

# A participação do CDTN em intercomparações laboratoriais

*O Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN), de Belo Horizonte (MG), vem participando, em conjunto com outras instituições, de programas interlaboratoriais envolvendo técnicas nucleares e não nucleares em amostras de águas, sedimentos e materiais nucleares*



A participação de instituições de pesquisa em programas interlaboratoriais é uma prática importante para o desenvolvimento científico e tecnológico em química, com resultados imediatos nas áreas de meio ambiente, materiais, saúde, dentre outras. Esta atividade permite a um laboratório: melhorar a qualidade dos resultados analíticos, detectar e reduzir erros sistemáticos e motivar as equipes técnicas envolvidas. É, também, uma forma de validar metodologias analíticas e de registrar a confiabilidade dos resultados gerados pelos laboratórios participantes.

Há mais de 30 anos, o Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear (CDTN) vem realizando trabalhos de pesquisa em química analítica, dispondo de laboratórios, nos quais são utilizadas técnicas baseadas em métodos nucleares e não nucleares para análise de elementos, compostos e

radionuclídeos em matrizes diversas. Contando com um corpo técnico especializado, são empregadas técnicas analíticas adequadas e calibrações periódicas dos equipamentos por meio da utilização de materiais de referência certificados procedentes de institutos, tais como:

- National Institute of Standards and Technology (NIST);
- International Atomic Energy Agency (IAEA);
- Instituto de Pesquisas Tecnológicas (IPT).

Faz parte do sistema de qualidade dos laboratórios do CDTN, a participação nos programas de intercomparação promovidos por estas instituições:

- International Atomic Energy Agency (IAEA);
- Agência Brasileiro-Argentina de Contabilidade e Controle de Materiais Nucleares (Abacc);
- Environmental Protection Agency (EPA);

- New Brunswick Laboratory (NBL);
- Commission d'Établissement des Méthodes d'Analyse (Cetama).

No presente trabalho, são apresentados alguns resultados obtidos pelo CDTN nos últimos programas de intercomparação, a nível nacional e internacional.

## Programas de intercomparação

Dentre os programas de intercomparação em que o CDTN vem participando nos últimos seis anos, destacam-se aqueles realizados com a Abacc, Cetama, NBL, AIEA, e com o Laboratório Limnos Hidrobiologia e Limnologia (MG). Nestes exercícios, foram analisadas amostras de águas, sedimentos e materiais nucleares, em especial pastilhas de UO<sub>2</sub>. Em vista do CDTN apresentar hoje, além da nuclear, áreas de atuação em P&D bem diversificadas, tais como meio ambiente, materiais, saúde, faz parte da programação do centro participar deste tipo de atividade de forma a conferir sistematicamente a confiabilidade dos resultados analíticos gerados.

São apresentados, a seguir alguns destes programas e os respectivos resultados.

## Programas de intercomparação promovidos pela Abacc

No âmbito das atividades promovidas pela Abacc, o CDTN tem participado dos seguintes programas:

*Programa Cetama.* Em 1987, a Cetama lançou e realizou o primeiro programa denominado Evaluation de la Qualité du Resultat d'Analyse dans l'Industrie Nucléaire (Eqrain). O segundo programa de intercomparação foi promovido no período de 1993 a 1995 e os posteriores estão sendo realizados desde então, todos os anos.

O programa Eqrain tem como objetivo principal o controle da qualidade dos resultados de análises químicas e físico-químicas. Os procedimentos habituais envolvem: anonimato dos laboratórios, sendo cada um identificado por um código previamente informado pela coordenação da Cetama e posterior envio do esquema analítico e das soluções para análise.

