



ISPRA

Istituto Superiore per la Protezione
e la Ricerca Ambientale

Dipartimento nucleare, rischio
tecnologico e industriale



MINISTERO DELL'AMBIENTE
E DELLA TUTELA DEL TERRITORIO E DEL MARE

Direzione per le valutazioni ambientali

Convenzioni tra ISPRA e ARPA, APPA, l'ENEA-INMRI, CRI, ISS nell'ambito della Convenzione del 29.12.2006 MATTM-ISPRA avente per oggetto “Supporto tecnico alla DSA all’elaborazione di linee guida ed indirizzi metodologici”, linea di attività “Prevenzione dai rischi dell’esposizione a radiazioni ionizzanti”, tematica “Implementazione di un sistema nazionale di monitoraggio della radioattività ambientale”

MANUALE DELLA RETE RESORAD

Si ringraziano i referenti delle task per aver fornito gli elementi utili alla stesura del presente documento:
Agnesod Giovanni (ARPA Valle d'Aosta), Bochicchio Francesco (Istituto Superiore di Sanità), Bonomi Mauro (ARPA Trento), Bucci Silvia (ARPA Toscana), Cappai Massimo (ARPA Sardegna), Conti Antonio (ARPA Sicilia), Corso Mariano (ARPA Liguria), Cristofaro Claudio (ARPA Molise), De Felice Pierino (ENEA-INMRI), Evangelisti Giorgio (ARPA Lazio), Fontana Claudia (Croce Rossa Italiana), Fortunato Carmela (ARPA Basilicata), Forte Maurizio (ARPA Lombardia), Garavaglia Massimo (ARPA Friuli Venezia Giulia), Giovani Concettina (ARPA Friuli Venezia Giulia), Magnoni Mauro (ARPA Piemonte), Palermi Sergio (ARPA Abruzzo), Pantalone Corrado (ARPA Marche), Porzio Laura (ARPA Piemonte), Rusconi Rosella (ARPA Lombardia), Sabatini Paola (ARPA Umbria), Sogni Roberto (ARPA Emilia-Romagna), Trotti Flavio (ARPA Veneto), Trozzo Raffaella (ARPA Calabria), Verdi Luca (ARPA Bolzano), Vitucci Luigi (ARPA Puglia).

Note

Gli autori sono riportati nelle singole sezioni del Manuale.

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------------|---------------------|
| 0 | 30/06/2014 | Revisione Sezione A |
| 1 | 07/07/2015 | Revisione Sezione F |
| | | |
| | | |

PREMESSA

Il Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare-Direzione Generale per le Valutazioni Ambientali (DVA) e l'ISPRA hanno stipulato una Convenzione avente per oggetto il supporto tecnico alla DSA (ora DVA) all'elaborazione di linee guida ed indirizzi metodologici.

La Convenzione include la linea di attività "Prevenzione dai rischi dell'esposizione a radiazioni ionizzanti", che a sua volta include la tematica "Implementazione di un sistema nazionale di monitoraggio della radioattività ambientale".

Nell'ambito della tematica sopra citata, attraverso una preventiva consultazione con tutte le Agenzie regionali e provinciali per la protezione ambientale e gli enti qualificati, quali l'Istituto Superiore di Sanità (ISS), l'Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia e lo sviluppo economico sostenibile-Istituto Nazionale di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti (ENEA-INMRI) e la Croce Rossa Italiana (CRI), sono state individuate sedici specifiche attività prioritarie (task).

Per la realizzazione delle task sono state stipulate apposite convenzioni tra l'ISPRA e le ARPA, APPA, l'ENEA-INMRI e la CRI e un accordo con l'ISS. Nell'allegato tecnico alle convenzioni sono state individuate le compagini e i coordinatori delle task.

Alcune delle task previste sono relative alla elaborazione di un "Manuale della rete RESORAD" che si propone di raccogliere tutte le informazioni relative alla rete stessa in modo tale da costituire un utile e possibilmente completo riferimento per i soggetti della rete stessa.

Il presente documento rappresenta l'insieme dei prodotti relativi all'obiettivo 1 (manuale della rete RESORAD) dell'allegato tecnico alle convenzioni ISPRA – ARPA, APPA, CRI, INMRI. Alla realizzazione del manuale hanno contribuito tutti i soggetti che fanno parte della rete RESORAD ad eccezione dell'ARPA Campania. Gli Istituti Zooprofilattici Sperimentali che si occupano di radioattività all'atto della stipula della Convenzione non facevano ancora parte della rete essendo stati inseriti nel 2012; tuttavia, ove possibile, le informazioni da essi disponibili sono state considerate.

SEZIONE A - Introduzione e anagrafica dei laboratori

| | | |
|-----|-----------------------------------------------------|------|
| 1 | INTRODUZIONE | A-5 |
| 2 | OBIETTIVI DEL DOCUMENTO | A-6 |
| 3 | QUADRO NORMATIVO NAZIONALE E COMUNITARIO | A-7 |
| 4 | OBIETTIVI DELLA RETE RESORAD | A-9 |
| 5 | STRUTTURA E ORGANIZZAZIONE DELLA RETE RESORAD | A-10 |
| 5.1 | Istituti ed enti della rete RESORAD | A-10 |

SEZIONE B - Piano di campionamento

| | | |
|-----|--------------------------------------------------|------|
| 1 | INTRODUZIONE | B-5 |
| 1.1 | Piano di campionamento della rete fitta | B-5 |
| 1.2 | Piano di campionamento della rete diradata | B-58 |

SEZIONE C - Metodi di campionamento e conservazione campioni

| | | |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 1 | CAMPIONAMENTO E CONSERVAZIONE DELLE MATRICI AMBIENTALI E ALIMENTARI | C-4 |
| 1.1 | Matrici alimentari | C-4 |
| 1.2 | Matrici ambientali | C-4 |
| 1.2.1 | Acque | C-4 |
| 1.2.1.1 | Acque potabili | C-4 |
| 1.2.1.2 | Acque superficiali | C-5 |
| 1.2.2 | Detrito minerale organico sedimentabile (DMOS) | C-5 |
| 1.2.3 | Sedimenti | C-6 |
| 1.2.4 | Ricadute umide e secche (fallout) | C-6 |
| 1.2.5 | Particolato atmosferico | C-7 |
| 1.2.6 | Suolo | C-8 |
| 1.2.6.1 | Modalità di campionamento | C-9 |
| 1.2.6.1.1 | Campionamento con trivella | C-9 |
| 1.2.6.1.2 | Campionamento con trincea e sagoma | C-10 |
| 1.2.6.1.3 | Campionamento con tubo spaccato | C-11 |
| 1.2.6.1.4 | Campionamento in caso di rilasci accidentali | C-13 |
| 1.2.7 | Muschi | C-13 |
| 1.2.8 | Funghi, bacche, selvaggina, pesci di lago | C-14 |
| 1.2.9 | Vegetali acquatici | C-14 |
| 1.3 | Dose gamma in aria | C-14 |
| 1.3.1 | Strumentazione | C-15 |
| 1.3.2 | Efficienza e sensibilità | C-15 |
| 1.3.3 | Tempi di risposta e tempi di misura | C-15 |
| 1.3.4 | Taratura e incertezza di misura | C-16 |
| 1.3.5 | Scelta del sito e modalità di misura | C-16 |
| 1.4 | Valutazione dell'incertezza di campionamento e gestione delle serie storiche di dati | C-17 |
| | Bibliografia | C-19 |

SEZIONE D - Trattamento campioni e metodi di misura

| | | |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 1 | TRATTAMENTO MATRICI E METODI ANALISI | D-6 |
| 1.1 | Misure di spettrometria gamma | D-6 |
| 1.1.1 | Omogeneità..... | D-8 |
| 1.1.2 | Scelta del contenitore..... | D-8 |
| 1.1.3 | Riempimento e geometria..... | D-9 |
| 1.1.4 | Fondo ambientale e bianco | D-10 |
| 1.1.5 | Correzione per il decadimento..... | D-10 |
| 1.1.6 | Tempo morto, somma casuale, linearità della risposta..... | D-10 |
| 1.1.7 | Sorgenti di taratura..... | D-10 |
| 1.1.8 | Taratura in energia | D-11 |
| 1.1.9 | Taratura in efficienza | D-12 |
| 1.1.10 | Autoassorbimento, composizione chimica, densità..... | D-13 |
| 1.1.11 | Somma per coincidenza | D-15 |
| 1.1.12 | Software | D-17 |
| 1.1.13 | Pretrattamento matrici..... | D-18 |
| 1.1.13.1 | Matrici alimentari (e assimilabili) senza preconcentrazione | D-18 |
| 1.1.13.2 | Matrici alimentari (e assimilabili) con preconcentrazione | D-19 |
| 1.1.13.3 | Matrici ambientali..... | D-21 |
| 1.1.14 | Misura radiometrica..... | D-26 |
| 1.1.15 | Dati utili | D-26 |
| 1.2 | Misure di alfa e beta emettitori | D-28 |
| 1.2.1 | Contatori a scintillazione a stato solido | D-29 |
| 1.2.2 | Contatori alfa/beta totali per scintillazione liquida (LSC)..... | D-29 |
| 1.2.3 | Contatori alfa/beta totali a flusso di gas..... | D-31 |
| 1.2.4 | Spettrometria alfa con rivelatori al silicio..... | D-32 |
| 1.2.5 | Misure di attività alfa e beta totale..... | D-33 |
| 1.2.5.1 | Misura nelle polveri totali sospese (MET-14)..... | D-33 |
| 1.2.5.2 | Misura nelle acque potabili e superficiali | D-33 |
| 1.2.5.3 | Misura di suolo e sedimenti (MET-15)..... | D-34 |
| 1.2.6 | Misure di ⁹⁰ Sr e isotopi del plutonio in matrici ambientali e alimentari..... | D-35 |
| 1.2.6.1 | Preparazione di matrici per la determinazione di ⁹⁰ Sr | D-35 |
| 1.2.6.2 | Separazione e misura di stronzio-90 | D-36 |
| 1.2.6.3 | Separazione e misura degli isotopi alfa emettitori del plutonio | D-36 |
| 1.2.6.4 | Pretrattamento matrici per la determinazione del plutonio..... | D-37 |
| 1.2.6.5 | Separazione e misura del plutonio..... | D-37 |
| 1.2.6.6 | Separazione e misura simultanea di stronzio-90 e plutonio | D-38 |
| 1.2.7 | Misure radiochimiche sulle acque potabili | D-38 |
| 1.2.7.1 | Preparazione..... | D-38 |
| 1.2.7.2 | Trizio..... | D-38 |
| 1.2.7.3 | Piombo-210..... | D-39 |
| 1.2.7.4 | Plutonio..... | D-39 |
| 1.2.7.5 | Polonio-210..... | D-39 |
| 1.2.7.6 | Radio-226..... | D-39 |
| 1.2.7.7 | Radio-228..... | D-40 |
| 1.2.7.8 | Radon-222..... | D-40 |
| 1.2.7.9 | Stronzio-90..... | D-40 |
| 1.2.7.10 | Torio..... | D-40 |
| 1.2.7.11 | Uranio | D-40 |
| 1.3 | Metodi normati e di letteratura per i principali radionuclidi..... | D-42 |
| 1.3.1 | Attività alfa e beta totale..... | D-42 |

| | | |
|---------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 1.3.2 | Radionuclidi gamma-emettitori | D-42 |
| 1.3.3 | Carbonio-14 | D-43 |
| 1.3.4 | Trizio..... | D-43 |
| 1.3.5 | Piombo-210..... | D-44 |
| 1.3.6 | Plutonio..... | D-44 |
| 1.3.7 | Polonio-210..... | D-45 |
| 1.3.8 | Radio..... | D-45 |
| 1.3.9 | Radon-222..... | D-46 |
| 1.3.10 | Stronzio-90..... | D-46 |
| 1.3.11 | Torio..... | D-47 |
| 1.3.12 | Uranio | D-47 |
| 1.4 | Assicurazione di qualità dei metodi, validazione, limiti caratteristici | D-49 |
| 1.4.1 | Generalità..... | D-49 |
| 1.4.2 | Procedure di validazione dei metodi..... | D-49 |
| 1.4.2.1 | Che cos'è la validazione | D-49 |
| 1.4.2.2 | Quando e come applicare la validazione | D-50 |
| 1.4.2.3 | Il processo di validazione | D-50 |
| 1.4.2.4 | I parametri di validazione | D-51 |
| 1.4.3 | Assicurazione di qualità del dato | D-53 |
| 1.4.4 | Le carte di controllo..... | D-56 |
| 1.4.5 | Calcolo delle incertezze | D-60 |
| 1.4.6 | Limiti caratteristici..... | D-66 |
| 1.5 | Bibliografia | D-72 |
| Appendice 1 - Conteggio per scintillazione liquida..... | | D-73 |
| Appendice 2 - Calcolo delle incertezze..... | | D-96 |
| Appendice 3 - I limiti caratteristici | | D-100 |
| Appendice 4 - Elenco schede procedure..... | | D-108 |

SEZIONE E - Raccolta, flusso e validazione dei dati

| | |
|-------------------------------------------------------------------|------|
| INTRODUZIONE | E-5 |
| 1 RIFERIMENTI NORMATIVI | E-6 |
| 2 STRUTTURA DEL FLUSSO DEI DATI..... | E-7 |
| 2.1 Livello locale..... | E-7 |
| 2.2 Livello nazionale..... | E-8 |
| 2.3 Livello europeo | E-8 |
| 3 SISTEMA RADIA | E-12 |
| 3.1 DBRad..... | E-12 |
| 3.1.1 Contenuto informativo di DBRad..... | E-12 |
| 3.2 MIDRad | E-25 |
| 3.2.1 Caricamento dei dati..... | E-26 |
| 3.2.2 Interrogazione DB..... | E-29 |
| 3.3 Il processo della validazione dati | E-31 |
| 3.3.1 Attività di controllo eseguite dai produttori di dati..... | E-31 |
| 3.3.2 Attività di controllo “automatiche” del sistema RADIA | E-31 |
| 3.3.3 Attività di controllo “manuali” sul DBRad..... | E-33 |

SEZIONE F - Valutazione della dose

| | | |
|-----|-------------------------------------------------------------------------|------|
| 1 | Introduzione..... | F-6 |
| 2 | Quadro normativo..... | F-7 |
| 3 | Matrici, esposizioni e radionuclidi | F-8 |
| 4 | Calcolo dei valori medi per area delle concentrazioni di attività | F-9 |
| 4.1 | Particolato atmosferico..... | F-9 |
| 4.2 | Acqua superficiale..... | F-9 |
| 4.3 | Acqua potabile | F-10 |
| 4.4 | Latte..... | F-10 |
| 4.5 | Dieta mista | F-11 |
| 5 | Valutazione della dose efficace..... | F-12 |

SEZIONE A

INTRODUZIONE

| |
|----------------------------------------------------------------------------|
| Rev. 1 del 07/07/2015 |
| Autori |
| Giancarlo Torri (ISPRA) Sonia Fontani (ISPRA) Giuseppe Menna (ISPRA) |

Si ringraziano i referenti delle task per aver fornito gli elementi utili alla stesura del presente documento:
Agnesod Giovanni (ARPA Valle d'Aosta), Bonomi Mauro (ARPA Trento), Bucci Silvia (ARPA Toscana), Cappai Massimo (ARPA Sardegna), Conti Antonio (ARPA Sicilia), Corso Mariano (ARPA Liguria), Cristofaro Claudio (ARPA Molise), Evangelisti Giorgio (ARPA Lazio), Fontana Claudia (Croce Rossa Italiana), Fortunato Carmela (ARPA Basilicata), Forte Maurizio (ARPA Lombardia), Garavaglia Massimo (ARPA Friuli Venezia Giulia), Giovani Concettina (ARPA Friuli Venezia Giulia), Magnoni Mauro (ARPA Piemonte), Palermi Sergio (ARPA Abruzzo), Pantalone Corrado (ARPA Marche), Porzio Laura (ARPA Piemonte), Rusconi Rosella (ARPA Lombardia), Sabatini Paola (ARPA Umbria), Sogni Roberto (ARPA Emilia-Romagna), Trotti Flavio (ARPA Veneto), Trozzo Raffaella (ARPA Calabria), Verdi Luca (ARPA Bolzano), Vitucci Luigi (ARPA Puglia).

| |
|------|
| Note |
|------|

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------------|-------------------|
| 0 | 30/06/2014 | Correzione refusi |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommario

| | | |
|-----|----------------------------------------------------|------|
| 1 | INTRODUZIONE..... | A-5 |
| 2 | OBIETTIVI DEL DOCUMENTO..... | A-6 |
| 3 | QUADRO NORMATIVO NAZIONALE E COMUNITARIO..... | A-7 |
| 4 | OBIETTIVI DELLA RETE RESORAD..... | A-9 |
| 5 | STRUTTURA E ORGANIZZAZIONE DELLA RETE RESORAD..... | A-10 |
| 5.1 | Istituti ed enti della rete RESORAD..... | A-10 |

ACRONIMI

APAT – Agenzia per la Protezione dell’Ambiente e per i Servizi tecnici (ora ISPRA)

APPA – Agenzie per la protezione dell’ambiente delle province autonome

ARPA, ARTA – Agenzie regionali per la protezione dell’ambiente

CE – Commissione Europea

CRI – Croce Rossa Italiana

DBRad – Data Base di radioattività ambientale

DSA – Direzione per la Salvaguardia Ambientale

EML – Environmental Measurements Laboratory

EN – Norme Europee

ENEA – Ente per le Nuove Tecnologie, l’Energia e l’Ambiente

EPA – Environmental Protection Agency

INMRI – Istituto di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti

IRSA – Istituto di Ricerca Sulle Acque

CNR – Consiglio Nazionale delle Ricerche

ISO – International Organization for Standardization

ISPRA – Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale

ISS – Istituto Superiore di Sanità

MATTM – Ministero dell’Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare

MIDRad – Modulo Interscambio Dati di Radioattività

NORM – Naturally Occurring Radioactive Materials

RADIA – Sistema di trasferimento e archiviazione dati di radioattività ambientale

REM DB– Radioactivity Environmental Monitoring Data Base della Commissione Europea presso il Joint Research Center di Ispra (VA)

RESORAD – REte nazionale di SORveglianza della RADioattività ambientale

SINA – Sistema Informativo Nazionale Ambientale

UNI – Ente Nazionale Italiano di Unificazione

SSNTD’s - Rivelatori a stato solido di tracce nucleari

1 INTRODUZIONE

Nel 1957 i paesi allora aderenti alla Comunità Europea, Italia, Belgio, Germania, Francia, Lussemburgo, Paesi Bassi, sottoscrissero un trattato che istituì la Comunità Europea dell'Energia Atomica (EURATOM) con il “*compito di contribuire, creando le premesse necessarie per la formazione e il rapido incremento delle industrie nucleari, all'elevazione del tenore di vita degli stati membri e allo sviluppo con gli altri paesi.*”

Da allora molti altri paesi hanno successivamente aderito alla Commissione Europea, sottoscrivendo il trattato Euratom.

Conoscenze scientifiche, valutazione degli incidenti occorsi e scelte politiche hanno portato ad una situazione diversificata nell'ambito dei paesi Membri riguardo lo sviluppo dell'industria nucleare. Tuttavia fin dagli inizi era emersa la necessità di “... *instaurare condizioni di sicurezza che allontanino i pericoli per la vita e la salute delle popolazioni*”. Tale attenzione trovava riscontro anche negli articoli 35 e 36 del trattato:

art 35: “Ciascuno stato Membro provvede agli impianti necessari per effettuare il controllo permanente del grado di radioattività dell'atmosfera, delle acque e del suolo... La commissione ha il diritto di accedere agli impianti di controllo e può verificarne il funzionamento e l'efficacia”;

art. 36: “Le informazioni relative ai controlli contemplati dall'articolo 35 sono regolarmente comunicate dalle autorità competenti alla Commissione, per renderla edotta del grado di radioattività di cui la popolazione possa eventualmente risentire.”

In considerazione anche dell'esperienza maturata a seguito dell'incidente alla centrale nucleare di Chernobyl dell'aprile 1986, ove la contaminazione riguardò tutta l'Europa, e della diffusione delle centrali nel territorio europeo, risulta del tutto attuale la necessità di un sistema di sorveglianza della radioattività nell'ambiente e negli alimenti al fine di monitorare la situazione e anche di essere pronti ad eventuali esigenze in caso di eventi incidentali.

A tali scopi, quindi, tutti i paesi Membri, anche quelli che non hanno installazioni nucleari sul proprio territorio, hanno l'obbligo di dotarsi di sistemi di controllo della radioattività nell'ambiente e negli alimenti.

Per come è stato impostato il sistema dei controlli in Italia, attraverso un insieme di reti regionali e nazionali, si è ritenuto opportuno raccogliere in un manuale di riferimento tutte le informazioni e i riferimenti utili ai fini della armonizzazione del sistema di sorveglianza della radioattività.

2 OBIETTIVI DEL DOCUMENTO

Il presente documento costituisce il Manuale della rete RESORAD che vuole essere l'insieme della documentazione disponibile con il fine di avere un riferimento comune per tutti i soggetti della rete per quanto riguarda la definizione dei punti di campionamento, delle frequenze di campionamento e misura, delle metodologie di campionamento, delle metodologie di misura, della raccolta e del flusso dei dati.

A complemento del manuale sono stati raccolti o prodotti tramite altre task, ulteriori documenti quali linee guida ecc., ritenuti di prioritaria importanza dai soggetti della rete, sempre allo scopo di favorire un comune approccio alle diverse problematiche inerenti il monitoraggio della radioattività e la valutazione dei risultati.

3 QUADRO NORMATIVO NAZIONALE E COMUNITARIO

Il controllo della radioattività ambientale in Italia è regolato dal Decreto Legislativo n. 230 del 1995 e successive modifiche ed integrazioni. Il decreto recepisce le direttive 89/628/Euratom, 90/641/Euratom e 96/29/Euratom in materia di radiazioni ionizzanti, fermo restando il rispetto del Trattato Euratom che stabilisce che ogni stato deve provvedere agli impianti necessari per effettuare il controllo del grado di radioattività dell'atmosfera, delle acque e del suolo e deve comunicare alla Commissione Europea (CE) i risultati ottenuti.

In base all'art. 104 del D.Lgs. 230/95 il controllo sulla radioattività ambientale è esercitato dal Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare; il controllo sugli alimenti e bevande per consumo umano e animale è esercitato dal Ministero della Salute. Il complesso dei controlli è articolato in reti di sorveglianza regionali e reti di sorveglianza nazionali.

La gestione delle reti regionali è effettuata dalle singole Regioni le quali debbono avvalersi, anche attraverso forme consortili tra le regioni stesse, di strutture pubbliche idoneamente attrezzate.

Le reti nazionali si avvalgono dei rilevamenti e delle misure effettuati da istituti, enti e organismi idoneamente attrezzati.

All'ISPRA sono affidate le funzioni di coordinamento tecnico al fine di assicurare l'omogeneità dei criteri di rilevamento e delle modalità dei prelievi e delle misure, relativi alle reti nazionali.

Nello stesso art. 104 del D.Lgs. 230/95 sono affidate all'ISPRA i compiti di diffusione dei dati rilevati dalle reti nazionali e la trasmissione dei dati alla CE in ottemperanza al Trattato EURATOM. Attualmente è operativa la REte di SORveglianza della RADioattività ambientale (RESORAD) costituita dalle 21 Agenzie regionali e provinciali per la protezione dell'ambiente e da altri enti che concorrono al complesso delle misure. Dal 2004 i dati sono raccolti nella banca dati DBRad dalla quale sono estratti i dati inviati alla CE.

Al fine di dare indirizzi sui requisiti delle reti di monitoraggio la Commissione ha emanato la Raccomandazione 2000/473/Euratom sull'applicazione dell'articolo 36 del Trattato Euratom riguardante il controllo del grado di radioattività ambientale allo scopo di determinare l'esposizione dell'insieme della popolazione, nella quale sono riportate le indicazioni generali sull'architettura delle reti, sulle matrici da sottoporre ad analisi e sui campionamenti.

La stessa Raccomandazione richiama i contenuti della Direttiva della Commissione Europea 98/83, recepita dal Decreto Legislativo n. 31 del 2001, per quanto riguarda il controllo della radioattività nelle acque potabili.

Un'ulteriore raccomandazione da tenere in considerazione è la 2003/274/CE del 14/04/2003 sulla protezione e l'informazione del pubblico per quanto riguarda l'esposizione risultante dalla continua contaminazione radioattiva di taluni prodotti di raccolta spontanei, a seguito dell'incidente verificatosi nella centrale nucleare di Chernobyl.

In relazione alle attività di supporto alle emergenze nucleari da parte delle strutture regionali destinatarie del presente documento è utile citare ulteriori reti di monitoraggio operanti sul territorio nazionale:

- la rete REMRAD, gestita dall'ISPRA, con compiti di pronto allarme, è costituita da sette stazioni, automatiche, scelte in base alla loro importanza geografica al fine di controllare le probabili vie d'ingresso nel territorio italiano della contaminazione radioattiva, che dovesse originarsi a seguito di gravi incidenti presso installazioni nucleari straniere. Il sistema è in grado di analizzare il particolato atmosferico raccolto su filtro.
- la rete GAMMA, gestita dall'ISPRA, è composta di stazioni di rilevamento della dose gamma in aria in tempo reale, distribuite nel territorio italiano al fine di rilevare anomalie dovute alla diffusione di radioattività artificiale sul territorio nazionale e permettere di stimare l'estensione geografica delle aree coinvolte. A tale rete vanno aggiunte ulteriori stazioni di misura gestite dalle ARPA/APPA alcune delle quali integrate nella rete GAMMA.

Per completezza di informazione deve essere citata, infine, la rete di rilevamento della dose gamma in aria del Ministero degli Interni con scopi di difesa civile.

Per quanto riguarda l'esposizione al radon negli ambienti di lavoro la legislazione di riferimento è il D.Lgs. 230/95 e s.m.i.; per il radon nelle abitazioni si può far riferimento al WHO "Handbook on Indoor Radon: a Public Health Perspective"¹, nonché alla Direttiva 2013/59/Euratom che stabilisce norme fondamentali di sicurezza relative alla protezione contro i pericoli derivanti dall'esposizione alle radiazioni ionizzanti, in

¹ 2009, http://www.who.int/ionizing_radiation/env/radon/en/index1.html

attesa dell'emanazione di tale direttiva e del suo recepimento nella normativa italiana non ancora recepita. Infine, per l'esposizione della popolazione al radon nelle acque si può far riferimento alla Raccomandazione 928/01/Euratom "*On the protection of the public against exposure to radon in drinking water supplies*" e alla recente Direttiva 2013\51\EURATOM che stabilisce i requisiti per la tutela della salute della popolazione relativamente alle sostanze radioattive presenti nelle acque destinate al consumo umano.

4 OBIETTIVI DELLA RETE RESORAD

Fermo restando i compiti assegnati alle autorità competenti sul controllo ispettivo degli impianti, i principali obiettivi che giustificano la presenza di una rete per il controllo della radioattività nell'ambiente e negli alimenti sono:

- valutare la dose alla popolazione, o a particolari gruppi della popolazione, esposta a radiazioni ionizzanti dovuta alla presenza di materiali radioattivi o a campi di radiazioni nell'ambiente a seguito di attività che producano tali condizioni, di eventi incidentali e alla radioattività naturale;
- verificare il rispetto dei limiti o livelli di riferimento della vigente normativa;
- segnalare tempestivamente situazioni di possibile o probabile impatto sull'ambiente e sulla popolazione.

Per raggiungere tali obiettivi il monitoraggio ambientale deve consentire di:

- seguire l'andamento spazio-temporale delle concentrazioni dei radioelementi di origine antropica nelle matrici dei diversi comparti ambientali e alimentari sull'intero territorio nazionale, allo scopo di valutare lo stato dell'ambiente e degli alimenti a livello regionale e nazionale;
- fornire un set di dati radiometrici rappresentativo per la valutazione della dose ricevuta dalla popolazione italiana a seguito dell'esposizione alle radiazioni derivanti dai radionuclidi presenti nell'ambiente e negli alimenti, anche a seguito di eventi incidentali;
- rilevare fenomeni di accumulo dei radionuclidi a lunga vita media nei principali comparti ambientali e alimentari;
- individuare prontamente anomalie derivanti da eventi, verificatisi anche al di fuori del territorio nazionale, che comportino contaminazione, fungendo da mezzo di allarme e da strumento per la valutazione tempestiva e post-incidentale a supporto delle decisioni;
- integrarsi con le reti di allarme gestite a livello centrale da ISPRA o da altre istituzioni;
- mettere a punto e sostenere un sistema capace di rispondere ad eventuali possibili situazioni di emergenza sul territorio regionale o nazionale.

A quanto sopra deve essere aggiunto il compito di informare periodicamente la popolazione e le istituzioni nazionali e comunitarie preposte sull'attività svolta promuovendo la diffusione dei risultati.

5 STRUTTURA E ORGANIZZAZIONE DELLA RETE RESORAD

La rete RESORAD è attualmente costituita dall'insieme delle Agenzie regionali e provinciali per la protezione dell'ambiente che a loro volta sono soggetti attuatori delle rispettive reti regionali di sorveglianza della radioattività ambientale e da alcuni istituti ed enti che storicamente contribuiscono al complesso delle misure: Croce Rossa Italiana, Istituti Zooprofilattici sperimentali della Puglia e basilicata, del Lazio e Toscana e dell'Abruzzo e Molise.

I dati raccolti dalle ARPA/APPA sono un sottoinsieme dei dati prodotti a livello regionale.

All'ISPRA è affidato il coordinamento tecnico relativamente alla promozione di criteri di normalizzazione e di intercalibrazione, al coordinamento delle misure, alla promozione di stazioni di prelievamento di campioni, nonché alla trasmissione dei dati rilevati alla CE.

Gli stessi soggetti delle ARPA APPA sono, inoltre, chiamati, sulla base del DPCM 19 marzo 2010 "Piano nazionale delle misure protettive contro le emergenze radiologiche", a fornire i dati sui rilevamenti effettuati al Centro Elaborazione e Valutazione Dati (CEVaD) dell'ISPRA a supporto del Dipartimento della Protezione Civile della Presidenza del Consiglio dei Ministri per la gestione delle emergenze.

5.1 Istituti ed enti della rete RESORAD

Di seguito sono riportate le schede anagrafiche dei laboratori che fanno parte della rete RESORAD, con le indicazioni sulle tipologie di misura effettuate e i radionuclidi misurati.



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: TRENTINO ALTO ADIGE

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: APPA BOLZANO

RIF_ NORMATIVO: Legge provinciale 19 dicembre 1995, n. 26

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Laboratorio di Chimica Fisica

PROVINCIA: BOLZANO

INDIRIZZO: via Amba Alagi n. 5, 39100 - Bolzano

TEL1: 0471-417140 TEL2:

FAX: 0471-417179

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
umwelt.ambiente@pec.prov.bz.it

REFERENTE 1 Luca Verdi

TEL REFERENTE 1: 0471 417140/1

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
luca.verdi@provincia.bz.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi e scintillazio

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); RADON
GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: TRENTINO ALTO ADIGE

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: APPA TRENTO

RIF_ NORMATIVO: Piano della sicurezza alimentare P.A.T. 2012-2014 (Reg. CE n. 882/2004 art. 41)

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Settore Laboratorio e Controlli -
Reparto Radiochimica

PROVINCIA: TRENTO

INDIRIZZO: Vai Lidorno 1, 38123 - TRENTO

TEL1: 0461 493024-497378

TEL2:

FAX: 0461 493003

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

appa@pec.provincia.tn.it

REFERENTE 1 Mauro Bonomi

TEL REFERENTE 1: 0461 493024/14

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

mauro.bonomi@provincia.tn.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001



TECNICHE DI MISURA

Accreditamento

Spettrometria Gamma AR



GM/Camera a ionizzazione



Contatore alfa beta a basso fondo



Radon (Elettreti)



Radon gas monitori attivi



MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); BETA
TOTALE; RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA

Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: BASILICATA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA BASILICATA

RIF_ NORMATIVO: L.R. n. 27/1997 e s.m.i. (Legge istitutiva ARPAB); Provvedimento della Giunta Regionale (Basilicata) n. 752 del 30/04/2010 (Rete Regionale di monitoraggio della radioattività)

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Ufficio Centro Regionale Radioattività (C.R.R.) c/o Dipartimento Provinciale

PROVINCIA: MATERA

INDIRIZZO: Via dell'Industria, 75100 - MATERA

TEL1: 0835 225415

TEL2:

FAX: 0835 225409

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@pec.arpab.it

REFERENTE 1 Carmela Fortunato

TEL REFERENTE 1: 0835 225415

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
carmela.fortunato@arpab.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon SSNTD's

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; ALFA TOTALE;
ALFA TOTALE ACQUE; BETA TOTALE; BETA TOTALE
ACQUE; SR-90; RADON GAS; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: CALABRIA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA CALABRIA

RIF_ NORMATIVO: L.R. 20/99 e s.m.i.

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Dipartimento Provinciale di Cosenza

PROVINCIA: COSENZA

INDIRIZZO: Via L. Da Vinci, 49-51 - 87040 Castrolibero (CS)

TEL1: 0984899058 TEL2:

FAX: 0984899066/0984

EMAIL:
fisico.cs@arpacal.it

EMAIL CERTIFICATA:
direzionegenerale@pec.arpacalabria.it

REFERENTE 1: Raffaella Trozzo

TEL REFERENTE 1: 0984899058

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
r.trozzo@arpacal.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:
radioprotezione@arpacal.it

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); RADON
GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: CALABRIA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA CALABRIA

RIF_ NORMATIVO: L.R. 20/99 e s.m.i.

