

829228356

ISSN 0101-0007



CNEN/SP

ipen **Instituto de Pesquisas
Energéticas e Nucleares**

**MANUAL DA QUALIDADE PARA OS LABORATÓRIOS DA DIVISÃO
DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL NUCLEAR (1990)**

Susy Frey SABATO

IPEN-Pub-337

MAIO/1991

SÃO PAULO

**MANUAL DA QUALIDADE PARA OS LABORATÓRIOS DA DIVISÃO DE
CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL NUCLEAR (1990)**

Susy Frey SABATO

DEPARTAMENTO DE PROCESSOS ESPECIAIS

**CNEN/SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
SÃO PAULO - BRASIL**

INIS Categories and Descriptors

B11.00

F61.00

LABORATORIES

ORGANIZATIONAL MODELS

WORK

PERSONNEL

LABORATORY EQUIPMENT

MAINTENANCE

CALIBRATION

CHEMICAL ANALYSIS

QUALITY ASSURANCE

QUALITY CONTROL

MANUALS

**MANUAL DA QUALIDADE PARA OS LABORATÓRIOS DA
DIVISÃO DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL NUCLEAR
(1990)**

Susy Frey SABATO

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
CAIXA POSTAL 11049 - PINHEIROS
05499 - SÃO PAULO - BRASIL**

RESUMO

Esta publicação apresenta o primeiro Manual da Qualidade para os Laboratórios da Divisão de Caracterização de Material Nuclear. O Manual descreve os laboratórios desde a estrutura organizacional, atividades desenvolvidas, pessoal, equipamentos, manutenção, calibração e aferição. São abordados os aspectos essenciais na garantia da qualidade das análises realizadas. Apresenta-se de forma detalhada a sistemática de recebimento de amostras, processamento e expedição de análises. Devido ao número elevado de tópicos, foram gerados vários documentos em separado, devidamente referenciado no texto.

**QUALITY MANUAL FOR LABORATORIES AT THE
NUCLEAR MATERIALS CHARACTERIZATION DIVISION
(1990)**

Susy Frey SABATO

**COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - SP
INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
CAIXA POSTAL 11049 - PINHEIROS
05499 - SÃO PAULO - BRASIL**

ABSTRACT

[This publication presents the first Quality Manual for the Laboratories at the Nuclear Materials Characterization Division. The Manual describes the laboratories, its organizational structure, fields of activities, personnel records, equipments, maintenance and calibration. The main aspects concerning quality assurance in the analysis were discussed. The whole system of receiving, identifying and processing analysis of the samples is shown. Since there are many information to be contained in several subjects of the Quality Manual, there were produced separate documents that are cross referenced in the manual.]

TABELA DE CONTEÚDO

ASSUNTO	SEÇÃO / ÍTEM
ESCOPO	1
TERMINOLOGIA	2
DOCUMENTOS COMPLEMENTARES	3
POLÍTICA DA QUALIDADE	4
- Objetivo	4.1
- Implementação da política da qualidade no IPEN/CNEN-SP	4.2
- Revisão da garantia da qualidade	4.3
DESCRIÇÃO DOS LABORATÓRIOS	5
- Identificação	5.1
- Campos de atividades	5.2
- Estrutura organizacional	5.3
- Responsabilidade pela garantia da qualidade	5.4
- Responsabilidade pela área técnica	5.5
- Delegação de autoridade	5.6
- Prevenção de influências externas	5.7
QUADRO DE PESSOAL	6
- Registros pessoais	6.1
- Treinamento	6.2
EQUIPAMENTOS	7
- Inventário	7.1
- Registros dos equipamentos	7.2
- Manutenção	7.3
- Aferição	7.4
- Calibração	7.5
- Compras e procedimentos de aceitação para equipamentos e produtos de consumo	7.6
AMBIENTE	8
PROCEDIMENTOS DE ANÁLISES QUÍMICAS	9
CONTROLE DE DOCUMENTOS	10
CONTROLE DAS AMOSTRAS	11
- Amostras a serem analisadas - Tipo de análise	11.1

ASSUNTO	SEÇÃO / ÍTEM
- Recebimento de amostras	11.2
- Solicitação de Serviços	11.3
- Cartão de acompanhamento de análise	11.4
- Registro geral	11.5
- Guarda de amostras	11.6
RESULTADOS E RELATÓRIOS DE ANÁLISE	12
DIAGNÓSTICO E AÇÕES CORRETIVAS	13
- Reclamações técnicas	13.1
- Auditoria interna	13.2
- Gráficos de controle	13.3
VERIFICAÇÃO DE RESULTADOS	14

NOTA PRELIMINAR

Esta publicação apresenta o primeiro Manual da Qualidade para os Laboratórios da Divisão de Caracterização de Material Nuclear, que descreve a sistemática de execução de análises existentes nesse setor.

O Manual da Qualidade constitui uma das primeiras etapas em direção a um programa da qualidade. Espera-se, com esta publicação, conduzir a um maior interesse à preocupação atual que é a qualidade, seja em produtos acabados ou em serviços, análises e atividades de pesquisa em geral.

É importante esclarecer, todavia, que trata-se de um documento revisável e, portanto, a sua publicação tem o caráter de informar e divulgar que atividades dessa natureza estão sendo implementadas no Departamento de Processos Especiais. Uma informação atualizada sobre qualquer procedimento do Manual da Qualidade deve ser obtida a partir do documento original que se encontra na Divisão de Caracterização de Material Nuclear, setor da Garantia da Qualidade.

Recomenda-se aos grupos interessados na elaboração de um Manual da Qualidade uma consulta aos documentos complementares citados na seção 3, em especial a ISO/Guide 49, Guidelines for Development of a Quality Manual for a Testing Laboratory.

Seção: 01 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR

MANUAL DA QUALIDADE PARA OS LABORATÓRIOS DA
DIVISÃO DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL NUCLEAR

1. ESCOPO

Este manual estabelece uma diretriz documentada e planejada para a garantia da qualidade em análises químicas praticadas na Divisão de Caracterização de Material Nuclear (MEC-IPEN/CNEN). Este documento abrange todos os aspectos de operações laboratoriais, que assegurarão os resultados obtidos tanto por via química como instrumental.

Seção: 02 Página: 01/03
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

2. TERMINOLOGIA

Os significados dos vocábulos empregados neste documento estão definidos abaixo (vide também item 3).

Definições Reconhecidas Internacionalmente

2.1 A partir da ISO/IEC Guide 2:

2.1.1 **Análise (test):** Operação técnica que consiste na determinação de uma ou mais características de um dado produto (processo ou serviço) de acordo com um procedimento específico.

Nota: Neste manual a tradução de "test" foi particularizada para "análise".

2.1.2 **Procedimento de análise (test method):** Procedimento técnico específico para realização de uma análise.

2.1.3 **Relatório de análise (test report):** Documento que apresenta os resultados e outras informações relevantes à análise.

2.1.4 **Laboratório de análises químicas (testing Laboratory):** Laboratórios que realizam análises.

2.2 A partir da ISO 8402:

2.2.1 **Política da qualidade:** intenções e diretrizes globais de uma organização relativas à qualidade, formalmente expressa pela alta administração.

Nota: A política da qualidade é um dos elementos da política da empresa e é autorizada pela alta administração.

2.2.2 **Gestão da qualidade:** parte da função gerencial global que determina e implementa a política da qualidade.

Seção: 02 Página: 02/03
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

Notas: 1) A obtenção da qualidade desejada exige o comprometimento e a participação de todos os membros da organização, embora a responsabilidade pela sua gestão pertença à alta administração.

2) A gestão da qualidade inclui planejamento estratégico, alocação de recursos e outras atividades sistemáticas para a qualidade, tais como planejamento da qualidade, operações e avaliações.

2.2.3 Sistema da qualidade: estrutura organizacional, responsabilidades, procedimentos, processos e recursos para implementação da gestão da qualidade.

Notas: 1) O sistema da qualidade deve ser tão abrangente quanto necessário para atingir os objetivos da qualidade.

2) A demonstração da implementação de elementos identificados do sistema, pode ser requerida para fins contratuais, mandatórios e de avaliação.

