

ACTA DE INSPECCIÓN

D^a. [REDACTED], funcionaria del Consejo de Seguridad Nuclear (CSN), acreditada como inspectora,

CERTIFICA: Que el día veintisiete de marzo de dos mil quince, se personó en compañía de D^a. [REDACTED] [REDACTED] (Comisión Chilena de Energía Nuclear) en calidad de observadora, en el Servicio de Dosimetría Personal Interna (SDPI) del Centro de Investigaciones Energéticas, Medioambientales y Tecnológicas (en adelante, Ciemat). Este SDPI dispone de autorización concedida por el CSN mediante Resolución de fecha 30 de julio de 1992.

El titular fue informado de que la inspección tenía por objeto realizar una serie de comprobaciones *in situ* sobre los aspectos incluidos en la memoria presentada en el CSN junto con la solicitud de modificación de la autorización del SDPI, por incorporación de los siguientes ensayos:

- Determinación de concentración de Pu-239 en muestras de orina mediante ICP-Ms.
- Determinación directa de la concentración de uranio (U-235 y U-238) y Torio (Th-230 y Th-232) en orina mediante ICP-Ms.

La inspección fue recibida por D^a. [REDACTED], jefa de División de Medio Ambiente Radiológico, D^a. [REDACTED], responsable del SDPI y D^a. [REDACTED] responsable del Laboratorio de Bioensayo (en adelante, Lab-BIO). Asimismo, se encontraron presentes durante la inspección D. [REDACTED], responsable del Laboratorio de ICP-Ms (en adelante, Lab-ICP), D^a. [REDACTED], responsable suplente del Lab-ICP, D^a. [REDACTED], responsable suplente del Lab-BIO y D. [REDACTED], responsable de Calidad.

Los representantes del SDPI fueron advertidos previamente al inicio de la inspección que el acta que se levanta, así como los comentarios recogidos en la tramitación de la misma, tendrán la consideración de documentos públicos y podrán ser publicados de oficio, o a instancia de cualquier persona física o jurídica. Lo que se notifica a los efectos de que el titular exprese qué información o documentación aportada durante la inspección podría no ser publicable por su carácter confidencial o restringido.



De la información suministrada por los representantes del SDPI a requerimiento de la Inspección, así como de las comprobaciones tanto visuales como documentales realizadas directamente por la misma, se obtienen los resultados siguientes:

MEDIOS HUMANOS

- El Lab-ICP se encuentra incorporado en el organigrama del Servicio de Dosimetría de Radiaciones (SDR) del Ciemat (DC SDR 017, de marzo de 2015), dependiendo del Lab-BIO,
- El personal del Lab-ICP está compuesto por [REDACTED] y [REDACTED], quienes disponen de una formación adecuada para las funciones que tienen asignadas y cuentan con experiencia acreditada en las tareas que llevarán a cabo como parte del SDPI.
- El personal del Lab-ICP ha sido cualificado *por histórico* tanto para los procedimientos técnicos del Lab-ICP como para los de gestión del mismo, de acuerdo con el sistema de cualificaciones establecido en el SDR, manteniéndose dicha cualificación (28/07/14) dentro de la vigencia bienal y cumplimentadas las correspondientes *Hojas de cualificación* (SDR PG 005 R3).
- El personal del Lab-ICP ha recibido formación (actividad formativa FOR 14/01) sobre el sistema de calidad del SDR, así como sobre el funcionamiento de la aplicación de gestión de la misma, Certool, encontrándose los registros de seguimiento de la formación (PG SDR 005 R9) firmado por los responsables de las actividades formativas y por el asistente.
- Respecto a la formación específica en dosimetría interna, el personal del Lab-ICP [REDACTED] ha participado en la jornada “Dosimetría interna” organizada por la SEPR en 2014, ambos han venido asistiendo a las reuniones periódicas del SDPI con la jefa de División, y está previsto a corto plazo que asistan a un seminario sobre evaluación dosimétrica que impartirá la responsable del SDPI, tal como manifestaron.