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Dipartimento Provinciale di Reggio Calabria

PROVINCIA: REGGIO CALABRIA

INDIRIZZO: Via Troncovito SNC - 89135 Gallico Superiore (RC)

TEL1: 0965.372618 TEL2:

FAX: 0965.372618

EMAIL:
fisico.rc@arpacal.it

EMAIL CERTIFICATA:
direzionegenerale@pec.arpacalabria.it

REFERENTE 1: Raffaella Trozzo

TEL REFERENTE 1: 0984899058

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
r.trozzo@arpacal.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:
radioprotezione@arpacal.it

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; BETA TOTALE; RADON GAS; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: EMILIA-ROMAGNA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA EMILIA-ROMAGNA

RIF_ NORMATIVO: L.R. n. 1 del 10/02/2006

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Centro Tematico Regionale
Radioattività ambientale

PROVINCIA: PIACENZA

INDIRIZZO: Via XXI Aprile 48, 29121 - PIACENZA

TEL1: 0523 489611 TEL2:

FAX: 0523 482480

EMAIL:
urppc@arpa.emr.it

EMAIL CERTIFICATA:
aoppc@arpa.emr.it

REFERENTE 1: Roberto Sogni

TEL REFERENTE 1: 0523 489646

CELL REFERENTE 1: 3356404356

EMAIL REFERENTE
rsogni@pc.arpa.emr.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon SSNTD's

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi e scintillazio

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; BETA TOTALE; SR-90; RADON GAS; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: LAZIO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA LAZIO

RIF_ NORMATIVO: LR. n°45/1998 (Istituzione ARPA Lazio)

DIPARTIMENTO- SEZIONE - LABORATORIO: Sezione Provinciale di Viterbo

PROVINCIA: VITERBO

INDIRIZZO: Via Monte Zebio, 01100 - VITERBO

TEL1: 0761 29271

TEL2:

FAX: 0761 02927226

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
direzione.centrale@arpalazio.legalmailpa.it

REFERENTE 1: Concetta Fabozzi

TEL REFERENTE 1: 06 48054512

CELL REFERENTE 1: 3469439709

EMAIL REFERENTE:
tina.fabozzi@arpalazio.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA TOTALE; BETA TOTALE; RADON GAS; PRODOTTI DECADIMENTO RADON; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: LAZIO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA LAZIO

RIF_ NORMATIVO: LR. n°45/1998 (Istituzione ARPA Lazio)

DIPARTIMENTO- SEZIONE - LABORATORIO: Sezione Provinciale di Latina

PROVINCIA: LATINA

INDIRIZZO: Via Giosuè Carducci 7, 04100 - LATINA

TEL1: 0773 402901-68 TEL2:

FAX: 0773 402929

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
direzione.centrale@arpalazio.legalmailpa.it

REFERENTE 1 Concetta Fabozzi

TEL REFERENTE 1: 06 48054512

CELL REFERENTE 1: 3469439709

EMAIL REFERENTE
tina.fabozzi@arpalazio.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE)



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1:

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE:

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: LOMBARDIA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA LOMBARDIA

RIF_ NORMATIVO: LR 14 agosto 1999, n. 16 (Istituzione ARPA)
Decreto n. 533 del 02 agosto 2012 (Istituzione CRR di ARPA Lombardia)

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Sede di Milano

PROVINCIA: MILANO

INDIRIZZO: Via Juvara 22, - 20129 MILANO

TEL1: 0274872261 TEL2:

FAX: 0270124857

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
dipartimentomilano.arpa@pec.regione.lombardia.it

REFERENTE 1 Rosella Rusconi

TEL REFERENTE 1: 0274872307

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
r.rusconi@arpalombardia.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

Spettrometria alfa alta risoluzione

Radon SSNTD's

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); BETA TOTALE ACQUE; SR-90; ISOTOPI URANIO; ISOTOPI PLUTONIO; ISOTOPI TORIO; RA-226; RADON GAS; H-3; Am-241; Po-210; Pb-210



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1:

TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: MARCHE

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA MARCHE

RIF_ NORMATIVO: LR 02/09/1997, n. 60

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Servizio Radiazioni/Rumore - U.O.
Radioattività Ambientale

PROVINCIA: ANCONA

INDIRIZZO: via Colombo 106, 60127 - ANCONA

TEL1: 071/28732728 TEL2:

FAX: 071/28732721

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
arpam@emarche.it

REFERENTE 1 Corrado Pantalone

TEL REFERENTE 1: 071 28732728/729

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
corrado.pantalone@ambiente.marche.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; BETA TOTALE; RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: MOLISE

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA MOLISE

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Centro di Riferimento per il Controllo della Radioattività Ambientale

PROVINCIA: CAMPOBASSO

INDIRIZZO: Contrada Selvapiana - 86100 Campobasso

TEL1: 0874492600 TEL2:

FAX: 0874492670

EMAIL:
campobasso.dip@arpamolise.it

EMAIL CERTIFICATA:
arpamolise@legalmail.it

REFERENTE 1 Claudio Cristofaro

TEL REFERENTE 1: 0874 492686

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
cristofaro.arpam@libero.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1:

TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA

Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: PUGLIA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA PUGLIA

RIF_ NORMATIVO: DELIBERAZIONE DELLA GIUNTA REGIONALE
26 aprile 2010, n. 1077 - Bollettino Ufficiale della Regione Puglia - n. 89 del 19-05-2010

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: UOS Polo di Specializzazione Radiazioni
Ionizzanti

PROVINCIA: BARI

INDIRIZZO: TECNOPOLIS CSATA - Strada Provinciale Valenzano-
Casamassima km 3, 70010 Valenzano (BA)

TEL1: 080 4670619 TEL2:

FAX: 080 4670584

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
dap.ba.arpapuglia@pec.rupar.puglia.it

REFERENTE 1 Luigi Vitucci

TEL REFERENTE 1: 080 4670619

CELL REFERENTE 1: 335372092

EMAIL REFERENTE
l.vitucci@arpa.puglia.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); BETA
TOTALE; RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: SARDEGNA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA SARDEGNA

RIF_ NORMATIVO: L.R. 18/05/2006, n. 6

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Dipartimento di Cagliari - Servizio
laboratoristico

PROVINCIA: CAGLIARI

INDIRIZZO: Viale Francesco Ciusa 6/8, 09131 - CAGLIARI

TEL1: 0704042601 TEL2:

FAX: 0704042638

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
arpas@pec.arpa.sardegna.it

REFERENTE 1 Massimo Cappai

TEL REFERENTE 1: 070 67121/2, 0704042629

CELL REFERENTE 1: 3351589739

EMAIL REFERENTE
mcappai@arpa.sardegna.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; BETA TOTALE; SR-90; RADON GAS; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: SARDEGNA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA SARDEGNA

RIF_ NORMATIVO: L.R. 18/05/2006, n. 6

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Dipartimento di Sassari - Servizio
laboratoristico

PROVINCIA: SASSARI

INDIRIZZO: Via Rockefeller 58/60, 07100 - SASSARI

TEL1: 0792835384

TEL2:

FAX: 0792835315

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
arpas@pec.arpa.sardegna.it

REFERENTE 1 Massimo Cappai

TEL REFERENTE 1: 070 67121/2, 0704042629

CELL REFERENTE 1: 3351589739

EMAIL REFERENTE
mcappai@arpa.sardegna.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Contatore alfa beta a basso fondo

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; BETA TOTALE



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1:

TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: SICILIA

DATA AGGIORNAMENTO: 07/07/2015

ENTE: ARPA SICILIA

RIF_ NORMATIVO: LEGGE 03.05.2001 N.6. Decreto n.913 del 02.11.05

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Struttura Territoriale di Palermo. UOS
Agenti Fisici

PROVINCIA: PALERMO

INDIRIZZO: Via Nairobi, 4 - 90129 - Palermo

TEL1: 0917033509 TEL2:

FAX:

EMAIL:
arpa@arpa.sicilia.it

EMAIL CERTIFICATA:
arpa@pec.arpa.sicilia.it

REFERENTE 1 Antonio Sansone Santamaria

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1: 3204391352

EMAIL REFERENTE
asansone@arpa.sicilia.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi

Radon gas scintillazione liquida

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; BETA TOTALE; SR-90; RADON GAS; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: UMBRIA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA UMBRIA

RIF_ NORMATIVO: Legge regionale n.9 /1998, Rete Regionale: Delibera Giunta Regionale n°1919 del 20/12/2010

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Sezione Chimica delle acque - Fisica -
Servizio Radiazioni Ionizzanti

PROVINCIA: PERUGIA

INDIRIZZO: Via Pievaiola 207 B-3, 06132 - PERUGIA

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@cert.arpa.umbria.it

REFERENTE 1 Paola Sabatini

TEL REFERENTE 1: 075 51596519

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
p.sabatini@arpa.umbria.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

ICP-MS

Radon SSNTD's

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA
TOTALE; ALFA TOTALE ACQUE; BETA TOTALE; BETA
TOTALE ACQUE; RADON GAS; H-3; U-238



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: Valle di AOSTA

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA VALLE DI AOSTA

RIF_ NORMATIVO: Legge Regionale del 04/09/1995 n°41 (pubblicata nel Bollettino Ufficiale Valle d'Aosta il 31/10/1995 n°48)

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Sezione Agenti Fisici - Area
Radioattività Ambientale

PROVINCIA: AOSTA

INDIRIZZO: Località Grande Charrière 44, 11020 - Saint-Christophe (AOSTA)

TEL1: 0165.278511 TEL2:

FAX: 0165.278555

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
arpavda@cert.legalmail.it

REFERENTE 1 Massimo Faure Ragani

TEL REFERENTE 1: 0165 278535/55

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
m.faureragani@arpa.vda.it

REFERENTE 2: Giovanni Agnesod

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:
g.agnesod@arpa.vda.it

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida acque

Contatore alfa beta a basso fondo

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); ALFA TOTALE; ALFA TOTALE ACQUE; BETA TOTALE; BETA TOTALE ACQUE; RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: VENETO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA VENETO

RIF_ NORMATIVO: L.R. 32/97

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: UOCRA-CRR

PROVINCIA: VERONA

INDIRIZZO: VIA DOMINUTTI 8, 37139 VERONA

TEL1: 0458016907 TEL2:

FAX: 0458016777

EMAIL:
ftrotti@arpa.veneto.it

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@pec.arpav.it

REFERENTE 1 Flavio Trotti

TEL REFERENTE 1: 045 8016903

CELL REFERENTE 1: 320 4304206

EMAIL REFERENTE
ftrotti@arpa.veneto.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

GM/Camera a ionizzazione

Scintillazione liquida

Scintillazione liquida acque

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (GM); ALFA TOTALE; ALFA TOTALE
ACQUE; BETA TOTALE; BETA TOTALE ACQUE; RADON
GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: VENETO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA VENETO

RIF_ NORMATIVO: L.R. 32/97

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: UOFA Belluno

PROVINCIA: BELLUNO

INDIRIZZO: Via Tomea 53, 20100 - BELLUNO

TEL1: 0437935511 TEL2:

FAX: 043730340

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@pec.arpav.it

REFERENTE 1 Flavio Trotti

TEL REFERENTE 1: 045 8016903

CELL REFERENTE 1: 320 4304206

EMAIL REFERENTE
ftrotti@arpa.veneto.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (GM); RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: VENETO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA VENETO

RIF_ NORMATIVO: L.R. 32/97

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: UOFA Padova

PROVINCIA: PADOVA

INDIRIZZO: Via Ospedale 22, 35121 - PADOVA

TEL1: 0498227801 TEL2:

FAX: 0498227810

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@pec.arpav.it

REFERENTE 1: Flavio Trotti

TEL REFERENTE 1: 045 8016903

CELL REFERENTE 1: 320 4304206

EMAIL REFERENTE
ftrotti@arpa.veneto.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA

Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RADON GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: VENETO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: ARPA VENETO

RIF_ NORMATIVO: L.R. 32/97

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: UOFA Vicenza

PROVINCIA: VICENZA

INDIRIZZO: Via Zamenhof 353-355, 36100 - VICENZA

TEL1: 0444217317 TEL2:

FAX: 0444217347

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@pec.arpav.it

REFERENTE 1 Flavio Trotti

TEL REFERENTE 1: 045 8016903

CELL REFERENTE 1: 320 4304206

EMAIL REFERENTE
ftrotti@arpa.veneto.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Scintillazione liquida

Radon (Elettreti)

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RADON GAS; H-3



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: LAZIO

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: CROCE ROSSA ITALIANA

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Servizio Misure Radioattività
Ambientale - Laboratorio Centrale

PROVINCIA: ROMA

INDIRIZZO: Via B.Ramazzini 15, 00152 - ROMA

TEL1: 06-47595632/28/39/4 TEL2:

FAX: 06-47595659

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
cp.roma@cert.cri.it

REFERENTE 1: Claudia Fontana

TEL REFERENTE 1: 06 65750232

CELL REFERENTE 1: 3335282208

EMAIL REFERENTE
claudia.fontana@cri.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

Spettrometria Gamma AR

Camera a ionizzazione

Radon SSNTD's

Radon gas monitori attivi

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; RATEO DI DOSE
GAMMA IN ARIA (CAMERA A IONIZZAZIONE); RADON
GAS



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE:

DATA AGGIORNAMENTO:

ENTE:

RIF_ NORMATIVO:

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO:

PROVINCIA:

INDIRIZZO:

TEL1: TEL2:

FAX:

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1

TEL REFERENTE 1:

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA

Accreditamento

MISURANDI:



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: Lazio - Toscana

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: IZS del Lazio e della Toscana "M. ALEANDRI"

RIF_ NORMATIVO: L. 503 23/06/1970 Ordinamento degli Istituti Zooprofilattici Sperimentali

DIPARTIMENTO-SEZIONE - LABORATORIO: Direzione operativa produzioni zootecniche

PROVINCIA: RM

INDIRIZZO: Via Appia Nuova 1411
00178 Roma

TEL1: 0679099323 TEL2:

FAX: 06 79340724

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:

REFERENTE 1 Dott.ssa Roberta Cavallina

TEL REFERENTE 1: 06 79099404

CELL REFERENTE 1:

EMAIL REFERENTE
roberta.cavallina@izslt.it

REFERENTE 2:

TEL REFERENTE 2:

CELL REFERENTE 2:

EMAIL REFERENTE 2:

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA Accreditamento

SPETTROMETRIA GAMMA AR

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI



RESORAD - RETE NAZIONALE PER LA SORVEGLIANZA DELLA RADIOATTIVITA' AMBIENTALE

ANAGRAFICA LABORATORI

REGIONE: Puglia - Basilicata

DATA AGGIORNAMENTO: 15/06/2014

ENTE: IZS della Puglia e della Basilicata

RIF_ NORMATIVO: L. 503 23/06/1970 Ordinamento degli Istituti Zooprofilattici Sperimentali, Decreto del Ministero della Salute del 27 agosto 2004 (G.U. N° 43 del 22 febbraio 2005)

DIPARTIMENTO-
SEZIONE - LABORATORIO: Centro Refenza Naz. Radioattività
settore zootecnico - veterinario

PROVINCIA: FG

INDIRIZZO: Via Manfredonia, 20 71121 Foggia

TEL1: 0881 786111

TEL2: 800 23 98 40

FAX: 0881 786362

EMAIL:

EMAIL CERTIFICATA:
protocollo@pec.izspb.it

REFERENTE 1: Dr. Eugenio Chiaravalle

TEL REFERENTE 1: 0881 786345

CELL REFERENTE 1: 349 1433676

EMAIL REFERENTE
e.chiaravalle@izsfg.it

REFERENTE 2: dott. Mangiacotti Michele

TEL REFERENTE 2: 0881 786372

CELL REFERENTE 2: 380 3119828

EMAIL REFERENTE 2:
michelemangiacotti@libero.it

STRUTTURA CERTIFICATA ISO 9001

TECNICHE DI MISURA

Accreditamento

SPETTROMETRIA GAMMA AR

SCINTILLAZIONE LIQUIDA

ICP-MS

MISURANDI:

RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI; SR-90; ISOTOPI URANIO

SEZIONE B

Piano di campionamento

| |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Rev. 0 del 30/06/2014 |
| Autori |
| Agnesod Giovanni (ARPA Valle D'Aosta), Amendola Luca (ARPA Lazio), Bonomi Mauro (ARPA Trento), Bucci Silvia (ARPA Toscana), Calimero Marco (ARPA Liguria), Cappai Massimo (ARPA Sardegna), Conti Antonio (ARPA Sicilia), Corso Mariano (ARPA Liguria), Cristofaro Claudio (ARPA Molise), Epifani Michele (ARPA Basilicata), Evangelisti Giorgio (ARPA Lazio), Faure Ragani Massimo (ARPA Valle D'Aosta), Fontana Claudia (ARPA Croce Rossa Italiana), Fontani Sonia (ISPRA), Forte Maurizio (ARPA Lombardia), Fortunato Carmela (ARPA Basilicata), Garavaglia Massimo (ARPA Friuli Venezia Giulia), Garbarino Luca (ARPA Liguria), Giovani Concettina (ARPA Friuli Venezia Giulia), Magnoni Mauro (ARPA Piemonte), Marchese Rocco (ARPA Basilicata), Menna Giuseppe (ISPRA), Palermi Sergio (ARPA Abruzzo), Pantalone Corrado (ARPA Marche), Patroni Eduardo (ARPA Molise), Rancitelli Damiano (ARPA Abruzzo), Rusconi Rosella (ARPA Lombardia), Sabatini Paola (ARPA Umbria), Sartiano Angelo (ARPA Calabria), Serra Marco (ARPA Basilicata), Sogni Roberto (ARPA Emilia-Romagna), Torri Giancarlo (ISPRA), Trotti Flavio (ARPA Veneto), Trozzo Raffaella (ARPA Calabria), Verdi Luca (ARPA Bolzano), Vitucci Luigi (ARPA Puglia) |

Note

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------|------------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommario

| | | |
|-----|-------------------------------------------------|------|
| 1 | PIANO DI CAMPIONAMENTO E MISURE | B-5 |
| 1.1 | Piano di campionamento della rete fitta | B-5 |
| 1.2 | Piano di campionamento della rete diradata..... | B-58 |

ACRONIMI

APAT – Agenzia per la Protezione dell’Ambiente e per i Servizi tecnici (ora ISPRA)
APPA – Agenzie per la protezione dell’ambiente delle province autonome
ARPA, ARTA – Agenzie regionali per la protezione dell’ambiente
CE – Commissione Europea
CRI – Croce Rossa Italiana
DBRad – Data Base di radioattività ambientale
DSA – Direzione per la Salvaguardia Ambientale
EML – Environmental Measurements Laboratory
EN – Norme Europee
ENEA – Ente per le Nuove Tecnologie, l’Energia e l’Ambiente
EPA – Environmental Protection Agency
INMRI – Istituto di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti
IRSA – Istituto di Ricerca Sulle Acque
CNR – Consiglio Nazionale delle Ricerche
ISO – International Organization for Standardization
ISPRA – Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale
ISS – Istituto Superiore di Sanità
IZS – Istituto Zooprofilattico Sperimentale
MATTM – Ministero dell’Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare
MIDRad – Modulo Interscambio Dati di Radioattività
NORM – Naturally Occurring Radioactive Materials
RADIA – Sistema di trasferimento e archiviazione dati di radioattività ambientale
REM DB– Radioactivity Environmental Monitoring Data Base della Commissione Europea presso il Joint Research Center di Ispra (VA)
RESORAD – REte nazionale di SORveglianza della RADioattività ambientale
SINA – Sistema Informativo Nazionale Ambientale
UNI – Ente Nazionale Italiano di Unificazione
SSNTD’s - Rivelatori a stato solido di tracce nucleari

1 PIANO DI CAMPIONAMENTO E MISURE

La Raccomandazione Europea 2000/473/Euratom fornisce le indicazioni per implementare una rete a livello nazionale. Per ogni stato membro sono definite una o più aree denominate “regioni” che per ovvi motivi di sovrapposizione dei termini saranno nel seguito nominate “aree macroregionali”.

Per l'Italia, le aree macroregionali e le rispettive regioni che le costituiscono sono le seguenti:

- Nord: Valle d'Aosta, Piemonte, Lombardia, Veneto, Friuli-Venezia Giulia, Province autonome di Trento e Bolzano, Liguria ed Emilia-Romagna;
- Centro: Toscana, Marche, Umbria, Abruzzo, Molise, Lazio e Sardegna;
- Sud: Campania, Puglia, Basilicata, Calabria, Sicilia.

Nell'ambito del sistema nazionale per la protezione dell'ambiente costituito da ISPRA e dalle agenzie per la protezione ambientale, sono state prodotte le *Linee Guida per il monitoraggio della radioattività*, alle quali il presente documento si adegua.

A livello nazionale sono definite due diverse tipologie di reti:

Rete fitta di monitoraggio

È una rete di monitoraggio che comprende punti di campionamento e frequenze di campionamento e misure tali da consentire una valutazione rappresentativa di ogni singola area macroregionale. Tuttavia si raccomanda che la scelta del numero e della localizzazione dei punti di campionamento sia rappresentativa anche dell'area di competenza delle singole regioni. Ove non diversamente specificato (ad esempio acque superficiali) per questa tipologia di rete è prevista una frequenza di campionamento trimestrale.

Rete diradata di monitoraggio

È una rete di monitoraggio che comprende, per ciascuna area macroregionale e per ogni matrice indicata, almeno un punto di campionamento rappresentativo dell'intera area macroregionale nel quale effettuare misurazioni ad alta sensibilità tali da fornire, ove possibile, l'andamento dei livelli di radioattività. La determinazione del numero e della localizzazione dei punti di prelievo dovrà essere concordata tra tutte le Regioni che fanno parte dell'area macroregionale interessata e l'ISPRA. Generalmente il punto o i punti di campionamento della rete diradata sono un sottoinsieme dei punti di campionamento delle reti fitta. Ove non diversamente specificato per questa tipologia di rete è previsto un campionamento mensile.

Ove non diversamente indicato (es. acque superficiali), sono previsti almeno un punto di campionamento/misura per ogni regione per la rete fitta e almeno un punto di campionamento/misura per ogni area macroregionale per la rete diradata.

Per svolgere le misurazioni previste devono essere attrezzati idonei laboratori, distribuiti sul territorio delle varie aree macroregionali. In base alle attività da svolgere possono essere individuate diverse tipologie di laboratori e le relative distribuzioni territoriali:

- laboratori di spettrometria gamma e misure alfa-beta: almeno uno per ogni regione;
- laboratori di radiochimica: almeno due per l'area nord, almeno uno per ognuna delle aree centro e sud;
- laboratori di spettrometria di massa: almeno uno per ogni area macroregionale.

Il sistema di monitoraggio deve, inoltre, prevedere la possibilità di effettuare misurazioni e indagini in campo con adeguate strumentazioni. Le strutture così definite assolvono anche ai compiti derivanti dalle esigenze di monitoraggio in caso di emergenze o di eventi anomali.

1.1 Piano di campionamento della rete fitta

Di seguito è riportata una tabella nella quale sono indicati i dati relativi ai punti di campionamento della rete fitta. Lo sfondo colorato si riferisce a punti previsti dal piano di monitoraggio, ma non ancora implementati o che richiedono adeguamenti nella frequenza di campionamento o misura. Nella tabella sono compresi i monitoraggi delle acque superficiali per i quali la scelta dei punti di campionamento è stata fatta sulla base di una valutazione nazionale, come indicato nelle Linee Guida per il monitoraggio della radioattività.

