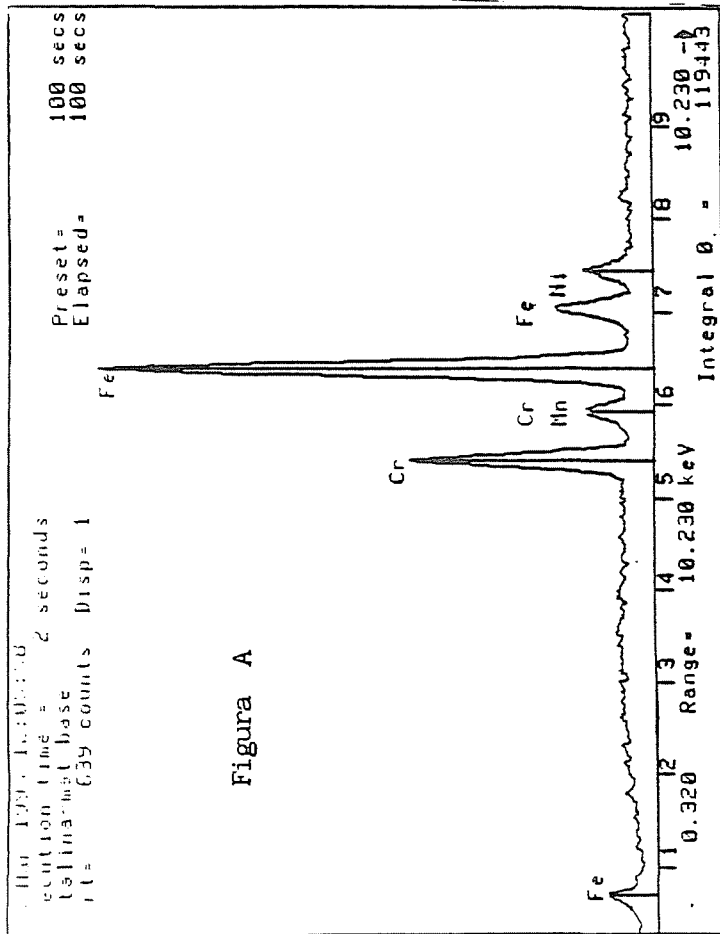


Fig. 9

Espectros de rayos X correspondientes al disco de acero de la muestra analizada mediante barrido electrónico ( A ) Acero del disco ( B ) Heterogeneidad negra del disco ( C ) suma de los espectros B y D ( D ) Heterogeneidad blanca