2.2.4 Controle da qualidade: técnicas operacionais e atividades utilizadas para atender aos requisitos da qualidade.

Notas: 1) Para evitar confusão, ao se referir a um sub-conjunto do controle da qualidade, deve-se tomar cuidado para incluir um termo qualificativo, tal como "controle da qualidade de fabricação", do mesmo modo ao se referir a um conceito mais abrangente como "controle da qualidade amplo empre-

Seção: 02 Página: 03/03
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

sarial".

- 2) O controle da qualidade envolve técnicas operacionais e atividades direcionadas, tanto para monitoração de um processo quanto para eliminação de causas de desempenho insatisfatório, em estágios relevantes do ciclo da qualidade (espiral da qualidade) objetivando eficácia econômica.

2.2.5 Garantia da qualidade: todas as ações planejadas e sistemáticas necessárias para prover confiança adequada de que um produto ou serviço atenda aos requisitos definidos da qualidade.

Notas: 1) A garantia da qualidade não será completa, a menos que os requisitos definidos reflitam totalmente as necessidades do usuário.

- 2) Para ser eficaz, a garantia da qualidade normalmente requer uma contínua avaliação de fatores que afetam a adequação do projeto ou especificação para aplicações desejadas, bem como verificações e auditorias das operações de produção, instalação e inspeção. Para prover confiança, pode ser necessário apresentar evidências objetivas.

- 3) Em uma organização, a garantia da qualidade serve como um instrumento gerencial. Em situações contratuais, a garantia da qualidade também serve para prover confiança no fornecedor.

Seção: 03 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

3. DOCUMENTOS COMPLEMENTARES

Além dos documentos citados a seguir, este manual está relacionado com vários outros documentos. Cada um deles está referenciado no item pertinente ao assunto que o originou.

ISO/IEC Guide 2, General terms and definitions concerning standardization and related activities.

ISO/IEC Guide 25, General requirements for the technical competence of testing laboratories.

ISO/IEC Guide 49, Guidelines for development of a Quality Manual for a testing laboratory.

ISO 8402, Quality - Vocabulary.

ISO/NB 9004, Gestão da Qualidade e elementos do Sistema da Qualidade - Diretrizes.

EN 45001 (BS 7501), General criteria for the operation of testing laboratories.

Seção: 04 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

4. POLÍTICA DA QUALIDADE

4.1 Objetivo

A garantia da qualidade tem o objetivo de indicar aos laboratórios os caminhos para alcançar e manter a qualidade em todos os aspectos de operações laboratoriais.

A observação rígida desse programa contribuirá para uma melhoria na prestação de serviços e permitirá inclusive o credenciamento de determinadas análises junto a órgãos responsáveis.

4.2 Implementação da política da qualidade no IPEN/CNEN

O Governo Federal está incentivando a implementação da política da qualidade (qualidade total) na CNEN através do Instituto Brasileiro de Qualidade Nuclear (IBQN).

A implementação da gestão da qualidade no IPEN está sendo feita através da assessoria da garantia da qualidade.

A nível de Divisão, já existe uma sistemática adotada e a implementação da garantia da qualidade está sendo realizada pelo coordenador designado.

4.3 Revisão da garantia da qualidade

A garantia da qualidade na Divisão de Caracterização de Material Nuclear deve ser sistemática e periodicamente revisada pelo coordenador a fim de assegurar a eficiência contínua do arranjo e das ações corretivas iniciadas. Tais revisões são arquivadas incluindo os detalhes das ações corretivas tomadas.

Seção: 05 Página: 01/07
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

5. DESCRIÇÃO DOS LABORATÓRIOS

5.1 Identificação

A Divisão de Caracterização de Material Nuclear pertence ao Departamento de Processos Especiais do Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares da Comissão Nacional de Energia Nuclear (IPEN/CNEN-SP), situado à Travessa R, 400, Cidade Universitária - "Armando de Salles Oliveira" - USP (Caixa Postal 11049 - CEP 05499).

Esta Divisão é composta de nove laboratórios:

- Laboratório Analítico (LA)
- Laboratório de Espectrografia de Emissão (EE)
- Laboratório de Espectrometria de Plasma (EP)
- Laboratório de Fluorescência de Raios-X (FX)
- Laboratório de Eletroanalítica (EL)
- Laboratório de Gases (LG)
- Laboratório Analítico Instrumental (LI)
- Laboratório de Cromatografia Líquida (CL)
- Laboratório de Caracterização Isotópica (CI)

5.2 Campos de Atividades

Todos os laboratórios componentes da Divisão realizam, além das análises rotineiras, serviços de pesquisa e desenvolvimento.

5.2.1 Laboratório Analítico

Análises químicas de matérias-primas, fases intermediárias, produtos e rejeitos das usinas pilotos de purificação de urânio, tório e zircônio empregando técnicas tanto por via úmida como por via instrumental: análises potenciométricas (titulações e eletrodos íon-seletivos), espectrofotometria, UV-visível, espectrofluorimetria e Karl Fischer.

Seção: 05 Página: 02/07
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

Executam-se também análises em compostos de terras raras, ligas metálicas, B_4C , soluções aquosas, efluentes e outros.

5.2.2 Laboratório de Espectrografia de Emissão

Determinação espectrográfica de microconstituintes em óxidos de urânio, tório, alumínio, zircônio, magnésio, zinco, háfnio, silício, antimônio, berílio, cobre (e todos os compostos que sejam transformáveis a esses óxidos); grafita, sedimentos, ligas para superimãs, cristais para várias finalidades inclusive lasers (LiF, KCl) e outros.

Determinação de Na, Li e K por fotometria de Chama.

5.2.3 Laboratório de Espectrometria de Plasma (ICP)

Determinação de terras-raras para controle de processos químicos, determinação de terras-raras em concentrados purificados de terras-raras e em supercondutores; determinação de elementos metálicos em Al_2O_3 e ligas metálicas; análise de soluções aquosas e efluentes; determinação de Hf em óxidos de zircônio nuclearmente puro.

5.2.4 Laboratório de Fluorescência de Raios-X

Caracterização química de aços e ligas metálicas (convencionais ou não), de materiais cerâmicos, rochas e minérios. Análises de Hf, Zr e Terras-Raras.

5.2.5 Laboratório de Eletroanalítica

Determinação voltamétrica de elementos (em geral, urânio) a nível de traços em materiais variados.

5.2.6 Laboratório de Gases

Determinação dos elementos C, S, H, N e O em materiais metálicos e cerâmicos por meio dos analisa-

Seção: 05 Página: 03/07
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

dores LECO (C, S) e Evolograph (H, N, O). Determinação dos componentes de mistura gasosas pela técnica de espectrometria de massa. Determinação do volume total das fases residuais em pastilhas de UO_2 por meio de um sistema de extração de gases. Determinação da razão estequiométrica O/U em UO_2 . Determinação gravimétrica de voláteis em pastilhas de Al_2O_3 .

5.2.7 Laboratório Analítico Instrumental

Determinação de metais e terras-raras como impurezas por espectrofotometria de absorção atômica com chama ou forno de grafita. Determinação de produtos voláteis, ponto de fusão e umidade de compostos por termogravimetria. Análises termogravimétricas em diferentes matrizes sólidas. Determinação de ânions comuns em soluções aquosas, efluentes, óxidos refratários e compostos de urânio por cromatografia de íons. Determinação de metais alcalinos e alcalino-terrosos por cromatografia de íons. Determinação de viscosidade de fluídos. Separações pirohidrolíticas.

5.2.8 Laboratório de Cromatografia Líquida

Este laboratório está sendo montado e terá como meta o desenvolvimento de métodos para a determinação de elementos terras-raras em diversos tipos de matrizes por cromatografia líquida de alto desempenho (HPLC). Realiza também a produção de ácidos nítrico e clorídrico, ultra puros pela técnica de destilação por sub-ebulição.

5.2.9 Laboratório de Caracterização Isotópica

Determinação da composição e concentração isotópica dos elementos U, Pu, Pb, Cd, Li, B e terras-raras

Seção: 05 Página: 04/37
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

em materiais de interesse nuclear, combustíveis nucleares irradiados e materiais geológicos (minérios, rochas e sedimentos de rios), empregando a técnica de diluição isotópica aplicada a espectrometria de massa e espectrometria alfa. Desenvolvimento de programas de contabilidade de materiais nucleares, bancos de dados, medidas de queima de combustíveis nucleares irradiados, estudos de simulação e inventário isotópico em amostras irradiadas e correlações isotópicas.