SISTEMA DE GARANTÍA DE CALIDAD (SGC)

- El Manual de Calidad del SDR (MC SDR 001, Ed. 07, de 11/07/14) se encuentra actualizado e incorpora al Lab-ICP en su estructura,
- El Lab-ICP dispone de procedimientos de trabajo actualizados, que describen de forma detallada y completa los procesos a los que aplican,



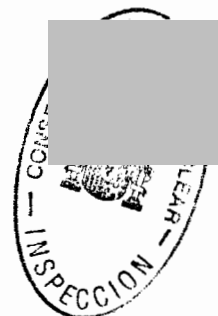
- El personal del Lab-ICP dispone de acceso a la aplicación informática [REDACTED] para la gestión del sistema de calidad, así como a la carpeta en red de uso exclusivo para el SDR '[REDACTED]', que contiene registros de la aplicación del SGC,
- El Lab-ICP participa anualmente en intercomparaciones entre laboratorios, manteniendo actualizados los registros a ellas asociados (PG SDR 100 R10).
- Se constató que la participación en intercomparaciones permite al SDPI validar sus procedimientos de medida, así como, en su caso, la adopción de acciones de mejora y/o correctivas.
- La Inspección revisó específicamente los registros asociados a la participación del Lab-ICP en la intercomparación organizada por [REDACTED] en 2014 (Uranio y Actínidos por masa en orina) que no habían sido incluidos en la memoria remitida al CSN.
- El responsable de Calidad realizó en 2014 una auditoría inicial (AUD 14/02, de 20/05/14) para ver el grado de implantación del sistema de calidad en el Lab-ICP, siguiendo tanto la ISO 17025 como la Guía de Seguridad nº 7.1 del CSN. Se constató que, ante los comentarios y/o desviaciones reportados en el informe de auditoría, el SGC implementa acciones de mejora y/o correctivas, respectivamente, estando en todos los casos convenientemente documentadas.
- A lo largo de la inspección se constató que se efectúa una adecuada gestión sobre los registros asociados a la aplicación del SGC, demostrando el personal del Lab-ICP un conocimiento consolidado sobre los mismos,
- Como controles internos de calidad en el Lab-ICP se tienen establecidos, entre otros: el uso de blancos, la realización de muestras duplicadas (cuyo coeficiente de variación ha de estar comprendido dentro del rango $\pm 10\%$, salvo muestras con Actividad en el nivel del límite de detección), chequeos de verificación (mediante adición de trazadores a concentraciones conocidas), análisis de patrón interno (In-115), y control sobre el estado de calibración-verificación-mantenimiento de los equipos.

MEDIOS TÉCNICOS

- El Lab-ICP se encuentra en la planta primera del edificio [REDACTED] Ciemat y dispone de tres dependencias: laboratorio de medidas, laboratorio de tratamiento de muestras y laboratorio de preparación de muestras, siéndole facilitado a la Inspección el acceso a todas ellas.
- Para la realización de los ensayos, el Lab-ICP dispone, entre otros, de los siguientes equipos:



- Espectrómetro de masas de alta resolución con fuente de plasma de acoplamiento inductivo, sector magnético y doble enfoque, modelo [REDACTED], de [REDACTED] (N/S 3848),
 - Desolvatador [REDACTED]),
 - Software para manejar el espectrómetro, [REDACTED] 3.1.2.242,
 - Vitrinas de extracción de gases,
 - Sistema de destilación de ácidos,
 - Sistemas de purificación de agua [REDACTED] (modelos [REDACTED] y [REDACTED]),
 - Sistema de digestión asistida por microondas,
 - Otro material de laboratorio de uso común.
- El material arriba indicado se encuentra incluido dentro del inventario de material del SDR ("Información de los equipos", de 08/07/2014).
 - El Lab-ICP dispone de un sistema de alimentación ininterrumpida (SAI), que permite la autonomía eléctrica de la instrumentación de que dispone el laboratorio.
 - Se dispone de forma análoga al resto de laboratorios del SDR de un *Cuaderno de equipos* (PG SDR 020 R2, Ed. 02.xls), donde consta la planificación de los procesos de mantenimiento, verificación y calibración periódicos relativos a los equipos del Lab-ICP.
 - Se constató que el seguimiento de las intervenciones indicadas en el guión anterior se efectúa de acuerdo con la planificación prevista y según lo establecido en procedimiento (PG ICP 001, Ed.01).
 - Respecto al mantenimiento preventivo anual del espectrómetro ICP-Ms por la empresa [REDACTED], se constató que se había efectuado en 2013 la correspondiente visita (albarán Nº 301720683, de 26/11/13), no pudiendo ser documentada la correspondiente a 2014 mediante un albarán de la empresa, pero existiendo registro (11/11/14) en la ficha de equipos situada junto al espectrómetro.
 - Como parte del proceso de gestión de una *no conformidad* (NC 14/024), el personal del Lab-ICP evidenció que el desolvatador [REDACTED] no estaba funcionando adecuadamente. Se mandó a reparar y en tanto se encontraba fuera de servicio, se adquirió uno nuevo, que en el momento de la inspección estaba tratando de ser puesto en marcha, si bien no se ha conseguido alcanzar la sensibilidad prescrita en procedimiento, y se está en comunicación con la empresa de mantenimiento del equipo.
 - El personal del Lab-ICP manifestó que no se harían controles a trabajadores expuestos con el equipo hasta que estuviera en condiciones adecuadas de funcionamiento,