# ESPECTRO ALFA AMERICIO (muestra de orina)

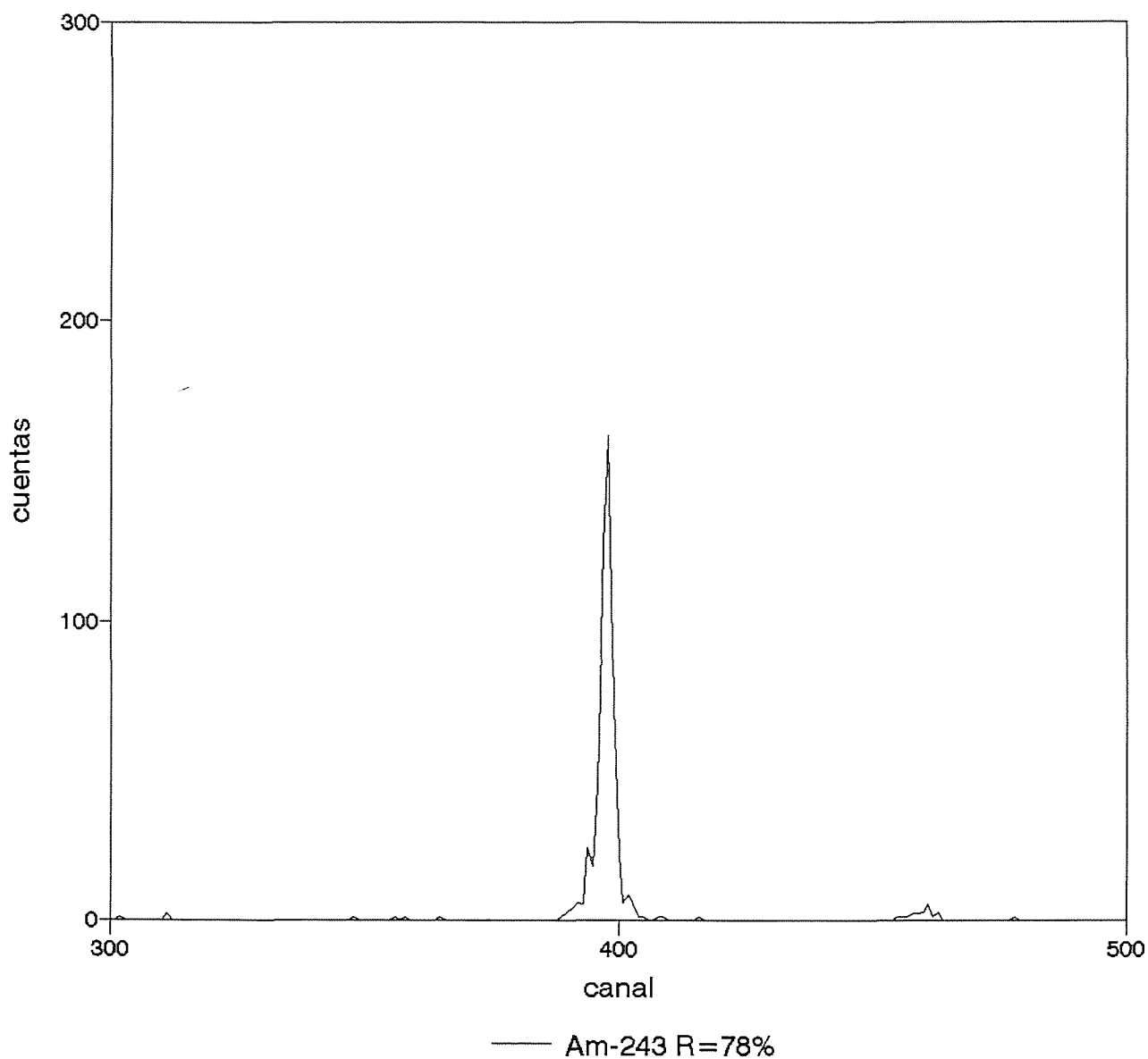
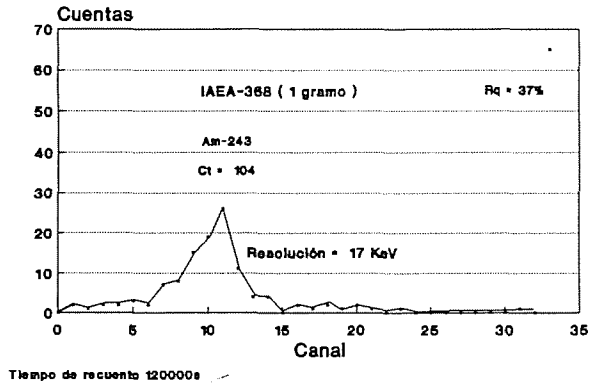


Fig. 10

Espectro  $\alpha$  obtenido de una muestra de orina sometida al proceso total de extracción del  $^{241}\text{Am}$