5.3 Estrutura Organizacional

O Anexo A apresenta o organograma da Diretoria de Materiais Nucleares e o anexo B apresenta o organograma da Divisão de Caracterização de Material Nuclear.

5.4 Responsabilidade pela Garantia da Qualidade

5.4.1 Ao coordenador designado (Anexo C) cabe a responsabilidade de implantar a garantia da qualidade da Divisão de Caracterização de Material Nuclear, reportando-se diretamente à chefia da Divisão e suas atividades envolvem os laboratórios discriminados no item 5.1.

5.4.2 As atividades e responsabilidades sob sua coordenação são:

5.4.2.1 Realizar auditorias internas (item 13.2).

5.4.2.2 Administrar relações entre a Divisão e a Assessoria da garantia da qualidade (do IPEN/CNEN-SP) e também com outras organizações envolvidas em assuntos da garantia da qualidade.

Seção: 05 Página: 05/07
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

5.4.2.3 Manter o manual e documentações atualizados.

5.4.2.4 Documentar e divulgar atividades relacionadas com qualificação de laboratório e testes interlaboratoriais.

5.4.2.5 Manter os responsáveis pelos laboratórios informados sobre a garantia da qualidade.

5.5 Responsabilidade pela Área Técnica

5.5.1 A Divisão de Caracterização de Material Nuclear possui um supervisor (Anexo C) que responde diretamente à chefia do Departamento de Processos Especiais e que se comunica diretamente com o coordenador da garantia da qualidade.

5.5.1.1 As suas responsabilidades envolvem essencialmente o gerenciamento dos laboratórios integrantes da Divisão e ainda, coordenação e elaboração de novos projetos, orientação em trabalhos científicos e publicações, elaboração de relatórios.

5.5.2 Cada laboratório possui um responsável (Anexo C) que responde à chefia da Divisão e que se ccmunica diretamente com o coordenador da garantia da qualidade.

5.5.2.1 As suas responsabilidades envolvem as diversas atividades do laboratório, tais como, supervisionar o pessoal do laboratório e as análises, distribuir serviços, emitir os resultados de análises, providenciar a manutenção de equipamentos e os materiais necessários para o andamento das atividades, arquivar documentação relativa a esse laboratório, manter gráficos de controle de análises, participar em programas de intercomparação

Seção: 05 Página: 06/07
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

de laboratórios, redigir procedimentos de análises. Promover atividades de pesquisa e desenvolvimento no âmbito de seu laboratório, assim como atuar diretamente na formação de recursos humanos.

5.5.3 O Anexo C apresenta todos os nomes das pessoas designadas como supervisor, coordenador e responsáveis na Divisão de Caracterização de Material Nuclear bem como seus substitutos.

5.6 Delegação de Autoridade

5.6.1 A chefia de um laboratório será automaticamente preenchida na ausência de seu titular por um substituto previamente designado pela mesma chefia, com o conhecimento e anuência da chefia da Divisão.

5.6.2 A chefia da garantia da qualidade será automaticamente preenchida na ausência de seu titular por um substituto previamente designado pela mesma chefia, com o conhecimento e anuência da chefia do Departamento.

5.6.3 A chefia da Divisão de Caracterização de Material Nuclear será automaticamente preenchida na ausência de seu titular por um substituto previamente designado pela mesma chefia, com o conhecimento e anuência da chefia do Departamento.

5.6.4 Quando ocorrer uma ausência não prevista, a substituição será feita prontamente. No caso de ser programada com antecedência ela será devidamente notificada à Divisão de Pessoal para que se assegure o direito de assinatura em documentos oficiais e em cartões de ponto e frequência.

Seção: 05 Página: 07/07
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

5.7 Prevenção de Influências Externas

O pessoal envolvido nas análises químicas são alheios a qualquer aspecto comercial, financeiro ou outro que possa influenciar o seu julgamento técnico.

Os laboratórios não estão engajados em atividades que comprometam a veracidade na sua independência de julgamento e integridade com relação às suas análises.

A remuneração do pessoal envolvido nas análises químicas não depende nem do número de análises realizadas e nem dos resultados obtidos.

Seção: 06 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão 0

6. QUADRO DE PESSOAL

6.1 Registros Pessoais

Os dados sobre a formação acadêmica e profissional de todos os integrantes da Divisão de Caracterização de Material Nuclear estão arquivados junto ao coordenador da garantia da qualidade.

O modelo utilizado para esses registros está no Anexo D. Eles são revisados a cada doze meses e são atualizados sempre que ocorrer alguma mudança à situação da pessoa. São mantidos por um período de seis anos.

6.2 Treinamento

Todo ingressante ao laboratório passa por um treinamento intensivo acompanhado de perto pelo responsável do laboratório. Somente após obter desenvoltura na função treinada, o que é avaliado pelo responsável que o supervisionou, poderá responder por essa atividade.

Seção: 07 Página: 01/05
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

7. EQUIPAMENTOS

7.1 Inventário

Os principais equipamentos e instrumentos de medida necessários para realizar as análises descritas neste manual estão relacionados a seguir, classificados conforme o laboratório no qual são operados.

7.1.1 Laboratório Analítico

- Espectrômetro UV-Visível
- Espectrofluorímetro
- Analisador específico de íons
- Karl-Fischer
- Condutivímetro
- Balança analítica
- pHmetro

7.1.2 Laboratório de Espectrografia de Emissão

- Espectrógrafo de emissão óptica
- Fotômetro de chama
- Densitômetro
- Balança analítica

7.1.3 Laboratório de Espectrometria de Plasma

- Espectrômetro de emissão com fonte de plasma (ICP)

7.1.4 Laboratório de Fluorescência de Raios-X

- Espectrômetro de Fluorescência de Raios-X
- Balança analítica
- Microbalança analítica

7.1.5 Laboratório de Eletroanalítica

- Polarógrafo
- Potenciógrafo
- Bureta automática
- pHmetro

Seção: 07 Página: 02/05
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

7.1.6 Laboratório de Gases

- Analisador de C e S
- Analisador de H, N e O
- Espectrômetro de massa (quadrupolo)
- Sistema de extração de gases
- Balança analítica

7.1.7 Laboratório Instrumental

- Cromatógrafo de íons
- Espectrômetro de absorção atômica
- Analisador térmico
- Espectrofotômetro UV-Visível
- Analisador específico de íons
- Determinador de umidade
- Viscosímetro

7.1.8 Laboratório de Cromatografia Líquida

- Espectrômetro líquido de alto desempenho (HPLC)
- Destilador de quartzo (sub-ebulição)

7.1.9 Laboratório de Caracterização Isotópica

- Espectrômetro de massa (termoiônico)
- Espectrômetro alfa com detectores de barreira de superfície
- Balança analítica

7.2 Registros dos Equipamentos

As principais informações sobre os equipamentos e instrumentos de medida estão arquivadas junto ao coordenador da garantia da qualidade.

O modelo utilizado para esses registros está no Anexo E.

7.3 Manutenção

O pessoal do próprio laboratório com a orientação do

Seção: 07 Página: 03/05
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

responsável realiza a manutenção geral do laboratório, incluindo equipamento e, quando necessário, utiliza os diversos grupos de apoio existentes dentro da Instituição. Dentro de toda a organização, as divisões mais solicitadas pela Divisão de Caracterização de Material Nuclear estão relacionadas a seguir.

a) Divisão de Oficinas

- Setor de Produção: - fundição
 - calderaria
 - instalação
 - usinagem
 - vidraria
- Setor de Manutenção: - mecânica
 - refrigeração
 - elétrica
- Setor de Projetos: - mecânica
 - civil

b) Divisão de Oficina Eletrônica

A manutenção realizada por pessoal especializado (representante exclusivo do equipamento) ou serviços externos à Instituição são acionados por decisão do responsável do laboratório.

Em casos específicos, existem contratos de manutenção.

Toda ocorrência é devidamente registrada e arquivada. O responsável pelo laboratório comunica a garantia da qualidade e envia uma cópia do relatório do serviço executado.

7.4 Aferição

Todas as balanças analíticas da Divisão são mantidas

Seção: 07 Página: 04/05
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

segundo um programa de aferição. Existe um contrato com firma especializada que vistoria, revisa e afere periodicamente. A firma emite um certificado de aferição relatando as balanças inspecionadas. Uma cópia desse documento é arquivada junto a garantia da qualidade.