| RETE FITTA | | | | | | | | | | | | |
|----------------|-------------------------|------------------------------------|-------------------|---------------|----------------------------------------------|------------------------|-----------|------------------------------------|----------------------------|---------------------|---------|--------------------|
| REGIONE | ISTITUTO ENTE ORGANISMO | Matrice | Punti di prelievo | | | Coordinate geografiche | | Tipologia di misura / radionuclidi | Frequenza di campionamento | Frequenza di misura | M.A.R. | Unità di misura |
| | | | Cod. | Comune | Località/Indirizzo | N | E | | | | | |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM2.5) | 3000007 | Reggio Emilia | Via Amendola, 2 | 44°41'21" | 10°39'49" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 3,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM2.5) | 7000015 | Bologna | Piazza di Porta S. Felice | 44°30'00" | 11°19'42" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 3,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM2.5) | 6000010 | Forli | Parco Resistenza - Viale Spazzoli | 44°12'54" | 12°02'53" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 3,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | | Attività beta totale | | | | |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Piacenza | via XXI Aprile, 48 | 45°03'26" | 9°40'40" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 2,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Piacenza | via XXI Aprile, 48 | 45°03'26" | 9°40'40" | Stronzio-90 | In continuo | Semestrale | 1,5E-02 | Bq m ⁻² |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | | Piacenza | via XXI Aprile, 48 | 45°03'26" | 9°40'40" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 3000007 | Reggio Emilia | Via Amendola, 2 | 44°29'01" | 10°39'49" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 4000022 | Modena | Parco Ferrari | 44°39'06" | 10°54'26" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 7000014 | Bologna | Viale Medardo Bottonelli | 44°29'01" | 11°21'18" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 7000027 | Molinella | Via Idice Abbandonato - San Pietro Capofiume | 44°39'15" | 11°37'29" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | | Forli | Via Salinatore, 20 | 44°13'08" | 12°02'00" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 10000002 | Rimini | Parco XXV Aprile | 44°03'52" | 12°33'09" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Piacenza | Via Nino Bixio, 27 | 45°03'21" | 9°42'30" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | Cesenatico | stazione 614 | 44°08'21" | 12°16'42" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,5E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | Cesenatico | stazione 614 | 44°08'21" | 12°16'42" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 5,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | Cesenatico | stazione 614 | 44°08'21" | 12°16'42" | Attività beta residua | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Attività alfa totale | Semestrale | Semestrale | 1,5E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Attività beta totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Ferrara | Via Antonio Dolcetti, 68 | 44°50'01" | 11°37'06" | Trizio | Semestrale | Semestrale | 2,0E+00 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Forli | Via Mondina - San Martino in Strada | 44°10'41" | 12°02'13" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Forli | Via Mondina - San Martino in Strada | 44°10'41" | 12°02'13" | Attività alfa totale | Semestrale | Semestrale | 1,5E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Forli | Via Mondina - San Martino in Strada | 44°10'41" | 12°02'13" | Attività beta totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Forli | Via Mondina - San Martino in Strada | 44°10'41" | 12°02'13" | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ACQUE POTABILI | | Forli | Via Mondina - San Martino in Strada | 44°10'41" | 12°02'13" | Trizio | Semestrale | Semestrale | 2,0E+00 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | | Reggio Emilia | via J. F. Kennedy, 16 | 44°42'31" | 10°36'38" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | | Collecchio | via Milano, 1 | 44°45'15" | 10°12'14" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | | Bologna | via Cadriano, 27/2 | 44°32'01" | 11°23'20" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------------|---------------------|-----------------------|-----------------|---------------------------------------|-----------|-----------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | Soliera | via Verdi, 73 | 44°44'01" | 10°55'08" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | Collecchio | via Milano, 1 | 44°45'15" | 10°12'14" | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE BOVINA | Reggio Emilia | via Due Cnali, 13 | 44°42'39" | 10°37'31" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE BOVINA | Castelvetro | via Spilamberto, 30/C | 44°32'20" | 10°58'08" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE BOVINA | Faenza | via San Silvestro, 178 | 44°18'56" | 11°53'35" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE SUINA | Colorno | via Della Selva, 96 | 44°55'03" | 10°22'07" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE SUINA | Ravenna | via Bevano, 3 | 44°18'56" | 12°11'09" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE SUINA | Carpi | via Guastalla, 21/A | 44°47'33" | 10°52'28" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE AVICOLA | S.Sofia | strada Statale S P, 4 del Bidente 310 | 43°56'49" | 11°54'31" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE AVICOLA | Gatteo | via Pirandello 5/7 | 44°07'14" | 12°23'11" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PESCE | Cesenatico | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PESCE | Goro | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PESCE | Rimini | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PESCE | Reggio Emilia | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PESCE | Ferrara | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CEREALI | S. G. Persiceto | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CEREALI | Portomaggiore | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CEREALI | Codigoro | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CEREALI E DERIVATI | Parma | via Mantova, 166 | 44°49'26" | 11°22'32" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CEREALI E DERIVATI | San Clemente | via G. Falcone, 188 | 43°54'11" | 12°38'39" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CEREALI E DERIVATI | S.G.Persiceto | viale Minghetti | 44°38'30" | 11°11'20" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DERIVATI DEL LATTE | Parma | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 6,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DERIVATI DEL LATTE | Reggio Emilia | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 6,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DERIVATI DEL LATTE | Fiorenzuola | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 6,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI A FOGLIA | Longiano | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI A FOGLIA | Longiano | | variabile | variabile | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI A FOGLIA | Bologna | via Paolo Canali, 1 | 44°30'57" | 11°24'25" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI A FOGLIA | Reggio Emilia | via Ragazzi del '99, 1 | 44°44'23" | 10°38'57" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI NON A FOGLIA | Podenzano | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI NON A FOGLIA | Bologna | via Paolo Canali, 1 | 44°30'57" | 11°24'25" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI NON A FOGLIA | Reggio Emilia | via Ragazzi del '99, 1 | 44°44'23" | 10°38'57" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETALI NON A FOGLIA | Cesenatico | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------------|---------------------|---------------------------------|-------------------|---------------------------------|-----------|-----------|-------------------------------|----------------------|----------------------|---------|--------------------------|
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FRUTTA | Ravenna | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FRUTTA | Bologna | via Paolo Canali, 1 | 44°30'57" | 11°24'25" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FRUTTA | Reggio Emilia | via Ragazzi del '99, 1 | 44°44'23" | 10°38'57" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FRUTTA | Ferrara | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 3,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | UOVA | Cesena | via Cavecchia, 75 | 44°06'09" | 12°18'06" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | UOVA | Forli | strada del Mezzo, 29 | 44°06'33" | 12°03'34" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | BEVANDE | Massa Lombarda | via Selice | 44°27'38" | 11°47'56" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VINO | Faenza | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VINO | Bologna | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VINO | Sorbara | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VINO | Forli | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PASTO COMPLETO | Modena | via Malavolti, 50 | 44°38'54" | 11°57'21" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PASTO COMPLETO | Bologna | Piazza XX Settembre, 6 | 44°30'15" | 11°20'43" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | PASTO COMPLETO | Bologna | Piazza XX Settembre, 6 | 44°30'15" | 11°20'43" | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | Castelnuovo Monti | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: Semestrale | Foraggio: Semestrale | 8,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | Parma | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: Semestrale | Foraggio: Semestrale | 8,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | Reggio Emilia | via Asseverati, 1 | 44°40'14" | 10°42'42" | Radionuclidi gamma emettitori | Mangimi: Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DMOS | Ferrara | Pontelagoscuro | 44°50'1" | 11°37'06" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DMOS | Ferrara | Pontelagoscuro | 44°50'1" | 11°37'06" | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 3,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | DMOS | Caorso | Opera presa CN | 45°04'31" | 9°52'39" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Ferrara | Porto Garibaldi - stazione 1004 | 44°23'49" | 12°13'32" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Ferrara | Porto Garibaldi - stazione 2004 | 44°23'50" | 12°18'04" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Cesenatico | stazione 614 | 44°08'21" | 12°16'42" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Cesenatico | stazione 614 | 44°08'21" | 12°16'42" | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Ferrara | Pontelagoscuro | 44°50'1" | 11°37'06" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Ferrara | Pontelagoscuro | 44°50'1" | 11°37'06" | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SEDIMENTI | Caorso | Opera presa CN | 45°04'31" | 9°52'39" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MIELE | Monterenzio | via Idice, 299 | 44°16'56" | 11°23'30" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MIELE | Piacenza | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MIELE | Imola | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MIELE | Tresigallo | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MOLLUSCHI | Goro | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|---------------------|------------------------------------|---------------|-------------------|---------------------------------------------|-----------|-----------|-------------------------------|-------------|------------------------------------|---------|-----------------------------|
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MOLLUSCHI | | Cesenatico | stazione 614 | 44°08'21" | 12°16'42" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | MOLLUSCHI | | Rimini | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Piacenza | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Bologna | via Paolo Canali, 1 | 44°30'57" | 11°24'25" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Reggio Emilia | via Ragazzi del '99, 1 | 44°44'23" | 10°38'57" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Borgotaro | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Albareto | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Bedonia | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Castelnuovo Monti | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Ligonchio | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Collagna | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | FUNGHI | | Pavullo | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | BACCHE SELVATICHE | | Bologna | via Paolo Canali, 1 | 44°30'57" | 11°24'25" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | BACCHE SELVATICHE | | Reggio Emilia | via Ragazzi del '99, 1 | 44°44'23" | 10°38'57" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | BACCHE SELVATICHE | | Pavullo | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SELVAGGINA | | Forli | via Ravennana, 397/B | 44°14'47" | 12°04'45" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETAZIONE ACQUA DOLCE | | Ferrara | Pontelagoscuo | 44°50'1" | 11°37'06" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETAZIONE ACQUA DOLCE | | Caorso | Opera presa CN | 45°04'31" | 9°52'39" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ p.s. |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | VEGETAZIONE MARINA | | Cesenatico | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CARNE CONIGLIO | | Forlimpopoli | via Prati, 1160 | 44°11'17" | 12°09'01" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ZUCCHERO | | Russi | via Carrarone, 3 | 44°23'16" | 12°01'04" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ZUCCHERO | | Minerbio | via Mora, 56 | 44°37'58" | 11°33'01" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ALIMENTI INFANZIA | | Reggio Emilia | via Doberdò, 9 | 44°41'26" | 10°39'30" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ALIMENTI INFANZIA | | Collecchio | via Nazionale | 44°42'51" | 10°08'49" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | ALIMENTI INFANZIA | | Collecchio | via Nazionale | 44°42'51" | 10°08'49" | Stronzio-90 | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | CONFETTURA | | Codigoro | via della Cooperazione, 5 | 44°51'08" | 12°10'37" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SUOLO | 7000027 | Molinella | Via Idice Abbandonato - San Pietro Capofume | 44°39'15" | 11°37'29" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Emilia-romagna | ARPA EMILIA ROMAGNA | SUOLO | 7000027 | Molinella | Via Idice Abbandonato - San Pietro Capofume | 44°39'15" | 11°37'29" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | ARIA-GG-MM-AA | Udine | Via Tavagnacco 91 | 46,0939 | 13,2285 | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Giornaliera (5 misure a settimana) | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | | Beta torale | | | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | FO-MM-AA | Udine | Via Tavagnacco 91 | 46,0939 | 13,2285 | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|--------------------|--------------|-----------|-------------------------|---------|---------|-------------------------------|-------------|------------------------------------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RADIAZIONE ESTERNA | gamma 1 | Udine | Via Tavagnacco 91 | 46,0939 | 13,2285 | Rateo di dose gamma | In continuo | Giornaliera (5 misure a settimana) | 1,0E-08 | Gy h ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ACQUE POTABILI | | | | | | Sr-90 | Semestrale | Semestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ACQUE POTABILI | | | | | | Alfa Totale | Semestrale | Semestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ACQUE POTABILI | | | | | | Beta totale | Semestrale | Semestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | LATTE VACCINO | | | | | | Sr-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BOVINA | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BOVINA | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BOVINA | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BOVINA | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BOVINA | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BOVINA | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE SUINA | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE SUINA | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE SUINA | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE SUINA | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE SUINA | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE SUINA | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BIANCA | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BIANCA | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BIANCA | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BIANCA | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BIANCA | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CARNE BIANCA | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|-----------------------------------|--------------|-----------|-------------------------|---------|---------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DERIVATI DEL LATTE | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DERIVATI DEL LATTE | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DERIVATI DEL LATTE | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DERIVATI DEL LATTE | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DERIVATI DEL LATTE | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | DERIVATI DEL LATTE | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FRUTTA DI STAGIONE | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FRUTTA DI STAGIONE | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FRUTTA DI STAGIONE | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FRUTTA DI STAGIONE | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FRUTTA DI STAGIONE | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FRUTTA DI STAGIONE | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | VERDURA DI STAGIONE | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | VERDURA DI STAGIONE | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | VERDURA DI STAGIONE | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | VERDURA DI STAGIONE | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | VERDURA DI STAGIONE | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | VERDURA DI STAGIONE | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RACCOLTA SPONTANEA E SELVAGGINA | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RACCOLTA SPONTANEA E SELVAGGINA | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RACCOLTA SPONTANEA E SELVAGGINA | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RACCOLTA SPONTANEA E SELVAGGINA | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RACCOLTA SPONTANEA E SELVAGGINA | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | RACCOLTA SPONTANEA E SELVAGGINA | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE E DERIVATI PACIFICO | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE E DERIVATI PACIFICO | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE E DERIVATI PACIFICO | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE E DERIVATI PACIFICO | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE E DERIVATI PACIFICO | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE E DERIVATI PACIFICO | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI EDULI | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|------------------------------------------------|--------------|-----------|-------------------------|---------|---------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI EDULI | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI EDULI | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI EDULI | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI EDULI | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI EDULI | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PESCE DI MARE | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | UOVA | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI INFANZIA | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI INFANZIA | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI INFANZIA | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI INFANZIA | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI INFANZIA | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI INFANZIA | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PRODUZIONE LOCALE | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PRODUZIONE LOCALE | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PRODUZIONE LOCALE | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PRODUZIONE LOCALE | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PRODUZIONE LOCALE | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PRODUZIONE LOCALE | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO SECCO | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO SECCO | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO SECCO | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO SECCO | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CEREALI E SOIA | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CEREALI E SOIA | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CEREALI E SOIA | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | CEREALI E SOIA | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Occasionale | Occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | 1TS-AA-T-NN | Trieste | Via Sai 1 - 3 | 45,6568 | 13,8007 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|-----------------------------------------|--------------|-------------------|-------------------------|---------|---------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | 2GO-AA-T-NN | Gorizia | Via Vittorio Veneto 174 | 45,9337 | 13,6328 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | 3GEM-AA-T-NN | Gemona | Piazzetta Portuzza 3 | 46,2763 | 13,1405 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | 4UD-AA-T-NN | Udine | Via Pozzuolo 330 | 46,0429 | 13,2215 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | 5BAS-AA-T-NN | Palmanova | Via Natisone | 45,9095 | 13,3266 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | 6PN-AA-T-NN | Pordenone | Via Vecchia Ceramica 1 | 45,9563 | 12,6566 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | PASTO COMPLETO | | | | | | Sr-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 421FI-AA | Tarvisio | Fusine | 46,4762 | 13,6708 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 423FI-AA | Chiusaforte | Saletto | 46,4012 | 13,3983 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 444FI-AA | Resia | Val Resia | 46,3770 | 13,2936 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 433FI-AA | Tramonti di Sopra | Passo Rest | 46,3569 | 12,7864 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 435FI-AA | Claut | Lesis | 46,2775 | 12,5589 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 440FI-AA | Gemona | Gemona | 46,2869 | 13,1442 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 424FI-AA | Sauris-Ampezzo | Passo Pura | 46,3994 | 12,7508 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 425FI-AA | Prato Carnico | Pesariis Pian di Casa | 46,5185 | 12,7697 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 472FI-AA | Muzzana | Muzzana | 45,8188 | 13,1260 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 478FI-AA | Trieste | Basovizza | 45,7067 | 13,7679 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 430FI-AA | Paularo | Castel Valdajer | 46,5312 | 13,1156 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 480FI-AA | Flaibano | Flaibano | 46,0580 | 12,9837 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 475FI-AA | Polcenigo | Polcenigo | 46,0369 | 12,4974 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 416FI-AA | Cividale | Matajur | 46,2079 | 13,5283 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | 477FI-AA | Doberdò del Lago | Doberdò del Lago | 45,8433 | 13,5407 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | | Sr-90 | Annuale | Annuale | | |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE446B-AA-N | Tarvisio | Fusine | 46,4762 | 13,6708 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE447B-AA-N | Chiusaforte | Saletto | 46,4012 | 13,3983 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE453B-AA-N | Resia | Val Resia | 46,3770 | 13,2936 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE445B-AA-N | Tramonti di Sopra | Passo Rest | 46,3569 | 12,7864 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE458B-AA-N | Claut | Lesis | 46,2775 | 12,5589 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE461B-AA-N | Gemona | Gemona | 46,2869 | 13,1442 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE448B-AA-N | Sauris-Ampezzo | Passo Pura | 46,3994 | 12,7508 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|----------------------|-------------|-----------------------|-----------------------|---------|---------|-------------------------------|-----------|-----------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE449B-AA-N | Prato Carnico | Pesariis Pian di Casa | 46,5185 | 12,7697 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE469B-AA-N | Muzzana | Bosco Baredi | 45,8188 | 13,1260 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE467B-AA-N | Trieste | Borgo Grotta Gigante | 45,7067 | 13,7679 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE452B-AA-N | Paularo | Castel Valdajer | 46,5312 | 13,1156 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE481B-AA-N | Flaibano | Flaibano | 46,0580 | 12,9837 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE476B-AA-N | Polcenigo | Polcenigo | 46,0369 | 12,4974 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE465B-AA-N | Cividale | Matajur | 46,2079 | 13,5283 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI BOSCHI | TE468B-AA-N | Doberdò del Lago | Doberdò del Lago | 45,8433 | 13,5407 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE421P-AA-N | Tarvisio | Fusine | 46,4762 | 13,6708 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE423P-AA-N | Chiusaforte | Saletto | 46,4012 | 13,3983 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE444P-AA-N | Resia | Val Resia | 46,3770 | 13,2936 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE433P-AA-N | Tramonti di Sopra | Passo Rest | 46,3569 | 12,7864 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE435P-AA-N | Claut | Lesis | 46,2775 | 12,5589 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE440P-AA-N | Gemona | Gemona | 46,2869 | 13,1442 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE424P-AA-N | Sauris-Ampezzo | Passo Pura | 46,3994 | 12,7508 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE425P-AA-N | Prato Carnico | Pesariis Pian di Casa | 46,5185 | 12,7697 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE472P-AA-N | Muzzana | Muzzana | 45,8188 | 13,1260 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE478P-AA-N | Trieste | Basovizza | 45,7067 | 13,7679 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE430P-AA-N | Paularo | Castel Valdajer | 46,5312 | 13,1156 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE480P-AA-N | Flaibano | Flaibano | 46,0580 | 12,9837 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE475P-AA-N | Polcenigo | Polcenigo | 46,0369 | 12,4974 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE416P-AA-N | Cividale | Matajur | 46,2079 | 13,5283 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SUOLO TERRENI PRATI | TE477P-AA-N | Doberdò del Lago | Doberdò del Lago | 45,8433 | 13,5407 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUFU-AA | Tarvisio | Fusine | 46,4762 | 13,6708 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUSAL-AA | Chiusaforte | Saletto | 46,4012 | 13,3983 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MURE-AA | Resia | Val Resia | 46,3770 | 13,2936 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUTRA-AA | Tramonti di Sopra | Passo Rest | 46,3569 | 12,7864 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUCLA-AA | Claut | Lesis | 46,2775 | 12,5589 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUPIE-AA | Forni Avoltri | Pierabek | 46,6039 | 12,7838 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUSAU-AA | Sauris | Sauris | 46,4656 | 12,7098 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUVBR-AA | Malborghetto-Valbruna | Valbruna | 46,5206 | 13,4229 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------|-------------------|-----------|-----------------------|-----------------------|---------|---------|-------------------------------|-----------|-----------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUSPP-AA | Sauris-Ampezzo | Passo Pura | 46,4270 | 12,7421 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUMON-AA | Sella Nevea | Montasio | 46,4126 | 13,4316 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUTDS-AA | Tramonti di Sopra | Tramonti di Sopra | 46,3090 | 12,7897 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUCAP-AA | Socchieve | Caprizi | 46,3866 | 12,7879 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUVEN-AA | Venzzone | Venzzone | 46,3375 | 13,1468 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUPES-AA | Prato Carnico | Pesariis Pian di Casa | 46,5184 | 12,7699 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUBDC-AA | Aviano | Bosco del Cansiglio | 46,0549 | 12,4638 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUGEM-AA | Gemona | Gemona | 46,2869 | 13,1442 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUDDL-AA | Doberdò del Lago | Doberdò del Lago | 45,8433 | 13,5407 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUOPI-AA | Trieste | Opicina | 45,6920 | 13,7930 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUBAS-AA | Trieste | Basovizza | 45,6428 | 13,8610 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUMAT-AA | Cividale | Matajur | 46,2079 | 13,5283 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | MUSCHI | MUCSM-AA | Prepotto | Castelmonte | 46,0942 | 13,5195 | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I07 | Treppo Grande | Buja-Treppo | 46,1904 | 13,1575 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I11 | Socchieve | Caprizi | 46,3866 | 12,7879 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I12 | Prepotto | Castelmonte | 46,0942 | 13,5195 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I23 | Tarvisio | Fusine | 46,4762 | 13,6708 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I34 | Sauris-Ampezzo | Passo Pura | 46,4270 | 12,7421 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I39 | Prato Carnico | Pian di Casa | 46,5184 | 12,7699 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I44 | Chiusaforte | Stretti | 46,3967 | 13,4394 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I63 | Malborghetto-Valbruna | Val Saisera | 46,5206 | 13,4229 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | FUNGHI AMBIENTALI | I65 | Paularo | Valdajer | 46,5334 | 13,1139 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-01 | Fiume Tagliamento | Fiume Tagliamento | 45,7316 | 13,0277 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-02 | Foce Tagliamento | Foce Tagliamento | 45,6589 | 13,0823 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-04 | Fiume Stella | Fiume Stella | 45,7942 | 13,0844 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-06 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7290 | 13,0928 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-07 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7276 | 13,1026 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-08 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,6978 | 13,1002 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-09 | Foce Cormor | Foce Cormor | 45,7666 | 13,1314 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-10 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7597 | 13,1328 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-11 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7408 | 13,1180 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-----------------------|----------------------|------------------------------------|-----------|------------------|-----------------------------------|-------------|-------------|-------------------------------|-------------|---------------------------------|---------|---------------------|
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-12 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7488 | 13,1515 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-13 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7230 | 13,1702 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-18 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7664 | 13,2172 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-21 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7515 | 13,2232 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-22 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7484 | 13,2378 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-26 | Laguna di Grado | Laguna di Grado | 45,7357 | 13,3312 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-27 | Laguna di Grado | Laguna di Grado | 45,7316 | 13,3432 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-28 | Laguna di Grado | Laguna di Grado | 45,7151 | 13,4071 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-32 | Foce Isonzo | Foce Isonzo | 45,7332 | 13,5286 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-39 | Golfo di Trieste | Golfo di Trieste | 45,7045 | 13,5612 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-40 | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,6277 | 13,1215 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-41 | Torrente Cormor | Torrente Cormor | 45,7875 | 13,1299 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-42 | Torrente Cormor | Torrente Cormor | 45,7939 | 13,1319 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-A | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7117 | 13,1245 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-B | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7290 | 13,1359 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-C | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7397 | 13,1699 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Friuli venezia giulia | ARPA FVG | SEDIMENTI | SED-AA-D | Laguna di Marano | Laguna di Marano | 45,7457 | 13,2011 | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Giornaliero Settimanale Mensile | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Bergamo | Via Maffei 4 | 45°41'42" | 9°40'28" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Settimanale/Mensile | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | | Attività beta totale | | | | |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ARIA - FASE GASSOSA | | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Settimanale | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Stronzio-90 | In continuo | Semestrale | 1,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Plutonio | In continuo | Semestrale | 1,0E-04 | Bq m ⁻² |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Sondrio | Via Stelvio 35/A | 46°10'13" | 9°53'46" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | RADIAZIONE ESTERNA | | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Rateo di dose gamma | In continuo | Giornaliera | | |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | RADIAZIONE ESTERNA | | Bergamo | Via Maffei 4 | 45°41'42" | 9°40'28" | Rateo di dose gamma | In continuo | Settimanale | | |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | | Ostiglia | Fiume Po - Foce Mincio | 45°03'54,3" | 11°07'50,4" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | | Ostiglia | Fiume Po - Foce Mincio | 45°03'54,3" | 11°07'50,4" | Beta totale | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | | Como | Lago Lario - c/o presa acquedotto | 45°49'44" | 09°04'39,1" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|-----------|----------------------|----------------------------------|-----------------------------|-----------------------------------|--------------|-------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | Como | Lago Lario - c/o presa acquedotto | 45°49'44" | 09°04'39,1" | Beta totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Dervio | Lago Lario | 46°03'49,8" | 09°17'13,5" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Dervio | Lago Lario | 46°03'49,8" | 09°17'13,5" | Beta totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Bergamo | Via Goltara 23 | 45°40'20" | 9°38'12" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Brescia | | 45°29'54" | 10°10'33" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Fino Mornasco | Via Laghetto,1 - 22073 | 45°44'58,33" | 9°03'46,51" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Cremona | | 45°7'22" | 10°1'42" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Lecco | | 45°50'22" | 09°24'09" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Lodi | | 45°18'16" | 9°31'15" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Mantova | | 45°8'18" | 10°48'14" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Milano | Bresso | 45°31'26" | 9°11'43" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Monza | Viale Enrico Fermi, 105 | 45°33'39" | 09°16'17" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Pavia | | 45°10'40" | 9°10'46" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Sondrio | | 46°9'43" | 9°51'14" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPURATORE | Varese | Gavirate | 45°50'18" | 08°42'08" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Linarolo - Fraz. Vaccarizza | Fiume Po - Foce Ticino | 9°14'21" | 45°08'40" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Orio Litta | Fiume Po - Foce Lambro | 45°08'00" | 09°33'04,7" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Cremona | Fiume Po - Foce Adda | 45°05'34,8" | 10°01'54,4" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Ostiglia | Fiume Po - Foce Mincio | 45°03'54,3" | 11°07'50,4" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Ostiglia | Fiume Po - Foce Mincio | 45°03'54,3" | 11°07'50,4" | Stronzio-90 | Trimestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Ostiglia | Fiume Po - Foce Mincio | 45°03'54,3" | 11°07'50,4" | Plutonio | Trimestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Pumenengo | Oglio | 45°28'51" | 09°52'37" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Dubino | Adda Monte | 45°15'34" | 10°12'21" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | DMOS | Milzano | Mella | 46°9'5" | 9°27'32" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | MUSCHI | Bellagio | | 45°55'20" | 09°13'17" | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | MUSCHI | Campo dei Fiori | | 45°52'08" | 08°45'54" | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | MUSCHI | Chiesa Valmalenco | | 46°15'21" | 09°50'47" | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | MUSCHI | Cremeno | | 45°54'52" | 09°29'36" | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | MUSCHI | Romagnese | | 44°50'00" | 09°21'54" | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | MUSCHI | Valfurva | | 46°25'14" | 10°33'19" | Radionuclidi gamma emettitori | Triennale | Triennale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|-----------|----------------------|-----------------------|----------------------------|-------------------------|-----------|-----------|-------------------------------|---------------------|-------------|---------|---------------------|
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Bergamo | Via Maffei 4 | 45°41'42" | 9°40'28" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Sondrio | Via Stelvio 35/A | 46°10'13" | 9°53'46" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Attività alfa totale | Mensile | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Attività beta totale | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Trizio | Mensile | Mensile | 1,0E+01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Vernate | S.P. 30 fraz. Pasturago | 45°19'02" | 09°03'41" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Peschiera Borromeo | Via 2 Giugno | 45°25'58" | 09°19'16" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Peschiera Borromeo | Via 2 Giugno | 45°25'58" | 09°19'16" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Varese | Via Uberti 9 | 45°49'48" | 08°49'23" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Albano S.Alessandro | Via Tonale 21/A | 45°41'15" | 09°46'18" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Brescia | Via Lamarmora 189 | 45°32'00" | 10°13'00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Chiuro | Via Nazionale 45/A | 46°09'57" | 09°58'55" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Postalesio | via Nazionale 14 | 46°9'29" | 9°46'2" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Castiglione delle Stiviere | Via Medole 52 | 45°23'00" | 10°29'00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Soresina | Via dei Mille 11/17 | 45°17'00" | 09°51'00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Casalmaggiore | Via Fermi 79 | 44°59'41" | 10°25'12" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Senna Comasco | Via Al Gaggio 59 | 45°45'50" | 09°06'44" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Crotta d'Adda | Casina Caselle | 45°09'33" | 09°51'27" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Vernate | S.P. 30 fraz. Pasturago | 45°19'02" | 09°03'41" | Stronzio-90 | Mensile | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Varese | Via Uberti 9 | 45°49'48" | 08°49'23" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Albano S.Alessandro | Via Tonale 21/A | 45°41'15" | 09°46'18" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Chiuro | Via Nazionale 45/A | 46°09'57" | 09°58'55" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | Casalmaggiore | Via Fermi 79 | 44°59'41" | 10°25'12" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | FRUTTA | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Settimanale/Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | FRUTTA | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | VEGETALI A FOGLIA | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Settimanale/Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | VEGETALI A FOGLIA | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | VEGETALI NON A FOGLIA | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | VEGETALI NON A FOGLIA | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | CARNE BOVINA | Ospedaletto Lodigiano | viale Europa 10 | 45°10'11" | 09°34'47" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|---------------------|----------------------|--------------------------------------------------|-----------------|-----------------------|--------------|---------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------------|----------------------------|---------|---------------------|
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | UNGULATI SELVATICI (selvaggina cacciata in loco) | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | UNGULATI SELVATICI (selvaggina cacciata in loco) | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | UNGULATI SELVATICI (selvaggina cacciata in loco) | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | UNGULATI SELVATICI (selvaggina cacciata in loco) | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | UNGULATI SELVATICI (selvaggina cacciata in loco) | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | UNGULATI SELVATICI (selvaggina cacciata in loco) | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | PASTO COMPLETO | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Quindicinale/Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | PASTO COMPLETO | Vari | Vari | variabile | variabile | Stronzio-90 | Quindicinale/Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | Crotta d'Adda | Casina Caselle | 45°09'33" | 09°51'27" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | Crotta d'Adda | Casina Caselle | 45°09'33" | 09°51'27" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO | Crotta d'Adda | Casina Caselle | 45°09'33" | 09°51'27" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lombardia | ARPA LOMBARDIA - CRR | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO | Crotta d'Adda | Casina Caselle | 45°09'33" | 09°51'27" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | TRENTO | v. Lidorno 1 | 46°01'40,0" | 011°07'36,5" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 2,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | TRENTO | v. Lidorno 1 | 46°01'40,0" | 011°07'36,5" | Spettrometria gamma | In continuo | Settimanale | 2,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | TRENTO | v. Lidorno 1 | 46°01'40,0" | 011°07'36,5" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | 3,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | TRENTO | v. Lidorno 1 | 46°01'40,0" | 011°07'36,5" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 2,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Trentino-alto adige | APPA TN | RADIAZIONE ESTERNA | TRENTO | v. Lidorno 1 | 46°01'40,0" | 011°07'36,5" | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | In continuo | Misura media ogni 2 giorni | 2,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | TRENTO | | 46°04'37,18" | 011°06'53,78" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE POTABILI | VARIABILE | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE POTABILI | | | | | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE POTABILI | | | | | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE POTABILI | | | | | Stronzio-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUE POTABILI | | | | | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE VACCINO INTERO PASTORIZZATO | TRENTO | loc. Spini di Gardolo | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE VACCINO INTERO UHT | TRENTO | loc. Spini di Gardolo | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE VACCINO INTERO CRUDO | GRIGNO | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE VACCINO INTERO CRUDO | ROMENO | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE VACCINO INTERO CRUDO | TIONE DI TRENTO | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | |
|---------------------|---------|----------------------------------------|---------------------------|-----------------------|---------------------------|-------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|---------|---------------------|
| Trentino-alto adige | APPA TN | LATTE VACCINO INTERO CRUDO | BEDOLLO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | CARNE SUINA | MEZZOCORONA | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | CARNE SUINA | DRO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE BURRO | TRENTO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE BURRO | RABBI | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANOTURCO | BLEGGIO SUPERIORE | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE FORMAGGIO GRANA | GRIGNO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE FORMAGGIO GRANA | CLES | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE FORMAGGIO GRANA | RABBI | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE FORMAGGIO GRANA | DAONE | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE FORMAGGIO GRANA | LAVARONE | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FIENO | RONCEGNO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | MIELE | BONDO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | MIELE | SPORMAGGIORE | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | MIELE | FOLGARIA | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | MIELE | NOVALEDO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | CARNE BOVINA | TRENTO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | CARNE BOVINA | RONCONE | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PESCE ACQUA DOLCE TROTA (Salmo trutta) | LAVIS | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PESCE ACQUA DOLCE TROTA (Salmo trutta) | TIONE DI TRENTO | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PESCE ACQUA DOLCE TROTA (Salmo trutta) | BASELGA DI PINE' | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | UOVO GALLINA | ALA | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DERIVATI DEL LATTE YOGHURT VACCINO | TRENTO | loc. Spini di Gardolo | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PASTO COMPLETO | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | PASTO COMPLETO | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | VARIABILE | | | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | | |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DEPURATORE FANGO | TRENTO | | 46°02'11,05" 11°07'26,31" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUA DEPURATA | TRENTO | | 46°02'11,05" 11°07'26,31" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DEPURATORE FANGO | CASTELLO-MOLINA DI FIEMME | | 46°16'42,05" 11°25'56,08" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|---------------------|---------------------|------------------------------------|---------------------------|-------------------------|--------------|---------------|-------------------------------|-----------------------|-----------------------|---------|---------------------|
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUA DEPURATA | CASTELLO-MOLINA DI FIEMME | | 46°16'42,05" | 11°25'56,08" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DEPURATORE FANGO | RAGOLI | | 46°03'08,60" | 10°46'54,85" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUA DEPURATA | RAGOLI | | 46°03'08,60" | 10°46'54,85" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | DEPURATORE FANGO | ROVERETO | | 45°52'27",86 | 011°00'56",36 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino-alto adige | APPA TN | ACQUA DEPURATA | ROVERETO | | 45°52'27",86 | 011°00'56",36 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliero | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Attività alfa totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Stronzio-90 | In continuo | semestrale | 1,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | Saint Christophe | Loc Grande Charrière 44 | 45° 44' 33" | 7° 21' 21" | Isotopi del Pu | In continuo | semestrale | 1,0E-04 | Bq m ⁻² |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | RADIAZIONE ESTERNA | Aosta | Piazza Plouves | 45° 44' 09" | 7° 29' 27" | Rateo di dose gamma | In continuo | Oraria | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | RADIAZIONE ESTERNA | Donnas | Piazza Plouves | 45° 35' 51" | 7° 45' 37" | Rateo di dose gamma | In continuo | Oraria | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | RADIAZIONE ESTERNA | La Thuile | Piazza Plouves | 45° 43' 45" | 6° 58' 40" | Rateo di dose gamma | In continuo | Oraria | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | RADIAZIONE ESTERNA | Etroubles | Piazza Plouves | 45° 48' 57" | 7° 14' 07" | Rateo di dose gamma | In continuo | Oraria | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | RADIAZIONE ESTERNA | Cogne | Piazza Plouves | 45° 36' 54" | 7° 45' 37" | Rateo di dose gamma | In continuo | Oraria | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE SUPERFICIALI - acque dolci | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE SUPERFICIALI - acque dolci | | | | | Attività beta residua | | | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE POTABILI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE POTABILI | | | | | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE POTABILI | | | | | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE POTABILI | | | | | Stronzio-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ACQUE POTABILI | | | | | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | LATTE | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | LATTE | variabile | variabile | variabile | variabile | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DERIVATI DEL LATTE | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | VEGETALI A FOGLIA | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | VEGETALI NON A FOGLIA | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | FRUTTA | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | CARNE BOVINA | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PASTO COMPLETO | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | ogni mese e mezzo | ogni mese e mezzo | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PASTO COMPLETO | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------------|---------------------|---------------------------------|-------------|------------------|-------------|------------|-------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|---------|---------------------|
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: annuale | Foraggio: annuale; Mangimi: annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Stronzio-90 | Foraggio: annuale; Mangimi: annuale | Foraggio: annuale; Mangimi: annuale | | |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Brissogne | DORA BALTEA | 45° 44' 20" | 7° 25' 06" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Brissogne | DORA BALTEA | 45° 44' 20" | 7° 25' 06" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Gressan | DORA BALTEA | 45° 43' 38" | 7° 17' 36" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Donnas | DORA BALTEA | 45° 35' 30" | 7° 47' 03" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Donnas | DORA BALTEA | 45° 35' 30" | 7° 47' 03" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Courmayeur | TORRENTE MIAGE | 45° 47' 23" | 6° 53' 17" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Courmayeur | TORRENTE MIAGE | 45° 47' 23" | 6° 53' 17" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Courmayeur | DORA VENY | 45° 47' 22" | 6° 54' 16" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | DMOS | Ayas | TORRENTE EVANÇON | 45° 53' 20" | 7° 44' 48" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SUOLO SUPERFICIALE | Aosta | collina | 45° 44' 37" | 7° 20' 28" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SUOLO SUPERFICIALE | Aosta | collina | 45° 44' 37" | 7° 20' 28" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SUOLO SUPERFICIALE | Aosta | collina | 45° 44' 37" | 7° 20' 28" | Isotopi del Pu | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SUOLO SUPERFICIALE | La Thuile | Les Granges | 45° 43' 45" | 6° 58' 40" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SUOLO SUPERFICIALE | Aosta | Les Granges | 45° 43' 45" | 6° 58' 40" | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SUOLO SUPERFICIALE | Aosta | Les Granges | 45° 43' 45" | 6° 58' 40" | Isotopi del Pu | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | Muschi | Pontboset | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Biennale | Biennale | 1,0E+00 | Bq m ⁻² |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | Muschi | Saint-Oyen | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Biennale | Biennale | 1,0E+00 | Bq m ⁻² |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | Muschi | La Salle | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Biennale | Biennale | 1,0E+00 | Bq m ⁻² |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | CASTAGNE | Avisè | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | CASTAGNE | Fénis | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | CASTAGNE | Lillianes | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | CASTAGNE | Pontboset | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | SCARICHI | Brissogne | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | PERCOLATO | Brissogne | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Valle di aosta | ARPA VALLE DI AOSTA | CRIOCONITI | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | giornaliera | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Alfa/Beta Totale | In continuo | giornaliera | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Settimanale | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM10) | ALESSANDRIA | Stazione Orti | 44° 57' 56" | 8° 37' 30" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------|---------------|------------------------------------|----------------------|--------------------|-------------|------------|-------------------------------|-------------|------------|---------|---------------------|
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Isotopi del Plutonio | In continuo | Semestrale | 5,0E-05 | Bq m ⁻² |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Sr-90 | In continuo | Semestrale | 1,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | | | | Attività beta totale | | | | |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | CASALE MONFERRATO | Fiume Po | 45° 8' 37" | 8° 26' 55" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 5,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | CASALE MONFERRATO | Fiume Po | 45° 8' 37" | 8° 26' 55" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 5,0E-06 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | CASALE MONFERRATO | Fiume Po | 45° 8' 37" | 8° 26' 55" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 5,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | VIVERONE | Lago Viverone | 45° 25' 4" | 8° 2' 9" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | VIVERONE | Lago Viverone | 45° 25' 4" | 8° 2' 9" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 5,0E-06 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | VIVERONE | Lago Viverone | 45° 25' 4" | 8° 2' 9" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 5,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SEDIMENTO LACUSTRE | VIVERONE | Lago Viverone | 45° 25' 4" | 8° 2' 9" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SEDIMENTO LACUSTRE | VIVERONE | Lago Viverone | 45° 25' 4" | 8° 2' 9" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SEDIMENTO LACUSTRE | VIVERONE | Lago Viverone | 45° 25' 4" | 8° 2' 9" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | MEINA | Lago Maggiore | 45° 48' 41" | 8° 34' 15" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SEDIMENTO LACUSTRE | MEINA | Lago Maggiore | 45° 48' 41" | 8° 34' 15" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | BOLLENGO | Albareto Superiore | 45° 29' 21" | 7° 56' 34" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | BOLLENGO | Albareto Superiore | 45° 29' 21" | 7° 56' 34" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | BOLLENGO | Albareto Superiore | 45° 29' 21" | 7° 56' 34" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | TRECCATE | FIUME TICINO | 45° 27' 25" | 8° 47' 35" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | TRECCATE | FIUME TICINO | 45° 27' 25" | 8° 47' 35" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | TRECCATE | FIUME TICINO | 45° 27' 25" | 8° 47' 35" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | IVREA | FIUME DORA BALTEA | 45° 27' 33" | 7° 53' 32" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | IVREA | FIUME DORA BALTEA | 45° 27' 33" | 7° 53' 32" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | IVREA | FIUME DORA BALTEA | 45° 27' 33" | 7° 53' 32" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | QUASSOLO | FIUME DORA BALTEA | 45° 31' 47" | 7° 50' 8" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | QUASSOLO | FIUME DORA BALTEA | 45° 31' 47" | 7° 50' 8" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | QUASSOLO | FIUME DORA BALTEA | 45° 31' 47" | 7° 50' 8" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | SAN SEBASTIANO DA PO | FIUME PO | 45° 10' 27" | 7° 57' 45" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | SAN SEBASTIANO DA PO | FIUME PO | 45° 10' 27" | 7° 57' 45" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | SAN SEBASTIANO DA PO | FIUME PO | 45° 10' 27" | 7° 57' 45" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | CASALE MONFERRATO | FIUME PO | 45° 8' 50" | 8° 27' 30" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | CASALE MONFERRATO | FIUME PO | 45° 8' 50" | 8° 27' 30" | Sr-90 | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DMOS | CASALE MONFERRATO | FIUME PO | 45° 8' 50" | 8° 27' 30" | Isotopi del Plutonio | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------|---------------|---------------------|---------------------|-----------------------------|-----------|----------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | CARREGA LIGURE | Piani di carrega | 44°36'55" | 9°11'19" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | ISOLA SANT' ANTONIO | Isola Sant Antonio | 45° 1'21" | 8°51'17" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | FRACONALTO | Fraconalto | 44°35'37" | 8°52'51" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | SERRALUNGA DI CREA | Crea | 45° 5'44" | 8°16'43" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | CASAL CERMELLI | Casal Cermelli | 44°50'5" | 8°37'57" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | ALESSANDRIA | Alessandria | 44°56'20" | 8°42'18" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | ASTI | Asti | 44°55'10" | 8°11'28" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | BIELLA | Biella | 45°33'38" | 8° 3'27" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | VINADIO | Vinadio | 44°18'15" | 7° 6'57" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | BRIGA ALTA | Upega | 44° 7'53" | 7°43'35" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | ENTRACQUE | Diga del Chiotas | 44° 9'47" | 7°20'6" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | CUNEO | Cascina Vecchia | 44°22'18" | 7°31'42" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | PONTECHIANALE | Colle dell' Agnello | 44°40'58" | 6°58'47" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | SALICETO | Bergalli | 44°24'31" | 8°10'59" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | NOVARA | Novara | 45°26'35" | 8°38'3" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | NEBBIUNO | Nebbiuno | 45°49'42" | 8°30'26" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | VEROLENGO | Verolengo | 45°11'38" | 8° 2'32" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | TORINO | Torino Giardini Reali | 45° 4'25" | 7°41'34" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | CERESOLE REALE | Lago Agnel | 45°28'11" | 7° 8'25" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | CESANA TORINESE | Colle Bercia | 44°55'22" | 6°47'3" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | BOBBIO PELLICE | Colle Barant | 44°46'34" | 7° 3'41" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | BORGOFRANCO D'IVREA | Borgofranco | 45°30'58" | 7°50'56" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | BARDONECCHIA | Pian del Sol | 45° 3'54" | 6°42'21" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | MACUGNAGA | passo del moro | 45°59'56" | 7°58'39" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | VERBANIA | pallanza | 45°55'33" | 8°32'59" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | DOMODOSSOLA | Domodossola | 46° 6'17" | 8°18'12" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | FORMAZZA | Bruggi | 46°20'58" | 8°25'47" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | VERCELLI | Vercelli | 45°19'35" | 8°23'26" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | TRICERRO | Tricerro | 45°14'12" | 8°19'51" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | TORINO | SMAT – C.so Unità d' Italia | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-04 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | TORINO | SMAT – C.so Unità d' Italia | | | Sr-90 | Semestrale | Semestrale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | TORINO | SMAT – C.so Unità d' Italia | | | H-3 | Semestrale | Semestrale | 1,0E+01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | TORINO | SMAT – C.so Unità d' Italia | | | Alfa/Beta Totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE | SETTIMO VITONE | Fr. Cesnola, 30 | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE | SETTIMO VITONE | Fr. Cesnola, 30 | | | Sr-90 | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE | TORINO | Via Filadelfia | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE | TORINO | Via Filadelfia | | | Sr-90 | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE BOVINA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE SUINA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Alfa/Beta Totale | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE SUINA | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE BOVINA | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE OVINA | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE AVICOLA | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | CUNEO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | |
|----------|---------------|-----------------------------------|-------------------------|-------------------------------|----------------|----------------|---------|---------------------|
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE OVINO | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | UOVA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FORMAGGIO | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MIELE | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO INTERO PASTORIZZATO | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Quadrimestrale | Quadrimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | UVA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | INSALATA A FOGLIA LARGA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | VINO | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FRAGOLA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CILIEGIA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ALBICOCCA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PESCA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PATATA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MAIS | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CASTAGNA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MELA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | KIWI | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | NOCCIOLA | CUNEO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Alfa/Beta Totale | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE BOVINA | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PANE | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DIETA MISTA | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | GRANO | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MAIS | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RISO | ALESSANDRIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | BIELLA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MIELE | BIELLA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | |
|----------|---------------|-----------------------------------|----------------------|-------------------------------|------------|------------|---------|---------------------|
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FORMAGGIO | BIELLA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | BIELLA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CASTAGNA | BIELLA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MIELE | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | UOVA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FARINA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE IN POLVERE | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | INSALATA A FOGLIA LARGA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PANE | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ALBICOCCA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | GRANO | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PESCA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MAIS | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MELA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RISO | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | YOGURT | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CAVOLO | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CAVOLFIORE | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO INTERO PASTORIZZATO | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO INTERO UHT | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | GORGONZOLA | NOVARA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ACQUE POTABILI | VERCELLI (PROVINCIA) | Alfa/Beta Totale | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MIELE | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE BOVINA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE AVICOLA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE SUINA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FARINA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO INTERO PASTORIZZATO | BURONZO | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO INTERO UHT | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | |
|----------|---------------|-------------------------|----------------------|-------------------------------|------------|------------|---------|---------------------|
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | yOGURT | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PANE | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | OMOGENEIZZATO | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | INSALATA A FOGLIA LARGA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ALBICOCCA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | GRANO | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PESCA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | POMODORO | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CASTAGNA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MAIS | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | NOCCIOLA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PERA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | RISO | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MELA | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | VERCELLI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FORMAGGIO | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MIELE | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE SELVAGGINA | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DIETA MISTA | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | INSALATA A FOGLIA LARGA | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CASTAGNA | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | NOCE | VERBANIA (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PANE | ASTI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | ASTI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MAIS | ASTI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | VINO | ASTI (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE BOVINA | TORINO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CARNE SUINA | TORINO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO CRUDO | TORINO (PROVINCIA) | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------|---------------|-----------------------------------|--------------------|------------|----------|----------|-----------------------------------------|-------------|--------------------------------------------------------------|---------|---------------------|
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE VACCINO INTERO PASTORIZZATO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | INSALATA A FOGLIA LARGA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DIETA MISTA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | DIETA MISTA | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ALBICOCCA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PEPERONE | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | POMODORO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ZUCCHINO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CAROTA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PATATA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CAVOLFIORE | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | CAVOLO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | FUNGO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SUSINA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PERA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | GRANO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | MAIS | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | LATTE IN POLVERE | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | OMOGENEIZZATO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | SUCCO DI MIRTILLO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PANE | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | PASTA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | VINO | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | KIWI | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ZUCCA | TORINO (PROVINCIA) | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Piemonte | ARPA PIEMONTE | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Veneto | ARPAV | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Verona | sede ARPAV | 45 25 36 | 10 59 31 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | In continuo | Giornaliera (integrata nei fine settimana-festivi) / Mensile | 5,0E-06 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | beta totale | In continuo | Mensile | | |

| | | | | | | | | | | | | |
|--------|-------|---------------------------------------|-----------|---------|---------------------------|----------|----------|--------------------------------------------|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------|---------|---------------------|
| Veneto | ARPAV | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Belluno | sede ARPAV | 46 09 55 | 12 14 46 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | In continuo | Giornaliera (integrata nei fine settimana-festivi) / Mensile | 5,0E-06 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Vicenza | sede ARPAV | 45 32 45 | 11 33 42 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | In continuo | Giornaliera (integrata nei fine settimana-festivi) / Mensile | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Padova | sede ARPAV | 45 24 13 | 11 53 06 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | In continuo | Mensile | 5,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Veneto | ARPAV | DMOS | sirav 193 | Rovigo | Po - Castelmassa | 45 01 03 | 11 18 15 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | RADIAZIONE ESTERNA | | Verona | sede ARPAV | 45 25 36 | 10 59 31 | misura dell'irradiazione esterna gamma | In continuo | Giornaliera | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | RADIAZIONE ESTERNA | | Belluno | sede ARPAV | 46 09 55 | 12 14 46 | misura dell'irradiazione esterna gamma | In continuo | Giornaliera | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | sirav 443 | Verona | Adige - Albaredo | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | | beta residuo | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | sirav 193 | Rovigo | Po - Castelmassa | 45 01 03 | 11 18 15 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | sirav 371 | Verona | Lago di Garda - Bardolino | 45 32 33 | 10 44 37 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | sirav 369 | Verona | Lago di Garda - Brenzone | 45 42 06 | 10 43 30 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Attività beta residua | Semestrale | Semestrale | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Veneto | ARPAV | ACQUE POTABILI | | | | | | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Veneto | ARPAV | LATTE | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | LATTE | | | | | | Sr-90 | Mensile | Trimestrale | | |
| Veneto | ARPAV | LATTE | | Vicenza | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | LATTE | | Belluno | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CARNE BOVINA | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CARNE BOVINA | | Vicenza | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CARNE BOVINA | | Belluno | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CARNE SUINA | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CARNE AVICOLA | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|--------|-------|---------------------------------|-----------------|---------|--------------------------------|----------|----------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|---------|---------------------|
| Veneto | ARPAV | CARNE AVICOLA | | Vicenza | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | FRUTTA | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | FRUTTA | | Rovigo | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | Rovigo | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | VEGETALI NON A FOGLIA LARGA | | Padova | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | VEGETALI NON A FOGLIA LARGA | | Rovigo | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI | | Padova | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI | | Rovigo | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI E DERIVATI | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI E DERIVATI | | Padova | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI E DERIVATI | | Rovigo | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CEREALI E DERIVATI | | Vicenza | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | PESCE ACQUA DOLCE | | Verona | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | PESCE DI MARE | | Venezia | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | MOLLUSCHI | | Venezia | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | CONFETTURA | | Vicenza | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | MIELE | | Vicenza | | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | MOLLUSCHI | 10401 | Venezia | Adriatico - Cavallino Treporti | 45 27 14 | 12 25 32 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | MOLLUSCHI | 10721 | Rovigo | Adriatico - Rosolina | 45 05 57 | 12 19 32 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | PASTO COMPLETO | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Veneto | ARPAV | PASTO COMPLETO | | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Veneto | ARPAV | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | | |
| Veneto | ARPAV | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | | |
| Veneto | ARPAV | SEDIMENTI FLUVIALI | sirav 500022673 | Rovigo | Adige - Loreo | 45 03 44 | 12 11 18 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | SEDIMENTI LACUSTRI | sirav 371 | Verona | Lago di Garda - Bardolino | 45 32 33 | 10 44 37 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | SEDIMENTI LACUSTRI | sirav 369 | Verona | Lago di Garda - Brenzone | 45 42 06 | 10 43 30 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | SEDIMENTI MARINI | 10082 | Venezia | Adriatico - Caorle | 45 35 12 | 12 57 28 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | SEDIMENTI MARINI | 16012 | Rovigo | Adriatico - Porto Tolle | 44 58 26 | 12 34 27 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|---------------------|--------------|---------------------------------------------------|-------|--------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------|-------------|--------------|-----------------------------------------|-----------------------|-----------------------|---------|---------------------|
| Veneto | ARPAV | MACROALGHE | 10401 | Venezia | Adriatico - Cavallino Treporti | 45 27 14 | 12 25 32 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | MACROALGHE | 10721 | Rovigo | Adriatico - Rosolina | 45 05 57 | 12 19 32 | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Belluno | Belluno - Marisiga | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Padova | Padova - Cà Nordio | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Padova | Cittadella - via delle Sansughe | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Rovigo | Rovigo - Porta Po | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Treviso | Treviso - S. Antonino | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Treviso | Castelfranco - Salvatronda | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Venezia | Venezia - Campalto | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Venezia | Venezia - Fusina | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Verona | Verona - Acque veronesi | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Verona | Peschiera - Paradiso | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Vicenza | Vicenza - Casale | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Veneto | ARPAV | DEPURATORE REFLUI/FANGHI | | Vicenza | Bassano del Grappa - via S. Fortunato | | | Spettrometria gamma ad alta risoluzione | Mensile | Mensile | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Bolzano | via A.Alagi n.5 | 11°20'31,8" | 46°29'59,11" | Spettrometria gamma | Mensile | Mensile | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Bolzano | via A.Alagi n.5 | 11°20'31,8" | 46°29'59,11" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | RADIAZIONE ESTERNA | | Bolzano | via A.Alagi n.5 | 11°20'31,8" | 46°29'59,11" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Attività beta residua | Semestrale | Semestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ACQUE POTABILI | | | | | | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | LATTE | | Bolzano, Dobbiaco, Sesto, Vipiteno, Lagundo, Merano, Bressanone, Brunico | | | | Radionuclidi gamma emettitori | bimestrale | bimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | LATTE | | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ALTRI PRINCIPALI COMPONENTI DELLA DIETA MISTA (i) | | vari comuni dell'Alto Adige | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |

| | | | | | | | | | | | |
|---------------------|--------------|------------------------------------|-----------------------------|-------------------------------------|-------------|-------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|---------|--------------------|
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | PASTO COMPLETO | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | PASTO COMPLETO | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | vari comuni dell'Alto Adige | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | | |
| Trentino alto-adige | APPA Bolzano | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Genova | Forte Castellaccio Righi | 44° 25' 41" | 8° 56' 03" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Genova | Via Bombrini, 8 | 44° 24' 40" | 8° 53' 04" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | Attività beta totale | ???????? | ???????? | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | Genova | Via Bombrini, 8 | 44° 24' 41" | 8° 53' 03" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Liguria | ARPA LIGURIA | RADIAZIONE ESTERNA | Genova | Via Bombrini, 8 | 44° 24' 40" | 8° 53' 04" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Gy h ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | Attività beta residua | | | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | Attività beta residua | | | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE POTABILI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE POTABILI | | | | | Attività alfa totale | | | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE POTABILI | | | | | Attività beta totale | | | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE POTABILI | | | | | Stronzio-90 | | | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE POTABILI | | | | | Trizio | | | 1,0E+01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | LATTE | Rapallo | Via S. Maria del Campo, 175 | 44° 19' 06" | 9° 20' 40" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | LATTE | Pontedassio | Via Nazionale SS28, Regione Aribaga | 43° 55' 46" | 8° 01' 11" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | LATTE | Sarzana | Via della Chiesa | 44° 03' 01" | 10° 00' 52" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | LATTE | Bardineto | Via Cesare Battisti, 29 | 44° 11' 14" | 8° 08' 23" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | LATTE | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | BEVANDE NON ALCOLICHE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | CARNE AVICOLA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | CARNE BOVINA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | CARNE OVINA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | CARNE SUINA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | CEREALI E DERIVATI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |

| | | | | | | | | | |
|---------|--------------|--------------------------------------------------|----------|----------------------|-------------|------------|-------------------------------|-------------|------------------------------------|
| Liguria | ARPA LIGURIA | DERIVATI DEL LATTE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | FRUTTA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PESCE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | OLIO E GRASSI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | UOVA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | VEGETALI NON A FOGLIA LARGA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | VINO E BEVANDE ALCOLICHE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PASTO COMPLETO | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PASTO COMPLETO | | | | | Stronzio-90 | 2,0E-02 | Bq d ⁻¹ p ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO MANGIMI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO MANGIMI | | | | | Stronzio-90 | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | BACCHE SELVATICHE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | FUNGHI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | MOLLUSCHI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | MIELE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | SELVAGGINA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Genova | Via Mario Cappello | 44° 23' 34" | 8° 57' 04" | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | Genova | Via Mario Cappello | 44° 23' 34" | 8° 57' 04" | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Genova | Via Rolla, 14 | 44° 25' 01" | 8° 52' 42" | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | Genova | Via Rolla, 14 | 44° 25' 01" | 8° 52' 42" | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | San Remo | Località Capo Verde | 43° 49' 02" | 7° 49' 57" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | San Remo | Località Capo Verde | 43° 49' 02" | 7° 49' 57" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Follo | Via Greti di Durasca | 44° 09' 54" | 9° 52' 07" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | Follo | Via Greti di Durasca | 44° 09' 54" | 9° 52' 07" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Lerici | Località Camisano | 44° 04' 50" | 9° 57' 41" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | Lerici | Località Camisano | 44° 04' 50" | 9° 57' 41" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale |

| | | | | | | | | | | | | |
|---------|--------------|------------------------------------------------|---------------|-----------------------------|-----------------|--------------|-----------------------------------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------------------|--------------------|
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | La Spezia | Località Stagnoni | 44° 06' 44" | 9° 51' 35" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | La Spezia | Località Stagnoni | 44° 06' 44" | 9° 51' 35" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Sarzana | Località Silea | 44° 06' 03" | 9° 57' 42" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Sarzana | Località Silea | 44° 06' 03" | 9° 57' 42" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | Pietra Ligure | Via Crispi | 44° 09' 14" | 8° 17' 02" | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | Savona | Via Caravaggio | 44° 17' 18" | 8° 26' 29" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | DEPURATORE FANGO | Savona | Via Caravaggio | 44° 17' 18" | 8° 26' 29" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ALIMENTI IN SCATOLA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | CAFFE' E SURROGATI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | ALIMENTI INFANZIA | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | THE' | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | | |
| Liguria | ARPA LIGURIA | PERCOLATO DA DISCARICA | Genova | Monte Scarpino | 44° 27' 48" | 8° 51' 25" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | | |
| Toscana | ARPAT | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Firenze | via Ponte alle Mosse, 211 | 43°46'38" | 11°14'55" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 4,0E-06 | Bq m ⁻³ | |
| Toscana | ARPAT | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Firenze | via Ponte alle Mosse, 211 | 43°46'38" | 11°14'55" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliero | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ | |
| Toscana | ARPAT | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | | | |
| Toscana | ARPAT | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | Firenze | via Ponte alle Mosse, 211 | 43°46'38" | 11°14'55" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 4,0E-02 | Bq m ⁻² | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Grosseto | via Unione Sovietica | 43°31'08,20" | 10°19'14,90" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Livorno | piazza L. Cappiello | 43°31'08,20" | 10°19'14,90" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Massa | via Galvani | 44°02'14,030" | 10°08'07,80" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Prato | via Roma | 43°52'24,30" | 11°05'32,50" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Pisa | piazza Del Rosso | 42°46'40,00" | 11°07'05,60" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Settignano | via Desiderio da Settignano | 43°47'17,30" | 11°19'23,20" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Stia | Papiano Alto | 43°49'54,00" | 11°42'04,20" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | Firenzuola | Passo del Giogo | 44°02'50,30" | 11°23'20,60" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Firenze | Lungarno Ferrucci | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Firenze | Lungarno Ferrucci | | | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Calcinaia | | 43°40'59" | 10°36'56" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Calcinaia | | 43°40'59" | 10°36'56" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | MAS-036 | Grosseto | Istia d'Ombrone | 42°46'41" | 11°11'15" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|---------|-------|---------------------------------------|---------|------------------|----------------------------------------------|-------------|-------------|----------------------------------|--------------------------|--------------------------|---------|---------------------|
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | MAS-036 | Grosseto | Istia d'Ombrone | 42°46' 41" | 11°11'15" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | MAS-061 | Sansepolcro | | 43° 33' 55" | 12° 07' 15" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | MAS-061 | Sansepolcro | | 43° 33' 55" | 12° 07' 15" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | MAS-007 | Vecchiano | Migliarino | 43°46'08" | 10°19'33" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | MAS-007 | Vecchiano | Migliarino | 43°46'08" | 10°19'33" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | Pisa | Costa Pisana - Fiume Morto | 43°44'04" | 10°16'24" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Attività beta residua | Semestrale | Semestrale | | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | Livorno | Livorno Porto | 43°03'07" | 9°50'10" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | Orbetello | Costa Burano Ansedonia | 42°21'51" | 11°15'51" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE POTABILI | | Firenze | via Ponte alle Mosse, 211 | 43°46'38" | 11°14'55" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE POTABILI | | | | variabile | variabile | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE POTABILI | | | | variabile | variabile | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 5,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE POTABILI | | | | variabile | variabile | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ACQUE POTABILI | | | | | | Sr-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Toscana | ARPAT | LATTE VACCINO | | Grosseto | via Scansanese 150 | 42°45'52" | 10°07'36" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | LATTE VACCINO | | | | | | Sr-90 | Mensile | Trimestrale | | |
| Toscana | ARPAT | LATTE VACCINO | | Firenze | via dell'Olmattello 20 | 43°48'17" | 11°13'02" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | LATTE VACCINO | | Capannori | Circonvallazione Colognora di Compito 1/3 | 43°50'26" | 10°51'11" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | CARNE BOVINA | | Castel Del Piano | Via del Gallaccino 19 | 42°53'23" | 11°32'08" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | CARNE BOVINA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | CARNE SUINA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | CARNE AVICOLA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | PESCE | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | CEREALI e DERIVATI | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | DERIVATI DEL LATTE | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | VEGETALI NON A FOGLIA LARGA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | FRUTTA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | ALIMENTI PER L'INFANZIA | | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Toscana | ARPAT | PASTO COMPLETO | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Toscana | ARPAT | PASTO COMPLETO | | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |

| Toscana | ARPAT | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
|---------|--------------|------------------------------------------------|---------------------|--------------------|---------------------|------------|-------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|-------------|---------------------|--------------------|
| Toscana | ARPAT | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | | | |
| Toscana | ARPAT | DMOS | Firenze | Lungarno Ferrucci | 43°45'51" | 11°16'37" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 3,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | DMOS | Calcinaia | | 43°40'59" | 10°36'56" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 3,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Carrara | MARINA CARRARA | 44°01'16" | 10°01'40" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Viareggio | NETTUNO | 43°51'19" | 10°12'18" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Pisa | FIUME MORTO | 43°44'04" | 10°16'24" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Livorno | LIVORNO PORTO | 43°03'07" | 9°50'10" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Livorno | ANTIGNANO | 43°26'49" | 10°20'11" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Rosignano Marittimo | ROSIGNANO LILLATRO | 43°23'24" | 10°24'15" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Piombino | SALIVOLI | 42°59'41" | 10°24'45" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Follonica | CARBONIFERA | 42°49'47" | 10°38'48" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Grosseto | FOCE OMBRONE | 42°38'11" | 10°58'39" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Grosseto | CALA FORNO | 42°34'09" | 11°05'02" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Orbetello | ALBEGNA | 42°29'07" | 11°08'13" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Monte Argentario | PORTO S.STEFANO | 42°26'47" | 11°05'07" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Orbetello | ANSEDONIA | 42°21'51" | 11°15'51" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Portoferraio | ELBA NORD | 42°51'58" | 11°16'57" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SEDIMENTI MARINI | Portoferraio | MONTECRISTO | 42°18'58" | 10°19'26" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | GRANO | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | FUNGHI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SELVAGGINA | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | MIELE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | MOLLUSCHI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | FANGHI DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | CENERI DA IMPIANTI DI TRATTAMENTO RIFIUTI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ | |
| Toscana | ARPAT | SCORIE DA IMPIANTI DI TRATTAMENTO RIFIUTI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ | |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | PTS_PE1 | Pescara | Viale G. Marconi 51 | 42°27'41"N | 14°13'03"E | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliero | 1,0E-03 | Bq m ⁻³ |

| | | | | | | | | | | | | |
|---------|--------------|----------------------------------------------|----------|-----------------------------------|--------------------------------------------------------|------------|------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------------|-----------------------|---------|---------------------|
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | PTS_AQ1 | L'Aquila | Viale G. Marconi 51 | 42°27'41"N | 14°13'03"E | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliero | 1,0E-03 | Bq m ⁻³ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | | |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | FALL_PE1 | Pescara | Viale G. Marconi 51 | 42°27'41"N | 14°13'03"E | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | | Gy h ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | In continuo | Mensile | | |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | AQS_PE1 | Pescara | Fiume Pescara a 1.8 km dalla foce, via Lungaterno Nord | 42°27'44"N | 14°12'42"E | Radionuclidi gamma emettitori | mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Attività beta residua | Semestrale | Semestrale | | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | AQP_PE1 | Popoli (PE) | Sorgente "Giardino" | 42°09'57"N | 13°50'13"E | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | Teramo | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | Chieti | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | AQP_PE1 | Popoli (PE) | Sorgente "Giardino" | 42°09'57"N | 13°50'13"E | Attività alfa totale | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | | Attività alfa totale | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | Teramo | territorio provinciale | Variabile | | Attività alfa totale | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | Chieti | territorio provinciale | Variabile | | Attività alfa totale | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | AQP_PE1 | Popoli (PE) | Sorgente "Giardino" | 42°09'57"N | 13°50'13"E | Attività beta totale | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | | Attività beta totale | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | Teramo | territorio provinciale | Variabile | | Attività beta totale | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | Chieti | territorio provinciale | Variabile | | Attività beta totale | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ACQUE POTABILI | | | | | | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | LATTE VACCINO | | Pescara | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | LATTE VACCINO | | Chieti | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | LATTE | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | DERIVATI DEL LATTE (Formaggio Pecorino Abr.) | | Pescara | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | DERIVATI DEL LATTE (Formaggio Pecorino Abr.) | | Teramo | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | DERIVATI DEL LATTE (Formaggio Pecorino Abr.) | | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | DERIVATI DEL LATTE (Formaggio Pecorino Abr.) | | Avezzano-Sulmona-Castel di Sangro | territorio ASL | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | DERIVATI DEL LATTE (latte in polvere) | | Chieti | Grande distribuzione | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE BOVINA | | Pescara | mattatoio com.le | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE BOVINA | | Chieti | mattatoio com.le | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE BOVINA | | Cagnano Amiterno | mattatoio | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | |
|---------|--------------|----------------------------------------|-------------------|-------------------------------------|-----------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE BOVINA | L'Aquila | mattatoio Paganica | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE BOVINA | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE SUINA | Pianella | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE SUINA | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE SUINA | Fossacesia | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE SUINA | Gissi | Centro Macellazione F.lli D'Addario | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE AVICOLA | Città Sant'Angelo | Diodoro Srl | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CARNE AVICOLA | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VEGETALI A FOGLIA LARGA | Pescara | Mercato Ortofrutticolo | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VEGETALI A FOGLIA LARGA | Teramo | Mercati all'ingrosso | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VEGETALI A FOGLIA LARGA | Lanciano | Mercati all'ingrosso | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VEGETALI A FOGLIA LARGA | Avezzano | Mercati all'ingrosso | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PATATE | Avezzano | Produttori locali | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FRUTTA | Pescara | Mercato Ortofrutticolo | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FRUTTA | Teramo | Mercati all'ingrosso | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FRUTTA | Lanciano | Mercati all'ingrosso | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FRUTTA | Avezzano | Mercati all'ingrosso | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | Pescara | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | Chieti | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | Pescara | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | Chieti | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | Rosciano | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | Guardiagrele | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | Vasto | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | Pescara | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | |
|---------|--------------|--------------------------------------------------------|-----------------------------------|--------------------------------------------------|-----------|-------------------------------|------------|------------|---------|------------------------------------|
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | Lanciano-Vasto | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | San Giovanni Teatino | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | Fara Filiorum Petri | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | Fara San Martino | Pastificio De Cecco | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | CEREALI E DERIVATI PASTA | Fara San Martino | Pastificio Del Verde | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ALIMENTI INFANZIA CEREALI E DERIVATI (PASTINA NEONATI) | Teramo | Supermercati | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ALIMENTI INFANZIA OMOGENEIZZATI | Pescara | Supermercati | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ALIMENTI INFANZIA OMOGENEIZZATI | Teramo | Supermercati | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FUNGHI | Chieti | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FUNGHI | Pescara | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FUNGHI | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | FUNGHI | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PESCE | Pescara | acque litoranee provinciali | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PESCE | Teramo | acque litoranee provinciali | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | MIELE | Chieti | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | MIELE | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | MIELE | Teramo | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | MIELE | Avezzano-Sulmona-Castel di Sangro | territorio ASL | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VINO | Chieti | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VINO | L'Aquila | territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VINO | Lanciano-Vasto | territorio ASL | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | VINO | Avezzano-Sulmona-Castel di Sangro | territorio ASL | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | MOLLUSCHI | Vasto | Allevamento Acquachiara Srl | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PASTO COMPLETO | Pescara | punti di ristorazione sul territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PASTO COMPLETO | Teramo | punti di ristorazione sul territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PASTO COMPLETO | Lanciano-Vasto | punti di ristorazione sul territorio ASL | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PASTO COMPLETO | Avezzano-Sulmona-Castel di Sangro | punti di ristorazione sul territorio ASL | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | PASTO COMPLETO | | | | Stronzio-90 | | | | Bq d ⁻¹ p ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | SEDIMENTI FLUVIALI E LACUSTRI | Pescara | acque litoranee provinciali | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | SEDIMENTI FLUVIALI E LACUSTRI | L'Aquila | bacini lacustri sul territorio provinciale | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | SEDIMENTI FLUVIALI E LACUSTRI | Teramo | acque litoranee provinciali | Variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|---------|--------------|----------------------------------|--------|----------|-----------------------------------|--------------|--------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | SEDIMENTI FLUVIALI E LACUSTRI | | Chieti | acque litoranee provinciali | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | MUSCHI | | L'Aquila | Territorio provinciale | Variabile | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | Bq kg ⁻¹ |
| Abruzzo | ARTA ABRUZZO | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Lazio | CRI | RADIAZIONE ESTERNA | 46 | Roma | LC-CRI | | | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | | Sv h ⁻¹ |
| Lazio | CRI | DMOS | 64 | Roma | Fiume Tevere-Fiumara Grande | 41° 44' 39" | 12° 19' 05" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | DMOS | 64 | Roma | Fiume Tevere-Urbe | 41° 54' 24" | 12° 28' 29" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | DMOS | 64 | Roma | Fiume Tevere - Saxa Rubra | 41° 39' 17" | 12°29'49" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | SEDIMENTI FLUVIALI | 63 | Roma | Fiume Tevere-Fiumara Grande | 41° 44' 39" | 12° 19' 05" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | SEDIMENTI FLUVIALI | 63 | Roma | Fiume Tevere-Urbe | 41° 54' 24" | 12° 28' 29" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | SEDIMENTI FLUVIALI | 63 | Roma | Fiume Tevere - Saxa Rubra | 41° 39' 17" | 12°29'49" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | SEDIMENTI LACUSTRI | 62 | Roma | Bracciano | 42° 06' 40" | 12° 10' 44" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | SEDIMENTI LACUSTRI | 62 | Bolsena | Marta | 42° 28' 27" | 11° 58' 55" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | SEDIMENTI LACUSTRI | 62 | Roma | Castelgandolfo | 41° 45' 25" | 12°39' 11" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 47 | Roma | Fiume Tevere-Fiumara Grande | 41° 44' 39" | 12° 19' 05" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 47 | Roma | Fiume Tevere-Urbe | 41° 54' 24" | 12° 28' 29" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 47 | Roma | Fiume Tevere - Saxa Rubra | 41° 39' 17" | 12°29'49" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 48 | Roma | Bracciano | 42° 06' 40" | 12° 10' 44" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 48 | Bolsena | Marta | 42° 28' 27" | 11° 58' 55" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 48 | Roma | Castelgandolfo | 41° 45' 25" | 12°39' 11" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | LATTE | 168 | Roma | Fattoria Latte Sano distribuzione | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 2,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | CRI | PASTO COMPLETO | 166 | Roma | Via B. Ramazzini, 31 Roma | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | VEGETAZIONE FLUVIALE | 238 | Roma | Fiume Tevere-Fiumara Grande | 41° 44' 39" | 12° 19' 05" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | VEGETAZIONE FLUVIALE | 238 | Roma | Fiume Tevere-Urbe | 41° 54' 24" | 12° 28' 29" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | VEGETAZIONE FLUVIALE | 238 | Roma | Fiume Tevere - Saxa Rubra | 41° 39' 17" | 12°29'49" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | VEGETAZIONE LACUSTRE | 238 | Roma | Bracciano | 42° 06' 40" | 12° 10' 44" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | VEGETAZIONE LACUSTRE | 238 | Bolsena | Marta | 42° 28' 27" | 11° 58' 55" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | CRI | VEGETAZIONE LACUSTRE | 238 | Roma | Castelgandolfo | 41° 45' 25" | 12°39' 11" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | ar1.02 | Roma | Via Boncompagni 101 | 42°54'33,80" | 12°29'36,44" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 5,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Lazio | ARPALAZIO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | ar3.02 | Latina | Via Serpieri, 3 | 41°28'06,67" | 12°54'07,20" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 5,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Lazio | ARPALAZIO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | ar2.02 | Viterbo | Via Montezebio snc | 42°24'55,08" | 12°06'53,26" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 5,0E-05 | Bq m ⁻³ |

| | | | | | | | | | | | | |
|-------|-----------|---------------------------------------------------------|--------|------------|---------------------------------|--------------|--------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|------------------------------------|
| Lazio | ARPALAZIO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | ar2.02 | Viterbo | Via Montezebio snc | 42°24'55,08" | 12°06'53,26" | Attività beta totale | In continuo | settimanale | 6,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Lazio | ARPALAZIO | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | ar2.04 | Viterbo | Via Montezebio snc | 42°24'55,08" | 12°06'53,26" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Lazio | ARPALAZIO | RADIAZIONE ESTERNA | ar1.01 | Roma | Via Boncompagni 101 | 42°54'33,80" | 12°29'36,44" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | RADIAZIONE ESTERNA | ar3.01 | Latina | Via Serpieri, 3 | 41°28'06,67" | 12°54'07,20" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | RADIAZIONE ESTERNA | ar2.01 | Viterbo | Via Montezebio snc | 42°24'55,08" | 12°06'53,26" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad2.01 | Marta | Via della Spiaggia | 42°32'01,00" | 11°55'55,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad1.05 | Anguillara | Lago di bracciano | 42°06'23,30" | 12°16'42,50" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad1.01 | Roma | Via di castel Giubileo | 41°59'17,00" | 12°29'49,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad1.02 | Roma | Località Fiumara | 41°44'43,00" | 12°15'33,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad2.01 | Marta | Via della Spiaggia | 42°32'01,00" | 11°55'55,00" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad1.05 | Anguillara | Lago di bracciano | 42°06'23,30" | 12°16'42,50" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad1.01 | Roma | Via di castel Giubileo | 41°59'17,00" | 12°29'49,00" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | ad1.02 | Roma | Località Fiumara | 41°44'43,00" | 12°15'33,00" | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI ZONE MARINO COSTIERE | am1.01 | Roma | Fiumicino | 41°45'24,60" | 12°12'09,70" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Attività alfa totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Attività beta totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Trizio | Semestrale | Semestrale | 1,0E+01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUA POTABILE DI RETE DI DISTRIBUZIONE | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | LATTE | la1.01 | Roma | Roma 1 | 41°57'02,60" | 12°36'15,30" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | LATTE | la1.02 | Roma | Roma 2 | 41°49'33,80" | 12°19'28,20" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | LATTE | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | PASTO COMPLETO | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq d ⁻¹ l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | PASTO COMPLETO | | Latina | - | 41°28'03,60" | 12°54'13,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq d ⁻¹ l ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | PASTO COMPLETO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | FRUTTA | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | VEGETALI A FOGLIA | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | VEGETALI NON A FOGLIA | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | CEREALI | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|--------|-----------|------------------------------------|--------|--------------------|------------------------|--------------|--------------|------------------------------------------------------------------------|-------------|---------------------|---------|---------------------|
| Lazio | ARPALAZIO | CARNE | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | PESCE | | Roma | - | 42°53'34,50" | 12°28'57,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | FORAGGIO | | | | | | Cs-137 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | MANGIMI | | | | | | Cs-137 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | FORAGGIO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | MANGIMI | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Lazio | ARPALAZIO | SEDIMENTI LACUSTRI | sd2.01 | Marta | Via della Spiaggia | 42°32'01,00" | 11°55'55,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SEDIMENTI LACUSTRI | sd1.03 | Anguillara | Lago di bracciano | 42°06'23,30" | 12°16'42,50" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SEDIMENTI FLUVIALI | sd1.01 | Roma | Via di castel Giubileo | 41°59'17,00" | 12°29'49,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SEDIMENTI FLUVIALI | sd1.02 | Roma | Località Fiumara | 41°44'43,00" | 12°15'33,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SEDIMENTI MARINI | sm1.01 | Roma | Fiumicino | 41°45'24,60" | 12°12'09,70" | Attività beta residua | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | su2.01 | Montalto di Castro | Loc. Pian de Gangani | 42°22'11,50" | 11°33'10,60" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | su4.01 | Leonessa | Loc. Fuscello | 42°33'55,80" | 12°54'59,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | su1.01 | Anguillara | Lago di bracciano | 42°06'23,30" | 12°16'42,50" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Lazio | ARPALAZIO | SUOLO - SUOLO DI PASCOLO | su5.01 | Guarcino | Loc. Pezza | 41°47'15,40" | 13°18'44,50" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | ANCONA | via Colombo, 106 | 43°35'57" | 13°30'07" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliero/Mensile | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Marche | ARPAM | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | ANCONA | via Colombo, 106 | 43°35'57" | 13°30'07" | Attività alfa totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Marche | ARPAM | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | ANCONA | via Colombo, 106 | 43°35'57" | 13°30'07" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Marche | ARPAM | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | ANCONA | via Colombo, 106 | 43°35'57" | 13°30'07" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Marche | ARPAM | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | ANCONA | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | ANCONA | | | | Attività beta residua | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività alfa totale | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività beta totale | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Marche | ARPAM | ACQUE POTABILI | | | | | | Trizio | | | | |
| Marche | ARPAM | LATTE | | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | LATTE | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Marche | ARPAM | CEREALI | | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | CEREALI E DERIVATI | | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | ORTAGGI | | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | FRUTTA | | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | CARNE BOVINA | | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|----------|-------------|------------------------------------------|----------------|--------------------------|--------------|-------------|-----------------------------------------|-------------|-----------------------|---------|---------------------|
| Marche | ARPAM | CARNE SUINA | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | CARNE AVICOLA | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | PESCE DI MARE | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DERIVATI DEL LATTE | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | ALIMENTI INFANZIA | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | MIELE | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Stagionale | Stagionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | MOLLUSCHI | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | FUNGHI | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | SELVAGGINA | variabile | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | PASTO COMPLETO | | | | | Cs-137 | | | | |
| Marche | ARPAM | PASTO COMPLETO | | | | | Sr-90 | | | | |
| Marche | ARPAM | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO | | | | | Cs-137 | | | | |
| Marche | ARPAM | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | Cs-137 | | | | |
| Marche | ARPAM | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO | | | | | Sr-90 | | | | |
| Marche | ARPAM | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | Sr-90 | | | | |
| Marche | ARPAM | SUOLO | ANCONA | Frazione Poggio | 43°32'52" | 13°34'30" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | ANCONA | via E. Mattei, 33 | 43°36'37" | 13°29'43" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | CAMERANO | via Bianca, 2 | 43°30'31" | 13°32'27" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | CASTELFIDARDO | via Villa Poticcio, 1/A | 43°27'42" | 13°36'03" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | FABRIANO | via Bachelet, 54/A | 43°21'23" | 12°55'40" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | FALCONARA M.MA | via Caserme, snc | 43°37'54" | 13°22'34" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | JESI | via della Barchetta, snc | 43°33'13" | 13°17'12" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Marche | ARPAM | DEPURATORE FANGHI E ACQUE REFLUE | SENIGALLIA | via Po, snc | 43°42'24" | 13°12'10" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | CAGLIARI | VIALE F. CIUSA 6/8 | 39°13'52,02" | 9°07'12,25" | Spettrometria gamma | In continuo | Settimanale / Mensile | 1,0E-06 | Bq m ⁻³ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | | | | Beta torale | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPSS | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | SASSARI | VIA ROCKEFELLER 58/60 | 40°42'46,85" | 8°33'26,02" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | CAGLIARI | VIALE F. CIUSA 6/8 | 39°13'52,02" | 9°07'12,25" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Sardegna | ARPAS-DIPSS | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | SASSARI | VIA ROCKEFELLER 58/60 | 40°42'46,85" | 8°33'26,02" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | RADIAZIONE ESTERNA | CAGLIARI | VIALE F. CIUSA 6/8 | 39°13'52,02" | 9°07'12,25" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | Cs-137 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | Beta residuo | | | | |

| | | | | | | | | | | | | |
|----------|-------------|----------------------------------------------------------|-------|---------------------------------------|---------------------------------|-------------|------------|----------------------------------|--------------------------|--------------------------|---------|---------------------|
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI ZONE MARINO COSTIERE | | TIRRENO GOLFO OLBIA P.5 / CAGLIARI | | | | Cs-137 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI ZONE MARINO COSTIERE | | TIRRENO GOLFO OLBIA P.5 / CAGLIARI | | | | Beta residuo | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE POTABILI | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE POTABILI | | | VARIABILE | VARIABILE | | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE POTABILI | | | VARIABILE | VARIABILE | | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE POTABILI | | | VARIABILE | VARIABILE | | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E+01 | Bq l ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ACQUE POTABILI | | | VARIABILE | VARIABILE | | Sr-90 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | LATTE VACCINO | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | LATTE VACCINO | | | VARIABILE | VARIABILE | | Sr-90 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | CARNE BOVINA | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | CARNE SUINA | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | CARNE AVICOLA | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | PESCE | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | CEREALI E DERIVATI | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | FRUTTA | | | VARIABILE | VARIABILE | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | PASTO COMPLETO | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | PASTO COMPLETO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO | | | | | | Cs-137 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | | Cs-137 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Sardegna | ARPAS-DIPCA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Umbria | ARPA UMBRIA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 18584 | Perugia | Via Pievaiola 207, B3 | 43°04'55" | 12°20'17" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliera / Mensile | 2,0E-06 | Bq m ⁻³ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 22710 | Terni | Via C. Alberto dalla Chiesa, 32 | 42° 34' 34" | 12° 37'40" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliera / Mensile | 2,0E-06 | Bq m ⁻³ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 18584 | Perugia | Via Pievaiola 207, B3 | 43°04'55" | 12°20'17" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | 2,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 18584 | Perugia | Via Pievaiola 207, B3 | 43°04'55" | 12°20'17" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 2,0E-02 | Bq m ⁻² |
| Umbria | ARPA UMBRIA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 22710 | Terni | Via C. Alberto dalla Chiesa, 32 | 42° 34' 34" | 12° 37'40" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E+00 | Bq m ⁻² |
| Umbria | ARPA UMBRIA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 14290 | Terni | Prisciano | 42°34'24" | 12°40' 36" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E+00 | Bq m ⁻² |
| Umbria | ARPA UMBRIA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 14297 | Terni | Maratta | 42°33'45" | 12°36'23" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E+00 | Bq m ⁻² |

| | | | | | | | | | | | | |
|--------|-------------|----------------------------------|-------|----------------------|-----------------------------------------------|------------|-------------|------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|---------|---------------------|
| Umbria | ARPA UMBRIA | DMOS | 12664 | Torgiano | Fiume Tevere-Pontenuovo | 43° 1' 46" | 12° 26' 32" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | RADIAZIONE ESTERNA | 18584 | Perugia | Via Pievaiola 207, B3 | 43°04'55" | 12°20'17" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Gy h ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | RADIAZIONE ESTERNA | --- | --- | --- | --- | --- | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | | | | |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 12664 | Torgiano | Fiume Tevere-Pontenuovo | 43° 1' 46" | 12° 26' 32" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 2,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | | beta residuo | | | | |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 6953 | Narni | Fiume Nera - Neramontoro | 43° 31' 5" | 13° 31' 26" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 2,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | 2370 | Castiglion del Lago | Lago Trasimeno - centro lago | 43° 8' 37" | 12° 6' 27" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 2,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE POTABILI | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 2,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE POTABILI | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Attività alfa totale | Annuale | Annuale | 2,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE POTABILI | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Attività beta totale | Annuale | Annuale | 5,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE POTABILI | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Trizio | Annuale | Annuale | 5,0E+00 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE POTABILI | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Umbria | ARPA UMBRIA | LATTE CRUDO | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | LATTE CRUDO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Umbria | ARPA UMBRIA | LATTE UHT | 18915 | Perugia | Ponte San Giovanni _ Centrale latte | 43°04'57" | 12°25'19" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | CARNE BOVINE, SUINE, OVINE | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | SELVAGGINA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | CARNE AVICOLA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | PESCE | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | UOVA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | MIELE | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | CEREALI E DERIVATI | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | VEGETALI NON A FOGLIA LARGA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | FUNGHI | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | FRUTTA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | BACCHE SELVATICHE | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ALIMENTI INFANZIA | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | PASTO COMPLETO | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | PASTO COMPLETO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | SEDIMENTI LACUSTRI | TRS15 | Castiglione del Lago | Lago Trasimeno - Spiaggia Isola Polvese Nuova | 43°7'41" | 12°2'46" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | SEDIMENTI LACUSTRI | TRS25 | Castiglione del Lago | Lago Trasimeno - Spiaggia Lido Arezzo | 43°7'55" | 12°2'52" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|--------|-----------------|------------------------------------------------|-------|--------------------------|-----------------------------------------------|--------------|-------------|------------------------------------|-------------|---------------------|---------|---------------------|
| Umbria | ARPA UMBRIA | SEDIMENTI LACUSTRI | TRS22 | Passignano sul Trasimeno | Lago Trasimeno - Spiaggia La Darsena | 43°11'00" | 12°8'46" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | SEDIMENTI LACUSTRI | TRS34 | Tuoro sul Trasimeno | Lago Trasimeno - Spiaggia Lido Comunale Tuoro | 43°11'28" | 12°4'40" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Umbria | ARPA UMBRIA | ACQUE REFLUE DA IMPIANTI DI DEPURAZIONE CIVILE | | Territorio regionale | Territorio regionale | | | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Molise | Arpa-CRR Molise | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Campobasso | C.da Selva Piana | 41° 34' 15" | 14° 37' 40" | Spettrometria gamma | In continuo | settimanale/mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | | Campobasso | C.da Selva Piana | 41° 34' 15" | 14° 37' 40" | Attività beta totale | In continuo | mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Campobasso | C.da Selva Piana | 41° 34' 15" | 14° 37' 40" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | RADIAZIONE ESTERNA | | Campobasso | C.da Selva Piana | 41° 34' 15" | 14° 37' 40" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | RADIAZIONE ESTERNA | | Termoli | Via Corsica 99 | 41° 59' 13" | 15° 00' 15" | Rateo di equivalente di dose gamma | In continuo | Mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | RADIAZIONE ESTERNA | | Isernia | Via Berta pal. Provincia | 41° 35' 01" | 14° 13' 25" | Rateo di equivalente di dose gamma | In continuo | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Morrone (CB) | Fiume Biferno | 41° 45' 16" | 14° 46' 6" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Fossalto (CB) | Fiume Biferno | 41° 38' 14" | 14° 35' 03" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | Colle d'Anchise (CB) | Fiume Biferno | 41° 29' 40" | 14° 29' 40" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | | Attività beta residua | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività alfa totale | | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività beta totale | | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ACQUE POTABILI | | | | | | Trizio | | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | LATTE | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | LATTE UHT importazione | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | bimestrale | bimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | LATTE | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | CEREALI E DERIVATI GRANO TENERO IMPORTAZIONE | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | mensile | mensile | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | CEREALI E DERIVATI GRANO TENERO IMPORTAZIONE | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | CEREALI E DERIVATI GRANO COUS COUS | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | bimestrale | bimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | PASTO COMPLETO | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | bimestrale | bimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | FUNGHI | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | bimestrale | bimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | VEGETALI A FOGLIA LARGA | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | bimestrale | bimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | MIELE | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | POMODORO | | variabile | variabile | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | DEPURATORE FANGO SECCO | | Campobasso | Loc. Sacarafone | 41° 32' 20" | 14° 41' 34" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | DEPURATORE FANGO SECCO | | Campobasso | Loc. S. Pietro | 41° 34' 57" | 14° 38' 04" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | DEPURATORE FANGO SECCO | | Termoli | Loc. Pantano Basso | 41° 57' 45 " | 15° 00' 22" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |

| | | | | | | | | | | | | |
|----------|--------------------------|------------------------------------|---------------------|---------------------------------|----------------------------------------------------------|----------------|----------------|-------------------------------|----------------------|---------------------------|---------|---------------------|
| Molise | Arpa-CRR Molise | DEPURATORE FANGO SECCO | | Termoli | Località Porto | 42° 00' 19" | 14° 59' 54" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | DEPURATORE FANGO SECCO | | Isernia | Via San Ippolito | 41° 34' 50" | 14° 13' 01" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale | Foraggio: annuale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Stronzio-90 | Foraggio: annuale | Foraggio: annuale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mangimi: trimestrale | Mangimi: trimestrale | | |
| Molise | Arpa-CRR Molise | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Stronzio-90 | Mangimi: annuale | Mangimi: annuale | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | PTS -Gallico | Reggio Calabria | Gallico Superiore Via Troncovito SNC | 38° 10' 8,35" | 15° 40' 5,21" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliera / Settimanale | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | PTS -Gallico | Reggio Calabria | Gallico Superiore Via Troncovito SNC | 38° 10' 8,35" | 15° 40' 5,21" | Attività alfa totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | PTS -Gallico | Reggio Calabria | Gallico Superiore Via Troncovito SNC | 38° 10' 8,35" | 15° 40' 5,21" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | | Rateo di dose gamma | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | CAPO VATICANO? AMANTEA/CAMPORA? | CAPO VATICANO? AMANTEA/CAMPORA? | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | CAPO VATICANO? AMANTEA/CAMPORA? | CAPO VATICANO? AMANTEA/CAMPORA? | | | Attività beta residua | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | CROTONE? | CROTONE? | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | CROTONE? | CROTONE? | | | Attività beta residua | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività alfa totale | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE POTABILI | | | | | | Attività beta totale | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE POTABILI | | | | | | Trizio | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | LATTE | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | SO.R.AL. S.a.s. - Via Nazionale, 164 - Gallico Superiore | 38° 11' 05,67" | 15° 38' 41,55" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | LATTE | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | LATTE | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | LIDL ITALIA - Via Cappelleri, 842 - Gallico Superiore | 38° 09' 37,43" | 15° 39' 21,70" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | CARNE BOVINA | n° accett. /RC/anno | Condofuri (RC) | Macello MA.BE.R. - Via Climeno - S. Carlo | 37° 57' 39,39" | 15° 53' 17,22" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | CARNE BOVINA | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | Macello F.Ili Barreca - Via Croce Valanidi, 25/A | 38° 02' 59,30" | 15° 41' 04,94" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | CARNE BOVINA | n° accett. /RC/anno | Condofuri (RC) | Macello Miceli Antonio - C.da Acani | 38° 00' 16,74" | 15° 51' 28,67" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | CARNE SUINA | n° accett. /RC/anno | Condofuri (RC) | Macello MA.BE.R. - Via Climeno - S. Carlo | 37° 57' 39,39" | 15° 53' 17,22" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | CARNE SUINA | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | Macello F.Ili Barreca - Via Croce Valanidi, 25/A | 38° 02' 59,30" | 15° 41' 04,94" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | CARNE SUINA | n° accett. /RC/anno | Condofuri (RC) | Macello Miceli Antonio - C.da Acani | 38° 00' 16,74" | 15° 51' 28,67" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | MIELE | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | Azienda Agricola - Via Regina Elena, 14 - Catona | 38° 11' 7,76" | 15° 38' 44,10" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | PASTO COMPLETO | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |

| | | | | | | | | | | | | |
|----------|--------------------------|----------------------------------|---------------------|----------------------------|--------------------------------------------------------|---------------------|---------------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | PASTO COMPLETO | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | Depuratore Comunale - Località Ravagnese | 38° 04' 33,96" | 15° 39' 8,01" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Gioia Tauro | Depuratore Comunale | 38° 26' 5,388" | 15° 54' 11,59794" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Siderno | Depuratore Comunale | 38° 15' 58,27284" | 16° 15' 33,959998" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | Depuratore Comunale - Gallico | 38° 10' 12,7242598" | 15° 38' 24,7182601" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Scilla | Depuratore Comunale | 38° 15' 10,0937998' | 15° 43' 41,7685799" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Reggio Calabria | Depuratore Comunale -Pellaro | 38° 01' 16,2860998" | 15° 38' 44,4465599" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Melito P.S. | Depuratore Comunale | 37° 55' 55,4126401" | 15° 44' 48,4136998" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | ACQUE REFLUE | n° accett. /RC/anno | Marina di Gioiosa Jonica | Depuratore Comunale | 38° 18' 2,5249798" | 16° 19' 21,7397398" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Lamezia Terme (Cz) | Agricola Lenti Società Cooperativa- Tenuta Lenti Sacco | 38°54'45.62"N | 16°18'7.42"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Carolei (Cs) | Argento Francesco Giuseppe – C.da Lacconi | 39°16'20.80"N | 16°12'53.80"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Spezzano della Sila (Cs) | Azienda Agricola Pietro Lindia- C.da Collelungo | 39°20'28.35"N | 16°29'25.06"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Castrovillari(Cs) | Costabile Salvatore- C.da Celimarro | 39°45'58.98"N | 16°14'22.61"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Luzzi (Cs) | Lirangi Francesco – C.da Punitaro | 39°26'45.54"N | 16°17'23.73"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Spilinga (VV) | Panzitta Gennaro – C.da Corinti | 38°37'45.52"N | 15°54'9.80"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | LATTE VACCINO CRUDO | n° accett. /CS/anno | Isola di Capo Rizzuto (Kr) | Riillo Francesco Loc. Mazzotta | 38°56'4.99"N | 17° 6'26.63"E | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | CARNE BOVINA | n° accett. /CS/anno | Luzzi (Cs) | PA.CA. S.a.s. Di Panza Michele & C. - Località Porcile | 39°27'21.27"N | 16°14'54.37"E | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | CARNE BOVINA | n° accett. /CS/anno | Mongrassano (Cs) | CCC Srl – C.da Sbrandello | 39°33'14.46"N | 16°13'19.84"E | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | CARNE SUINA | n° accett. /CS/anno | Rossano Calabro (Cs) | Montagna S.p.A. - C.da Toscano Ioele | 39°37'24.36"N | 16°34'29.49"E | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | n° accett. /CS/anno | Spezzano della Sila (Cs) | Lago Cecita | 39°23'27.22"N | 16°32'46.90"E | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|----------|--------------------------|-----------------------------------------|------------------------|------------------------------|---------------------------------|---------------|---------------|------------------------------------------------------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | SEDIMENTI SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | n° accett. /CS/anno | Spezzano della Sila (Cs) | Lago Cecita | 39°23'27.22"N | 16°32'46.90"E | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | n° accett. /CS/anno | Spezzano Piccolo (Cs) | Lago Ariamacina | 39°19'43.53"N | 16°32'50.66"E | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | SEDIMENTI SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | n° accett. /CS/anno | Spezzano Piccolo (Cs) | Lago Ariamacina | 39°19'43.53"N | 16°32'50.66"E | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | n° accett. /CS/anno | Acri(Cs) | Località Santa Maria di Macchia | 39°30'34.33"N | 16°25'31.90"E | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Calabria | ARPACAL - DIP.COSENZA | SEDIMENTI SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | n° accett. /CS/anno | Acri(Cs) | Località Santa Maria di Macchia | 39°30'34.33"N | 16°25'31.90"E | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM10) | | Modugno (BA) | Via delle Magnolie | 41°06'34" | 16°46'06" | Spettrometria gamma | In continuo | Ogni 20 gg | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Puglia | ARPA Puglia | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM10) | | Modugno (BA) | Via delle Magnolie | 41°06'34" | 16°46'06" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero | ND | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | | Taranto | | 40°29'08" | 17°12'01" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Puglia | ARPA Puglia | RADIAZIONE ESTERNA | | Valenzano (BA) | | 41°00'59,52" | 16°54'17,46" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | RADIAZIONE ESTERNA | | Statte (TA) | | 40°33'45,42" | 17°17'11,29" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | FOGGIA | lago di Occhitto | 41°33' 49,80" | 14°56' 24,60" | Radionuclidi gamma emettitori | | | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | FOGGIA | lago di Occhitto | 41°33' 49,80" | 14°56' 24,60" | Attività beta residua | | | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | MANFREDONIA (BA) | | 41°35'5,1" | 15°53'59,5" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | TARANTO | | 40°28'45,91" | 17°10'33,4" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | LECCE | | 40°21'42,52" | 18°20'27,08" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | MARGHERITA DI SAVOIA (BT) | | 41°21'56,41" | 16°12'17,21" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | BARI | | 41°8'41,61" | 16°48'43,1" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | BRINDISI | | 40°38'59,21" | 18°0'19,51" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Attività beta residua | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | BARLETTA | | 41°18'59,1" | 16°16'43,1" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | BRINDISI | | 40°38'23,88" | 17°56'53,88" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | TARANTO | | 40°27'26,8" | 17°15'32,9" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | FOGGIA | | 41°27'53,86" | 15°32'23,14" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | LECCE | | 40°20'34" | 18°10'36" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | |
|--------|-------------|----------------------------------------|-------------------------|------------|------------|-------------------------------|------------|------------|---------|---------------------|
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | BARI | 41°07'0,3" | 16°53'0,1" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | | | Attività alfa totale | | | | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | | | Attività beta totale | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | | | | Trizio | | | 1,0E+01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | LATTE | Putignano (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | LATTE | Gioia del Volle (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | LATTE | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI PASTA | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI PASTA | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | COLLEPASSO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | COLLEPASSO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI PASTA | SOLETO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI PASTA | SOLETO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | BISCOTTI | CORATO (BA) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | ACQUARICA DEL CAPO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | ACQUARICA DEL CAPO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI PASTA | UGENTO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI PASTA | UGENTO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | BARI | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO TENERO | BARI | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARRO | BARI | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANOTURCO | BARI | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI ORZO | MATINO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI RISO | ALEZIO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CEREALI E DERIVATI FARINA GRANO DURO | MATINO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | PESCE DI MARE TRIGLIA | ALLISTE (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | PESCE DI MARE SARDINA | MAGLIE (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | ARPA Puglia | CARNE BOVINA | CURSI (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|---------|--------------------------|---------------------------------|---------------|-------------------------|--------------|-------------------------------|---------------------|------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|---------------------|--------------------|
| Puglia | ARPA Puglia | PESCE DI MARE SARDA | CURSI (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | CARNE BOVINA | RACALE (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | LATTE CRUDO | OTRANTO (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | LATTE CRUDO | SANARICA (LE) | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | PASTO COMPLETO | | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | PASTO COMPLETO | | | | Stronzio-90 | | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | Stronzio-90 | | | | | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE REFLUE | BARI | 41°7'33,6" | 16°48'46,44" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE REFLUE | TARANTO | 40°29'50,13" | 17°10'56,23" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE REFLUE | BARLETTA | 41°19'31,56" | 16°15'7,27" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE REFLUE | BRINDISI | 40°38'14,5" | 17°58'45,38" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE REFLUE | FOGGIA | 41°28'53,58" | 15°35'49,83" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE REFLUE | LECCE | 40°21'58,63" | 18°13'29,03" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPURATORE FANGO | BARI | 41°7'33,6" | 16°48'46,44" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPURATORE FANGO | TARANTO | 40°29'50,13" | 17°10'56,23" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPURATORE FANGO | BARLETTA | 41°19'31,56" | 16°15'7,27" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPURATORE FANGO | BRINDISI | 40°38'14,5" | 17°58'45,38" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPURATORE FANGO | FOGGIA | 41°28'53,58" | 15°35'49,83" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPURATORE FANGO | LECCE | 40°21'58,63" | 18°13'29,03" | Radionuclidi gamma emettitori | Annuale | Annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Catania | via Carlo Ardizzone, 35 | | Spettrometria gamma | In continuo | Settimanale / Mensile | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ | |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Catania | via Carlo Ardizzone, 36 | | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero(n. 100 filtri (2/settimana) con tempo di aspirazione pari a 24h per filtro) | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ | |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Palermo | via Nairobi, 4 | 38° 6'32.32" | 13°20'49.61" | Spettrometria gamma | In continuo | Settimanale / Mensile | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |

| | | | | | | | | | | | |
|---------|--------------------------|---------------------------------------|-----------------|-------------------------|----------------------|----------------------|------------------------------------------------------------------------------|-------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------|---------------------|
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | Palermo | via Nairobi, 4 | 38° 6'32.32" | 13°20'49.61" | Attività beta totale | In continuo | Giornaliero(n. 100 filtri (2/settimana) con tempo di aspirazione pari a 24h per filtro) | 1,0E-04 | Bq m ⁻³ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | Palermo | via Nairobi, 4 | 38° 6'32.32" | 13°20'49.61" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m ⁻² |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | RADIAZIONE ESTERNA | Catania | via Carlo Ardizzone, 36 | | | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Gy h ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | RADIAZIONE ESTERNA | Palermo | via Nairobi, 4 | 38° 6'32.32" | 13°20'49.61" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Gy h ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | RADIAZIONE ESTERNA | | | | | Rateo di equivalente di dose ambientale (in alternativa al precedente) | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Gy h ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Calatabiano | Località San Marco | 37° 48' 24.94851" | 15° 15' 08.21698" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | | | | | Beta residuo | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Bronte | Località Pietra Rossa | 37° 43' 29.29251" | 14° 47' 04.56252" | Trizio | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DOLCI | Ramacca | Località Albano | 37° 24' 16.95467" | 14° 46' 15.80754" | Trizio | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | LATTE | Catania | Contrada Torrazze | 37,450154 | 15,0657386 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | LATTE | Zafferana Etnea | Via Ardichetto | 37,6748 | 15,122567 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | LATTE | | | variabile | variabile | Stronzio-90 | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | CARNE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | CARNE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | CEREALI E DERIVATI PASTA | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | CEREALI E DERIVATI PASTA | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | CEREALI E DERIVATI FARINA | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | CEREALI E DERIVATI FARINA | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | PESCE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | PESCE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | ORTAGGI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | ORTAGGI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | MIELE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | MIELE | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Catania | FUNGHI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia -ST Palermo | FUNGHI | | | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia | PASTO COMPLETO | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia | PASTO COMPLETO | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |

| | | | | | | | | | | | | |
|------------|-------------------------|------------------------------------|-----------------|----------------------------------------------------------|---------------|---------------|--|-----------------------------------------------|-------------|--------------|---------|--------------------|
| Sicilia | Arpa Sicilia | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | | | | | | Attività beta residua | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia | ACQUE POTABILI | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia-ST Palermo | ACQUE POTABILI | | | variabile | variabile | | Attività alfa totale | variabile | variabile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia-ST Palermo | ACQUE POTABILI | | | variabile | variabile | | Attività beta totale | variabile | variabile | 0,8E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Sicilia | Arpa Sicilia | ACQUE POTABILI | | | | | | Stronzio-90 | | | | |
| Sicilia | Arpa Sicilia-ST Palermo | ACQUE POTABILI | | | variabile | variabile | | Trizio | variabile | variabile | 0,7E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | MATERA | Matera sede ARPAB | 40° 40' 44.1" | 16° 34' 21.4" | | Spettrometria gamma | giornaliera | Quindicinale | 2,7E-04 | Bq m ⁻³ |
| Basilicata | ARPAB | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | MATERA | Matera sede ARPAB | 40° 40' 44.1" | 16° 34' 21.4" | | Attività beta totale | giornaliera | giornaliera | 5,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Basilicata | ARPAB | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | MATERA | Matera sede ARPAB | 40° 40' 44.1" | 16° 34' 21.4" | | Attività alfa totale | giornaliera | giornaliera | 5,0E-05 | Bq m ⁻³ |
| Basilicata | ARPAB | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PM 10) | POTENZA | C.da San Luca Branca | 40° 38' 22.8" | 15° 52' 18.0" | | Spettrometria gamma | giornaliera | occasionale | | |
| Basilicata | ARPAB | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | MATERA | Matera sede ARPAB | 40° 40' 44.1" | 16° 34' 21.4" | | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 6,3E-02 | Bq m ⁻² |
| Basilicata | ARPAB | RADIAZIONE ESTERNA | Rotondella2 | ROTONDELLA | 40° 11' 11" | 16° 35' 21" | | Rateo di equivalente di dose gamma ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | RADIAZIONE ESTERNA | Rotondella mare | ROTONDELLA | 40° 9' 22" | 16° 41' 13" | | Rateo di equivalente di dose gamma ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | CAMPOMAGGIORE | Fiume Basento | 40°32'38.63" | 16°04'21.35" | | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | POLICORO | FiumeAgri-ponteSS106 | 40°13'24.39" | 16°41'14.23" | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | ROTONDELLA | Fiume Sinni C/o Az. Agr. Agrifela | 40°09'08.13" | 16°39'48.79" | | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | VALSINNI | Fiume Sinni | 40°10'16.27" | 16°26'07.12" | | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | PIGNOLA | fiume Basento - a valle depuratore | 40°36'16.27" | 15°47'30.50" | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | PIGNOLA | fiume Basento -C.da Ponte Mallardo - punto di confluenza | 40°35'32.54" | 15°46'59.98" | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | PIGNOLA | fiume Basento -C.da Ponte Mallardo - ramo lago | 40°35'33.55" | 15°46'51.85" | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | PIGNOLA | fiume Basento -Loc. Pignola - C.da San Michele | 40°34'21.35" | 15°47'36.59" | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | POTENZA | fiume Basento -a valle Ferriere Nord | 40°38'35.58" | 15°50'15.24" | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | POTENZA | fiume Basento -v.le Basento 205 | 40°37'07.12" | 15°47'34.57" | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | MONTESCAGLIOSO | fiume Bradano -Loc. Montescaglioso | 40°31'51.0" | 16°38'4.0" | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - FIUME | CAMPOMAGGIORE | Fiume Basento | | | | Beta residuo | | | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | GRUMENTO NOVA | Diga Pertusillo Innesso fiume Agri | 40°17'27.1" | 15°55'17.4" | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | | |
|------------|-------|------------------------------------------------|-------------------------------|--------------------------------------------|---------------|--------------|-------------------------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------------------|--------------------|
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | GRUMENTO NOVA | Diga Pertusillo Bocca Maglieri | 40°16'46.9" | 15°57'58.3" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - LAGO | GRUMENTO NOVA | Diga Pertusillo Sbarramento | 40°16'37.2" | 15°59'48.0" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 5,2E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | MARATEA | Mar Tirreno - Fiumicello di Maratea | 39°59'52.87" | 15°41'30.51" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | MARATEA | Mar Tirreno - Marina di Maratea | 39°57'42.70" | 15°43'50.84" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE SUPERFICIALI - ACQUE DI MARE | ROTONDELLA | mar Jonio - Rotondella - riferimento ITREC | 40°08'60.100" | 16°01'30.50" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE POTABILI | ROTONDELLA | fontana c/o Az. Agr. Agrifela | 40°09'46.77" | 16°38'49.82" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | semestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE POTABILI | ROTONDELLA | fontana c/o Az. Agr. Agrifela | 40°09'46.77" | 16°38'49.82" | Trizio | Semestrale | semestrale | 1,0E+01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE POTABILI | ROTONDELLA | Rotondella 2 - Via G. L. Bernini | 40°10'46.77" | 16°35'04.07" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | semestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE POTABILI | ROTONDELLA | Rotondella 2 - Via G. L. Bernini | 40°10'46.77" | 16°35'04.07" | Trizio | Semestrale | semestrale | 1,0E+01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE POTABILI | ROTONDELLA | fontana c/o Az. Agr. Agrifela | 40°09'46.77" | 16°38'49.82" | Attività alfa totale | annuale | annuale | 1,0E-02 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ACQUE POTABILI | ROTONDELLA | fontana c/o Az. Agr. Agrifela | 40°09'46.77" | 16°38'49.82" | Attività beta totale | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | LATTE | NOVA SIRI | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | LATTE | NOVA SIRI | Az. Agr. Taverna | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | LATTE | ROTONDELLA | Az. Bellino | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | LATTE | ROTONDELLA | Az. Agr. Tucci | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | LATTE | Campione Latte Composito | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 3,5E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | INSALATA A FOGLIA LARGA | ROTONDELLA | Terreno di Pellitta Antonio | | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | CEREALI E DERIVATI GRANO DURO | NOVA SIRI-ROTONDELLA-POLICORO | NOVA SIRI-ROTONDELLA-POLICORO | | | Radionuclidi gamma emettitori | annuale | annuale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | MELANZANE | POLICORO | Ortofrutta Castelluccio Paolo | | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | SUSINE | NOVA SIRI | Az. Agr Battafarano Francesco | | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | ORZO | NOVA SIRI | Az. Agr Corrado Giovanni | | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | INSALATA A FOGLIA LARGA ICEBERG | ROTONDELLA | Az. Agr Durante Paolo | | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ | |
| Basilicata | ARPAB | PASTO COMPLETO | | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | |
| Basilicata | ARPAB | PASTO COMPLETO | | | | | | Sr-90 | | | | |
| Basilicata | ARPAB | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE FORAGGIO FIENO | POLICORO | Az. Agr Ditrani Giuseppe | | | Radionuclidi gamma emettitori | occasionale | occasionale | | | |
| Basilicata | ARPAB | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | | | | | |

| Basilicata | ARPAB | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE MANGIMI | | | | | | Sr-90 | | | | |
|------------|-------|-----------------------------------------|------------------------|----------------|--------------------------------------------|-------------|--------------|-------------------------------|-------------|-------------|---------|---------------------|
| Basilicata | ARPAB | ACQUA DI FALDA FREATICA | Pozzo 32.1 | ROTONDELLA | Trisaia | 40°09'59.4" | 16°38'34.3" | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | ACQUA DI FALDA FREATICA | Pozzo 32.2 | ROTONDELLA | Trisaia | 40°10'08.5" | 16°38'20.7" | Radionuclidi gamma emettitori | trimestrale | trimestrale | 5,0E-03 | Bq l ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | DMOS | | ROTONDELLA | fiume Sinni | | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 3,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI FLUVIALI | | ROTONDELLA | fiume Sinni - a valle ponte SS 106 Jonica | 40°09'52.2" | 16°38'55.8" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI FLUVIALI | | ROTONDELLA | fiume Sinni - a monte ponte SS 106 Jonica | 40°09'53.8" | 16°38'49.5" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI FLUVIALI | | ROTONDELLA | fiume Sinni - a monte ENEA | 40°09'59.8" | 16°37'42.0" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI FLUVIALI | Limo 30 SOGIN | ROTONDELLA | fiume Sinni | 40°09'56.9" | 16°38'42.6" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI FLUVIALI | Limo 29 SOGIN | ROTONDELLA | fiume Sinni | 40°10'12.4" | 16°38'19.8" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI FLUVIALI | | FERRANDINA | Torrente Cretagna | 40°26'31.1" | 16°30'11.1" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SABBIA | | NOVA SIRI | Lido | 40°07'33.7" | 16°39'20.3" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SABBIA | | ROTONDELLA | Lido | 40°07'59.2" | 16°39'56.8" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SABBIA | | POLICORO | Lido | 40°11'05.1" | 16°42'57.8" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI MARINI | | ROTONDELLA | mar Jonio - Rotondella - riferimento ITREC | | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI MARINI | Oltre boa ITREC | ROTONDELLA | mar Jonio - Rotondella | | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI MARINI | | MARATEA | Marina di Maratea | 39°57'42.0" | 15°43'50.3" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SEDIMENTI MARINI | | MARATEA | Fiumicello di Maratea | 39°59'52.0" | 15°41'30.4" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | MITILI | | ROTONDELLA | mar Jonio - Rotondella - riferimento ITREC | | | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,6E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | POSEIDONIA | | MARATEA | Marina di Maratea | 39°57'42.0" | 15°43'50.3" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 4,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | POSEIDONIA | | MARATEA | Fiumicello di Maratea | 39°59'52.0" | 15°41'30.4" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 4,0E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | ROTONDELLA | Az. Agr. Acinapura Franco | 40°10'04.0" | 16°37'58.05" | Spettrometria gamma | Semestrale | Semestrale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | ROTONDELLA | Az. Agr. Pastore | 40°08'57.2" | 16°37'49.0" | Spettrometria gamma | Semestrale | Semestrale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | NOVA SIRI | Az. Agr. Battafarano Giuseppe | 40°08'16.4" | 16°38'28.9" | Spettrometria gamma | Semestrale | Semestrale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | TURSI | Az. Agr. Marta | 40°12'35.4" | 16°35'34.6" | Spettrometria gamma | Semestrale | Semestrale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | ROTONDELLA | Punto adiacente Centralina di monitoraggio | 40°10'47.5" | 16°35'21.4" | Spettrometria gamma | Semestrale | Semestrale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | POTENZA | Piani del Mattino | 40°40'22.1" | 15°50'02.4" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | GRUMENTO NOVA | Contrada Pagliari Pt 1 | 40°18'53.7" | 15°51'58.0" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | GRUMENTO NOVA | Contrada Pagliari Pt 2 | 40°18'53.9" | 15°51'56.7" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | GRUMENTO NOVA | Contrada Pagliari Pt 3 | 40°18'53.9" | 15°51'58.3" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI PASCOLO | | OLIVETO LUCANO | Località Serra Antica | 40°33'04.3" | 16°11'05.0" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |

| | | | | | | | | | | | |
|------------|-----------------------|------------------------------------|----------------|---------------------------------------|---------------|---------------|-------------------------------|-----------------------------------------|-----------------------------------------|---------|---------------------|
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI ZONE BOScate | OLIVETO LUCANO | in prossimità del Depuratore Grottone | 40°31'59.5" | 16°11'17.5" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI ZONE BOScate | OLIVETO LUCANO | Località Torrente Salandrella | 40°31'49.2" | 16°11'58.4" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI MACCHIA MEDITERRANEA | FERRANDINA | Cretagna | 40°26'16.0" | 16°28'24.8" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | SUOLO DI MACCHIA MEDITERRANEA | FERRANDINA | Cretagna | 40°26'23.9" | 16°26'47.6" | Spettrometria gamma | Annuale | Annuale | 1,7E-01 | Bq kg ⁻¹ |
| Basilicata | ARPAB | POLVERI ABBATTIMENTO FUMI fonderia | POTENZA | Ferriere Nord | 40° 38' 16.0" | 15° 48' 19.0" | Radionuclidi gamma emettitori | semestrale | semestrale | 1,0E+00 | Bq kg ⁻¹ |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | ACQUE POTABILI | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | ACQUE POTABILI | | | | | Stronzio-90 | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | LATTE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | LATTE | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | CARNI | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | DERIVATI DEL LATTE | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | VEGETALI | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | GRANO E DERIVATI | | | | | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Radionuclidi gamma emettitori | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | Foraggio: annuale; Mangimi: trimestrale | | |
| Puglia | IZS PUGLIA BASILICATA | ALIMENTI PER IL CONSUMO ANIMALE | | | | | Stronzio-90 | Annuale | Annuale | | |

1.2 Piano di campionamento della rete diradata

Nella tabella alla pagina seguente è riportato il piano di campionamento della rete diradata. Le matrici della rete diradata sono un sottoinsieme della rete fitta, con frequenze di campionamento e misura e con MAR che dovrebbero essere adeguate ai requisiti richiesti dalla rete diradata e riportate nelle *Linee guida per il monitoraggio della radioattività*.

Per quanto riguarda la radiazione esterna le caratteristiche di misura della rete fitta sono sufficienti a soddisfare i requisiti della rete diradata. Nella tabella è quindi riportata una selezione dei punti indicati nella rete fitta.

Per quanto riguarda le acque superficiali il piano di monitoraggio previsto per la rete fitta soddisfa per la quasi totalità i requisiti della rete diradata, anche se le frequenze di misura andrebbero adeguate alla *Linee guida per il monitoraggio della radioattività*, pertanto, per queste matrici, si rimanda alla rete fitta.

Il piano di monitoraggio non copre tutte le matrici e tutti i punti di campionamento. Nell'ultima colonna della tabella è indicato lo stato del monitoraggio:

- OPERATIVO: attualmente in corso (anche se in alcuni casi dovranno essere adeguate le frequenze e le MAR)
- PROPOSTO DA “soggetto della rete”
- PROPOSTO DA ISPRA: proposto da ISPRA, ma deve essere accettato dal soggetto della rete.

A causa della carenza di strutture di laboratorio per l'effettuazione di alcune specifiche misure in alcune aree, in particolare misure di tipo radiochimico, il quadro dei campionamento per la rete diradata non copre tutto il territorio. Nella tabella seguente sono evidenziati i punti mancanti e i radionuclidi di interesse per il completamento del piano di monitoraggio della rete diradata.

| Matrice | Macroarea | Tipologia misura/radionuclidi | Proposte |
|------------------------------------|-----------|-------------------------------|----------------------------------------|
| PARTICOLATO ATMOSFERICO | SUD | Radionuclidi gamma emettitori | PROPOSTO DA ISPRA (BASILICATA) |
| ARIA - FASE GASSOSA | CENTRO | Radionuclidi gamma emettitori | NO PROPOSTE |
| ARIA - FASE GASSOSA | SUD | Radionuclidi gamma emettitori | NO PROPOSTE |
| DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | CENTRO | Stronzio-90 | NO PROPOSTE |
| DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | CENTRO | Plutonio | NO PROPOSTE |
| DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | SUD | Stronzio-90 | NO PROPOSTE |
| DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | SUD | Plutonio | NO PROPOSTE |
| ACQUA POTABILE | CENTRO | Sr-90 | NO PROPOSTE |
| ACQUA POTABILE | SUD | Radionuclidi gamma emettitori | PROPOSTO DA ISPRA (PUGLIA) |
| ACQUA POTABILE | SUD | H-3 | NO PROPOSTE ISPRA |
| ACQUA POTABILE | SUD | Attività alfa beta totale | PROPOSTO DA ISPRA (PUGLIA) |
| ACQUA POTABILE | SUD | Sr-90 | NO PROPOSTE ISPRA |
| LATTE | CENTRO | Sr-90 | NO PROPOSTE ISPRA |
| PASTO COMPLETO | CENTRO | Sr-90 | NO PROPOSTE ISPRA |
| PASTO COMPLETO | SUD | Radionuclidi gamma emettitori | PROPOSTO DA ISPRA (CALABRIA E SICILIA) |
| PASTO COMPLETO | SUD | Sr-90 | NO PROPOSTE |

Gli Istituti Zooprofilattici Sperimentali hanno un proprio piano di monitoraggio che risponde alle esigenze di sorveglianza di alcune matrici alimentari e di alimenti per animali derivante dai propri compiti istituzionali. L'integrazione delle misurazioni è tuttora in corso al fine di completare il quadro dei monitoraggi. In questa fase i dati del monitoraggio di questi istituti non sono stati inseriti nella rete diradata.

| RETE DIRADATA | | | | | | | | | | | | | |
|----------------|-------------------------|------------------------------------|-------------------|---------------|----------------------------------------------|-------------------------------|------------|------------------------------------|----------------------------|------------------------------------------------------|---------|-----------------|----------------------|
| REGIONE | ISTITUTO ENTE ORGANISMO | Matrice | Punti di prelievo | Comune | Località/Indirizzo | Coordinate geografiche N E | | Tipologia di misura / radionuclidi | Frequenza di campionamento | Frequenza di misura | M,A,R, | Unità di misura | Stato |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Piacenza | via XXI Aprile, 48 | 45°03'26" | 9°40'40" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 2,0E-02 | Bq m-2 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Piacenza | via XXI Aprile, 48 | 45°03'26" | 9°40'40" | Stronzio-90 | In continuo | Semestrale | 1,5E-02 | Bq m-2 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | Piacenza | via XXI Aprile, 48 | 45°03'26" | 9°40'40" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 3000007 | Reggio Emilia | Via Amendola, 2 | 44°29'01" | 10°39'49" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 4000022 | Modena | Parco Ferrari | 44°39'06" | 10°54'26" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 7000014 | Bologna | Viale Medardo Bottonelli | 44°29'01" | 11°21'18" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 7000027 | Molinella | Via Idice Abbandonato - San Pietro Capofiume | 44°39'15" | 11°37'29" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | Forli | Via Salinatore, 20 | 44°13'08" | 12°02'00" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | RADIAZIONE ESTERNA | 10000002 | Rimini | Parco XXV Aprile | 44°03'52" | 12°33'09" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | 0 | Reggio Emilia | via J. F. Kennedy, 16 | 44°42'31" | 10°36'38" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | 0 | Collecchio | via Milano, 1 | 44°45'15" | 10°12'14" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | 0 | Bologna | via Cadriano, 27/2 | 44°32'01" | 11°23'20" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | 0 | Soliera | via Verdi, 73 | 44°44'01" | 10°55'08" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | LATTE | 0 | Collecchio | via Milano, 1 | 44°45'15" | 10°12'14" | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq l-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | PASTO COMPLETO | 0 | Bologna | Piazza XX Settembre, 6 | 44°30'15" | 11°20'43" | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| EMILIA-ROMAGNA | ARPA EMILIA ROMAGNA | PASTO COMPLETO | 0 | Bologna | Piazza XX Settembre, 6 | 44°30'15" | 11°20'43" | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale Trimestrale Settimanale Mensile | 1,0E-01 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-04 | Bq m-3 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | ARIA - FASE GASSOSA | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Settimanale | 1,0E-05 | Bq m-3 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m-2 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Stronzio-90 | In continuo | Semestrale | 1,0E-02 | Bq m-2 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Plutonio | In continuo | Semestrale | 1,0E-04 | Bq m-2 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | Bergamo | Via Maffei 4 | 45°41'42" | 9°40'28" | Rateo di dose gamma | In continuo | Settimanale | 0,0E+00 | 0 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg-1 | PROPOSTA ISPRA |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Attività alfa totale | Mensile | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg-1 | PROPOSTA ISPRA |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | PROPOSTA ISPRA |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | ACQUE POTABILI | 0 | Milano | Via Juvara 22 | 45°28'23" | 09°13'21" | Trizio | Mensile | Mensile | 1,0E+01 | Bq kg-1 | PROPOSTA ISPRA |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | 0 | Vernate | S.P. 30 fraz. Pasturago | 45°19'02" | 09°03'41" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | 0 | Varese | Via Uberti 9 | 45°49'48" | 08°49'23" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | 0 | Chiuro | Via Nazionale 45/A | 46°09'57" | 09°58'55" | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | 0 | Vernate | S.P. 30 fraz. Pasturago | 45°19'02" | 09°03'41" | Stronzio-90 | Mensile | Mensile | 1,0E-02 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | 0 | Varese | Via Uberti 9 | 45°49'48" | 08°49'23" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | LATTE | 0 | Chiuro | Via Nazionale 45/A | 46°09'57" | 09°58'55" | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | PASTO COMPLETO | 0 | Vari | Vari | variabile | variabile | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| LOMBARDIA | ARPA LOMBARDIA - CRR | PASTO COMPLETO | 0 | Vari | Vari | variabile | variabile | Stronzio-90 | Mensile | Trimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | OPERATIVO |
| PIEMONTE | ARPA PIEMONTE | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 0 | IVREA | Via Jervis 30 | 45° 28' 27" | 7° 52' 27" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-05 | Bq m-3 | PROPOSTO DA PIEMONTE |
| PIEMONTE | ARPA PIEMONTE | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | TORINO | Torino Giardini Reali | 45° 4'25" | 7°41'34" | Rateo di dose gamma | In continuo | In continuo | 1,0E-08 | Sv h-1 | PROPOSTO DA |

| | | | | | | | | | | | | | |
|------------|--------------------------|---------------------------------------------------------|--------|----------------------|---------------------------------|---------------|---------------|-----------------------------------------|-----------------------|-----------------------|---------|---------|--------------------------------|
| PIEMONTE | ARPA PIEMONTE | LATTE | 0 | SETTIMO VITTONE | Fr. Cesnola, 30 | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA PIEMONTE |
| PIEMONTE | ARPA PIEMONTE | LATTE | 0 | SETTIMO VITTONE | Fr. Cesnola, 30 | 0 | 0 | Sr-90 | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA PIEMONTE |
| PIEMONTE | ARPA PIEMONTE | LATTE | 0 | TORINO | Via Filadelfia | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA PIEMONTE |
| PIEMONTE | ARPA PIEMONTE | LATTE | 0 | TORINO | Via Filadelfia | 0 | 0 | Sr-90 | Bimestrale | Bimestrale | 1,0E-02 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA PIEMONTE |
| TOSCANA | ARPAT | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Firenze | via Ponte alle Mosse, 211 | 43°46'38" | 11°14'55" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 4,0E-02 | Bq m-2 | ISPR PROPOSTO DA TOSCANA |
| TOSCANA | ARPAT | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | Livorno | piazza L. Cappiello | 43°31'08,20" | 10°19'14,90" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | ISPR PROPOSTO DA TOSCANA |
| TOSCANA | ARPAT | ACQUE POTABILI | 0 | Firenze | via Ponte alle Mosse, 211 | 43°46'38" | 11°14'55" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-03 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA TOSCANA |
| TOSCANA | ARPAT | ACQUE POTABILI | 0 | 0 | 0 | variabile | variabile | Attività alfa totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E-02 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA TOSCANA |
| TOSCANA | ARPAT | ACQUE POTABILI | 0 | 0 | 0 | variabile | variabile | Attività beta totale | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 5,0E-02 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA TOSCANA |
| TOSCANA | ARPAT | ACQUE POTABILI | 0 | 0 | 0 | variabile | variabile | Trizio | Semestrale o maggiore | Semestrale o maggiore | 1,0E+00 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA TOSCANA |
| LAZIO | CRI | RADIAZIONE ESTERNA | 46 | Roma | LC-CRI | 0 | 0 | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 0,0E+00 | Sv h-1 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| LAZIO | CRI | PASTO COMPLETO | 166 | Roma | Via B. Ramazzini, 31 Roma | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 2,0E-01 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| LAZIO | ARPALAZIO | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | ar1.02 | Roma | Via Boncompagni 101 | 42°54'33,80" | 12°29'36,44" | Spettrometria gamma | In continuo | Mensile | 5,0E-05 | Bq m-3 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| LAZIO | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-03 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| LAZIO | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Attività alfa totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| LAZIO | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Attività beta totale | Semestrale | Semestrale | 1,0E-01 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| LAZIO | ARPALAZIO | ACQUE POTABILI- ACQUE POTABILI DI RETE DI DISTRIBUZIONE | ap1.01 | Roma | Serbatoio idrico di Monte Mario | 41°55'50,00" | 12°26'30,00" | Trizio | Semestrale | Semestrale | 1,0E+01 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA LAZIO |
| MARCHE | ARPAM | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 0 | ANCONA | via Colombo, 106 | 43°35'57" | 13°30'07" | Spettrometria gamma | In continuo | Giornaliero/Mensile | 1,0E-05 | Bq m-3 | ISPR PROPOSTO DA MARCHE |
| MARCHE | ARPAM | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 0 | ANCONA | via Colombo, 106 | 43°35'57" | 13°30'07" | Attività alfa totale | In continuo | Giornaliero | 1,0E-05 | Bq m-3 | ISPR PROPOSTO DA MARCHE |
| MARCHE | ARPAM | LATTE | 0 | variabile | 0 | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA MARCHE |
| SARDEGNA | ARPAS-DIPCA | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | CAGLIARI | VIALE F. CIUSA 6/8 | 39°13'52,02" | 9°07'12,25" | Rateo di equivalente di dose ambientale | In continuo | Mensile | 0,0E+00 | 0 | ISPR PROPOSTO DA SARDEGNA |
| UMBRIA | ARPA UMBRIA | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 18584 | Perugia | Via Pievaiola 207, B3 | 43°04'55" | 12°20'17" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 2,0E-02 | Bq m-2 | ISPR PROPOSTO DA UMBRIA |
| UMBRIA | ARPA UMBRIA | PASTO COMPLETO | 0 | Territorio regionale | Territorio regionale | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | Trimestrale | Trimestrale | 1,0E-01 | Bq kg-1 | ISPR PROPOSTO DA UMBRIA |
| CALABRIA | ARPACAL - CRR DIP. DI RC | PASTO COMPLETO | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | 0 | 0 | 0,0E+00 | 0 | ISPR PROPOSTO DA CALABRIA |
| Puglia | ARPA Puglia | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Taranto | 0 | 40°29'08" | 17°12'01" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m-2 | ISPR PROPOSTO DA PUGLIA |
| Puglia | ARPA Puglia | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | Statte (TA) | 0 | 40°33'45,42" | 17°17'11,29" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Sv h-1 | ISPR PROPOSTO DA PUGLIA |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | 0 | TARANTO | 0 | 40°27'26,8" | 17°15'32,9" | Radionuclidi gamma emettitori | Semestrale | Semestrale | 1,0E-02 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA PUGLIA |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | Attività alfa totale | 0 | 0 | 0,0E+00 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA PUGLIA |
| Puglia | ARPA Puglia | ACQUE POTABILI | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | Attività beta totale | 0 | 0 | 0,0E+00 | 0 | ISPR PROPOSTO DA PUGLIA |
| SICILIA | Arpa Sicilia -ST Palermo | DEPOSIZIONE TOTALE (UMIDA E SECCA) | 0 | Palermo | via Nairobi, 4 | 38° 6'32.32" | 13°20'49.61" | Radionuclidi gamma emettitori | In continuo | Mensile | 1,0E-01 | Bq m-2 | ISPR PROPOSTO DA SICILIA |
| SICILIA | Arpa Sicilia -ST Palermo | RADIAZIONE ESTERNA | 0 | Palermo | via Nairobi, 4 | 38° 6'32.32" | 13°20'49.61" | Rateo di dose gamma | In continuo | Mensile | 1,0E-08 | Gy h-1 | ISPR PROPOSTO DA SICILIA |
| SICILIA | Arpa Sicilia | PASTO COMPLETO | 0 | 0 | 0 | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | 0 | 0 | 0,0E+00 | 0 | ISPR PROPOSTO DA SICILIA |
| BASILICATA | ARPAB | PARTICOLATO ATMOSFERICO (PTS) | 0 | MATERA | Matera sede ARPAB | 40° 40' 44.1" | 16° 34' 21.4" | Spettrometria gamma | giornaliera | Quindicinale | 2,7E-04 | Bq m-3 | ISPR PROPOSTO DA BASILICATA |
| BASILICATA | ARPAB | LATTE | 0 | ROTONDELLA | Az. Agr. Tucci | 0 | 0 | Radionuclidi gamma emettitori | Mensile | Mensile | 1,0E-01 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA BASILICATA |
| BASILICATA | ARPAB | LATTE | 0 | Composito | 0 | 0 | 0 | Stronzio-90 | Trimestrale | Trimestrale | 3,5E-03 | Bq l-1 | ISPR PROPOSTO DA BASILICATA |