O interesse particular deste programa tem, de um lado, as restrições relativas à pureza dos materiais e às especificações que delas resultam para um conjunto de materiais produzidos no setor nuclear (ciclo do combustível). Por outro lado, a utilização crescente de técnicas

espectrométricas, como as espectrometrias de emissão ótica e de massas com plasma indutivamente acoplado, ICP-AES e ICP-MS, necessitam de aferição ou verificação com respeito ao conjunto de elementos dosados. Estas técnicas não devem ser consideradas como exclusivas, e o emprego de métodos complementares, como as espectrometrias de absorção atômica, de absorção molecular e de fluorescência de raios X, deve ser considerado relevante.

Os participantes do programa receberam em cada exercício uma solução multielementar com as seguintes características:

- volume: 100 ml;
- meio: solução nítrica 2M;
- acondicionamento: frasco de polietileno;
- elementos presentes: Al, As, B, Be, Ca, Cd, Co, Cr, Fe, Mg, Mn, Nd, Pb, U e Zn;
- concentração: 2 a 10 mg.l-1 ( $\pm$  0,5%).

Os elementos foram selecionados segundo a necessidade e a solicitação dos laboratórios franceses.

O formulário de resposta sugeria o mínimo de três tomadas de ensaios e dez medidas sobre cada um deles. Além disso, o laboratório participante informou o método, a aparelhagem e os materiais de referência utilizados. Após o recebimento dos resultados de um determinado laboratório, a Cetama encaminhou imediatamente para o mesmo os valores de referência.

Em média, anualmente, 30 laboratórios da América Latina e Europa, além da França, envolvendo 40 equipamentos de análise, participaram deste programa. São apresentados na Tabela 1 os resultados obtidos pelo CDTN no programa Eqrain 5, Cetama (1999), empregando-se para a análise a técnica da espectrometria de absorção atômica.

Seguindo a mesma linha de trabalho, a Cetama conduziu programas de intercomparação para a determinação da concentração de urânio em soluções de nitrato de uranila, adotando-se o mesmo procedimento de organização, com a diferença de que, neste programa, foram enviadas quatro amostras a serem analisadas em espaços de tempo previamente definidos.

Na Tabela 2, são apresentados os resultados obtidos pelo CDTN no programa Eqrain “Uranium n.º 8”, Cetama (1998), onde foi utilizado o método de análise de Davies e Gray, de titulação potenciométrica de urânio, Davies e Gray (1964).

*Programa NBL.* O New Brunswick Laboratoy – NBL é uma unidade pertencente ao Departamento de Energia dos Estados Unidos e tem como atribuição fundamental assegurar a salvaguarda de materiais nucleares. Sua missão inclui a atuação como uma extensão técnica do Department’s Office of Safeguards and Security – DOE OSS na área de contabilidade e controle de materiais nucleares.

Em atendimento a um programa contínuo de controle de materiais nucleares o CDTN participou em 1998 de um exercício de intercomparação laboratorial promovido pela Abacc e pelo NBL. O programa consistiu na análise de urânio em soluções puras de nitrato de uranila na faixa de concentração de aproximadamente 7 a 10 mgU/.

A avaliação do NBL mostrou que a precisão do método está satisfatória, mas a repetibilidade das medidas têm que ser melhoradas, NBL (1999).

### **Programa de intercomparação ARCAL XXVI, promovido pela AIEA**

A Agência Internacional de Energia Atômica, promove anualmente um programa bienal denominado ARCAL – Arreglos Regionales Cooperativos para la Promocion de la Ciencia y la Tecnologia Nucleares en America Latina y el Caribe. Por meio da utilização da tecnologia nuclear para atender aos planos de desenvolvimento de um determinado país, este programa tem como objetivos principais:

- identificar e solucionar as necessidades urgentes de uma ou mais regiões de um determinado país;
- aumentar o nível científico da região;
- promover a cooperação técnica entre os países envolvidos no programa;
- transferir a tecnologia nuclear desenvolvida para o setor produtivo.

Neste contexto, o CDTN vem participando, desde 1997, do programa ARCAL XXVI – Garantia da Qualidade nos Laboratórios Analíticos, com o objetivo de que os laboratórios dos países envolvidos neste programa e que trabalham com técnicas analíticas nucleares e correlatas, estabeleçam sistemas de qualidade com a finalidade de adquirir credibilidade, satisfazendo, assim, as exigências de seus clientes, de acordo com as normas internacionais.