7.5 Calibração

A calibração dos equipamentos é feita toda vez que eles são operados. Alguns equipamentos, dependendo de sua estabilidade, são calibrados mais vezes durante o seu uso.

Para essas calibrações empregam-se materiais de referência certificados ou padrões sintetizados no próprio laboratório. Neste caso, os padrões são confeccionados utilizando-se substância de alta pureza normalmente de grau espectroscópico ou eletrônico.

As procedências dos principais materiais de referência certificados, utilizados pela Divisão, e tão relacionados a seguir.

Internacionais:

National Bureau of Standards (NBS)

Bureau of Analysed Samples (BAS)

United States Geological Survey (USGS)

International Atomic Energy Agency (IAEA)

Commissariat à l'énergie atomique (CEA)

Central Bureau of Nuclear Measurement (CBNM)

LECO Corporation

New Brunswick Laboratory (NBL)

New England Nuclear (NEN)

Oak Ridge

Johnson Matthey (JM)

Spex Industries

Fluka

Seção: 07 Página: 05/05
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

Ventron-Alfa Product

Nacionais:

Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT)

Eletrometal (Material de referência)

7.6 Compras e procedimentos de aceitação para equipamentos e produtos de consumo

Toda decisão de compra parte do responsável pelo laboratório que deverá preencher uma requisição de material (RM, Anexo F). Neste documento deve-se descrever as especificações do material em questão. Existe um formulário específico para requisições internas de material existente em almoxarifado geral da Instituição (Anexo F1).

Todo material que chega à Divisão é inspecionado e conferido segundo as descrições da requisição de material. Uma vez que esteja em conformidade, o responsável assina pelo recebimento.

Seção: 08 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

8. AMBIENTE

Cada laboratório possui pelo menos uma de suas salas com ar condicionado onde estão colocados os equipamentos que necessitam de temperatura e umidade controladas. Os equipamentos que envolvem queima de amostra possuem exaustão instalada. A limpeza das salas, bancadas, equipamentos e acessórios é feita sistemática ou periodicamente, conforme o caso, pelos técnicos dos laboratórios.

O laboratório "limpo" classe-100, pertencente ao Laboratório de Cromatografia Líquida segue a norma Federal Standard 209B (1973). O acesso a esse laboratório requer a troca de avental e o uso de sapatilhas. Os filtros utilizados (pré-filtros e filtros absolutos) estão em conformidade com a norma da Associação Brasileira de Normas Técnicas (ABNT) NB-10 e são trocados periodicamente.

Seção: 09 Página: 01/02
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

9. PROCEDIMENTOS DE ANÁLISES QUÍMICAS

Os procedimentos das análises realizadas pela Divisão de Caracterização de Material Nuclear estão escritos em formato padronizado.

A seguir estão relacionados os itens (na ordem a ser obedecida) que devem compor os procedimentos:

- Objetivo
- Documentos Complementares
- Campo de Aplicação
- Princípio do Método
- Limitações e Interferências
- Segurança
- Equipamentos e Acessórios
- Reagentes
- Procedimento
 - . Preparação de amostras
 - . Calibração
 - . Condições experimentais
- Cálculos
- Confiabilidade e Faixa de Determinação
- Data de Vigência
- Referências Bibliográficas
- Local de Análises
- Tabelas
- Anexos

Esses procedimentos que compõem a Série de Análises Químicas e Isotópicas (Série IPEN-QI) estão arquivados junto à chefia do Departamento de Processos Especiais e cada laboratório possui cópia dos procedimentos das análises que realiza.

Seção: 09 Página: 02/02
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

O Anexo G apresenta os títulos dos procedimentos de análises da Divisão.

Seção: 10 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

10. CONTROLE DE DOCUMENTOS

Todos os documentos citados neste manual são revisados periodicamente por auditoria interna (item 13.2).

Para qualquer alteração realizada por um laboratório, a garantia da qualidade é notificada e uma cópia da descrição da modificação é enviada e arquivada.

Seção: 11 Página: 01/04
Data de emissão: 28/03/91
Revisão: 1

11. CONTROLE DAS AMOSTRAS

11.1 Amostras a serem analisadas. Tipos de análises.

Os requisitantes são responsáveis pelo fornecimento de informações precisas sobre os materiais a serem analisados bem como pela designação do tipo de análise requerida. Entretanto, os responsáveis estão aptos a dar qualquer esclarecimento sempre que consultados.

O plano de amostragem adotado é de responsabilidade do requisitante, o que deve garantir a homogeneidade das amostras.

11.2 Recebimento de amostras

A Divisão possui uma Central de Recebimento e Execução de Análises onde o responsável pelo Setor só aceitará as amostras que tiverem a Solicitação de Serviço (SS, vide Ítem 11.3) devidamente preenchida. O responsável inspeciona a amostra verificando se está apropriadamente identificada, se todos os dados conferem com os descritos na Solicitação de Serviço, se o tipo de análise pedida é pertinente às análises realizáveis pela Divisão, se apresenta alguma característica usual ou não (coloração, material em suspensão, forma metálica, pó, líquida, pastilha, etc). Havendo qualquer não conformidade a amostra não é aceita até ser resolvida a questão.

O responsável preenche o cartão de acompanhamento (vide Ítem 11.4). Esse formulário já pode vir preenchido pelo requisitante e o responsável apenas completa os campos relativos ao número de série da Divisão e confere os demais dados.

Seção: 11 Página: 02/04
Data de emissão: 28/03/91
Revisão: 1

O responsável preenche o livro de registro geral (vi de item 11.5).

O responsável encaminha a amostra para o devido laboratório junto com o cartão de acompanhamento.

11.2.1 Amostras externas

O cliente externo deve inicialmente entrar em contacto com a Divisão para estabelecer o tipo de análise desejada. A seguir deve enviar uma carta (telex, FAX) ao (SAC) pedindo um orçamento para a análise estipulada. Havendo concordância envia outra carta (telex, FAX) solicitando a análise e avisando que está de acordo com o orçamento. Esta carta é protocolada pelo SAC e enviada à Divisão junto com a amostra. Daí para frente a amostra segue os mesmos passos de uma análise interna.

11.3 Solicitação de Serviço (SS)

11.3.1 Objetivo

Este é um formulário para uso da Instituição que permite indicar o requisitante da análise, autorização da chefia do requisitante, descrição do serviço a ser realizado (discriminação do tipo de análise) e a descrição dos custos dos serviços (após sua conclusão) podendo haver detalhamento do material gasto e da mão de obra envolvida.

O anexo H apresenta esse formulário.

Nota: Para amostras externas não é necessário o preenchimento da Solicitação de Serviço.

11.3.2 Distribuição

A Solicitação de Serviço é preenchida pelo requisitante em quatro vias. Após a protocolação, uma via

Seção: 11 Página: 03/04
Data de emissão: 28/03/91
Revisão: 1

volta ao requisitante e as demais vão para o executor. Após a execução da análise, os campos relativos a custos, serviços executados, mão de obra e outros são preenchidos pela Central de Recebimento e Expedição de Análises, e volta para o requisitante assinar pelo recebimento. Uma cópia fica com o requisitante, outra volta para o executor e outra vai para o processamento de custos.

11.3.3 Tempo de retenção

A primeira via é arquivada na Central da Garantia da Qualidade durante seis anos.

11.4 Cartão de Acompanhamento de Análise

11.4.1 Objetivo

A função do cartão de acompanhamento de análise (anexo I) é transmitir informações (sobre a amostra, requisitante, tipo de análise requerido) para o analista bem como o número de identificação da amostra (ou seja, o número de série da Central de Recebimento e Expedição de Análises).

11.4.2 Distribuição

O cartão de acompanhamento de análise é preenchido em uma via. A original fica retida no laboratório.

11.4.3 Tempo de retenção

O cartão de acompanhamento é arquivado por seis anos.

11.5 Registro Geral

11.5.1 Objetivo

A função do livro de registro geral é manter uma numeração sequencial para a identificação das amostras e o registro das informações destas.

A seguir estão descritos os itens a serem pre-

Seção: 11 Página: 04/04
Data de emissão: 28/03/91
Revisão: 1

enchidos para uma dada amostra:

- Numeração sequencial
- Laboratório executor
- Data de entrada
- Procedência
- Número de amostra
- Interessado
- Telefone do interessado
- Tipo de amostra (descrição)
- Tipo de análise realizada
- Data de saída
- Número da solicitação de serviço
- Número do relatório de análise
- Visto do responsável pela retirada do relatório de análise.