SEZIONE C

METODI DI CAMPIONAMENTO

| |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Rev. 0 del 30/06/2014 |
| Autori |
| Mauro Magnoni (ARPA Piemonte) Giuliana Garbarino (ARPA Piemonte) Maria Clivia Losana (ARPA Piemonte) Giorgio Evangelisti (ARPA Lazio) Claudia Fontana (Croce Rossa Italiana) |

Ringraziamenti

Si ringraziano per la collaborazione tutti i colleghi di ISPRA che ci hanno accompagnato in questo lungo percorso.

| |
|------|
| Note |
|------|

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------|------------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommario

| | | |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 1 | CAMPIONAMENTO E CONSERVAZIONE DELLE MATRICI AMBIENTALI E ALIMENTARI | C-4 |
| 1.1 | Matrici alimentari | C-4 |
| 1.2 | Matrici ambientali | C-4 |
| 1.2.1 | Acque | C-4 |
| 1.2.1.1 | Acque potabili | C-4 |
| 1.2.1.2 | Acque superficiali | C-5 |
| 1.2.2 | Detrito minerale organico sedimentabile (DMOS) | C-5 |
| 1.2.3 | Sedimenti | C-6 |
| 1.2.4 | Ricadute umide e secche (fallout) | C-6 |
| 1.2.5 | Particolato atmosferico | C-7 |
| 1.2.6 | Suolo | C-8 |
| 1.2.6.1 | Modalità di campionamento | C-9 |
| 1.2.6.1.1 | Campionamento con trivella | C-9 |
| 1.2.6.1.2 | Campionamento con trincea e sagoma | C-10 |
| 1.2.6.1.3 | Campionamento con tubo spaccato | C-11 |
| 1.2.6.1.4 | Campionamento in caso di rilasci accidentali | C-13 |
| 1.2.7 | Muschi | C-13 |
| 1.2.8 | Funghi, bacche, selvaggina, pesci di lago | C-14 |
| 1.2.9 | Vegetali acquatici | C-14 |
| 1.3 | Dose gamma in aria | C-14 |
| 1.3.1 | Strumentazione | C-15 |
| 1.3.2 | Efficienza e sensibilità | C-15 |
| 1.3.3 | Tempi di risposta e tempi di misura | C-15 |
| 1.3.4 | Taratura e incertezza di misura | C-16 |
| 1.3.5 | Scelta del sito e modalità di misura | C-16 |
| 1.4 | Valutazione dell'incertezza di campionamento e gestione delle serie storiche di dati | C-17 |
| | Bibliografia | C-19 |

1 CAMPIONAMENTO E CONSERVAZIONE DELLE MATRICI AMBIENTALI E ALIMENTARI

1.1 Matrici alimentari

La misura della radioattività nelle matrici alimentari è finalizzata all'individuazione di eventuali contaminazioni e alla valutazione della dose efficace da ingestione alla popolazione. Inoltre, alcuni matrici quali latte, funghi, frutti di bosco, formaggi d'alpeggio, sono importanti indicatori ambientali.

Gli alimenti da sottoporre a misure radiometriche sono quelli maggiormente consumati e che costituiscono la dieta media della popolazione; i principali sono latte e derivati, cereali e derivati, carne bovina, suina, pollame, uova, pesce, frutta e verdura.

Indicazioni sulla composizione della dieta media italiana in base alla provenienza geografica sono riportate nelle Linee Guida per il monitoraggio della radioattività (Ispra, n° 83/2012).

La dieta media viene monitorata o sui singoli alimenti o su pasti completi.

Scelta dei punti di prelievo

I criteri per l'individuazione dei punti di prelievo variano in base alla matrice.

Il latte deve essere prelevato presso i principali impianti regionali di produzione o di raccolta o di distribuzione.

I singoli alimenti componenti la dieta media devono essere prelevati presso mercati o centri di produzione e distribuzione che commerciano grandi quantità di alimenti.

Il pasto completo deve essere prelevato presso mense scolastiche e aziendali.

E' utile conoscere le zone di provenienza e i quantitativi annui che vengono prodotti. E' necessario prelevare una quantità sufficiente di alimento, in genere 1-2 kg (per maggiori dettagli si rimanda al Capitolo Trattamento matrici e metodi di analisi).

Conservazione dei campioni

Dal momento che, come è noto, condizioni fisiche e climatiche anche estreme (ad esempio, elevate temperature) non influenzano minimamente le proprietà radioattive delle matrici, le modalità di conservazione del campione hanno il solo scopo di agevolare le elementari operazioni di pretrattamento (pulitura, pesatura, omogeneizzazione). Pertanto, nel caso in cui non fosse possibile procedere subito all'analisi, il campione dovrà essere conservato in frigorifero (4 °C). In alcuni casi può essere valutata anche l'opportunità di procedere al congelamento. Per ulteriori dettagli riferirsi alla task 01.01.04 "Trattamento campioni e metodi di analisi radionuclidi".

1.2 Matrici ambientali

1.2.1 Acque

1.2.1.1 Acque potabili

La misura della radioattività nelle acque potabili è finalizzata alla valutazione della dose efficace da ingestione di radionuclidi alla popolazione. E' opportuno evidenziare, a livello regionale, eventuali punti critici della rete idrica, effettuando prima una campagna conoscitiva.

Scelta dei punti di prelievo

I campioni di acque potabili da sottoporre a misure radiometriche provengono dai principali acquedotti della regione, tenendo conto del volume di acqua potabile prodotta, distribuita o consumata. Per questi acquedotti devono essere individuati punti fissi di prelievo, presso i quali effettuare un monitoraggio periodico.

E' opportuno prelevare un volume di campione compatibile con la sensibilità di misura desiderata.

Conservazione dei campioni

Per la conservazione dei campioni d'acqua in attesa dell'analisi (fino a 1-2 mesi), sono consigliate di norma procedure di acidificazione o conservazione al buio in frigorifero. Le modalità potranno essere differenti a

seconda del tipo di analisi prevista. Si rimanda comunque per maggiori dettagli alla sezione dedicata ai pretrattamenti, sviluppata nell'ambito della task 01.01.04 "Trattamento campioni e metodi di analisi radionuclidi".

1.2.1.2 Acque superficiali

La misura della radioattività nelle acque superficiali (dolci e marine) ha come obiettivi il monitoraggio del contenuto di radioattività dei corpi idrici e la valutazione di un'eventuale contaminazione degli stessi, con la possibilità di trasferimento ad animali, vegetali e sedimenti.

Scelta dei punti di prelievo

Per le acque dolci il prelievo deve essere eseguito sui principali corsi d'acqua e laghi della regione; è opportuno fissare i punti di prelievo a valle di scarichi a potenziale rischio di immissione radioattiva. Per i fiumi i punti devono essere posizionati nell'alveo principale e possibilmente a centro fiume. Per i laghi è opportuno evitare punti di campionamento vicino a immissari o emissari.

Per le acque di mare i punti di campionamento devono essere posizionati in prossimità degli scarichi fognari o delle foci dei fiumi che attraversano i principali centri urbani posti a monte.

Si possono prelevare campioni singoli, conservarli e poi eseguire l'analisi sul campione composito, costituito tramite le diverse aliquote precedentemente campionate.

E' opportuno prelevare un volume di campione compatibile con la sensibilità di misura desiderata. Possono essere previsti alcuni punti di campionamento non influenzati da fonti locali di pressione, in modo da avere dati di confronto in caso di eventi incidentali o emergenze.

Conservazione dei campioni

Per la conservazione dei campioni d'acqua in attesa dell'analisi (fino a 1-2 mesi), sono consigliate di norma procedure di acidificazione o conservazione al buio in frigorifero. Le modalità potranno essere differenti a seconda del tipo di analisi prevista. Si rimanda comunque per maggiori dettagli alla sezione dedicata ai pretrattamenti, sviluppata nell'ambito della task 01.01.04 "Trattamento campioni e metodi di analisi radionuclidi".

1.2.2 Detrito minerale organico sedimentabile (DMOS)

Per DMOS si intende il materiale trasportato in sospensione dalla corrente dei fiumi, campionato in prossimità del fondale. E' considerabile come una matrice intermedia tra particolato in sospensione e sedimento fluviale.

La misura di questa matrice permette di ricavare informazioni sulla presenza di radioattività nei fiumi.

Scelta dei punti di prelievo

I punti di prelievo del DMOS devono essere posizionati nell'alveo principale di corsi d'acqua ritenuti interessanti per il monitoraggio della radioattività ambientale, ad esempio in prossimità di depuratori, scarichi ospedalieri, a valle e a monte di centri abitati. Per fiumi con elevata portata è necessario effettuare il campionamento in corrispondenza del tratto superiore, mediano e inferiore, per corsi d'acqua minori è sufficiente eseguire un campionamento nella parte terminale del fiume. Per la scelta dei punti di campionamento è importante conoscere le caratteristiche idrologiche e morfologiche del corso d'acqua.

Dispositivo di campionamento

Il dispositivo di campionamento consiste in due sacchetti di plastica inseriti uno dentro l'altro; sulle facciate del sacchetto interno vengono eseguiti tre tagli orizzontali, su quelle del sacchetto esterno vengono effettuati tre tagli verticali; ciascun taglio ha una lunghezza di 20 cm. All'interno dei due sacchetti vengono inserite tre strisce in PVC con dimensioni 10 x 100 cm ripiegate a fisarmonica. I sacchetti vengono chiusi con un nodo e riempiti con un peso (ad esempio ciottoli di fiume) per evitare che vengano trascinati dalla corrente; ogni campionatore è costituito da due elementi appena descritti legati insieme e assicurati ad una corda cui è collegato un galleggiante, utile per il recupero del campionatore a fine del periodo di campionamento.

Il dispositivo di campionamento concepito in questo modo permette all'acqua di entrare nei sacchetti e al DMOS di depositarsi nelle pieghe delle strisce in PVC e di non disperdersi eccessivamente durante la fase di recupero.

Il campionamento consiste nel recupero delle strisce in PVC contenute all'interno dei dispositivi di prelievo e nel lavaggio del materiale ad esse aderente, che costituisce il campione di DMOS.

La durata del campionamento deve essere di almeno sei giorni; non è consigliabile però superare i quindici giorni, sia perché in genere dopo questo periodo i campionatori vanno in saturazione, sia perché col tempo aumenta la probabilità di perdere i dispositivi di campionamento a seguito di cambiamenti del regime del fiume.

Per definire la periodicità del campionamento è utile considerare vari fattori, tra cui portata e dimensione del corso d'acqua, evitando ad esempio periodi di piena o di magra del corso d'acqua.

Per quanto riguarda il recupero dei campionatori in alveo, è opportuno tenere a mente alcune regole di sicurezza fluviale: i canali artificiali sono più pericolosi dei corsi d'acqua naturali, in quanto caratterizzati da una maggiore velocità della corrente. E' meglio evitare di posizionare i punti di prelievo in prossimità di infrastrutture quali ponti, stramazzi, briglie. I dispositivi di protezione individuale di minima dotazione alla squadra di campionamento sono: salvagente, casco, corda di lancio. Le operazioni di recupero dei campionatori devono essere effettuate con un operatore in alveo e il secondo operatore posizionato a valle rispetto al primo, pronto a intervenire in caso di caduta in acqua (ad esempio tramite corda di lancio).

Conservazione dei campioni

In questo caso non è raccomandata alcuna conservazione del campione: uno stoccaggio in attesa dell'analisi rischierebbe infatti di far perdere informazioni per il decadimento radioattivo dei radionuclidi a vita breve, perlopiù di origine ospedaliera, spesso presenti nei campioni di DMOS.

1.2.3 Sedimenti

I sedimenti possono essere lacustri, fluviali o marini.

La misura di questa matrice permette di ricavare informazioni sull'accumulo a lungo termine dei radionuclidi presenti nelle acque lacustri, fluviali o marine.

Scelta dei punti di prelievo

Il punto di prelievo deve essere lontano da fonti di inquinamento, emissari o immissari, a una certa distanza dalla riva in modo da evitarne l'influenza. Le stazioni di prelievo devono essere scelte in modo da permettere il prelievo di più matrici ambientali nello stesso punto e di seguire l'evoluzione temporale dei livelli di radioattività.

Per i sedimenti marini è meglio prediligere punti a turbolenza e velocità delle acque ridotte.

Il campionamento si esegue prelevando il materiale con una piccola benna, inserendolo in appositi contenitori o sacchetti; è necessario prelevare almeno 1-2 kg di materiale da sottoporre alle successive analisi in laboratorio.

Conservazione dei campioni

Se non si stanno ricercando radionuclidi a vita breve, la conservazione del campione può in questo caso essere una possibile opzione: conviene però non conservare il campione tal quale ma procedere subito alle prime fasi di pretrattamento e conservare poi il campione secco.

1.2.4 Ricadute umide e secche (fallout)

La misura della deposizione totale è finalizzata al monitoraggio della frazione radioattiva di particolato che si deposita al suolo. La deposizione può essere umida, veicolata dalla pioggia, o secca, per via gravimetrica. Tale misura permette di valutare sia il trasferimento della radioattività depositata ai vari comparti ambientali, sia la dose efficace alla popolazione per inalazione e irraggiamento.

Scelta dei punti di prelievo

E' preferibile utilizzare stazioni di campionamento fisse, posizionate in spazi liberi, aperti, elevati, quali tetti e terrazze, lontano da zone ad elevata polverosità e intenso traffico veicolare. Le stazioni di campionamento sono costituite da recipienti di diverso volume e forma, con l'imboccatura posta ad almeno 2 m di altezza dal piano di campagna. I recipienti di raccolta possono essere vasche in acciaio inox o in plastica non porosa; è necessario che numero e dimensioni dei recipienti consentano di raggiungere un'area di raccolta con superficie minima di 1 m².

E' utile allestire il sistema di campionamento del fallout in prossimità del sistema di aspirazione del particolato atmosferico, al fine di avere le stesse condizioni di campionamento. Se possibile è consigliabile registrare i dati meteorologici, quali piovosità, direzione e velocità del vento.

Sul fondo dei recipienti è opportuno versare piccole quantità di acqua ad uso analitico per ottimizzare il prelievo di ricadute secche. In caso di periodi molto piovosi è consigliabile monitorare il livello di fallout nei recipienti di raccolta, svuotandoli se necessario e stoccando il campione in attesa della fine del periodo di campionamento. In caso di periodi molto secchi verificare che il contenuto dei recipienti non evapori completamente ed eventualmente rabboccare con acqua ad uso analitico. Sulla bocca dei recipienti predisporre una griglia di protezione a maglie strette (2-3 cm) per trattenere eventuali corpi estranei.

Il periodo di campionamento è normalmente mensile, al termine del quale i recipienti di raccolta devono essere accuratamente puliti con acqua ad uso analitico; è necessario pulire con cura anche le pareti dei recipienti di raccolta, in modo da raccogliere tutto il campione ad esse aderente. Il campione viene posto in recipienti per lo stoccaggio e successivamente sottoposto alle fasi di pretrattamento e analisi, come descritto nella scheda MET-07.

Conservazione dei campioni

In questo caso è fortemente sconsigliato, come per il DMOS, qualsiasi procedura di conservazione del campione prelevato che deve invece essere avviato alla misura (spettrometria gamma, di solito) nel più breve tempo possibile. Le misure di fallout sono la più sensibile misura della radioattività presente in atmosfera, anche quella a vita breve o media. Il campione (ormai essiccato o adsorbito su resina) potrà poi essere conservato senza particolari problemi e accorgimenti dopo l'esecuzione delle misura.

1.2.5 Particolato atmosferico

La misura del particolato atmosferico totale in sospensione serve per il monitoraggio della radioattività associata al materiale non gassoso in sospensione in atmosfera, che può essere costituito da composti organici o inorganici di origine antropica, materiale organico proveniente da vegetali, materiale inorganico prodotto da agenti naturali e dall'erosione del suolo. Nelle aree urbane il particolato può avere origine da lavorazioni industriali, dagli impianti di riscaldamento, dall'usura dell'asfalto, degli pneumatici, dei freni e dalle emissioni di scarico degli autoveicoli.

La misura del particolato atmosferico permette di individuare eventuali contaminazioni dovute alla presenza di radionuclidi in aria, che possono o ricadere dagli strati più alti dell'atmosfera o andare incontro a fenomeni di risospensione in aria del suolo contaminato.

Scelta dei punti di prelievo

La stazione di prelievo deve essere ad un'altezza di almeno 2 m dal suolo e preferibilmente in spazi aperti lontano da ostacoli ed edifici, evitando aree ad elevato traffico e polverosità. E' utile allestire il sistema di aspirazione del particolato in modo che sia protetto dagli agenti atmosferici e se possibile in prossimità del sistema per la raccolta della ricaduta umida e secca (fallout), al fine di avere le stesse condizioni di campionamento. E' opportuno registrare i dati meteorologici, quali piovosità, direzione e velocità del vento. I sistemi di aspirazione si possono classificare, in base al volume aspirabile, in sistemi a medio-basso volume (portata di 70-140 litri/minuto) e ad alto volume (portata > 140 litri/minuto). I primi si utilizzano per i prelievi routinari, i secondi in caso di emergenza radiologica, in quanto permettono di ottenere elevate sensibilità di misura e di campionare grandi volumi in breve tempo.

Indipendentemente dal volume aspirabile, i sistemi di aspirazione sono composti da un porta filtro termostato, una pompa aspirante con regolatore di portata, un contatore volumetrico, un filtro. Il filtro può essere di materiali e forme diversi, da scegliere in base alle esigenze del laboratorio. Per una trattazione completa sui diversi materiali consultare il capitolo "Trattamento matrici e metodi di analisi".

Al termine del periodo di campionamento, il filtro deve essere prelevato e poi analizzato. E' necessario annotare data e ora di inizio e fine prelievo e volume aspirato. Il periodo di campionamento consigliato è giornaliero ed è possibile effettuare anche analisi di pacchetti di filtri su base settimanale e mensile. Le modalità di pretrattamento e misura del filtro sono descritte nella scheda MET-09.

In caso di utilizzo di filtri di dimensioni maggiori rispetto a quelle del rivelatore (caso possibile per i sistemi di aspirazione ad alto volume), è necessario ritagliarlo fino alla dimensione adatta al rivelatore.

Mentre la maggior parte dei radionuclidi è fissata alle particelle aerodisperse, alcuni radionuclidi volatili come ^3H e ^{131}I non vengono sufficientemente trattenuti dai filtri. Per lo ^{131}I è possibile utilizzare apposite trappole a carbone attivo posizionate a valle del filtro, che contengono una superficie adsorbente specifica per lo iodio (un sistema di trappole specifiche per lo iodio-131 è in uso presso i laboratori di Arpa Lombardia). I dettagli del pretrattamento sono esplicitati nella scheda MET-10.

Conservazione dei campioni

I filtri prelevati possono essere conservati, senza particolari problemi, in buste o contenitori singoli.

1.2.6 Suolo

La misura di questa matrice permette di valutare la radiocontaminazione di un suolo in seguito ad eventi incidentali, ma anche per studio radioecologici (migrazione in profondità del radionuclide, fattori di trasferimento suolo – pianta).

Scelta dei punti di prelievo

I criteri per la scelta dei punti di prelievo dipendono dallo scopo del campionamento.

Nella maggior parte dei casi le misure di concentrazione di radionuclidi in campioni di suolo servono per stimare l'inventario di quanto si è depositato al suolo in un dato periodo. In questo caso è necessario scegliere un numero di siti di campionamento rappresentativo dell'area di indagine e correlato al grado di approfondimento voluto, oltre che alle caratteristiche pedologiche, litologiche e geomorfologiche dell'area di studio.

Per la valutazione dell'inventario depositato al suolo è utile esprimere la misura in termini di concentrazione per unità di superficie; il campionamento deve essere fatto in modo da poter correlare il peso del campione alla superficie e alla profondità di prelievo. Di particolare importanza è la valutazione della profondità di campionamento ottimale per stimare l'inventario totale dei radionuclidi di interesse (in genere si considera ottimale una profondità che consenta di campionare il 90-95% del radionuclide di studio). La profondità di campionamento dipende dalle caratteristiche del sito di campionamento, ad esempio suoli di alta quota hanno in genere profondità ridotte.

Per i suoli indisturbati, la profondità di campionamento può essere definita con i seguenti approcci:

- approccio uniforme, con profondità di campionamento costanti e indipendenti dalle variazioni naturali delle caratteristiche del suolo;
- approccio non uniforme, basato sulle caratteristiche naturali del suolo, quali la profondità di penetrazione delle radici o le caratteristiche pedologiche; nel secondo caso deve essere prelevato un campione di suolo per ciascun orizzonte pedologico.

Per i suoli perturbati da attività antropiche quali agricoltura e allevamento, per definire la profondità di campionamento possono essere utilizzati i seguenti approcci:

- approccio uniforme, con profondità adattata alle pratiche agricole locali, ad esempio considerando la profondità massima di aratura;
- approccio non uniforme, basato sulle attuali caratteristiche del suolo; ad esempio lo strato superficiale può essere determinato dalla profondità dell'orizzonte disturbato, mentre gli strati inferiori coincidono con gli orizzonti pedologici eventualmente presenti.

Per valutare la deposizione cumulata in un certo intervallo temporale è opportuno scegliere un sito di campionamento indisturbato durante il periodo di interesse, dove, ad esempio, non siano stati eseguiti scavi, arature, rimescolamenti degli strati superficiali. L'area di studio deve essere una zona aperta, pianeggiante, lontano da edifici, alberi o altri manufatti che potrebbero avere reso disomogenea la deposizione del radionuclide al suolo. E' opportuno evitare la vicinanza con strade ad elevato traffico veicolare e polverosità, con impluvi o zone di ristagni idrico e in generale con aree aventi caratteristiche morfologiche o di copertura vegetale nettamente diverse dalle aree circostanti e quindi non rappresentative del sito di studio.

La copertura del suolo ideale per stimare la deposizione al suolo è quella erbosa, sia perché può essere facilmente rimossa durante il campionamento, ed eventualmente analizzata a parte, sia perché garantisce una perturbazione minima della deposizione (alberi ad alto fusto intercettano la pioggia e causano una deposizione del radionuclide al suolo non uniforme).

Di diverso approccio sono gli studi volti alla valutazione dell'erosione del suolo, che hanno presupposti diversi rispetto a quelli descritti in precedenza. La stima della concentrazione di attività di un dato radionuclide serve per valutare la quantità di suolo che viene asportata da una zona di erosione verso una zona di accumulo. I siti di campionamento saranno quindi scelti sia in zone dove si verificano fenomeni erosivi (impluvi, zone di distacco, versanti ripidi e con evidenti segni di erosione), sia dove si verificano fenomeni di accumulo. Per una corretta valutazione dell'erosione occorre anche prelevare alcuni campioni

in un'area di bianco, con caratteristiche simili a quelle delle zone di erosione e accumulo, da usare per il confronto e l'interpretazione dei dati.

Conservazione dei campioni

I campioni possono essere conservati anche per lungo tempo, sia prima che dopo l'analisi. In caso di sospetta presenza di radionuclidi a vita breve si dovrà ovviamente procedere immediatamente con l'analisi. In ogni caso è buona norma non conservare mai i campioni così come sono stati prelevati bensì procedere subito al pretrattamento e poi eventualmente stoccare il campione essiccato.

1.2.6.1 Modalità di campionamento

Le tecniche di campionamento possibili sono le seguenti: trivella, sagoma o trincea, tubo spaccato.

Oltre agli strumenti da utilizzare in base alla modalità di campionamento scelta (trivella o trincea o tubo spaccato), sono necessari i seguenti materiali:

- mazza, vanga, cazzuola, coltello per prelevare il campione;
- bindella, righello, metro rigido per misurare la profondità di campionamento e la distanza tra i punti di campionamento;
- falchetto, forbici, cesoie per asportare la copertura vegetale;
- spatole, palette e cazzuole per il prelievo dei campioni;
- sacchetti in plastica o in tela per la conservazione dei campioni e il trasporto verso il laboratorio;
- pennarello, nastro adesivo, etichette resistente all'umidità per identificare univocamente i campioni;
- guanti da lavoro.

All'atto del prelievo il materiale vegetale che ricopre il suolo (manto erboso, muschio, foglie secche) deve essere rimosso ed eventualmente misurato a parte, ad esempio per condurre studi sui fattori di trasferimento suolo - pianta. L'erba e i piccoli arbusti devono essere tagliati alla minima altezza possibile, evitando lo sradicamento che comporterebbe anche la rimozione di parte del suolo; le radici andranno a far parte del materiale che dovrà essere rimosso dai campioni di suolo degli strati sottostanti.

Altri materiali presenti nel campione, quali sassi, radici, sostanze organiche vegetali, insetti e piccoli invertebrati, verranno separati dai campioni di suolo durante la fase di setacciatura ed eventualmente misurati, se ritenuto interessante ai fini del campionamento.

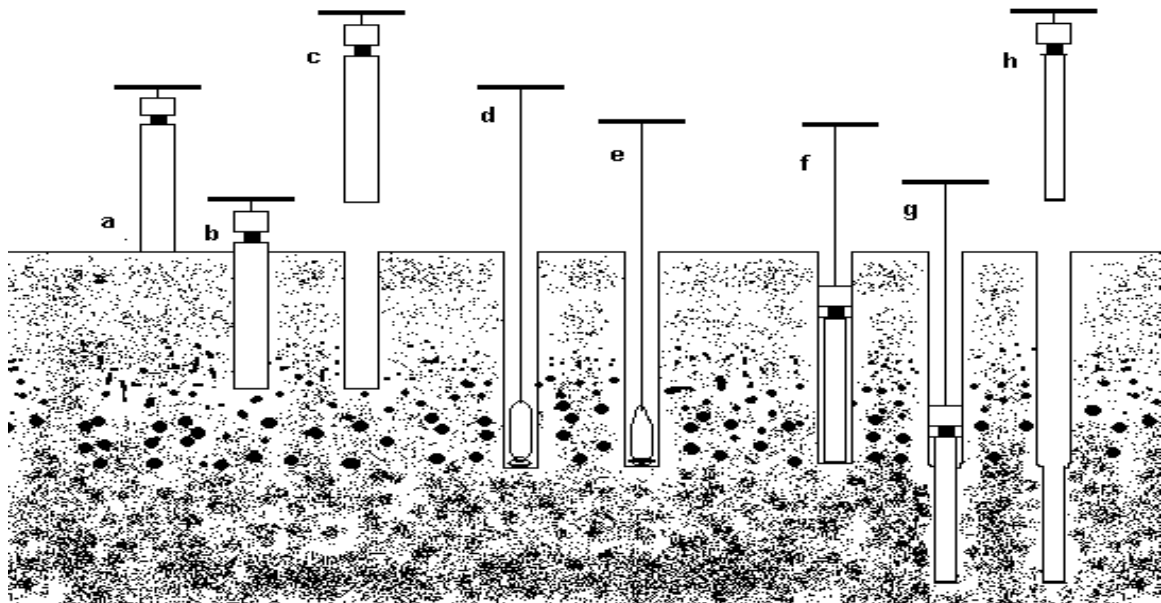
1.2.6.1.1 Campionamento con trivella

La trivella è costituita da un'asta di acciaio con una punta a vite di passo lungo, che, fatta ruotare su se stessa, permette di penetrare nel suolo fino a una desiderata profondità. La trivella viene estratta dal suolo e il campione rimosso e posizionato in un apposito sacchetto; questa operazione viene ripetuta per ogni sub-aliquota del punto di prelievo, unendo insieme le aliquote fino ad ottenere un unico campione rappresentativo.

Le caratteristiche delle trivelle, quali diametro e larghezza delle lame della punta, devono essere scelte in base alle caratteristiche pedologiche del suolo da campionare.

I vantaggi del campionamento mediante trivella sono la rapidità delle fasi di campionamento e di preparazione del campione, oltre all'elevato numero di punti di campionamento e al valore statistico del campionamento, essendo possibile raccogliere un alto numero di campioni per ogni sito. Permette quindi uno screening veloce sui livelli di radiocontaminazione anche su territori estesi.

Gli svantaggi principali sono l'impossibilità di valutare in modo preciso la distribuzione verticale dei radionuclidi nel suolo, poiché è possibile trivellare a diverse profondità in modo grossolano. E' inoltre necessario disporre di tipi di trivelle diversi a seconda delle caratteristiche del suolo oggetto di campionamento (suolo più o meno argilloso, ghiaioso).



1.2.6.1.2 Campionamento con trincea e sagoma

I metodi di campionamento con trincea e sagoma permettono di prelevare strati di suolo a diverse profondità, risultando utili per gli studi sulla migrazione verticale nel suolo di un dato radionuclide.

Il metodo della trincea prevede lo scavo di una buca dalla quale vengono successivamente asportati i vari strati di suolo.

Il metodo della sagoma prevede di fare penetrare una sagoma nel suolo a diverse profondità, usandola come guida per il prelievo degli strati di suolo.

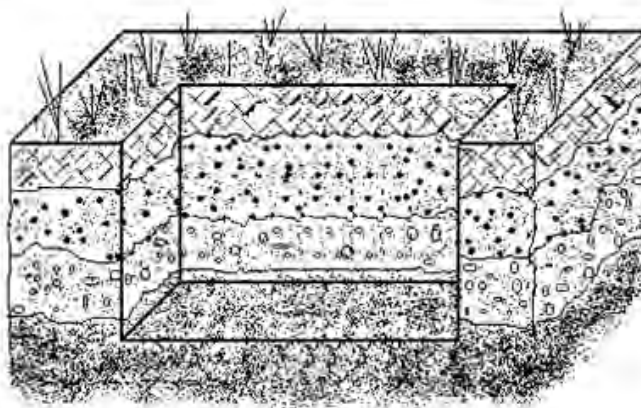
Prima del campionamento deve essere stabilita la superficie di prelievo (tipicamente 30x 30 cm²) e la profondità di prelievo (ad esempio spessore dello strato di 5 cm, fino a una profondità massima di 30 cm). Quest'ultima può essere definita anche in base allo spessore dei singoli strati pedologici. Tali caratteristiche del campionamento sono molto importanti per ottenere un dato rappresentativo dell'area di studio e devono essere attentamente valutate prima del campionamento.

I vantaggi di queste tecniche di campionamento sono i seguenti:

- la possibilità di separare in campo i vari strati di suolo, o secondo una profondità desiderata o sulla base degli orizzonti pedologici;
- la possibilità di campionare qualunque tipo di suolo;
- la possibilità di ottenere grossi volumi per ogni strato;
- la semplicità della strumentazione necessaria.

Gli svantaggi sono i tempi di prelievo molto lunghi, che pongono un limite al numero di campioni prelevabili per ogni sito e quindi alla rappresentatività statistica dei campioni.

Questa tecnica di campionamento è pertanto adatta per studi a piccola scala relativi alla distribuzione e migrazione dei radionuclidi in profondità e al trasferimento suolo – pianta del radionuclide.



1.2.6.1.3 Campionamento con tubo spaccato

Il campionatore a tubo spaccato è costituito da un tubo in acciaio inossidabile diviso in due parti, utile per effettuare rapidi campionamenti.

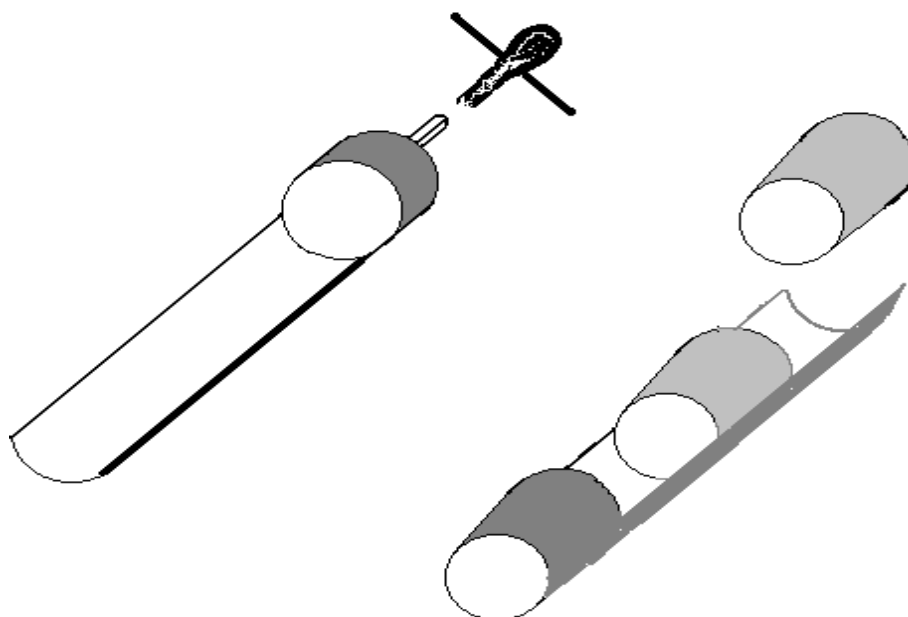
Il campionatore è dotato di una robusta testa adatta alla percussione e viene inserito verticalmente nel suolo a colpi di martello. Il campionatore, dopo aver subito un mezzo giro per allentare la presa con il suolo, può facilmente essere rimosso a mano o con un apposito estrusore. Le due parti del campionatore possono essere facilmente separate sbloccando un apposito fermo. I campioni possono essere raccolti in vario modo: con l'ausilio di contenitori in plastica a foglio oppure mediante anelli porta campione; entrambe le modalità sono di rapida esecuzione.