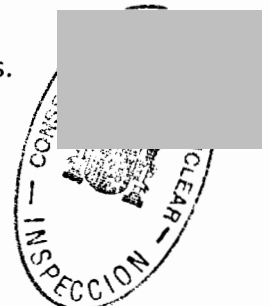


PATRONES Y MATERIALES DE REFERENCIA

- El Lab-ICP dispone de un registro de patrones certificados (PG ICP 001 R4) donde se especifican las características y proveedores de los mismos, conservando asimismo, los certificados de todos los materiales de referencia empleados en los ensayos,
- Se dispone de un *Libro de reactivos comerciales* (PG ICP 001 R5) y un *Libro de seguimiento de disoluciones* (PG ICP 001 R6), encontrándose ambos actualizados.
- A partir de los patrones certificados y de sus diluciones se preparan disoluciones multielementales para la obtención de las curvas de calibrado, manteniendo un adecuado control documental sobre el proceso (registros PG ICP 001 R7, R8 y R9).
- Durante la inspección se reprodujo documentalmente la elaboración (en fecha 26/03/15) de una solución multielemental (2M) a partir de una dilución de patrones certificados (A11U ATh-230; B1 Th232, procedente a su vez de la AU) para la obtención de un patrón para la recta de calibrado (260315-001 ppb, registro PG ICP 001 R9) previa al análisis de muestras, lo que permitió evidenciar que la nomenclatura establecida en el Lab-ICP garantiza la trazabilidad e identificación unívoca de los patrones.
- Se constató que, tal como se dice en procedimiento, los patrones de calibración se almacenan refrigerados para ser empleados en análisis consecutivos durante un plazo máximo de tres semanas, transcurridas las cuales son eliminados a través del sistema de gestión de residuos del Ciemat.
- Se dispone de una solución multielemental certificada XXIII, denominada “tune”, para la calibración en masas y verificaciones del funcionamiento del espectrómetro.

CALIBRACIÓN Y VERIFICACIONES PERIÓDICAS

- Se reprodujo documentalmente en presencia de la Inspección el proceso completo de la última calibración en masas del Espectrómetro ICP-Ms (efectuado en fecha 04/02/14), tras lo que se comprobó que el proceso había sido llevado a cabo tal como consta en procedimiento (PT ICP 100, Ed. 01):
 - Sintonización del equipo (verificación del correcto funcionamiento del equipo mediante la medida de la solución multielemental “tune”, efectuando seguimiento sobre los isótopos In-115, U-238 y óxidos de Uranio, UOx), con su registro correspondiente (PT ICP 100 R2, captura de pantalla “Registro Tune 4 Febrero 2015”).
 - Selección de la secuencia [REDACTED].seq”, con seis análisis.