Os dados são armazenados posteriormente no computador central IBM.

11.6 Guarda de Amostras

Após a execução da análise, a amostra retorna à Central de Recebimento e Expedição de Análises. Se tiver algum outro tipo de análise a ser feita, a amostra é levada ao laboratório pertinente. Caso contrário, a amostra é vedada e levada ao local apropriado para ser guardada.

As amostras líquidas são guardadas por um mês.

As demais amostras são guardadas por seis meses.

As amostras controladas pela Salvaguarda serão retidas por um mês. A área será monitorada pelo setor de Proteção Radiológica.

Seção: 12 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

12. RESULTADOS E RELATÓRIOS DE ANÁLISE

Os dados obtidos nas análises são escritos nos formulários de Resultados de Análise (ver os diversos formatos no Anexo J). Estes formulários são utilizados apenas para uso interno.

Os resultados de análise para clientes externos são datilografados pela secretaria do Departamento em formato padronizado.

Nota: Toda essa sistemática está sendo informatizada.

Dessa forma, os Resultados de Análise serão transcritos para os Relatórios de Análise empregando-se um microcomputador.

Os Resultados de Análise serão arquivados pelos laboratórios.

Os Relatórios de Análise serão enviados ao requisitante e cópias deles serão arquivados pela garantia da qualidade e pelos laboratórios.

12.1 Tempo de retenção

Tanto o Resultado de Análise como o Relatório de Análise são arquivados por seis anos.

Seção: 13 Página: 01/02
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

13. DIAGNÓSTICO E AÇÕES CORRETIVAS

O objetivo desta seção é determinar as medidas necessárias para a detecção e identificação das não conformidades e o estabelecimento das medidas corretivas que podem eliminar suas causas.

13.1 Reclamações Técnicas

Qualquer dúvida por parte do requisitante, relativa aos resultados da análise que necessite uma repetição da análise deve ser feita dentro de um mês, para amostras líquidas, ou seis meses, para as demais, (isto é, respeitando o tempo de guarda das amostras na Divisão).

A necessidade de uma cópia do documento de análise (Resultado de Análise ou Relatório de Análise) pode ser solicitado até seis anos desde a realização da análise.

13.2 Auditoria Interna

Cada laboratório integrante da Divisão e cujas atividades são abrangidas por este manual é auditada uma vez por ano, pelo coordenador da garantia da qualidade.

Os itens a serem inspecionados estão discriminados a seguir:

- Qualificação de pessoal
- Equipamentos
- Procedimentos
- Documentação (Solicitação de Serviço, Cartão de Acompanhamento de Análise, Resultado de Análise, Relatório de Análise)
- Registro geral

Seção: 13 Página: 02/02
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

- Reagentes
- Amostras
- Programa de qualificação de laboratórios
- Programa interlaboratorial

Nota: Esta sistemática está sendo implantada.

13.3 Gráficos de Controle

Os gráficos de controle permitem estabelecer, a partir de medidas de uma determinada análise, a média dos valores medidos e os limites de controle e, ainda, uma vez estabelecido esses limites, verificar se o processo permanece sob controle.

Cada laboratório da Divisão possui pelo menos uma análise característica representativa das atividades desse laboratório sob controle gráfico.

As etapas a serem seguidas para a realização do gráfico de controle estão relacionadas no Anexo K. O centro de processamento de dados do IPEN/CNEN possui um programa para o computador central (IBM) que permite agilizar os cálculos e emissão desses gráficos.

Para avaliar se o método está sob controle existem critérios próprios (descritos no Juran's Quality Control Handbook, J.M. Duran e Frank M. Gryna, 4ª ed., McGraw Hill, 1988, pág. 2414).

Todo ponto fora de controle implica numa verificação da causa que o originou. As ações corretivas adotadas são documentadas e arquivadas.

Seção: 14 Página: 01/01
Data de emissão: 27/12/90
Revisão: 0

14. VERIFICAÇÃO DE RESULTADOS

14.1 Programas de Comparação Interlaboratoriais

As participações dos laboratórios em programas de comparação interlaboratoriais são registradas conforme o modelo do Anexo L. Esses registros são arquivados junto ao coordenador da Garantia da Qualidade.

Os relatórios contendo a discussão do programa de comparação interlaboratoriais são arquivados no laboratório participante.

AGRADECIMENTOS

A autora agradece ao Dr. Antonio Roberto Lordello, chefe do Departamento de Processos Especiais, IPEN/CNEN-SP, pelo incentivo na realização deste trabalho.

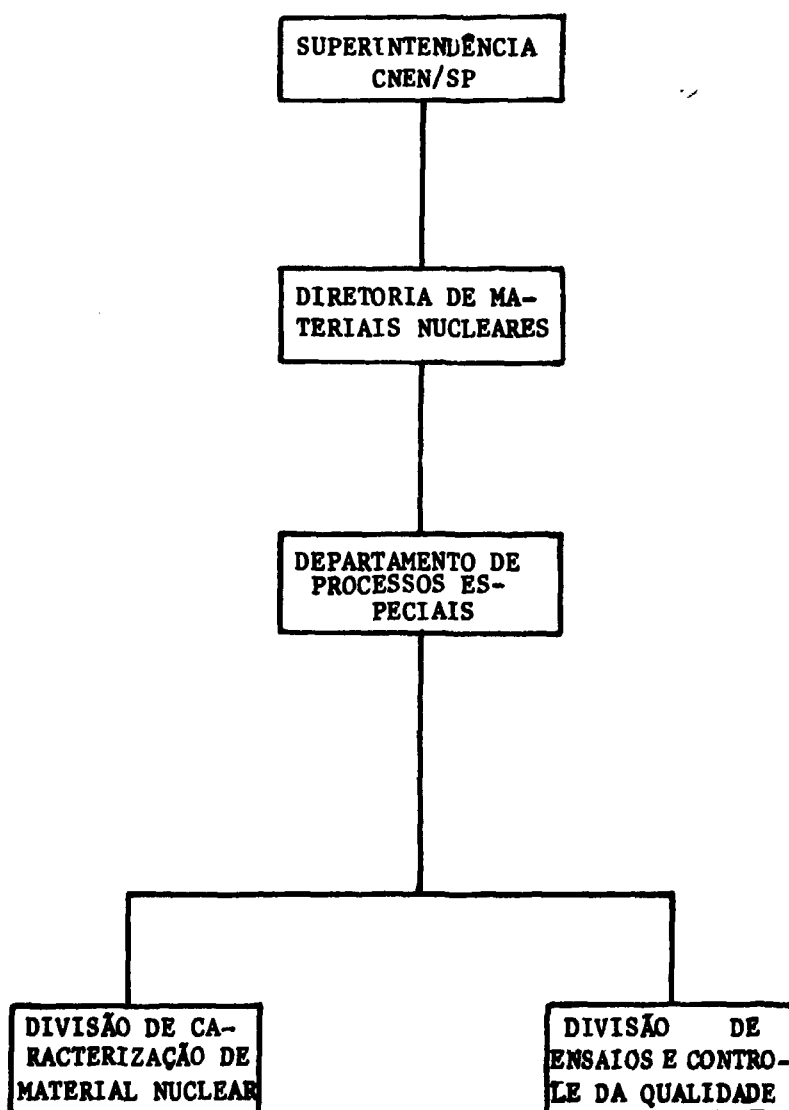
Os agradecimentos são estendidos à Srta. Laurelisa Nolla pela dedicação no trabalho de datilografia.

BIBLIOGRAFIA

- 1) INTERNACIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION. General requirements for the technical competence of testing laboratories. Nov., 1982. (ISO/IEC Guide 25 - 1982 (E)).
- 2) INTERNACIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION - INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION. Guide lines for development of a Quality Manual for a testing laboratory. Oct., 1986. (ISO/IEC Guide 49 - 1986 (E)).
- 3) INTERNACIONAL ORGANIZATION FOR STANDARDIZATION. Quality - Vocabulary. Jn., 1986. (ISO 8402 - 1986).
- 4) ASSOCIAÇÃO BRASILEIRA DE NORMAS TÉCNICAS. Gestão da qualidade e elementos do sistema da qualidade - Diretrizes. Jun, 1990. (NBR 19004).