I vantaggi di questa tecnica di campionamento risiedono nella possibilità di separare strati diversi di suolo, in base alla profondità desiderata o agli orizzonti pedologici, in campo o in laboratorio; è inoltre una tecnica rapida, sia nella fase di campionamento, che in quella di assemblaggio del campione.

Gli svantaggi sono la difficoltà di uso del campionatore su suoli molto ricchi di scheletro, poiché il puntale del tubo si deteriora rapidamente, e il volume ridotto di campione ottenibile dal singolo prelievo.

Gli svantaggi più evidenti sono la difficoltà di uso della tecnica su suoli molto ricchi di scheletro (il puntale del tubo si rovina rapidamente nonostante sia in acciaio) ed il ridotto volume del campione che si ottiene per ogni singolo campionamento.

Questa tecnica di campionamento è adatta per studi a larga scala sulla distribuzione e migrazione dei radionuclidi in profondità e sul trasferimento suolo – pianta del radionuclide.



Vantaggi e svantaggi dei vari metodi

Il campionamento mediante trivella olandese presenta i seguenti vantaggi:

- rapidità di campionamento;
- rapidità di preparazione del campione.

Tale modalità permette quindi di ottenere in tempi brevi una notevole densità di campionamento (alto numero di siti campionati) ed una notevole statistica (alto numero di campioni per ogni sito). Per contro è impossibile valutare la distribuzione dei radionuclidi lungo il profilo pedologico ed è necessario disporre di diversi tipi di trivella a seconda delle varie tipologie di suolo. Tale metodo si rivela utile, quindi, per la rapida valutazione della deposizione di radiocontaminanti anche su un vasto territorio. Mediante trivellazioni successive è inoltre possibile ottenere una grossolana ma rapida valutazione della profondità della contaminazione.

Il campionamento con i metodi della trincea o della sagoma presenta i seguenti vantaggi:

- possibilità di separare in campo i vari strati di suolo, secondo la profondità o gli orizzonti pedologici;
- possibilità di esecuzione del campionamento praticamente con qualunque tipo di suolo;
- possibilità di ottenere grossi volumi per ogni strato;
- semplicità della strumentazione necessaria.

Per contro tale metodo richiede tempi assai lunghi e non è quindi possibile effettuare un grande numero di campionamenti per ogni sito. Inoltre, volendo separare il profilo di suolo secondo gli orizzonti pedologici, è necessario che il campionamento venga effettuato da un pedologo. Tale metodo può quindi essere usato per effettuare studi sulla distribuzione e migrazione dei radionuclidi lungo i profili pedologici, oltretutto sul trasferimento dei radionuclidi dal suolo ai vegetali quando il suolo presenti grosse quantità di scheletro ed il numero dei siti da studiare sia limitato.

La metodologia mediante campionatore a tubo spaccato presenta i seguenti vantaggi:

- possibilità di separare i vari strati del suolo (secondo la profondità o gli orizzonti pedologici) sia in campo che in laboratorio;
- relativa rapidità di campionamento.

Gli svantaggi più evidenti sono la difficoltà di uso della tecnica su suoli molto ricchi di scheletro (il puntale del tubo si rovina rapidamente nonostante sia in acciaio) ed il ridotto volume del campione che si ottiene per ogni singolo campionamento.

Tale metodologia di campionamento risulta quindi ideale per lo studio della migrazione dei radionuclidi nel suolo e per lo studio del trasferimento dei radionuclidi stessi dal suolo ai vegetali. La Tabella 1 riassume quanto detto finora.

| | Trivelle | Campionatori a tubo spaccato | Trincea |
|-----------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Rapidità di campionamento | ●●● | ●● | ● |
| Rapidità di preparazione dei campioni | ●●● | ● | ● |
| Possibilità di elevata statistica | ●●● | ●● | ● |
| Possibilità di utilizzo con qualunque tipo di suolo | ●● | ● | ●●● |
| Numero di informazioni | ● | ●●● | ●●● |
| Uso consigliato | Valutazioni rapide di contaminazioni superficiali su grande e piccola scala. | Studi su grande scala della distribuzione e migrazione dei radionuclidi lungo i profili pedologici. Studi sul trasferimento dei radionuclidi dal suolo ai vegetali. | Studi sulla migrazione e distribuzione dei radionuclidi lungo i profili pedologici su qualunque tipo di suolo ma su piccola scala. |
| Legenda: ●●● alta; ●● media; ● bassa. | | | |

Tabella 1: Tabella comparativa delle tre metodologie di campionamento.

1.2.6.1.4 Campionamento in caso di rilasci accidentali

In caso di contaminazione di un'area in seguito ad un evento incidentale, è necessario intervenire il prima possibile con campionamenti in tutta l'area sospetta, eseguendo nel contempo le opportune valutazioni di radioprotezione per gli operatori.

L'obiettivo di questi studi è determinare l'estensione della contaminazione superficiale e, in caso di una contaminazione diffusa in modo eterogeneo, valutarne la variabilità spaziale.

In caso di una contaminazione radioattiva recente, è consigliabile campionare il suolo superficiale fino a una profondità massima di 5 cm; poiché la concentrazione di attività sarà espressa in termini di superficie, è opportuno riferire la massa di suolo prelevata ad una superficie di prelievo precisa.

In caso di una contaminazione radioattiva non recente, la procedura di campionamento deve considerare la mobilità del radionuclide nel suolo. E' necessario effettuare un campionamento di diversi strati fino a una profondità massima, che dipende sia dalla velocità di migrazione verticale del radionuclide nel suolo, sia dalle caratteristiche chimiche e fisiche del suolo e del radionuclide stesso.

In caso di contaminazione da fallout, la deposizione può risultare molto eterogenea; è pertanto opportuno effettuare i campionamenti in aree pianeggianti aperte, senza copertura arborea e lontano da edifici e alberi.

Campionamenti di suolo possono rendersi necessari anche nei seguenti casi:

- contaminazione dovuta a un'attività condotta in passato, già nota e ben definita;
- contaminazione dovuta a un'attività condotta in passato, ma conosciuta in modo approssimativo e mai caratterizzata prima.

Nel secondo caso, sarà necessario prima di tutto eseguire un'indagine conoscitiva del sito per dare una prima caratterizzazione della contaminazione. Il primo passo consiste nell'effettuazione di misure di rateo di dose gamma in aria; è molto utile affiancare fin da subito a queste misure anche rilievi spettrometrici in campo per identificare i radionuclidi responsabili della contaminazione. Accanto alle misure di radioattività, è bene indagare sulla "storia" ambientale e industriale del sito in esame: la conoscenza di questi aspetti è molto importante per l'interpretazione dei dati e dei rilievi radiometrici.

In caso di rilascio di un effluente liquido o aeriforme, occorre reperire velocemente informazioni sul tipo di effluente e sulle modalità di dispersione e deposizione del contaminante; se l'effluente è liquido, le informazioni da reperire sono la composizione chimica e la quantità di liquido fuoriuscita e le caratteristiche chimiche del contaminante radioattivo presente. Se l'effluente è aeriforme, è opportuno conoscere le dimensioni del particolato e i principali parametri meteorologici, quali direzione e velocità del vento, piovosità al momento dell'incidente. E' inoltre necessario valutare le caratteristiche morfologiche e orografiche della zona interessata dal rilascio, con particolare attenzione ai centri abitati più vicini. I punti di campionamento possono essere scelti sulla base di uno schema a maglie regolari, intensificando i prelievi lungo la direzione prevalente del vento.

1.2.7 Muschi

Il monitoraggio della radioattività nei muschi è di particolare interesse a causa dell'elevata capacità di accumulo di radionuclidi derivanti dalla deposizione, senza alcun contributo derivante dall'assorbimento dal suolo.

Per il campionamento sono da privilegiare specie di muschi che formano tappeti (genere Hypnum e Isoetecium); la parte inferiore del tappeto è costituita dalla parte del muschio in decomposizione che poggia direttamente sul substrato minerale, mentre la parte superiore è formata da fusti del muschio fittamente addensati.

Scelta dei punti di prelievo

I siti di prelievo campionamento devono essere lontani da strade ad elevato traffico e da centri abitati, preferibilmente nelle vicinanze di stazioni meteorologiche dotate di pluviometro. E' opportuno cercare di rappresentare il territorio di indagine nella sua totalità, raccogliendo un numero rappresentativo di campioni.

Lo spessore dei campioni di muschio deve essere di almeno 1 cm, prediligendo muschi che crescono su una superficie orizzontale (rocce, sassi) di almeno 100 cm². Evitare muschi che crescono verticalmente o al riparo dalle precipitazioni atmosferiche.

Conservazione dei campioni

La conservazione di un campione di muschio non è particolarmente critica. A temperatura ambiente o in frigorifero.

1.2.8 *Funghi, bacche, selvaggina, pesci di lago*

Tali matrici hanno un grande interesse radiometrico a causa dell'elevato contenuto di radioattività ancora presente in alcuni ecosistemi indisturbati, quali i boschi, e della rilevanza radiologica che il consumo di questi alimenti può costituire per alcuni gruppi della popolazione.

Scelta dei punti di prelievo

I criteri per l'individuazione dei punti di prelievo variano in base alla matrice.

I funghi devono essere prelevati direttamente in zone boschive o presso aziende alimentari di commercializzazione e trasformazione.

Bacche, selvaggina e pesci di lago devono essere prelevati presso zone boschive, allevamenti, pescherie o centri di smistamento delle catene alimentari.

Conservazione dei campioni

Vale quanto detto per i campioni alimentari. In frigorifero, a 4° C. Da valutare, in taluni casi, il congelamento del campione nel caso in cui fosse impossibile l'analisi della matrice in tempi brevi.

1.2.9 *Vegetali acquatici*

I vegetali acquatici quali alghe e *Fanerogame* possono essere sia terrestri sia acquatici lacustri, fluviali o marini.

Scelta dei punti di prelievo Le stazioni vanno selezionate in modo da permettere il prelievo, nello stesso punto, del maggior numero di matrici marine e di seguire l'evoluzione nel tempo del livello di radioattività ambientale in diversi compartimenti di un unico microambiente.

Il prelievo del campione viene eseguito per mezzo di una draga o, se in prossimità delle rive del fiume o del lago, con una falce e un contenitore per la raccolta. Per ogni punto devono essere prelevati almeno 2 kg di materiale.

Conservazione dei campioni

Non raccomandata. Se necessario, il campione raccolto può essere conservato aggiungendo formalina al 4%.

1.3 **Dose gamma in aria**

La misura del rateo di dose gamma assorbita in aria, spesso indicata brevemente come dose gamma in aria, è il principale presidio di radioprotezione in caso di grave incidente radiologico o nucleare. In questa misura viene quantificata la dose sia dei raggi gamma sia dei raggi X generati nel decadimento radioattivo. Per sua natura non è una misura molto sensibile a piccoli incrementi di origine antropica, dal momento che il livello di fondo ambientale è relativamente elevato e soggetto a importanti fluttuazioni giornaliere e stagionali. Resta tuttavia una misura di grande importanza radioprotezionistica soprattutto per la sua relativa semplicità di esecuzione. Infatti, a differenza di tutte le altre misure di radioattività che necessitano di procedure di analisi più o meno complesse, la misura del rateo di dose in aria fornisce un risultato immediato, subito utilizzabile per le valutazioni di radioprotezione. Si può senz'altro dire che in questo caso campionamento e misura coincidono di fatto in un unico momento.

Per questi motivi le misure di dose gamma in aria si prestano molto bene per essere organizzate in reti automatiche di monitoraggio in continuo dei livelli di radiazione, attorno a installazioni nucleari o anche semplicemente distribuite sul territorio per la valutazione in tempo reale dei livelli di dose a cui è esposta la popolazione.

Nonostante la loro importanza, non discuteremo in questa sede delle reti automatiche di monitoraggio e della loro architettura. Verranno invece brevemente descritte le modalità di esecuzione di misure puntuali di dose gamma, in un generico ambiente esterno. Molte di queste considerazioni potranno tuttavia essere applicate anche ai singoli sensori che costituiscono una rete di monitoraggio.

Vi sono comunque delle *regole di buona tecnica* che occorre seguire qualunque sia il tipo di misura che si sta effettuando:

- lo strumento deve essere posizionato in campo aperto, lontano da tettoie, edifici, muri, etc.;
- la superficie deve essere pianeggiante;
- lo strumento, se possibile, deve essere posto a un'altezza di circa 1 metro dalla superficie del

terreno;

- occorre conoscere l'altitudine sul livello del mare del punto in cui si sta effettuando la misura;
- occorre annotare le condizioni meteorologiche e il tipo di terreno;

1.3.1 Strumentazione

Sono numerosi i tipi di strumenti idonei allo scopo disponibili sul mercato. I più semplici sono i rivelatori a gas e gli scintillatori. I primi funzionano sfruttando la ionizzazione che i raggi gamma e X producono nel gas all'interno dello strumento. La carica elettrica viene quindi raccolta da una differenza di potenziale e genera un segnale elettrico. Fanno parte di questa categoria i rivelatori Geiger-Mueller e i contatori proporzionali. Gli scintillatori sono invece solidi che hanno la proprietà di emettere fotoni in seguito all'eccitazione dei livelli molecolari da parte dei raggi gamma e X incidenti. Con l'ausilio di un fotomoltiplicatore il segnale luminoso viene convertito in un segnale elettrico. Tutte le diverse parti strumentali vengono assemblate in una struttura protettiva, in genere metallica, che permette un'adeguata protezione quando lo strumento è utilizzato in campo.

Gli strumenti per la misura di rateo di dose in aria possono fornire in genere il risultato sia in conteggi che in unità di misura della dose. Quindi sul display potranno essere visualizzati per esempio i cps (conteggi per secondo) o i mGy/h o mSv/h (o anche, i loro sottomultipli). Ovviamente se si fa una misura integrata lo strumento fornisce la dose accumulate nell'intervallo di tempo di misura e il dato sarà quindi espresso in genere in μGy o μSv (oppure mGy o mSv).

Anche strumenti più complessi come gli spettrometri (in grado cioè di effettuare lo spettro gamma della radiazione incidente sul rivelatore) hanno talvolta la possibilità di fornire contemporaneamente anche misure di rateo di dose in aria.

1.3.2 Efficienza e sensibilità

L'efficienza e la sensibilità di un rivelatore dipendono dalle caratteristiche del rivelatore stesso. A parità di tipologia di rivelatore l'efficienza aumenta all'aumentare del volume sensibile. La scelta delle dimensioni sarà quindi influenzata dall'impiego che si vuole fare dello strumento. Per gli strumenti fissi è possibile quindi prediligere grandi volumi sensibili (migliaia di cm^3), mentre per gli strumenti portatili occorre trovare il compromesso migliore tra volume sensibile e maneggevolezza. In genere i volumi sensibili per gli strumenti portatili non superano le centinaia di cm^3 , in modo che le dimensioni massime degli strumenti non vadano oltre i 50 cm e il peso complessivo non ecceda i 3-4 kg. Il costruttore in genere fornisce l'efficienza dello strumento espressa in termini di cps/($\mu\text{Sv/h}$) o cps/(μGy), esprimendo con ciò il numero di conteggi al secondo corrispondenti all'unità di rateo di dose prescelta.

La sensibilità di uno strumento è invece la sua capacità di essere in grado di rivelare la radiazione. Essa ha una forte dipendenza dall'energia dei fotoni gamma o X incidenti. Ovviamente più le pareti che proteggono il volume sensibile sono spesse e costituita da materiali con alto potere schermante, più i raggi gamma e X di bassa energia faticheranno ad essere rivelati. Esistono tuttavia rivelatori a finestra sottile che permettono la misura di raggi gamma o X a partire da energie molto basse, dell'ordine dei 20-30 keV o anche meno; il limite superiore di energia è di solito tra attorno 1,5 – 2 MeV.

Gli strumenti più sensibili sono in grado di apprezzare variazioni di rateo di dose dell'ordine di 5 nSv/h. L'utilizzo di questo tipo di strumenti è indicato per misure ambientali in situazioni di normalità, ma può non essere raccomandato per situazioni incidentali gravi, dove la presenza di elevati ratei di dose non può essere esclusa a priori; in questi casi infatti (per ratei di dose $> 100 \mu\text{Sv/h}$) tali strumenti possono andare incontro a fenomeni di saturazione tali da rendere impossibile la misura. In caso di incidenti o in condizioni di emergenza è quindi auspicabile l'uso di strumenti meno sensibili ai bassi ratei di dose ma in grado di misurare fino ad almeno diverse decine di mSv/h.

E' comunque essenziale, per ogni strumento, tenere presente gli intervalli di energia e di rateo di dose indicati dal costruttore entro cui è garantita la linearità della risposta dello stesso.

1.3.3 Tempi di risposta e tempi di misura

Il tempo di risposta di uno strumento dipende dal tipo di strumento e dalla dose misurata. In genere gli scintillatori hanno tempi di risposta più brevi dei rivelatori a gas. Per tutti però accade che per dosi

maggiori i tempi di risposta sono minori. In genere tutti gli strumenti non sono immediatamente utilizzabili dopo l'accensione, ma necessitano di un breve tempo di stabilizzazione (in genere dell'ordine di pochi minuti). Trascorso tale tempo lo strumento inizia a funzionare correttamente. Tutti gli strumenti hanno la possibilità, oltre alle misure istantanee, di fornire il valore medio di rateo di dose relativo a un tempo di misura fissato dall'operatore.

Se il costruttore fornisce i tempi di risposta in funzione del rateo di dose si può per semplicità adottare un tempo di misura doppio del tempo di risposta per avere una buona statistica. Se invece si vuole adottare un approccio più rigoroso si può calcolare, in base all'efficienza fornita dal costruttore e al rateo di dose misurato, il tempo di misura ottimale per raggiungere un determinato livello di incertezza di misura. Se per esempio lo strumento indica valori di rateo di dose di circa $1 \mu\text{Sv/h}$ e il costruttore specifica che per ratei simili lo strumento fornisce 5 cps, se si vuole avere un errore relativo sui conteggi di 1% si deve misurare per 2000 secondi.

1.3.4 Taratura e incertezza di misura

A volte il costruttore fornisce una stima dell'incertezza di misura, che in genere è attorno al 10-20 %, a seconda dei livelli di rateo di dose che si stanno misurando (per ratei maggiori si ha un'incertezza minore a causa della migliore statistica di conteggio).

Tutti gli strumenti portatili andrebbero periodicamente calibrati presso un Centro di taratura LAT, per verificare la discordanza tra il valore da loro misurato e il rateo di dose certificato a cui sono sottoposti. In genere la taratura viene effettuata su almeno 3 energie di raggi gamma (per esempio ^{241}Am a 49 keV; ^{137}Cs a 662 keV e ^{60}Co a 1,17 e 1,33 keV). In questo modo è possibile correggere il valore misurato dallo strumento per un opportuno fattore di correzione che dipende dall'energia dei raggi gamma o X incidenti sul rivelatore stesso. Per le energie intermedie i fattori correttivi potranno quindi essere ottenuti per interpolazione. Nel caso pratico di misure in campo, quando cioè si ha a che fare con sorgenti gamma "miste" cioè con componenti gamma a diverse energie provenienti spesso dai radionuclidi naturali, il fattore di correttivo di taratura da impiegare sarà dato, in linea di principio, da una media pesata sulle varie emissioni; non sempre, tuttavia è possibile avere le informazioni (spettrometriche) necessarie per un calcolo accurato di tale fattore. In questi casi si possono quindi seguire i seguenti approcci:

- non effettuare alcuna calcolo *ad hoc* del fattore correttivo e fornire il dato corretto per l'energia di un radionuclide di riferimento (per esempio, 661,7 keV del ^{137}Cs).
- correggere per un fattore standard assumendo una distribuzione tipica "naturale" delle emissioni gamma

E' ogni caso è importante indicare il riferimento di taratura: la lettura pura e semplice sul display del rateo di dose fornito dallo strumento non è da considerarsi in ogni caso appropriata.

1.3.5 Scelta del sito e modalità di misura

La scelta del sito di misura è dettata dalla finalità dell'indagine. Conoscere l'altitudine del sito è comunque sempre fondamentale, in quanto essa fornisce un'indicazione sul contributo dei raggi cosmici al valore misurato, contributo assai sensibile alle variazioni di quota..

Siccome non in tutti i siti è possibile avere le condizioni ideali di misura (spazi aperti e pianeggianti), anzi in alcuni casi lo scopo delle misure è proprio quello di valutare la dose in aria in punti particolari (vicino a rocce, in grotte, ecc.) dove si è in condizioni di "cattiva geometria", è di fondamentale importanza annotare le caratteristiche del sito. Anche le condizioni meteorologiche presenti al momento della misura sono da annotare con precisione, in quanto possono in taluni casi influire sul risultato.

A seconda delle finalità dell'indagine e delle caratteristiche del sito, ci possono essere varie modalità di misura.

Una prima modalità consiste nel montare lo strumento su un cavalletto, possibilmente a 1 metro dalla superficie del terreno, e misurare il rateo di dose presente nel punto. In questi casi può essere conveniente, se lo strumento lo permette, impostare un tempo di misura entro cui registrare la dose accumulata: il rateo di dose sarà quindi dato semplicemente come valore medio entro l'intervallo di misura. Il tempo di misura impostato per ogni singolo rilevamento dipende ovviamente dal tempo che si ha a disposizione, dal numero

di punti in cui si vuole effettuare la misura e dall'errore che si vuole avere sul risultato; di solito un tempo di 10 minuti è più che sufficiente per ottenere un dato affidabile.

Se invece lo scopo dell'indagine è quello di valutare le differenze di dose in punti differenti di un medesimo sito (per esempio a diverse distanze da rocce o materiali particolari) o la ricerca di punti di accumulo di radionuclidi o di sorgenti radioattive disperse, occorre camminare lentamente con lo strumento in mano, cercando di tenerlo ad un'altezza dal suolo costante, e osservare la variazione del rateo di dose. Nei punti di maggior interesse così individuati, si potranno eventualmente effettuare misure più specifiche (per esempio posizionando lo strumento sul cavalletto, se il punto lo consente, o misurando per tempi più lunghi).

1.4 Valutazione dell'incertezza di campionamento e gestione delle serie storiche di dati

Incertezza di campionamento

In generale, nella definizione di ogni piano di monitoraggio, deve essere tenuta in conto la variabilità nel processo di campionamento. In particolare ciò è di fondamentale importanza quando il piano di monitoraggio è finalizzato alla determinazione del valore della contaminazione presente in un dato sito. In questi casi si può dire che il processo di misurazione comprenda anche il campionamento e, per questo motivo, l'incertezza di misura deve tenere conto anche di questo contributo oltre che quello dell'analisi di tipo strumentale. Questa situazione si verifica se il "misurando", ovvero "la quantità che si intende misurare", è relativo alla proprietà/caratteristica di un insieme che il campione intende rappresentare e da cui il campione è stato prelevato, e non al solo campione di laboratorio. Ogni laboratorio, indipendentemente dal settore di indagine in cui opera, si pone il problema di come poter quantificare tale contributo (singolarmente o insieme alla parte analitica). Le stesse norme internazionali (UNI EN ISO/IEC 17025), in merito ai requisiti di competenza dei laboratori di prova, richiedono di considerare il campionamento e di valutarne la variabilità (punto 5.7 della norma ISO). Aver introdotto questo requisito costituisce un elemento di spinta verso la piena considerazione del campionamento nel processo di misura. La contemporanea introduzione di un inciso "se possibile", riferito alla quantificazione della variabilità di campionamento, conferma tuttavia la perdurante difficoltà dei laboratori a rispondere integralmente a questo requisito. Al contempo, norme internazionali o nazionali di recepimento di direttive fanno sempre più riferimento a requisiti di prestazione dei metodi di misura (incertezza obiettivo, ripetibilità, riproducibilità, recupero per un intervallo di concentrazioni, etc.), ma non considerano ancora adeguatamente la fase di campionamento. La vaghezza con cui le norme internazionali affrontano in campo ambientale tale aspetto si ritrova in frasi quali "il metodo di campionamento applicato deve assicurare che il campione aggregato sia rappresentativo per il lotto da controllare" (Direttiva 2003/78/CE, ed ancora "....il controllo di qualità del campionamento e della manipolazione del campione è considerata, tenendo conto di guide e norme di riferimento internazionali e, dove i dati sono disponibili, dell'incertezza del campionamento e del trasporto" (Decisione della Commissione su monitoraggio chimico e qualità dei risultati analitici in accordo alla Direttiva 2000/60/CE). Il campionamento e la sua variabilità sono rientrati a pieno titolo tra gli aspetti da considerare ma non ci si spinge a definire i requisiti di prestazione accettabili o tollerati e a come quantificarli.

La varianza analitica/strumentale si lega a quella di campionamento sulla legge base della propagazione degli errori. In accordo a tale relazione, l'incertezza di campionamento è definita da IUPAC come "la parte dell'incertezza di misura attribuibile al campionamento". Studi e guide internazionali relativamente recenti hanno cercato di sistematizzare i possibili approcci alla valutazione dell'incertezza di misura inclusiva del contributo del campionamento e l'approccio empirico (conosciuto anche come empirical, top-down o olistico) è uno di questi. Secondo questo metodo, l'incertezza di misura è valutata senza necessità di identificare e quantificare ogni singolo contributo ma, a seconda del disegno sperimentale e statistico, quantificando quattro componenti legate alla ripetibilità e allo scostamento sia analitico che di campionamento. In linea teorica si presenta come un approccio flessibile e con la più ampia applicazione in diversi campi di misura (sia chimica che fisica) e per diverse matrici.

Lo schema più semplice (con campionamenti replicati ad opera di un singolo campionario) consente la quantificazione della componente di ripetibilità del campionamento, valutando gli effetti casuali della misura. L'analisi replicata di ogni campione prelevato consente di separare, ricorrendo all'ANOVA, i

contributi all'incertezza di misura derivanti, rispettivamente, da campionamento ed analisi. Tale metodo può essere applicato con successo e agevolmente nel campo di studi di radioattività ambientale.

Per considerare la componente sistematica della variabilità associata al campionamento bisogna tuttavia fare un passo ulteriore. Tale valutazione risulta generalmente più complessa ed onerosa dovendo ricorrere, ad esempio, a siti di riferimento per il campionamento (analoghi ai materiali di riferimento per l'analisi) e a circuiti d'interconfronto per il campionamento. I risultati di misure eseguite in circuiti d'interconfronto per il campionamento, oltre ad essere la base per valutare la prestazione di diversi operatori, possono essere utilizzati per la stima di incertezza di misura, inclusiva degli effetti sistematici (analisi e campionamento). Recenti esperienze hanno mostrato che il metodo empirico applicato a tale scopo nell'ambito di circuiti d'interconfronto tra campionatori, opportunamente strutturati, porta a stime dell'incertezza estesa di misura che raddoppia una volta considerato il contributo degli effetti sistematici del campionamento (variabilità tra operatori/campionatori).

La valutazione dell'incertezza di campionamento è un'informazione che è comunque utile ed interessante anche quando il piano di monitoraggio non è tanto finalizzato alla definizione di un valore caratteristico di contaminazione quanto piuttosto a conoscere se la contaminazione o l'anomalia radiometrica siano eventualmente presenti. In questo caso, dal momento che l'incertezza di campionamento influenza l'incertezza complessiva, si dovrà opportunamente tenerne conto nell'ambito della valutazione dei limiti di decisione e di rilevabilità.

Gestione delle serie storiche di dati

Lo studio dell'evoluzione di un fenomeno nel tempo può avere diversi scopi:

- fare previsioni
- controllare il fenomeno
- ricercare dati anomali
- individuare componenti non facilmente osservabili

La prima operazione che si deve fare nella trattazione di una serie storica di dati è un'analisi descrittiva.

Scopo di tale analisi è in generale quello di mettere in evidenza:

- eventuali trend
- stagionalità (periodicità)
- accidentalità della componente erratica

Per la determinazione e la valutazione quantitativa del trend si procede di solito effettuando una regressione dei dati sperimentali $x(t)$ rispetto a una funzione nota del tempo $f(t)$:

$$x(t) = f(t) + \varepsilon(t)$$

dove $\varepsilon(t)$ è la componente erratica.

A questo scopo si possono utilizzare diverse funzioni: polinomiali, razionali o, se si conoscono già le cause del trend, dei modelli cosiddetti esplicativi che contengono ben precise funzioni matematiche.

Una stima locale del trend può essere ottenuta anche mediante l'utilizzo della media mobile

Per l'analisi delle componenti stagionali si possono impiegare metodi basati sull'impiego delle medie mobili o anche modelli di regressione armonici.

L'analisi della funzione di autocorrelazione, data da:

$$\rho_k = \text{COV}(x_t, x_{t-k}) / \sigma^2$$

dove k è il k -esimo dato della serie storica, è utile invece per valutare la presenza nella serie storica di fenomeni diversi dal "rumore bianco".

Bibliografia

- ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 2000: "Sistema nazionale conoscitivo e dei controlli in campo ambientale. Guida tecnica sulle misure di radioattività ambientale derivanti dall'adeguamento dei relativi insiemi di dati" Centro Tematico Nazionale Agenti Fisici (CTN AGF) Doc. AGF-T-GTE-00-02.
- ISPRA (Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale), 2012 n° 83: Linee guida per il monitoraggio della radioattività.
- ISO 18589-2, 2007: Measurement of radioactivity in the environment – Soil, Part 2: Guidance for the selection of the sampling strategy, sampling and pre-treatment of samples.
- ISO/IEC GUIDE 99: 2007 – International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM). International Organization for Standardization (ISO), Geneva.
- UNI CEI 70099:2008 - Vocabolario Internazionale di Metrologia - Concetti fondamentali e generali e termini correlati.
- UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005 – Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura.
- Direttiva 2003/78/CE dell'11 agosto 2003 relativa ai metodi di campionamento e di analisi per il controllo ufficiale dei tenori di patulina nei prodotti alimentari.
- Decisione della Commissione su monitoraggio chimico e qualità dei risultati analitici in accordo alla Direttiva 2000/60/CE.
- de Zorzi, P., Barbizzi, S., Belli, M., Ciceri, G., Fajgelj, A., Moore, D., Sansone, U., and Van der Perk, M., 2005. Terminology in soil sampling (IUPAC Recommendation 2005). *Pure Appl. Chem.*, 77, 5, 827–841.
- Ramsey, M.H., Ellison, S.L.R., 2007. Eurachem/EUROLAB/CITAC/Nordtest/AMC Guide, Measurement uncertainty arising from sampling: a guide to methods and approaches.
- UNICHIM, 2009. Campionamento ed analisi in campo ambientale. Stima dell'incertezza di misura, Manuale n°202, Edition 2009.
- Ramsey, M.H., 1998. Sampling as a source of measurement uncertainty: techniques for quantification and comparison with analytical sources. *J. Anal. Atom. Spectrom.* 13, 97–104.
- Barbizzi, S., Pati, A., 2008, Sampling in freshwater environments: suspended particle traps and variability in the final data. *Appl.Rad.Isotopes*, 66, 1595-1598.
- Ramsey, M.H., Geelhoed, B.; Wood, R., Damant, A.P., 2011. Improved evaluation of measurement uncertainty from sampling by inclusion of between-sampler bias using sampling

SEZIONE D

TRATTAMENTO CAMPIONI E METODI DI MISURA

Rev. 0 del 30/06/2014

Autori

Maurizio Forte (ARPA Lombardia)
Rosella Rusconi (ARPA Lombardia)
Luca Albertone (ARPA Piemonte)
Giuliana Garbarino (ARPA Piemonte)
Giorgio Evangelisti (ARPA Lazio)
Paola Sabatini (ARPA Umbria)
Claudia Fontana (Croce Rossa Italiana)

Ringraziamenti

Si ringraziano:

Sonia Fontani (ISPRA) per la costante presenza ed il coordinamento editoriale

I colleghi non sopra citati di ARPA Lombardia e ARPA Piemonte per il contributo tecnico:

Giuseppe Abbate, Silvia Arrigoni, Silvia Bellinzona, Pietro Badalamenti, Stefania Costantino, Annamaria Cugini, Gianni Gadaleta, Daniela Lunesu, Michelino Palermo, Marco Romanelli (ARPA Lombardia) e Mauro Magnoni, Stefano Bertino, Maria Clivia Losana, Maura Ghione, Manuela Marga, Roberta Olivetti, Laura Porzio (ARPA Piemonte).

I colleghi di altri Enti che hanno pazientemente letto e utilmente commentato le bozze del lavoro:

Lorenzo Achilli (ARPA Emilia Romagna), Mauro Bonomi (ARPA Trento), Elena Caldognetto e Flavio Trotti (ARPA Veneto), Antonio Conti (ARPA Sicilia), Claudio Cristofaro (ARPA Molise), Pierino De Felice (ENEA INMRI), Donatella Desideri (Università di Urbino), Giacomina Durante (ARPA Calabria), Massimo Faure Ragani (ARPA Valle d'Aosta), Carmela Fortunato (ARPA Basilicata), Corrado Pantalone (ARPA Marche), Stefano Pegoretti (ARPA Trento), Luca Verdi (ARPA Bolzano).

| |
|------|
| Note |
|------|

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------|------------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommario

| | | |
|----------|--------------------------------------------------------------------------------------------|------|
| 1 | TRATTAMENTO MATRICI E METODI ANALISI..... | D-6 |
| 1.1 | Misure di spettrometria gamma | D-6 |
| 1.1.1 | Omogeneità | D-8 |
| 1.1.2 | Scelta del contenitore | D-8 |
| 1.1.3 | Riempimento e geometria | D-9 |
| 1.1.4 | Fondo ambientale e bianco..... | D-10 |
| 1.1.5 | Correzione per il decadimento | D-10 |
| 1.1.6 | Tempo morto, somma casuale, linearità della risposta..... | D-10 |
| 1.1.7 | Sorgenti di taratura | D-10 |
| 1.1.8 | Taratura in energia | D-11 |
| 1.1.9 | Taratura in efficienza | D-12 |
| 1.1.10 | Autoassorbimento, composizione chimica, densità | D-13 |
| 1.1.11 | Somma per coincidenza | D-15 |
| 1.1.12 | Software | D-17 |
| 1.1.13 | Pretrattamento matrici | D-18 |
| 1.1.13.1 | Matrici alimentari (e assimilabili) senza preconcentrazione | D-18 |
| 1.1.13.2 | Matrici alimentari (e assimilabili) con preconcentrazione | D-19 |
| 1.1.13.3 | Matrici ambientali | D-21 |
| 1.1.14 | Misura radiometrica | D-26 |
| 1.1.15 | Dati utili | D-26 |
| 1.2 | Misure di alfa e beta emettitori | D-28 |
| 1.2.1 | Contatori a scintillazione a stato solido..... | D-29 |
| 1.2.2 | Contatori alfa/beta totali per scintillazione liquida (LSC) | D-29 |
| 1.2.3 | Contatori alfa/beta totali a flusso di gas | D-31 |
| 1.2.4 | Spettrometria alfa con rivelatori al silicio | D-32 |
| 1.2.5 | Misure di attività alfa e beta totale | D-33 |
| 1.2.5.1 | Misura nelle polveri totali sospese (MET-14)..... | D-33 |
| 1.2.5.2 | Misura nelle acque potabili e superficiali..... | D-33 |
| 1.2.5.3 | Misura di suolo e sedimenti (MET-15)..... | D-34 |
| 1.2.6 | Misure di ⁹⁰ Sr e isotopi del plutonio in matrici ambientali e alimentari | D-35 |
| 1.2.6.1 | Preparazione di matrici per la determinazione di ⁹⁰ Sr..... | D-35 |
| 1.2.6.2 | Separazione e misura di stronzio-90 | D-36 |
| 1.2.6.3 | Separazione e misura degli isotopi alfa emettitori del plutonio | D-36 |
| 1.2.6.4 | Pretrattamento matrici per la determinazione del plutonio | D-37 |
| 1.2.6.5 | Separazione e misura del plutonio..... | D-37 |
| 1.2.6.6 | Separazione e misura simultanea di stronzio-90 e plutonio | D-38 |
| 1.2.7 | Misure radiochimiche sulle acque potabili..... | D-38 |
| 1.2.7.1 | Preparazione..... | D-38 |
| 1.2.7.2 | Trizio | D-38 |
| 1.2.7.3 | Piombo-210..... | D-39 |
| 1.2.7.4 | Plutonio | D-39 |
| 1.2.7.5 | Polonio-210 | D-39 |
| 1.2.7.6 | Radio-226..... | D-39 |
| 1.2.7.7 | Radio-228 | D-40 |
| 1.2.7.8 | Radon-222 | D-40 |
| 1.2.7.9 | Stronzio-90..... | D-40 |
| 1.2.7.10 | Torio | D-40 |
| 1.2.7.11 | Uranio..... | D-40 |
| 1.3 | Metodi normati e di letteratura per i principali radionuclidi | D-42 |
| 1.3.1 | Attività alfa e beta totale | D-42 |

| | | |
|---------|------------------------------------------------------------------------------|-------|
| 1.3.2 | Radionuclidi gamma-emettitori..... | D-42 |
| 1.3.3 | Carbonio-14..... | D-43 |
| 1.3.4 | Trizio..... | D-43 |
| 1.3.5 | Piombo-210..... | D-44 |
| 1.3.6 | Plutonio..... | D-44 |
| 1.3.7 | Polonio-210..... | D-45 |
| 1.3.8 | Radio..... | D-45 |
| 1.3.9 | Radon-222..... | D-46 |
| 1.3.10 | Stronzio-90..... | D-46 |
| 1.3.11 | Torio..... | D-47 |
| 1.3.12 | Uranio..... | D-47 |
| 1.4 | Assicurazione di qualità dei metodi, validazione, limiti caratteristici..... | D-49 |
| 1.4.1 | Generalità..... | D-49 |
| 1.4.2 | Procedure di validazione dei metodi..... | D-49 |
| 1.4.2.1 | Che cos'è la validazione..... | D-49 |
| 1.4.2.2 | Quando e come applicare la validazione..... | D-50 |
| 1.4.2.3 | Il processo di validazione..... | D-50 |
| 1.4.2.4 | I parametri di validazione..... | D-51 |
| 1.4.3 | Assicurazione di qualità del dato..... | D-53 |
| 1.4.4 | Le carte di controllo..... | D-56 |
| 1.4.5 | Calcolo delle incertezze..... | D-60 |
| 1.4.6 | Limiti caratteristici..... | D-66 |
| 1.5 | Bibliografia..... | D-72 |
| | Appendice 1 - Conteggio per scintillazione liquida..... | D-73 |
| | Appendice 2 - Calcolo delle incertezze..... | D-96 |
| | Appendice 3 - I limiti caratteristici..... | D-100 |
| | Appendice 4 - Elenco schede procedure..... | D-108 |

ACRONIMI

ACCREDIA – Ente italiano di accreditamento (già SINAL)

APPA – Agenzie per la protezione dell'ambiente delle province autonome

ARPA – Agenzie regionali per la protezione dell'ambiente

ASTM – American society for testing and materials, ente di normazione statunitense

CRI – Croce Rossa Italiana

DSA – Direzione per la Salvaguardia Ambientale

DVA– Direzione Generale per le Valutazioni Ambientali

EML – Environmental Measurements Laboratory

EN – Norme Europee

ENEA – Ente per le Nuove Tecnologie, l'Energia e l'Ambiente

EPA – Environmental Protection Agency

INMRI – Istituto di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti

IRSA – Istituto di Ricerca Sulle Acque

ISO – International Organization for Standardization

ISPRA – Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale

ISS – Istituto Superiore di Sanità

MATTM – Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare

NIST – National institute of standards and technology, istituto metrologicoprincipale statunitense

UNI – Ente Nazionale Italiano di Unificazione

1 TRATTAMENTO MATRICI E METODI ANALISI

In questo capitolo vengono trattate e discusse le procedure analitiche utilizzate per la misura dei radionuclidi di interesse ambientale relativamente alla rete nazionale di monitoraggio della radioattività.