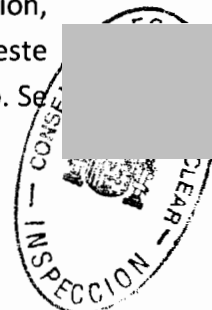


- Obtención de las curvas de calibrado con sus segundas derivadas, cuyos perfiles han de coincidir con los descritos en el manual de operación.
 - Generación de los ficheros .mdc (registro PT ICP 100 R8), obtenidos en la calibración, y archivo de los mismos en la carpeta de red [REDACTED] ([REDACTED]).
 - Confirmación de que los valores del parámetro EDAC Log se encuentran próximos a cero (a través del acceso remoto a la aplicación [REDACTED]),
 - Registro de la calibración en masas en la "Hoja de seguimiento rutinario del equipo" (PT ICP 100 R1), en el "Cuaderno de equipo" (PG SDR 020 R2) y en la ficha del equipo que se encuentra junto al mismo,
- Del mismo modo, se reprodujo documentalmente un proceso de obtención de curvas de calibrado (03/02/15), comprobándose con ello que el proceso se había llevado a cabo según lo establecido en procedimiento (PT ICP 102, Ed. 01), salvo la mención relativa a la verificación de la recta de calibrado:
- Medida del fondo instrumental utilizando un mínimo de diez blancos,
 - Medida de entre cinco y ocho patrones de concentración conocida (en este caso, se utilizaron diez), en una matriz similar o igual a la de las muestras (se utilizó ácido nítrico).
 - Obtención mediante el software de la recta de calibrado (mediante ajuste por mínimos cuadrados de las intensidades de los patrones corregidas y normalizadas por el patrón interno), demostrando el criterio de aceptación para la recta de calibrado ($R^2 \geq 0.990$).
 - Verificación de la recta de calibrado mediante la medida de al menos dos patrones de verificación de concentración conocida. Se puso de manifiesto que la aceptación de la verificación (comprobación de los criterios de aceptación B_r y S_{Br} establecidos en procedimiento, en el registro PT ICP 102R2) se realiza con posterioridad a proseguir la medida de las muestras. No obstante, el analista responsable de las medidas procede a la verificación en pantalla de que los valores de Actividad mostrados coinciden con los esperados para el radionucleido de que se trate.
 - Medida de los patrones de verificación intercalados entre los blancos en la secuencia de análisis.
 - Generación de los archivos de rectas de calibrado (CAL030215, registro [REDACTED] ([REDACTED]) y archivo de los mismos en [REDACTED]
- Las pipetas se someten a calibración anual, de acuerdo a la planificación. Se seleccionó aleatoriamente la pipeta EQ-ICP-30, disponiéndose del certificado de calibración emitido por [REDACTED] (Nº VM 141369) en junio de 2014.



REALIZACIÓN DE ENSAYOS

- Se reprodujo documentalmente en presencia de la Inspección el proceso completo de gestión de una muestra (Ref. Lab-ICP nº 15002; Lab-BIO nº 8-15) dentro del laboratorio, desde la solicitud del análisis por el peticionario hasta la emisión del informe de resultados (auditoría vertical), tras lo que se constató que la cadena de custodia dentro del laboratorio está garantizada y que el ensayo había sido llevado a cabo conforme a lo establecido en procedimiento (PT ICP 102, Ed. 01), salvo las menciones expresas en el siguiente guión.
- Como consecuencia de la citada auditoría vertical, se comprobaron de forma muestral los siguientes procesos:
 - Información de la remisión de muestra vía e-mail (19/01/15) desde Lab-BIO a Lab-ICP (“Comunicación BIO”), junto con el formato de petición de análisis (PG ICP 001 R1) cumplimentado.
 - Recepción de las muestras en el Lab-ICP (PG ICP 001 R2, 20/01/15).
 - Almacenamiento de la muestra refrigerada hasta realización de análisis (04/02/15) según el procedimiento específico (PT ICP 102, Ed. 01).
 - Calibración en masas del espectrómetro en vigor (04/02/15).
 - Dilución de la muestra (PT ICP 102 R2).
 - Sintonización del equipo (PT ICP 100 R2 E1, Registro Tune 4 febrero 2015).
 - Control del funcionamiento del equipo: Daily test (secuencia de once análisis para comprobar el rendimiento del equipo, registro PT ICP 100 R3, de 04/02/15).
 - Medida de los fondos (PT ICP 100 R4 Fondos, 04/02/15).
 - Seguimiento rutinario del equipo (PT ICP 100 R1): constando el estado de todos los parámetros definidos en procedimiento, así como que se había efectuado la calibración de masas, los valores de EDAC Log y las cps obtenidas en la medida de los fondos.
 - Selección del método (en función del radionucleido a medir).
 - Generar la curva de calibrado (CAL030215-2).
 - Verificación de la curva de calibración (PT ICP 102 R2 “Hoja de verificación de calibración”). Como ya se indicó en otro apartado de la presente acta, esta verificación se realizó con posterioridad (09/02/15) a la medida de las muestras (04/02/15).
 - Selección del patrón interno (In-115).
 - Establecimiento de la secuencia de análisis (blancos, patrones de verificación, muestras), de manera que se mida dos veces como mínimo cada muestra (en este caso se leyeron por cuadruplicado) y se termine siempre con al menos un blanco. Se