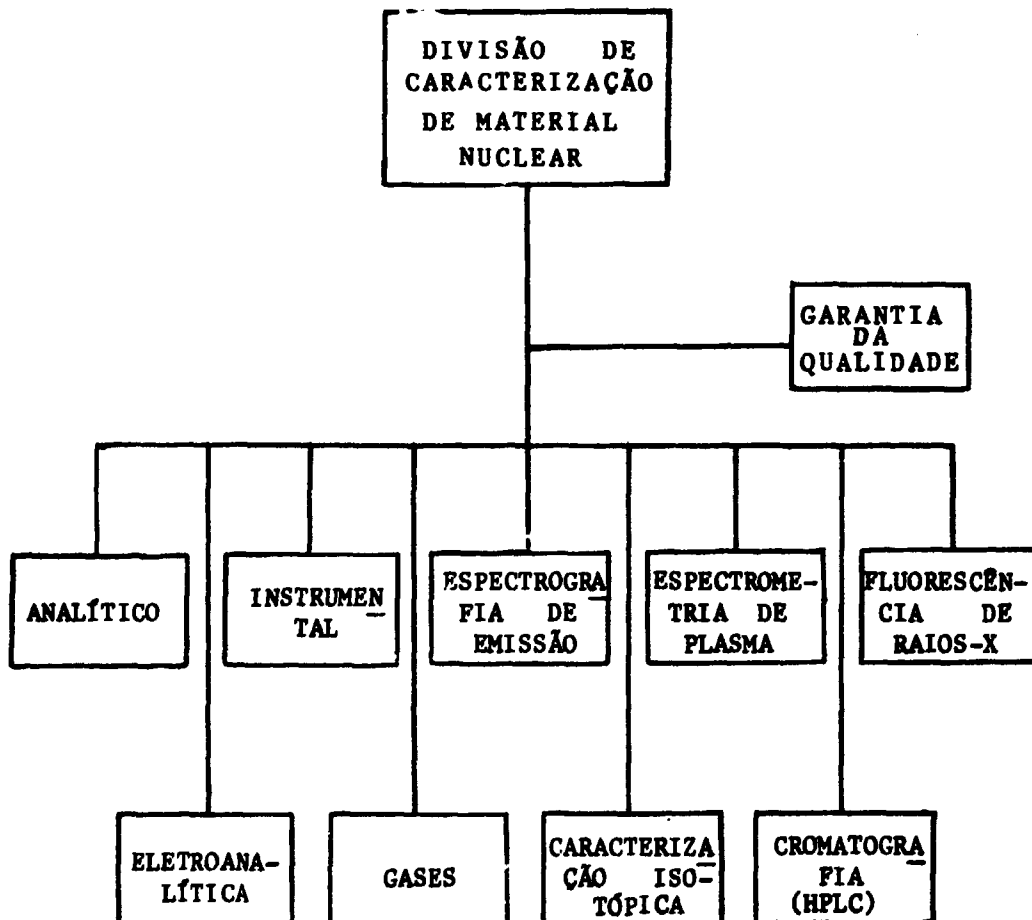
Anexo A - Organograma da Diretoria de Materiais Nucleares

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR
DEPARTAMENTO DE PROCESSOS ESPECIAIS



Anexo B - Organograma da Divisão de Caracterização de Material Nuclear

INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES
COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR
DIVISÃO DE CARACTERIZAÇÃO DE MATERIAL NUCLEAR



Anexo C - Lista dos nomes das pessoas designadas como supervisor, coordenador e responsáveis na Divisão de Caracterização de Material Nuclear e seus substitutos.

1. Garantia da Qualidade

Coordenador: Susy Frey Sabato

Substituto : Ivone Mulako Sato

2. Divisão de Caracterização de Material Nuclear

Supervisor: Ivone Mulako Sato

Substituto: Maria Inês Costa Cantagallo

2.1 Laboratório Analítico

Responsável: Tânia Grigoletto

Substituto : Cleide Moreira da Silva

2.2 Laboratório de Espectrografia de Emissão

Responsável: Susy Frey Sabato

Substituto : Antonio Roberto Lordello

2.3 Laboratório de Espectrometria de Plasma (ICP)

Responsável: Luiz Carlos de Paula Reino

Substituto : Ivone Mulako Sato

2.4 Laboratório de Fluorescência de Raios-X

Responsável: Vera Lúcia Ribeiro Salvador

Substituto : Ivone Mulako Sato

2.5 Laboratório de Eletroanalítica

Responsável: Maria Inês Costa Cantagallo

Substituto : Ivone Mulako Sato

2.6 Laboratório de Gases

Responsável: José Oscar Willian Vega Bustillos

Substituto : Sergio Carvalho Moura

2.7 Laboratório Instrumental

Responsável: Maria Aparecida Faustino Pires

Substituto : Elizabeth Sonoda Keiko Dantas

2.8 Laboratório de Cromatografia Líquida (HPLC)

Responsável: Noêmia Maria Pereira de Moraes

SUBstituto : Helena Miho Shihomatsu

2.9 Laboratório de Caracterização Isotópica

Responsável: Jorge Eduardo de Souza Sarkis

Substituto : Maurício Hiromitu Kakazu

Anexo D - Ficha de dados pessoais

Nome: _____ **Data :** _____

Formação Acadêmica

CURSO	INSTITUIÇÃO	ANO DE CONCLUSÃO

Área de Atuação: _____

Anos de experiência na área de atuação: desde _____

Função Atual: _____

Qualificação para o(s) método(s): **Anos de experiência:**

_____	_____
_____	_____
_____	_____

Observação: _____

Treinamento ou Curso de Especialização: _____

Anexo E - Fichas de dados de equipamentos

Nome do Equipamento: _____

Nome do Fabricante: _____

Modelo: _____

Número de Série: _____

Data de Recebimento: _____

Data de Início de Operação: _____

Condições quando Recebido: _____
(novo, usado, recondicio-
nado)

Detalhes de Manutenção: _____

História de algum dano, mal funcionamento, modificação ou
reparo:

Anexo F1 - Formulário de Requisição de Material

 RM - LIA REQUISIÇÃO DE MATERIAL PARA LISTA DE ITENS DE ALMOXARIFADO		Cod. No. N° Doc. Seq. Itens 1 02		Data de Atendimento 0 / /	
N°		CÓDIGO REQUISITANTE 15		PESQUISA TAREFA 23	
Cod. Cart. 24 1		TIPO 35 1		Interessado Rumel	
Cod. Itens 14 15 17		Código Pedido		Descrição de Material	
2 01		Unidade 27 Remessa		Quantidades 35 Pedida 44 Atendida	
2 02					
2 03					
2 04					
2 05					
3		Observação:		Data: / / AutORIZAÇÃO Chefe de Div. (carimbo e assinatura)	

Anexo G - Procedimentos da Série de Análises Químicas e Isotópicas (Série IPEN-QI)

- IPEN-QI-001 - Determinação espectrográfica de impurezas em urânio e seus compostos.**
- IPEN-QI-002 - Determinação espectrográfica de impurezas em tetrafluoreto de urânio.**
- IPEN-QI-003 - Determinação espectrográfica de B e Si em UF_6 .**
- IPEN-QI-004 - Determinação espectrográfica de Ti, Nb, Hf, Mo, Ta, V, W e Zr em compostos de urânio.**
- IPEN-QI-005 - Determinação fotométrica de Na, Li e K em urânio e seus compostos.**
- IPEN-QI-006 - Determinação espectrográfica de impurezas em alumínio metálico e óxido de alumínio.**
- IPEN-QI-007 - Determinação espectrográfica de impurezas em grafita.**
- IPEN-QI-008 - Determinação espectrográfica de impurezas em magnésio metálico e óxido de magnésio.**
- IPEN-QI-009 - Determinação espectrográfica de impurezas em compostos de zircônio.**
- IPEN-QI-010 - Determinação espectrográfica de háfnio em compostos de zircônio.**
- IPEN-QI-011 - Determinação espectrográfica de impurezas em compostos de háfnio.**
- IPEN-QI-012 - Determinação espectrográfica semiquantitativa geral usando-se óxido de germânio e grafita como diluentes.**
- IPEN-QI-013 - Determinação espectrográfica semiquantitativa de impurezas em bifluoreto de potássio ($KF.xHF$).**
- IPEN-QI-014 - Calibração da placa fotográfica Kodak Spectrum Analysis nº 1 (SA-1).**