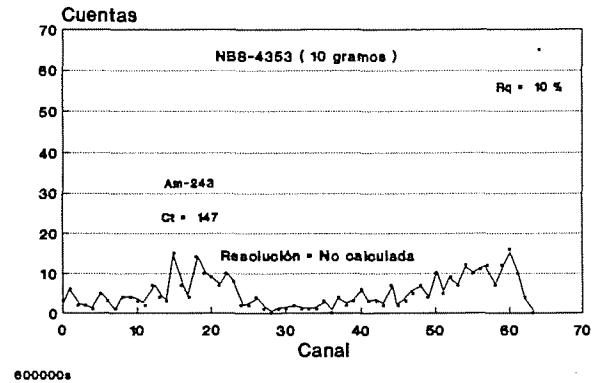
# A

## Espectro de la Muestra IAEA-368 Electrodeposición de Am-243 16.3 mBq



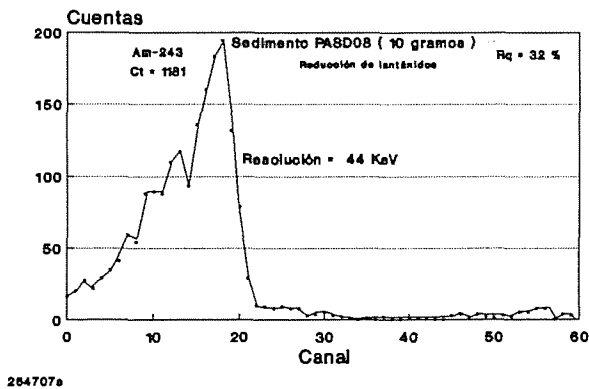
# B

## Espectro de la muestra NBS4353 Electrodeposición de Am-243 16.3 mBq



# C

## Espectro del sedimento PASD08 Electrodeposición Am-243 97.8 mBq



# D

## Espectro de la muestra IAEA-300 Electrodeposición de Am-243 97.8 mBq

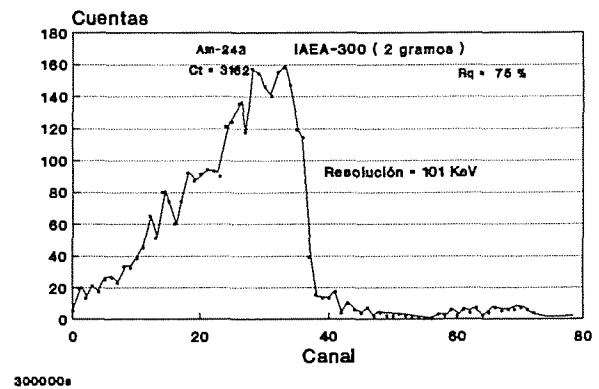


Fig. 11

Espectros  $\alpha$  de muestras de sedimentos marinos seleccionadas correspondientes al Control de Calidad Analítico ( A ) IAEA-368 ( B ) NBS-4353 ( C ) Sedimento 8 ( D ) IAEA-300

TABLA 17

Cantidad de elementos metálicos existentes en 10 g de sedimento marino de la zona de Tarragona

Elemento	Sedimento (mg)	Disolución de Am (25 ml) (mg)
Al	650	116.25
Ca	978	39.4
Fe	307	73.1
Mg	156	0.85
Mn	<2	1.18
Na	155	62.5
P	6.1	
Ti	32.9	1.98
Ba	3.45	0.09
Be	<0.05	0.38
Ce	0.59	0.25
Co	0.21	0.01
Cr	0.64	0.01
Cu	0.22	0.02
La	0.58	0.14
Mo	<0.05	0.00
Ni	0.35	0.002
Sr	3.30	0.021
V	1.1	0.04
W	<0.02	--
Y	0.19	0.1
Zn	0.95	0.04
Zr	0.86	--



**TABLA 18**

**Resultado de análisis de Pu y Am de las muestras patrón expresados en Bq/Kg  $\pm 1\sigma$**

Muestra	<sup>239+240</sup> Pu		<sup>238</sup> Pu		<sup>241</sup> Am	
	Certificado	Analizado	Certificado	Analizado	Certificado	Analizado
NBS4353	8.0 $\pm$ 0.6	7.8 $\pm$ 0.3	0.166 $\pm$ 0.018	0.14 $\pm$ 0.01	1.25 $\pm$ 0.09	1.5 $\pm$ 0.2
IAEA 368	31 $\pm$ 3	31.4 $\pm$ 1.2	8.5 $\pm$ 0.06	8.2 $\pm$ 0.42	1.3 $\pm$ 0.15	1.48 $\pm$ 0.45

**TABLA 19**

**Muestras de sedimento marino para intercomparación IAEA 300 y IAEA 315  
método con resina TRU.Spc.**

---

**Actividad de  $^{241}\text{Am}$  expresada en Bq/Kg  $\pm 2\sigma$**

---

IAEA 300	1.4 $\pm$ 0.3
IAEA 315	22.7 $\pm$ 3.0

---

\* Pendiente de resultados definitivos

**TABLA 20**

**Resultado de Pu y Am de la Intercomparación CEA-COGEMA mBq  $\pm 2\sigma$**

Muestra	<sup>239+240</sup> Pu		<sup>238</sup> Pu		<sup>241</sup> Am	
	V. medio	V. Lab Bio	V. medio	V. Lab Bio	V. medio	V. Lab Bio
SOL "A"	5.9 $\pm$ 2.3	5.4 $\pm$ 1.0	9.97 $\pm$ 3.84	9.5 $\pm$ 1.4	13.8 $\pm$ 5.1	12 $\pm$ 3
SOL "B"	6.4 $\pm$ 3	5.2 $\pm$ 1	38.60 $\pm$ 15.5	34 $\pm$ 3	15.5 $\pm$ 9.5	11 $\pm$ 5



### CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

#### **"Método analítico para la determinación de $^{241}\text{Am}$ en muestras biológicas y sedimentos marinos mediante uso de una columna con extractante orgánico".**

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

La determinación de transuránidos en distintos tipos de muestras (ambientales, biológicas, etc.) se realiza en los laboratorios del CIEMAT con métodos normalizados, empleando resinas intercambiadoras de iones y precipitaciones selectivas como técnicas de purificación. La determinación de  $^{241}\text{Am}$ , efectuada con el método actual, es larga y laboriosa, obteniéndose en algunos casos rendimientos químicos bajos.

Recientemente ha empezado a utilizarse en el ámbito científico para este tipo de determinaciones un compuesto orgánico (comercializado por la marca Elchrom) que simplifica notablemente este análisis, con el consiguiente ahorro de tiempo y reactivos. El objetivo final es la implantación de este nuevo material y el correspondiente cambio en los normalizados actuales.

CLASIFICACIÓN DOE Y DESCRIPTORES: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

### CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

#### **"Método analítico para la determinación de $^{241}\text{Am}$ en muestras biológicas y sedimentos marinos mediante uso de una columna con extractante orgánico".**

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

La determinación de transuránidos en distintos tipos de muestras (ambientales, biológicas, etc.) se realiza en los laboratorios del CIEMAT con métodos normalizados, empleando resinas intercambiadoras de iones y precipitaciones selectivas como técnicas de purificación. La determinación de  $^{241}\text{Am}$ , efectuada con el método actual, es larga y laboriosa, obteniéndose en algunos casos rendimientos químicos bajos.

Recientemente ha empezado a utilizarse en el ámbito científico para este tipo de determinaciones un compuesto orgánico (comercializado por la marca Elchrom) que simplifica notablemente este análisis, con el consiguiente ahorro de tiempo y reactivos. El objetivo final es la implantación de este nuevo material y el correspondiente cambio en los normalizados actuales.

CLASIFICACIÓN DOE Y DESCRIPTORES: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

### CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

#### **"Método analítico para la determinación de $^{241}\text{Am}$ en muestras biológicas y sedimentos marinos mediante uso de una columna con extractante orgánico".**

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

La determinación de transuránidos en distintos tipos de muestras (ambientales, biológicas, etc.) se realiza en los laboratorios del CIEMAT con métodos normalizados, empleando resinas intercambiadoras de iones y precipitaciones selectivas como técnicas de purificación. La determinación de  $^{241}\text{Am}$ , efectuada con el método actual, es larga y laboriosa, obteniéndose en algunos casos rendimientos químicos bajos.

Recientemente ha empezado a utilizarse en el ámbito científico para este tipo de determinaciones un compuesto orgánico (comercializado por la marca Elchrom) que simplifica notablemente este análisis, con el consiguiente ahorro de tiempo y reactivos. El objetivo final es la implantación de este nuevo material y el correspondiente cambio en los normalizados actuales.

CLASIFICACIÓN DOE Y DESCRIPTORES: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

### CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

#### **"Método analítico para la determinación de $^{241}\text{Am}$ en muestras biológicas y sedimentos marinos mediante uso de una columna con extractante orgánico".**

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

La determinación de transuránidos en distintos tipos de muestras (ambientales, biológicas, etc.) se realiza en los laboratorios del CIEMAT con métodos normalizados, empleando resinas intercambiadoras de iones y precipitaciones selectivas como técnicas de purificación. La determinación de  $^{241}\text{Am}$ , efectuada con el método actual, es larga y laboriosa, obteniéndose en algunos casos rendimientos químicos bajos.

Recientemente ha empezado a utilizarse en el ámbito científico para este tipo de determinaciones un compuesto orgánico (comercializado por la marca Elchrom) que simplifica notablemente este análisis, con el consiguiente ahorro de tiempo y reactivos. El objetivo final es la implantación de este nuevo material y el correspondiente cambio en los normalizados actuales.

CLASIFICACIÓN DOE Y DESCRIPTORES: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY



## CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

### "A radiochemical procedure for a low-level measurement of $^{241}\text{Am}$ in environmental samples using a supported functional organo phosphorus extractant".