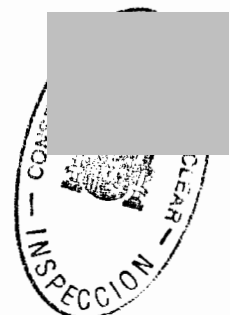


evidenció que en el establecimiento de la secuencia no se sigue estrictamente el orden definido en procedimiento (en lo relativo al orden de la medida de los patrones de verificación).

- Programación del lavado del circuito de muestro con HNO₃ ultrapuro al 2-5% tras cada medida [REDACTED].
- "Seguimiento de muestras U-Th" (PT ICP 102 R1): con anotación de la fecha de inicio de la medida y nombre de la secuencia de análisis (04-02-2015.SEQ).
- Medida de alguno de los blancos como muestras para calcular a partir de sus concentraciones los límites de detección.
- Análisis de resultados de las muestras y sus duplicados (PT ICP 102 R2 "Hoja de tolerancia de duplicados").
- Obtención de los archivos de cada análisis de la muestra (en este caso, cuatro) con el formato: C:\Element\user\ELEMENT\Data\04-02-2015\15002_N.dat y el informe de la secuencia entera (PT ICP 100 R7), si bien este último registro no estaba identificado como tal.
- Archivo de los registros correspondientes a la medida de la muestra en [REDACTED], dentro de la carpeta [REDACTED], en una subcarpeta denominada con la fecha de la medida (04_02_2015).
- Generación del informe de resultados (PG ICP 001 R3) por duplicado.

INFORME DE RESULTADOS

- El formato del informe de resultados (PG ICP 001 R3, Edición 1), permite identificar inequívocamente la muestra analizada (constando tanto la identificación de la misma por el Lab-ICP como por el Lab-BIO), así como la técnica de medida (Espectrometría de Masas ICP-SFMS), el equipo en que se ha medido, el procedimiento técnico de aplicación, las fechas de recepción y de análisis de la muestra, los isótopos detectados, su concentración y Actividad, incertidumbre de la medida y límites de detección.
- Los informes de resultados se emiten por duplicado para remitir una copia al peticionario (Lab-BIO) y otra archivarla en el Lab-ICP ([REDACTED]).
- El informe de resultados es firmado por el analista responsable del análisis y es posteriormente revisado por el responsable del Lab-ICP.
- Junto con el informe de resultados, el Lab-ICP remite al Lab-BIO los



ARCHIVO

- Se dispone de una adecuada estrategia de salvaguardia de los archivos informáticos generados en el Lab-ICP, garantizando con ello el mantenimiento a largo plazo de la información necesaria para reproducir los resultados emitidos por el laboratorio.
- Se ha desarrollado recientemente un registro sobre el seguimiento de las copias de seguridad de la información relativa al espectrómetro (PG ICP 001 R10), que está previsto sea incorporado a procedimiento cuando se emita la siguiente edición del mismo.

Antes de abandonar las instalaciones, la Inspección mantuvo una reunión de cierre con los representantes del SDR, en la que se repasaron las observaciones más significativas encontradas durante la inspección.

Por parte de los representantes del SPDI del Ciemat se dieron las necesarias facilidades para la actuación de la inspección.

Con el fin de que quede constancia de cuanto antecede y a los efectos que señala la Ley 15/1980 de creación del Consejo de Seguridad Nuclear, la Ley 25/1964 sobre Energía Nuclear, el Reglamento de Instalaciones Nucleares y Radiactivas y el Reglamento de Protección Sanitaria contra las Radiaciones Ionizantes, así como la autorización referida, se levanta y suscribe la presente acta por duplicado en Madrid y en la sede del Consejo de Seguridad Nuclear a siete de abril de dos mil quince.

*Las alegaciones y comentarios al contenido del Acta de Inspección se presentan en el documento adjunto
Ref. CIEMDT/DPI/39/15 de fecha
20 Abril 2015.*



Dir. Gen. MOR.