- IPEN-QI-015 - Determinação de elementos lantanídicos em urânio por espectrometria de emissão com fonte de plasma (ICP).
- IPEN-QI-016 - Determinação dos elementos lantanídicos em concentração de terras raras por espectrometria de emissão com fonte de plasma (ICP).
- IPEN-QI-017 - Caracterização das ligas samário-cobalto e neodímio-ferro-boro por espectrometria de emissão com fonte de plasma.
- IPEN-QI-018 - Determinação de háfnio em óxido de zircônio por espectrometria de emissão com fonte de plasma (ICP).
- IPEN-QI-019 - Determinação de Al, Cr, Cu, Fe, Mg, Mn, Ni e Si em urânio metálico pela técnica de FRX.
- IPEN-QI-020 - Determinação de Mg, Si, Ca, Cr, Fe, Ni, Sm, Eu, Gd, Dy, Hf, Mo, Ti, Cl, Br e I em alumina pela técnica de FRX.
- IPEN-QI-021 - Determinação de Mg, Si, Ca, Cr, Fe, Ni, Sm, Eu, Gd, Dy, Hf, Mo, Ti, Cl, Br e I em pastilhas sinterizadas de alumina pela técnica de FRX.
- IPEN-QI-022 - Determinação de Fe, Si, Mn, Mg, Ti, Cu, Ni, Zr e Cr em ligas de alumínio pela técnica de FRX.
- IPEN-QI-023 - Determinação direta de Mn, P, Si, Cr, Ni e Mo em aço inox tipos 304, 321 e 316 pela técnica de FRX.
- IPEN-QI-024 - Determinação de carbono em urânio metálico e nos óxidos U_3O_8 e UO_2 .
- IPEN-QI-025 - Determinação de hidrogênio, nitrogênio e oxigênio em compostos de urânio.

- IPEN-QI-026 - Determinação de compostos voláteis em óxido de urânio U_3O_8 .
- IPEN-QI-027 - Determinação da razão O/U no dióxido de urânio pela técnica gravimétrica.
- IPEN-QI-028 - Determinação do volume total dos gases oclusos em pastilhas de UO_2 .
- IPEN-QI-029 - Identificação e determinação dos gases oclusos em pastilhas de UO_2 por espectrometria de massa.
- IPEN-QI-030 - Determinação de hidrogênio, nitrogênio e oxigênio em alumina - Al_2O_3 e alumínio metálico.
- IPEN-QI-031 - Determinação de compostos voláteis em alumínio.
- IPEN-QI-032 - Determinação de carbono e enxofre em pastilhas de alumina (Al_2O_3) e em alumínio metálico.
- IPEN-QI-033 - Determinação de carbono e enxofre em aços.
- IPEN-QI-034 - Determinação de hidrogênio, nitrogênio e oxigênio em aços.
- IPEN-QI-035 - Determinação de carbono livre no carbetto de boro - B_4C .
- IPEN-QI-036 - Determinação de carbono total no carbetto de boro.
- IPEN-QI-037 - Determinação de gases internos das varetas combustíveis nucleares por espectrometria de massa.
- IPEN-QI-038 - Determinação da composição isotópica de urânio em compostos de urânio de grau nuclear.
- IPEN-QI-039 - Determinação da composição isotópica de boro em carbetto de grau nuclear.
- IPEN-QI-040 - Determinação da composição isotópica de boro em ácido bórico e boro elementar de grau nuclear.

- IPEN-QI-041 - Determinação do teor de urânio total em compostos de urânio por gravimetria.
- IPEN-QI-042 - Determinação da concentração de urânio total por volumetria.
- IPEN-QI-043 - Determinação volumétrica da razão estequiométrica O/U nos óxidos de urânio UO_2 e U_3O_8 .
- IPEN-QI-044 - Determinação dos teores de UO_2F_2 , de UO_2 , de UF_4 , de urânio total, de urânio IV e do ânion fluoreto em tetrafluoreto de urânio.
- IPEN-QI-045 - Determinação das densidades aparentes solta e batida de amostras sólidas na forma de pó.
- IPEN-QI-046 - Determinação do teor de ácido fluorídrico livre em tetrafluoreto de urânio.
- IPEN-QI-047 - Determinação da concentração de urânio em soluções após extração com solvente.
- IPEN-QI-048 - Determinação da concentração da acidez livre em soluções de nitrato de urânio.
- IPEN-QI-049 - Determinação dos ânions cloreto e fluoreto em compostos de urânio por eletrodos seletivos de íons.
- IPEN-QI-050 - Microdeterminação espectrométrica de tório em compostos de urânio.
- IPEN-QI-051 - Subamostragem de hexafluoreto de urânio.
- IPEN-QI-052 - Determinação da concentração de tório por titulação complexométrica.
- IPEN-QI-053 - Determinação da concentração total de terras raras por gravimetria.
- IPEN-QI-054 - Determinação de urânio total pela sua redução com sulfato de ferro (II) em ácido fosfórico - método da titulação redox com dicromato de potássio.

- IPEN-QI-055 - Determinação de urânio em soluções de nitrato de tório por voltametria de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-056 - Determinação de urânio em efluentes de tri-carbonato de amônio e uranilo por voltametria de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-057 - Determinação de urânio em efluentes da produção de DUA e UF_4 por voltametria de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-058 - Determinação de urânio em filtros de carvão ativado por voltametria de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-059 - Determinação de urânio retido em matrizes residuais provenientes da produção de nitrato de uranilo.
- IPEN-QI-060 - Determinação de chumbo em reagentes destilados por subebulição por meio da técnica da voltametria de redissolução anódica com eletrodo de mercúrio.
- IPEN-QI-061 - Determinação de cloro em UF_6 hidrolizado por iodometria.
- IPEN-QI-062 - Determinação de cloro em UF_6 hidrolizado por cromatografia de íons.
- IPEN-QI-063 - Determinação de H_2O em UO_2 e U_3O_8 .
- IPEN-QI-064 - Determinação de fluor em pastilhas de alumina por cromatografia de íons.
- IPEN-QI-065 - Determinação de cobre, cádmio, níquel e zinco em diuranato de amônio por voltametria de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-066 - Determinação de fluor em pastilhas de alumina por meio de eletrodo seletivo.
- IPEN-QI-067 - Determinação de samário, európio, térbio, disprósio e ítrio em matriz de óxido de ga-

dolínio.

- IPEN-QI-068 - Determinação de urânio em filtrado de amônio-peroxofluorurato (APOFU) por voltametria de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-069 - Determinação de fluoreto e cloreto em carbeto de boro de grau nuclear.
- IPEN-QI-070 - Determinação de ferro em reagentes por meio da técnica voltamétrica com eletrodo de mercúrio.
- IPEN-QI-072 - Determinação da concentração de fosfato de tri-n-butila (TBP) em misturas com varsol pelo método da saturação com ácido nítrico e titulação ácido-base.
- IPEN-QI-073 - Determinação do teor de ácido fluorídrico em bifluoreto de potássio.
- IPEN-QI-076 - Determinação espectrográfica de impurezas em cobre metálico e óxido de cobre.
- IPEN-QI-078 - Determinação do teor de boro total em carbeto de boro por voltametria.
- IPEN-QI-079 - Determinação do teor de água pelo método de Karl-Fischer.
- IPEN-QI-080 - Determinação da concentração de amônio por microdifusão e titulação.
- IPEN-QI-081 - Determinação do teor de carbonato em tricarbonato de amônio e urânio por desprendimento e absorção em dióxido de carbono.
- IPEN-QI-082 - Determinação de Co em alumina de grau nuclear pela técnica de fluorescência de raios-X.
- IPEN-QI-083 - Determinação espectrográfica de impurezas em óxido de berílio.
- IPEN-QI-084 - Microdeterminação espectrofotométrica de nitrogênio em zircônio metálico.