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

The transuranides analysis in environmental samples is carried out by CIEMAT using standardized methods based on sequential separation with ionic-exchange resins. The americium fraction is purified through a two-layer ion exchange column and lately in an anion-exchange column in nitric acid methanol medium. The technique is time-consuming and the results are not completely satisfactory (low recovery and loss of  $\alpha$ -resolution) for some samples. The chemical compound CMPO (octyl(phenyl)-N,N-diisobutyl carbomoylmethylphosphine oxide) dissolved in TPB (tributyl phosphate) and supported on an inert substrate has been tested directly for  $^{241}\text{Am}$  analysis by a large number of laboratories. A new method that combines both procedures has been developed. The details of the improved procedure are described in this paper. The advantages of its application to environmental samples (urine, faeces and sediments) are discussed. The utilization of standard samples, with americium certified concentrations confirms the reliability of our measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

## CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

### "A radiochemical procedure for a low-level measurement of $^{241}\text{Am}$ in environmental samples using a supported functional organo phosphorus extractant".

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

The transuranides analysis in environmental samples is carried out by CIEMAT using standardized methods based on sequential separation with ionic-exchange resins. The americium fraction is purified through a two-layer ion exchange column and lately in an anion-exchange column in nitric acid methanol medium. The technique is time-consuming and the results are not completely satisfactory (low recovery and loss of  $\alpha$ -resolution) for some samples. The chemical compound CMPO (octyl(phenyl)-N,N-diisobutyl carbomoylmethylphosphine oxide) dissolved in TPB (tributyl phosphate) and supported on an inert substrate has been tested directly for  $^{241}\text{Am}$  analysis by a large number of laboratories. A new method that combines both procedures has been developed. The details of the improved procedure are described in this paper. The advantages of its application to environmental samples (urine, faeces and sediments) are discussed. The utilization of standard samples, with americium certified concentrations confirms the reliability of our measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

## CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

### "A radiochemical procedure for a low-level measurement of $^{241}\text{Am}$ in environmental samples using a supported functional organo phosphorus extractant".

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

The transuranides analysis in environmental samples is carried out by CIEMAT using standardized methods based on sequential separation with ionic-exchange resins. The americium fraction is purified through a two-layer ion exchange column and lately in an anion-exchange column in nitric acid methanol medium. The technique is time-consuming and the results are not completely satisfactory (low recovery and loss of  $\alpha$ -resolution) for some samples. The chemical compound CMPO (octyl(phenyl)-N,N-diisobutyl carbomoylmethylphosphine oxide) dissolved in TPB (tributyl phosphate) and supported on an inert substrate has been tested directly for  $^{241}\text{Am}$  analysis by a large number of laboratories. A new method that combines both procedures has been developed. The details of the improved procedure are described in this paper. The advantages of its application to environmental samples (urine, faeces and sediments) are discussed. The utilization of standard samples, with americium certified concentrations confirms the reliability of our measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

## CIEMAT-745

Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas.  
Instituto de Medio Ambiente

### "A radiochemical procedure for a low-level measurement of $^{241}\text{Am}$ in environmental samples using a supported functional organo phosphorus extractant".

GASCÓ, C., ANTÓN, M.P., ÁLVAREZ, A., NAVARRO, N., SALVADOR, S.  
(1994) 56 pp.; 11 figs.; 8refs.

The transuranides analysis in environmental samples is carried out by CIEMAT using standardized methods based on sequential separation with ionic-exchange resins. The americium fraction is purified through a two-layer ion exchange column and lately in an anion-exchange column in nitric acid methanol medium. The technique is time-consuming and the results are not completely satisfactory (low recovery and loss of  $\alpha$ -resolution) for some samples. The chemical compound CMPO (octyl(phenyl)-N,N-diisobutyl carbomoylmethylphosphine oxide) dissolved in TPB (tributyl phosphate) and supported on an inert substrate has been tested directly for  $^{241}\text{Am}$  analysis by a large number of laboratories. A new method that combines both procedures has been developed. The details of the improved procedure are described in this paper. The advantages of its application to environmental samples (urine, faeces and sediments) are discussed. The utilization of standard samples, with americium certified concentrations confirms the reliability of our measurements.

DOE CLASSIFICATION AND DESCRIPTORS: 400100, 540330, RADIOCHEMICAL ANALISYS, AMERICIUM 241, AQUATIC ECOSYSTEMS, LOW-LEVEL COUNTING, TRANSURANIUM COMPLEXES, ION EXCHANGE MATERIALS, SAMPLING, ENVIRONMENTAL QUALITY