TRÁMITE.- En cumplimiento con lo dispuesto en el artículo 45 del Reglamento de Instalaciones Nucleares y Radiactivas citado, se invita a un representante autorizado del Servicio de Dosimetría Personal Interna del Ciemat para que con su firma, lugar y fecha, manifieste su conformidad o reparos al contenido del acta.

CONSEJO DE SEGURIDAD NUCLEAR

28040 - MADRID

Ref. CIEMAT/DPI/39/15

Madrid, 20 de abril de 2015

ASUNTO: TRÁMITE AL ACTA DE INSPECCIÓN Ref. CSN/AIN-5/SDP-1004/15

Las siguientes alegaciones y comentarios están estructurados por hojas y párrafos

ALEGACIONES Y COMENTARIOS:

Página 1 de 9:

Párrafo 4: Se propone corregir [REDACTED] por "[REDACTED]".

Página 4 de 9: Medios Técnicos

Párrafo 6: Se dispone del albarán de la intervención de mantenimiento preventivo anual del espectrómetro ICP-MS correspondiente a 2014. Se adjunta copia de dicha documentación.

Página 5 de 9: Patrones y Materiales de Referencia

Párrafo 4: Se propone cambiar la frase "Durante la inspección se reprodujo documentalmente la elaboración (en fecha 26/03/2015) de una solución multielemental (2M) a partir de una dilución de patrones certificados (A11U ATh-230; B1 Th232, procedente a su vez de la AU) ..." por "**Durante la inspección se reprodujo documentalmente la elaboración (en fecha 26/03/2015) de un patrón para la recta de calibrado 260315_0.01ppb (registro PG ICP 001 R9) a partir de una solución multielemental (2M) preparada a partir de una dilución de patrones certificados (A11U (procedente de AU), ATh230 y B1Th232)...**".

Página 7 de 9: Realización de ensayos

Párrafo 2. Apartado 12: Aclaración. La calibración de las masas fue llevada a cabo en fecha 04/02/2015, pero la verificación de la recta de calibrado se realizó en la misma fecha que el análisis (09/02/2014).

Página 7 de 9: Realización de ensayos

Párrafo 2. Apartado 14: Comentario: Se dispone de evidencias de que desde la fecha de la inspección, el [REDACTED] sigue lo descrito en el procedimiento en lo relativo al orden de la medida de los patrones de verificación.

Página 8 de 9: Realización de ensayos

Párrafo 2: Se propone corregir “muestro” por “**muestreo**”.

Página 8 de 9: Realización de ensayos

Párrafo 6. Comentario: Se dispone de evidencias de que desde la fecha de la inspección, el  identifica de forma manual el registro PT ICP 100 R7.

Página 8 de 9: Informe de resultados

Párrafo 12: Se observa que dicho párrafo está incompleto.

CONFIDENCIALIDAD

Se propone eliminar del acta todos los nombres propios, los nombres de empresas, las marcas comerciales y los modelos de equipos, incluido el software.



Fdo. 
Jefa de División de Medio Ambiente Radiológico

DILIGENCIA

En relación con los comentarios formulados en el TRÁMITE del acta de inspección de referencia CSN/AIN-5/SDP-1004/15 correspondiente a la inspección realizada en el Servicio de Dosimetría Personal Interna (SDPI) del Ciemat, el día 8 de abril de dos mil quince, la inspectora que la suscribe declara,

Página 1, párrafo 4:

Se acepta el comentario, modificando el contenido del acta en los términos propuestos por el SDPI.

Página 4, párrafo 6:

Se considera favorablemente el comentario, quedando incorporada la información aportada al expediente del SDPI que obra en poder del CSN, por lo que será objeto de control en futuras inspecciones de este organismo.

Página 5, párrafo 4:

Se acepta el comentario, modificando el contenido del acta en los términos propuestos por el SDPI.

Página 7, párrafo 2:

Se admite la aclaración y se considera favorablemente el comentario.

Página 8, párrafo 2:

Se acepta el comentario, modificando el contenido del acta en los términos propuestos por el SDPI.

Página 8, párrafo 6:

Se considera favorablemente el comentario.

Página 8, párrafo 12:

Se ratifica la observación, modificándose el acta mediante la eliminación del párrafo.

Madrid, a 5 de mayo de 2015

Fdo.: D^a.

INSPECTORA