- IPEN-QI-085 - Determinação fotométrica de Li em alumínio metálico.
- IPEN-QI-086 - Determinação de cloro residual em água.
- IPEN-QI-087 - Determinação de matéria orgânica em água (consumo químico de oxigênio).
- IPEN-QI-088 - Determinação da concentração de oxigênio dissolvido em água.
- IPEN-QI-089 - Determinação de urânio total em efluentes orgânicos da produção de DUA e UF_4 por voltametria com eletrodo de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-090 - Determinação de urânio total em reagentes orgânicos voláteis por técnica voltamétrica com eletrodo de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-091 - Determinação do teor de Boro e de óxido de boro solúvel em carbetos de boro por volumetria.
- IPEN-QI-092 - Determinação espectrofluorimétrica de cério em compostos de tório.
- IPEN-QI-093 - Determinação espectrofluorimétrica de zircônio em compostos de urânio.
- IPEN-QI-094 - Determinação espectrográfica de impurezas em compostos de tório.
- IPEN-QI-095 - Determinação não destrutiva de Ni, Cu, Fe, Mn, Si, Al, P, Co, Ti, Cr e Mo em ligas de monel pela técnica de fluorescência de raios-X.
- IPEN-QI-096 - Determinação de Si, P, Ti, Cr, Mn, Co, Ni, Cu, Nb e Mo em aços inox pela técnica de fluorescência de raios-X.
- IPEN-QI-097 - Determinação espectrográfica de impurezas em zinco metálico e óxido de zinco.

- IPEN-QI-098 - Determinação espectrográfica de impurezas em silício elementar.
- IPEN-QI-099 - Determinação espectrográfica de impurezas em quartzo natural.
- IPEN-QI-100 - Determinação do teor de cério por iodometria.
- IPEN-QI-101 - Determinação voltamétrica de urânio em sedimentos.
- IPEN-QI-102 - Determinação da relação O/U em dióxido de urânio - método voltamétrico.
- IPEN-QI-103 - Determinação de traços de urânio em soluções aquosas fortemente alcalinas.
- IPEN-QI-104 - Determinação da concentração de zircônio por precipitação com ácido mandélico e a de "óxido totais" por precipitação com hidróxido de amônio.
- IPEN-QI-105 - Determinação da concentração de zircônio por precipitação com ácido ftálico.
- IPEN-QI-106 - Determinação do teor de zircônio em zirconita.
- IPEN-QI-107 - Determinação da composição de ligas metálicas de prata-índio-cádmio de grau nuclear usados como material de controle em reatores nucleares.
- IPEN-QI-108 - Determinação espectrográfica de impurezas em zinco metálico e óxido de zinco.
- IPEN-QI-109 - Determinação de traços de urânio em filtrados e soluções aquosas de rejeitos por voltametria com eletrodo de gota pendente de mercúrio.
- IPEN-QI-110 - Determinação do teor de sulfato em oxícarb_o nato de tório por gravimetria.

Anexo H - Formulário de Solicitação de Serviço

CNEN / SP - IPEN		SOLICITAÇÃO DE SERVIÇO																																																													
De	Nº	Para	Data																																																												
Ass. Técnica																																																															
Especificação e Local do Serviço																																																															
Solicitado por		Autorizado por																																																													
		Data																																																													
Do Uso do Executor																																																															
Início		Fim																																																													
Encargado		Data																																																													
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 60%;">Material - Descrição</th> <th style="width: 10%;">Quant.</th> <th style="width: 10%;">Unid.</th> <th style="width: 15%;">P. Unitário</th> <th style="width: 5%;">P. Global</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> </tbody> </table>				Material - Descrição	Quant.	Unid.	P. Unitário	P. Global																																																							
Material - Descrição	Quant.	Unid.	P. Unitário	P. Global																																																											
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 30%;">M. O.</th> <th style="width: 10%;">Mens.</th> <th style="width: 30%;">Custo/M</th> <th style="width: 30%;">Total</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> <tr><td> </td><td> </td><td> </td><td> </td></tr> </tbody> </table>		M. O.	Mens.	Custo/M	Total																	<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 100%;">Sub-Total</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td> </td></tr> </tbody> </table>		Sub-Total																																							
M. O.	Mens.	Custo/M	Total																																																												
Sub-Total																																																															
<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 100%;">Sub-Total</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td> </td></tr> </tbody> </table>		Sub-Total		<table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <thead> <tr> <th style="width: 100%;">Ass.</th> </tr> </thead> <tbody> <tr><td> </td></tr> </tbody> </table>		Ass.																																																									
Sub-Total																																																															
Ass.																																																															
Data		Data																																																													
Assinado		Assinado																																																													

Anexo I - Cartão de Acompanhamento de Análise

		ACOMPANHAMENTO DE ANÁLISE EM LABORATÓRIO		Data de Entrada
Interessado / Procadência		Ramal	Solicitação de Serviço Nº:	
Descrição de Amostra:		Laboratório Executor		
Reg. Geral Nº	Amostra	Tipo de Análise Solicitada		
Obs.:				

Anexo J - Formulários dos Resultados de Análise

IPEN CNEH/SP	RESULTADO DE ANÁLISE					NP
DE:			PARA:			
MATERIAL:			LOTE:			
SOLICITAÇÃO Nº:			INTERESSADO:			
TÉCNICA ANALÍTICA:						
Elemento	Amostra	Amostra	Amostra	Amostra	Amostra	
	Teor ()	Teor ()	Teor ()	Teor ()	Teor ()	
OBS:						
EXECUTOR			RESPONSÁVEL			

Anexo K - Gráficos de Controle

Nota:

Para um esclarecimento melhor, consultar a bibliografia disponível no setor de garantia da qualidade do Departamento de Processos Especiais.

- Controle Estatístico de Qualidade - Ruy de C.B. Lourenço Filho, Livros Técnicos e Científicos Editora S.A., 1964, 2ª ed.
- Apostila do Curso de Treinamento em Garantia da Qualidade, Nuclebrás, 1977.

As principais etapas para a construção dos gráficos de controle estão relacionadas a seguir:

- 1) Selecionar o tipo de Análise
- 2) Selecionar o material de referência a ser analisado (certificado ou não)
- 3) Estabelecer
 - número de amostras (N)
 - tamanho da amostra (n)
 - periodicidade
- 4) Obter um grupo de dados
- 5) Calcular os parâmetros: $\bar{X}$ (média); R (amplitude); $\bar{\bar{X}}$ (média das médias); $\bar{R}$ (média da amplitude); $LSC_{\bar{X}}$ (limite superior de controle da média); $LIC_{\bar{X}}$ (limite inferior de controle da média); LSC_R (limite superior de controle da amplitude); LIC_R (limite inferior de controle da amplitude)
- 6) Construir os Gráficos de Controle para a média e amplitude e seus limites

- 7) De acordo com a periodicidade estabelecida continuar as medidas colocando os pontos $\bar{X}$ e R nos gráficos já traçados.

Expressões empregadas:

$$\bar{X} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n}$$

$$R = (X_{\text{maior}}) - (X_{\text{menor}})$$

$$\bar{\bar{X}} = \frac{\sum_{i=1}^N \bar{X}_i}{N}$$

$$\bar{R} = \frac{\sum_{i=1}^N R}{N}$$

$$LSC_{\bar{X}} = \bar{\bar{X}} + A_2 \bar{R}$$

$$LSC_{\bar{X}} = \bar{\bar{X}} - A_2 \bar{R}$$

Nota: As constantes A_2 , D_3 , D_4 e d_2 estão indicadas na Tabela 1.

$$LSC_R = D_4 \bar{R}$$

$$LIC = D_3 \bar{R}$$

$$\sigma = \frac{\bar{R}}{d_2}$$

Tabela 1 - Tabela dos Fatores

Tamanho da Amostra (n)	Média (A_2)	Amplitude		Desvio-padrão (d_2)
		(D_3)	(D_4)	
2	1,88	0	3,27	1,128
3	1,02	0	2,57	1,693
4	0,73	0	2,28	2,059
5	0,58	0	2,11	2,326
6	0,48	0	2,00	2,534
7	0,42	0,08	1,92	2,704
8	0,37	0,14	1,86	2,847
9	0,34	0,18	1,82	2,970
10	0,31	0,22	1,78	3,078

Anexo L - Dados sobre Programas de Comparação Interlaboratoriais

Título do evento: _____

Data: _____

Órgão coordenador: _____

Laboratório participante: _____

Técnica de análise empregada: _____

Tipo amostra analisada: _____

Elementos/compostos determinados: _____

Observação: _____