Dentro das metas deste programa, já foram realizados dois exercícios de intercomparação laboratoriais. O Manual da Qualidade e Procedimentos Analíticos de diversas metodologias utilizadas nas rotinas laboratoriais do CDTN foram também elaborados para a obtenção de um credenciamento junto a AIEA.

### **Programa de intercomparação promovido pelo CDTN e o Laboratório Limnos**

O CDTN e o Laboratório Limnos realizaram, em parceria, um trabalho de comparação de resultados analíticos, por meio da determinação de doze parâmetros físico-químicos da Lagoa de Maimbá. Esta lagoa, situada entre os municípios de Meaípe e Ubu, ES, constitui o receptor final da maior parte das emissões líquidas da Samarco Mineração, sendo utilizada como fonte de abastecimento doméstico, após tratamento convencional completo, e para pesca.

Empregando-se as técnicas de espectrofotometria de absorção atômica, fotometria de chama, cromatografia de troca iônica, volumetria, turbidimetria, condutimetria e potenciometria, cada instituição aplicou a sua respectiva metodologia de análise de rotina para a determinação de: pH, condutividade, turbidez, alcalinidade total, dureza total, sulfato, cloreto, sódio, potássio, cálcio, magnésio e ferro.

Resultados equivalentes (erro relativo entre 1 e 10%) foram obtidos para: pH, condutividade, alcalinidade total, dureza total, cloreto, sódio, potássio, cálcio e magnésio. Resultados diferentes (erro relativo de 20%) foram obtidos para o sulfato. Resultados discrepantes foram obtidos para turbidez e ferro, Avelar (2000).

A participação do CDTN em programas de intercomparação vem demonstrando até o momento ser uma atividade imprescindível para os laboratórios, avaliar e melhorar a qualidade dos resultados analíticos obtidos. A experiência adquirida ao longo dos anos é importante e com certeza irá contribuir para a organização desta atividade no Comitê de Metrologia Química da Rede Mineira de Laboratórios de Metrologia e Ensaios, do qual o CDTN participa juntamente com outras Instituições do Estado de Minas Gerais. ■

## REFERÊNCIAS

AVELAR, M. M. *Comparação de resultados analíticos de alguns parâmetros físicoquímicos da Lagoa de Maimbá: uma parceria CDTN/LIMNOS. Belo Horizonte-MG; Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear, 2000. (Publicação CDTN-872).*

DAVIES, W., GRAY, W. *A Rapid and specific titrimetric method for the precise determination of uranium using iron (II) sulphate as reductant. Talanta, vol 11, p. 1203-1211, June 1964.*

DELION, J. *Programme d'Evaluation de la Qualité du Résultat d'Analyse dans l'Industrie Nucléaire: programme n.5 analyse de traces, Marcoule: CEA/VALRHO, 1999. (DRRV/CETAMA/NT 2000-02).*

SPALETTO, M. I., SMITH, M. M., Soriano, M. D. *Safeguards measurement evaluation program: uranium sample exchange, plutonium sample exchange. Argonne: New Brunswick Laboratory, 1999, (NBL-352).*

---

**Roberto P. G. Monteiro** – [rpgm@urano.cdtm.br](mailto:rpgm@urano.cdtm.br); **Helena E. L. Palmieri** – [help@urano.cdtm.br](mailto:help@urano.cdtm.br); **Marta M. Avelar** – [avelarm@urano.cdtm.br](mailto:avelarm@urano.cdtm.br); e **Milton B. Franco** – [mbf@urano.cdtm.br](mailto:mbf@urano.cdtm.br) são do Centro de Desenvolvimento da Tecnologia Nuclear/Comissão Nacional de Energia Nuclear, 30123-970 Belo Horizonte, MG. Brasil.

---