La prima parte riguarda la tecnica della spettrometria gamma: essa consente di quantificare un elevato numero di radioisotopi ed è la più diffusa ed utilizzata nei laboratori ARPA. Vengono trattati i principi generali e le criticità della metodologia e, successivamente, le procedure di trattamento dei campioni da sottoporre a misura.

La seconda parte si interessa delle tecniche di misura dei radionuclidi alfa e beta emettitori. Dapprima si illustrano le caratteristiche delle principali classi di strumenti utilizzati (contatori per scintillazione a stato solido, contatori per scintillazione liquida, contatori a flusso di gas, spettrometri alfa); successivamente si riassumono e si discutono le procedure di misura dell'attività alfa e beta totale e le tecniche radiochimiche per la separazione di ^{90}Sr e degli isotopi del plutonio necessarie per la loro misura.

In aggiunta a questi parametri radiometrici richiesti dalla rete di monitoraggio, si è ritenuto utile inserire anche le procedure per la determinazione di alcuni radionuclidi naturali nelle acque, dato il crescente interesse di questo argomento.

La terza parte elenca i principali metodi normati relativi a tutte le misure trattate precedentemente.

La quarta parte approfondisce alcuni temi legati all'assicurazione di qualità del dato trattando brevemente le procedure per la validazione dei metodi, il calcolo delle incertezze e dei limiti caratteristici.

Nelle appendici vengono approfonditi alcuni dei temi già trattati nel testo ad uso di quanti ritengano di dedicare un'attenzione particolare a questi argomenti.

In ultimo sono state aggiunte le schede operative (contraddistinte con la sigla MET-NN) che sono destinate all'applicazione pratica delle procedure. La loro struttura è quella tipica delle Istruzioni Operative (e delle norme) e possono essere utilizzate indipendentemente dal testo del manuale.

1.1 Misure di spettrometria gamma

La spettrometria gamma ad alta risoluzione con rivelatori al germanio iperpuro (*HPGe* da *High Purity Germanium*) è una tecnica analitica non distruttiva tra le più diffuse in campo ambientale: tale tecnica permette l'identificazione e la quantificazione simultanea di centinaia di radionuclidi, sia naturali sia artificiali, tramite semplici trattamenti – costituiti essenzialmente da operazioni di omogeneizzazione e concentrazione – dei campioni sottoposti a prova.

Il punto di forza della spettrometria gamma è dovuto al fatto che nella maggior parte dei decadimenti radioattivi sono emessi fotoni gamma con energie caratteristiche ben definite. Solo in alcuni casi, come per emettitori beta puri quali ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr o elementi transuranici quali plutonio, il decadimento radioattivo non comporta l'emissione di fotoni gamma o le probabilità di emissione dei fotoni sono troppo piccole per applicazioni pratiche: in tali casi non è possibile utilizzare la spettrometria gamma per la loro identificazione ed è necessario utilizzare altre tecniche analitiche.

Le proprietà che caratterizzano le interazioni tra i fotoni e la materia (vedi Box 1.1.1 – Le interazioni dei fotoni con la materia) sono tali da rendere controllabile l'effetto matrice attraverso l'utilizzo, ove necessario, di opportuni fattori correttivi che dipendono dalla composizione chimica della matrice e dalla sua densità apparente. Il metodo si applica quindi, virtualmente, a qualsiasi matrice omogenea indipendentemente dalla sua composizione chimica e densità.

BOX 1.1.1 – LE INTERAZIONI DEI FOTONI CON LA MATERIA

I fotoni nell'attraversare un mezzo possono interagire sia con gli elettroni sia con il nucleo atomico. Le interazioni con gli elettroni possono dar luogo a:

- effetto fotoelettrico;
- effetto Compton;
- diffusione Rayleigh;

mentre le interazioni con il nucleo sono responsabili di:

- reazioni fotonucleari;
- produzione di coppie.

L'effetto fotoelettrico consiste nell'interazione del fotone con un elettrone atomico, al quale il fotone cede tutta la sua energia; l'elettrone viene espulso dall'atomo acquistando un'energia cinetica pari all'energia del fotone incidente diminuita dell'energia di legame dell'elettrone.

Nell'effetto Compton il fotone interagisce con un elettrone libero cedendo a questo parte della sua energia: ne consegue una diffusione del fotone che risulterà avere un'energia inferiore; la differenza di energia tra fotone incidente e fotone diffuso sarà impartita all'elettrone sotto forma di energia cinetica. A differenza dell'effetto fotoelettrico il fotone non cede tutta la sua energia in una sola interazione, ma rilascia solo una frazione della propria energia deviando rispetto alla direzione incidente.

La diffusione Rayleigh, o scattering coerente, è un processo nel quale il fotone incidente viene deviato dalla sua direzione iniziale senza trasmettere energia al mezzo attraversato, per cui non ci occuperemo di tale interazione.

Le reazioni fotonucleari sono reazioni nucleari tra i fotoni ed i nuclei atomici: non verranno trattate nel seguito in quanto le energie dei fotoni necessarie ad originare tali reazioni sono molto più grandi delle energie dei fotoni emessi nei decadimenti radioattivi, pari al massimo a circa 3 MeV.

La produzione di coppie è il processo mediante il quale un fotone si materializza creando una coppia elettrone-positrone: tale processo può verificarsi solo se il fotone possiede un'energia maggiore della somma delle masse delle due particelle prodotte, pari a 1022 keV. Si ha poi l'annichilazione delle particelle create, ossia la totale trasformazione della massa in energia, con conseguente emissione di due fotoni di energia pari alla massa a riposo del positrone e dell'elettrone (511 keV).

Le modalità di interazione più rilevanti ai fini della spettrometria gamma sono quindi l'effetto fotoelettrico, l'effetto Compton e la produzione di coppie.

I fotoni nell'attraversare un mezzo cedono parte della loro energia al mezzo stesso. Indicando con I_0 l'intensità iniziale di un fascio collimato di fotoni – condizioni di “buona” geometria – l'intensità $I(x)$ dei fotoni dopo aver attraversato uno spessore x di materiale è data da:

$$I(x) = I_0 e^{-\mu x}$$

dove μ è detto coefficiente di attenuazione lineare e dipende sia dall'energia del fotone sia dalle caratteristiche del mezzo attraversato. Il coefficiente di attenuazione lineare μ è la somma dei coefficienti parziali per i tre processi elementari di interazione con la materia, cioè:

$$\mu = \mu_{\text{Fotoelettrico}} + \mu_{\text{Compton}} + \mu_{\text{ProduzioneCoppie}}$$

I coefficienti di attenuazione possono essere espressi anche come coefficienti di attenuazione massici μ/ρ ; conseguentemente lo spessore attraversato deve essere espresso come x/ρ .

Per composti e miscele vale la relazione:

$$\mu_{\text{composto}} = \sum_{\text{elementi}} w_{\text{elemento}} \cdot \frac{\mu_{\text{elemento}}}{\rho_{\text{elemento}}} \cdot \rho_{\text{composto}}$$

dove w_{elemento} è la frazione in massa del singolo elemento nel composto.

Un'apparecchiatura per spettrometria gamma è schematicamente composta da un rivelatore costituito da un cristallo di germanio iperpuro (vedi Box 1.1.2 – Principali caratteristiche di un rivelatore) raffreddato a circa

80 K con azoto liquido, o adeguati apparati refrigeranti, posizionato all'interno di un pozzetto di piombo con la funzione di schermo, un preamplificatore, un modulo alta tensione, un amplificatore, un convertitore analogico digitale (ADC), una memoria multicanale (MCB), un computer ed un software di analisi. Per la strumentazione di più recente realizzazione alcuni degli elementi citati possono essere integrati in un unico apparato.

BOX 1.1.2 – PRINCIPALI CARATTERISTICHE DI UN RIVELATORE

Range energetico

La risposta di un rivelatore dipende innanzitutto dall'energia del fotone incidente. I rivelatori più diffusi sono rivelatori coassiali di tipo *p* o *n* caratterizzati da differenti range energetici, indicativamente:

- 5 keV ÷ 2 MeV per rivelatori di tipo *n*;
- 50 keV ÷ 2 MeV per rivelatori di tipo *p*.

Risoluzione e forma del picco

Il picco dovuto all'interazione per effetto fotoelettrico ha idealmente forma gaussiana. La risoluzione, che rappresenta la capacità di un rivelatore di distinguere tra valori di energia prossimi tra loro, è espressa dalla larghezza a metà altezza del picco FWHM (*Full Width Half Maximum*). La relazione tra FWHM e la σ di una gaussiana è data da:

$$\text{FWHM} = 2\sqrt{2 \ln 2} \sigma \cong 2.355\sigma$$

Tipicamente la FWHM è compresa nell'intervallo 1,5 keV ÷ 3 keV a 1,33 MeV.

Efficienza relativa

E' data dal rapporto tra l'efficienza a 1,33 MeV per una sorgente puntiforme di ^{60}Co posta coassialmente al rivelatore ad una distanza di 25 cm e l'efficienza, nella stessa configurazione, di un rivelatore NaI 3"×3". L'efficienza relativa è proporzionale al volume del rivelatore e per la maggior parte delle applicazioni varia nel range 10% ÷ 100%.

Da un punto di vista strettamente operativo la misura per spettrometria gamma viene effettuata inserendo il campione – se necessario opportunamente omogeneizzato e concentrato – in appositi contenitori e posizionando gli stessi all'interno del pozzetto a contatto con il rivelatore, per poi procedere con l'acquisizione dello spettro e la sua elaborazione.

Nonostante l'apparente semplicità operativa nell'esecuzione della prova sono numerosi i fattori che influenzano la corretta esecuzione della stessa, sia in fase di trattamento sia in fase di analisi. Senza pretesa di completezza nel seguito verranno indicati i principali fattori che possono avere influenza diretta sui risultati di prova: spetta ad ogni laboratorio valutare quali fattori considerare, individuare gli strumenti più adeguati per effettuare le correzioni necessarie e stimare i rispettivi contributi all'incertezza composta associata al risultato della misura.

1.1.1 Omogeneità

Le misure di spettrometria gamma si basano sul presupposto che il campione sia omogeneo. I campioni solidi devono essere ridotti in piccoli pezzi mediante sminuzzamento o macinazione, ben miscelati e pressati in modo da ridurre il volume d'aria. Se il campione è costituito da una fase solida ed una liquida, è necessario separare le due fasi o renderle stabilmente omogenee attraverso un adeguato pretrattamento.

1.1.2 Scelta del contenitore

I contenitori utilizzati sono normalmente bottiglie, barattoli, beaker di Marinelli in materiale plastico di volume variabile da 10 cm³ a 2000 cm³.

Se il campione da analizzare ha caratteristiche di corrosività tali da potere danneggiare il contenitore, occorre utilizzare altri tipi di contenitori: ad esempio, nel caso di campioni di solventi od oli essenziali non compatibili con contenitori in polietilene, devono essere utilizzati contenitori in vetro.

Il materiale plastico non è a tenuta di ^{222}Rn , quindi questo non è adatto a misure in cui ^{222}Rn e figli a vita breve devono portarsi all'equilibrio secolare con il progenitore ^{226}Ra . In tal caso devono essere utilizzati contenitori di materiale sicuramente non permeabile, ad esempio acciaio, con chiusure a tenuta e riempiti completamente dalla matrice in modo da non presentare spazi di testa che darebbero luogo a disomogeneità, in misura variabile in funzione della matrice, a causa del maggiore coefficiente di solubilità del radon in aria. Per ogni tipo di contenitore utilizzato deve essere effettuata una specifica taratura in efficienza.

I contenitori sono spesso forniti di tacca di livello; in mancanza di essa è possibile fissarne una per confronto con un contenitore tarato. E' opportuno verificare l'effettivo volume di riempimento ad esempio pesando il contenitore riempito a livello con acqua distillata. E' anche opportuno verificare le dimensioni dei contenitori di ogni nuova partita per assicurarsi che non siano state apportate variazioni.

1.1.3 Riempimento e geometria

Il volume di campione trasferito nel contenitore per l'analisi deve corrispondere al volume nominale del contenitore per cui è stata effettuata la taratura, accantonando se necessario le eventuali eccedenze o aggiungendo, omogeneizzandolo, materiale inerte tale da non influenzare l'analisi. E' anche possibile determinare preliminarmente il volume del campione mediante opportuna vetreria tarata sebbene nel caso di campioni solidi sia possibile un differente impaccamento che può determinare una variazione del volume.

E' opportuno valutare la relazione tra l'effettiva geometria di riempimento del contenitore di misura e quella della sorgente utilizzata per la taratura in efficienza e quindi l'incertezza associata al riempimento che entrerà a far parte dell'incertezza composta (vedi Box 1.1.3 – Relazione tra riempimento ed efficienza). La configurazione geometrica del sistema di misura (campione + rivelatore) deve essere la stessa utilizzata per la taratura. Per ogni eventuale variazione devono essere applicate opportune correzioni.

BOX 1.1.3 – RELAZIONE TRA RIEMPIMENTO ED EFFICIENZA

Variazioni del livello di riempimento effettivo del contenitore utilizzato per l'analisi introducono una differenza tra la geometria di analisi e quella di taratura in efficienza e di conseguenza (se non è possibile ricondurre il campione in analisi alla geometria di riferimento) può rendersi necessario l'utilizzo di fattori correttivi. Un esempio dell'entità di questo effetto è riportato nelle due tabelle seguenti, i cui dati numerici sono stati valutati per la geometria Marinelli da 1000 cm^3 e per un beaker cilindrico da 100 cm^3 con diametro pari a 60 mm.

Variazione % dell'efficienza di rivelazione in funzione del livello di riempimento effettivo del contenitore di analisi – Marinelli 1000 cm^3 (dati ARPA Lombardia).

| Differenza assoluta tra il livello di riempimento di riferimento e quello di misura (mm) | Differenza % in efficienza rispetto alla geometria di taratura |
|------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|
| 0 | 0 |
| - 5 mm | + 3,7% |
| + 5 mm | - 3,7% |

Variazione % dell'efficienza di rivelazione in funzione del livello di riempimento effettivo del contenitore di analisi – Beaker cilindrico 100 cm^3 (dati ARPA Lombardia).

| Differenza assoluta tra il livello di riempimento di riferimento e quello di misura (mm) | Differenza % in efficienza rispetto alla geometria di taratura |
|------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------|
| 0 | 0 |
| - 3 mm | + 5,2% |
| + 3 mm | - 5,2% |

1.1.4 Fondo ambientale e bianco

La sottrazione del fondo ambientale deve sempre essere effettuata, anche quando i radionuclidi di interesse non sono identificabili nel fondo stesso: in particolare tale sottrazione deve sempre essere effettuata per radionuclidi naturali.

Il contenitore di misura ed eventuali reagenti o materiali utilizzati per il prelievo o la preparazione del campione possono dare anch'essi un contributo: in questo caso sarà necessario sottrarre tale contributo per consentire la corretta quantificazione dei radionuclidi presenti nel campione. Ci si riferisce a tale correzione con il termine di sottrazione del bianco.

La metodica per la valutazione del fondo (in assenza di contenitore, con contenitore vuoto o riempito d'acqua di laboratorio) deve essere specificata nella procedura di prova del laboratorio.

1.1.5 Correzione per il decadimento

Tutte le attività devono essere riportate ad una specifica data di riferimento: se non diversamente indicato la data di riferimento coincide con la data di prelievo.

Nel caso di campionamenti non puntuali ma estesi nel tempo – come nel caso del prelievo di particolato atmosferico – è opportuno considerare anche il decadimento nel corso del prelievo. In questo caso la data di riferimento è la media tra la data di inizio e la data di fine del prelievo.

1.1.6 Tempo morto, somma casuale, linearità della risposta

La registrazione di un segnale richiede un tempo – detto tempo morto, dell'ordine di 10 μs per segnale – durante il quale il rivelatore rimane insensibile ad altri segnali: se un secondo evento non dista temporalmente dal primo per più del tempo morto, non può essere processato. È quindi necessario conoscere il tempo morto per determinare correttamente il rateo di conteggio. La correzione per il tempo morto – normalmente effettuata dall'elettronica di conteggio associata al rivelatore – deve sempre essere effettuata.

Al crescere del rateo di emissione la correzione per il tempo morto non è più sufficiente, dal momento che due segnali possono essere registrati contemporaneamente: si ha in questo caso un segnale dato dalla somma dei due segnali singoli. Questo fenomeno, detto di somma casuale dal momento che non è dovuto ad alcuna correlazione tra i fotoni emessi, può essere trascurato a bassi ratei di conteggio, tipicamente al di sotto di 2000 s^{-1} (fonte ASTM D7282-06 “Standard Practice for Set-up, Calibration, and Quality Control of Instruments Used for Radioactivity Measurements”). Per ratei di conteggio più elevati possono essere utilizzati opportuni fattori correttivi o algoritmi di correzione gestiti dall'elettronica di conteggio associata al rivelatore (*Pile-Up Correction*), allo scopo di garantire la linearità della risposta.

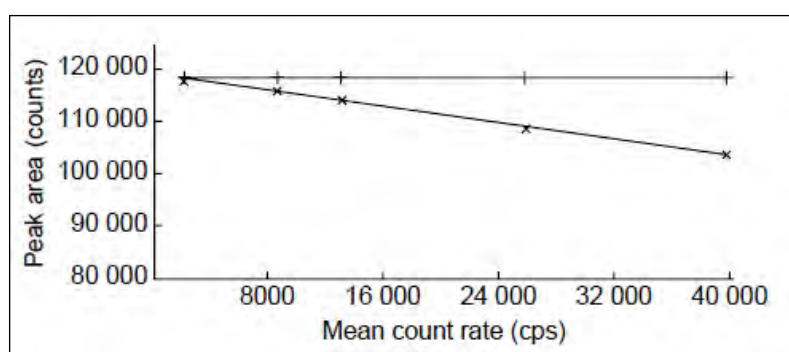


Figura 1.1 – Effetto tipico della somma casuale sulla linearità della risposta (col simbolo x il rateo di conteggio non corretto per la somma casuale e con simbolo + il rateo di conteggio corretto per la somma casuale).

1.1.7 Sorgenti di taratura

La taratura di rivelatori al germanio iperpuro (HPGe) deve essere effettuata con sorgenti certificate contenenti radionuclidi gamma emittenti con emissioni a energie differenti, distribuite sull'intero intervallo di taratura (tipicamente da 50 keV a 2 MeV); i certificati devono essere emessi da Istituti metrologici primari o Centri di taratura ACCREDIA LAT o equivalenti. Tipicamente le sorgenti sono in forma di soluzioni

acquose a densità 1 kg/dm^3 e possono essere diluite per la realizzazione di sorgenti di taratura nelle diverse geometrie di misura; queste sorgenti devono essere utilizzate entro breve tempo dalla data della loro preparazione allo scopo di minimizzare i fenomeni di evaporazione delle stesse nei contenitori di prova. La data di scadenza della sorgente deve essere valutata e fissata dal laboratorio in funzione della propria esperienza, delle modalità di conservazione e delle caratteristiche della sorgente stessa. In alternativa, è possibile richiedere al fornitore la preparazione di sorgenti di taratura già inserite nei contenitori di analisi utilizzati dal laboratorio; in questo caso le sorgenti a densità unitaria sono tipicamente in forma di gel o comunque su supporto solido. E' possibile richiedere al fornitore anche la preparazione di sorgenti a densità diversa da 1 kg/dm^3 .

Nella tabella seguente è riportata, a titolo esemplificativo, la miscela di radionuclidi tipica di una sorgente di taratura.

Tabella. 1.1 – Miscela di radionuclidi tipica di una sorgente di taratura.

| Radionuclide | Energia (keV) |
|-------------------|------------------|
| ^{241}Am | 59,54 |
| ^{109}Cd | 88,03 |
| ^{57}Co | 122,06 |
| ^{57}Co | 136,47 |
| ^{139}Ce | 165,86 |
| ^{51}Cr | 320,08 |
| ^{113}Sn | 391,70 |
| ^{85}Sr | 514,01 |
| ^{137}Cs | 661,66 |
| ^{88}Y | 898,04 |
| ^{60}Co | 1173,23 |
| ^{60}Co | 1332,49 |
| ^{88}Y | 1836,06 |

Per la taratura al di sotto di 50 keV si utilizzano – tipicamente – sorgenti di ^{210}Pb (46 keV) e, solo per rivelatori di tipo n, ^{55}Fe (5,9 keV); in questo caso però l'effetto dell'autoassorbimento del campione in funzione della composizione chimica del campione diventa significativo e deve essere opportunamente valutato. L'attività da introdurre nei contenitori di misura per la realizzazione delle sorgenti di taratura deve essere tale da ottenere almeno 10000 conteggi nell'area netta dei picchi utilizzati per la taratura.

1.1.8 Taratura in energia

La taratura in energia permette l'identificazione qualitativa dei radionuclidi presenti nel campione sottoposto a prova. Essa consiste nel ricavare la relazione tra i canali dello spettro e l'energia dei fotoni gamma emessi dalla sorgente (figura 1.2), nonché la relazione tra la FWHM e l'energia dei fotoni (figura 1.3); non dipende dalle caratteristiche geometriche sorgente-rivelatore né dalla densità della sorgente, per cui è comune a tutte le geometrie di misura. L'esito della taratura in energia produce due funzioni di regressione.

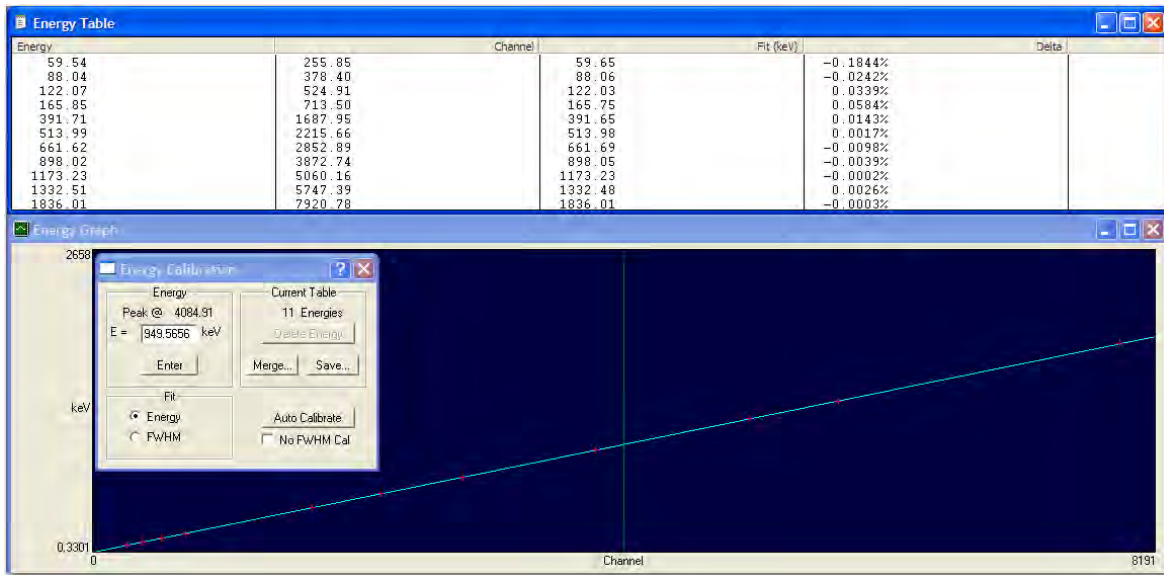


Figura 1.2 – Andamento tipico della taratura in energia per un rivelatore al germanio iperpuro, beaker di Marinelli da 1 L, rivelatore tipo n efficienza relativa 40% (Dati Arpa Piemonte).

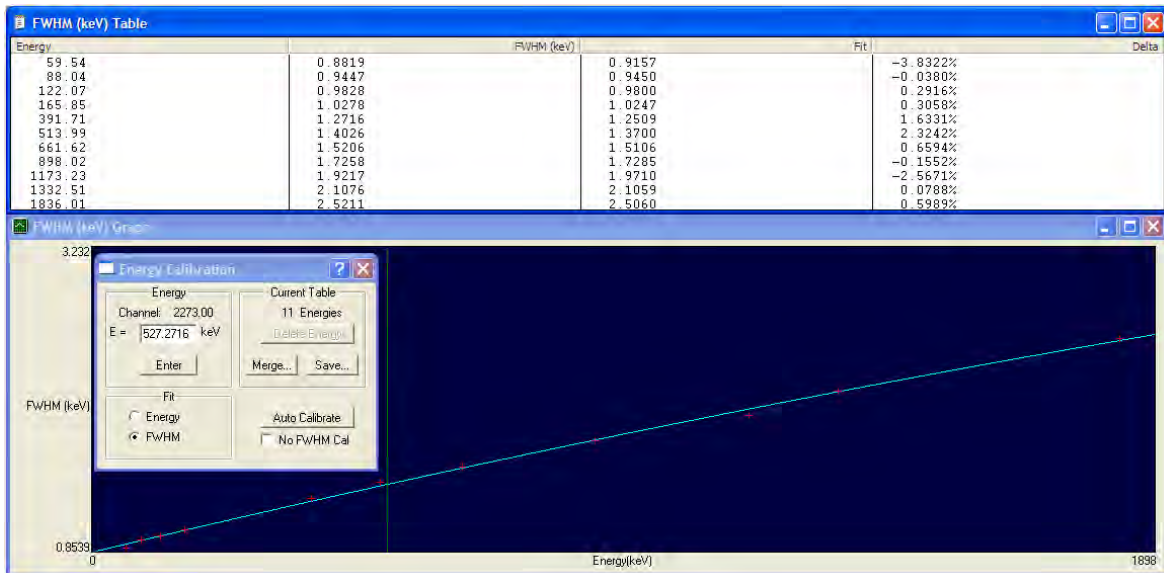


Figura 1.3 – Andamento tipico della FWHM in funzione dell'energia per un rivelatore al germanio iperpuro, beaker di Marinelli da 1 L, rivelatore tipo n efficienza relativa 40% (Dati Arpa Piemonte).

1.1.9 Taratura in efficienza

La taratura in efficienza permette la determinazione quantitativa dei radionuclidi presenti nel campione sottoposto a prova. Si definiscono due efficienze:

- l'efficienza fotoelettrica, definita come il rapporto tra il rateo di conteggio nell'area netta del picco dovuto all'interazione per effetto fotoelettrico e il rateo di emissione del fotone gamma corrispondente;
- l'efficienza totale, definita come il rapporto tra il rateo di conteggio integrato su tutto lo spettro – al netto del fondo – e il rateo di emissione del fotone gamma corrispondente.

La taratura in efficienza consiste nel ricavare la relazione tra l'efficienza di rivelazione fotoelettrica e l'energia della radiazione gamma (figura 1.4), e deve sempre essere effettuata.

La taratura in efficienza totale può essere necessaria ad esempio ai fini dell'utilizzo di alcuni metodi di correzione dell'effetto somma. E' necessario tenere conto, in fase di taratura, della presenza di radionuclidi con emissioni in coincidenza eventualmente presenti nella sorgente di taratura.(vedi par. 1.1.11).

La taratura in efficienza dipende dalle caratteristiche geometriche sorgente-rivelatore, per cui per ogni rivelatore è necessaria una specifica taratura in efficienza per ogni geometria di misura e per ogni configurazione relativa della sorgente rispetto al rivelatore. Esistono algoritmi – implementati anche in software commerciali – che consentono di derivare la taratura in efficienza per una geometria a partire dalla taratura in un'altra geometria: si ha in questo caso un trasferimento di efficienza. Esiste inoltre un altro approccio alla taratura in efficienza basato sull'utilizzo di metodi Monte Carlo a partire dalle caratteristiche del rivelatore e della geometria di misura.

La taratura in efficienza è valida esclusivamente all'interno dell'intervallo energetico definito dalla taratura in energia. L'esito della taratura in efficienza consiste in una o più curve di regressione polinomiali.

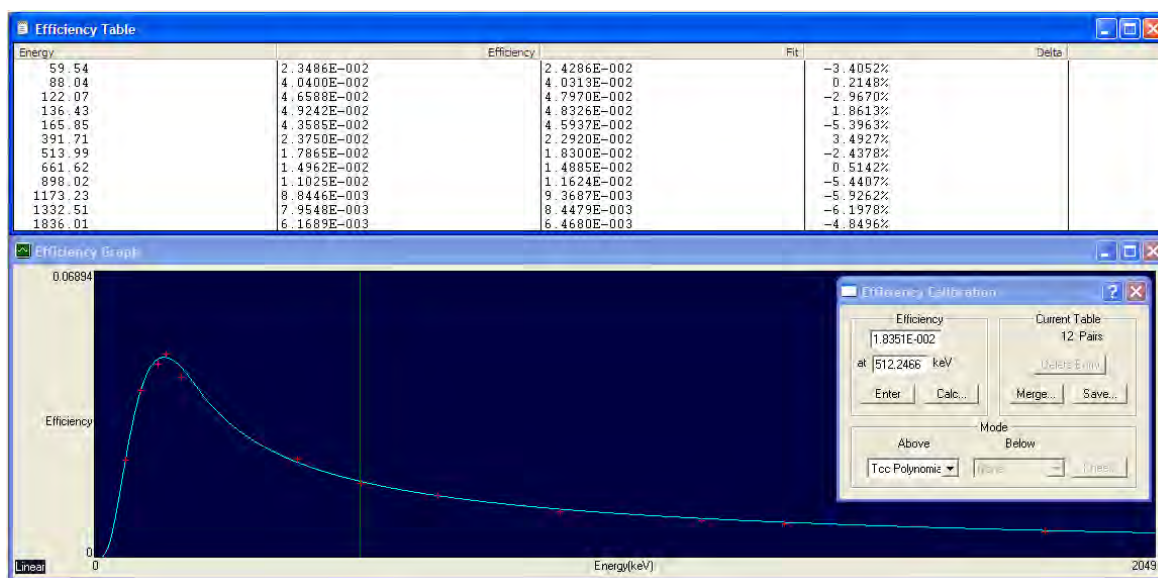


Figura 1.4 – Andamento tipico della taratura in efficienza per un rivelatore al germanio iperpuro. Beaker di Marinelli da 1 L, rivelatore tipo p efficienza relativa 30% (Dati Arpa Piemonte).

1.1.10 Autoassorbimento, composizione chimica, densità

Per autoassorbimento si intende il fenomeno secondo il quale si ha un assorbimento di radiazioni da parte della matrice stessa che le emette.

Per fotoni di energia superiore a 100 keV, l'autoassorbimento dipende pressoché esclusivamente dalla densità del campione. Per fotoni di energia inferiore a 100 keV è necessario considerare anche l'effetto della composizione chimica della matrice analizzata.

Deve quindi essere sempre determinata la densità apparente del campione – ottenuta dividendo la massa del campione per il volume nominale del contenitore – e verificato che sia compresa nell'intervallo di accettabilità definito dal laboratorio al momento della taratura. Nei casi in cui è necessario considerare anche l'effetto della composizione chimica del campione, la stessa deve essere stimata almeno approssimativamente (anche utilizzando dati di letteratura) e verificato che sia compatibile con la composizione chimica della matrice utilizzata per la taratura, oppure utilizzata come dato di ingresso nella applicazione di metodi numerici di correzione.

Un esempio di calcolo del fattore correttivo, nel caso in cui la densità del campione sottoposto a prova o la sua composizione chimica sia diversa dalla densità della sorgente di taratura, è riportato di seguito:

$$k = \frac{\epsilon_{\text{Campione}}}{\epsilon_{\text{Sorgente}}} = \frac{\mu_{\text{Sorgente}} \cdot (1 - e^{-\mu_{\text{Campione}} \cdot t})}{\mu_{\text{Campione}} \cdot (1 - e^{-\mu_{\text{Sorgente}} \cdot t})}$$

dove μ_{Sorgente} e μ_{Campione} sono, rispettivamente, i coefficienti di attenuazione lineari per la sorgente di taratura e per il campione sottoposto a prova (vedi Box 1.1.1 – Le interazioni dei fotoni con la materia e Box 1.1.4 – Coefficienti di attenuazione), mentre t è la lunghezza equivalente per la specifica geometria sorgente-rivelatore (vedi Box 1.1.5 – Lunghezza equivalente).

Le correzioni per autoassorbimento possono essere valutate in diversi modi, anche facendo riferimento all'uso di software commerciali.

E' importante osservare che il fattore correttivo per autoassorbimento non dipende linearmente né dai coefficienti di attenuazione lineare né dalla densità apparente del campione. Per emissioni al di sopra di 100 keV la composizione chimica può ritenersi trascurabile, in quanto i fattori correttivi non si discostano significativamente dall'unità, se le densità apparenti sono confrontabili. Invece, la correzione per densità apparente del campione non è quasi mai trascurabile, anche se la sua entità decresce rapidamente all'aumentare dell'energia dei fotoni gamma.

BOX 1.1.4 – COEFFICIENTI DI ATTENUAZIONE

Una vasta libreria di coefficienti di attenuazione è fornita da NIST attraverso due diversi DB:

- *Tables of X-Ray Mass Attenuation Coefficients and Mass Energy-Absorption Coefficients* (<http://www.nist.gov/pml/data/xraycoef/index.cfm>)
- *XCOM: Photon Cross Sections Database* (<http://www.nist.gov/pml/data/xcom/index.cfm>).

XCOM consente di determinare i coefficienti di attenuazione per composti e miscele, a partire dalla loro composizione. Nelle tabelle seguenti sono riportati, a titolo esemplificativo, i coefficienti di attenuazione massici μ/ρ per acqua e suolo, assumendo per quest'ultimo una composizione chimica standard tratta dalla letteratura; sono inoltre riportati i fattori correttivi per autoassorbimento k assumendo che la sorgente di taratura sia in soluzione acquosa. Si può facilmente osservare che al di sopra di 100 keV la composizione chimica può ritenersi trascurabile, mentre non è in generale trascurabile la densità.

Composizione chimica di un suolo standard (fonte EPA 402-R-93-081).

| Elemento | Frazione massica |
|----------|------------------|
| H | 0,021 |
| C | 0,016 |
| O | 0,577 |
| Al | 0,050 |
| Si | 0,271 |
| K | 0,013 |
| Ca | 0,041 |
| Fe | 0,011 |

Coefficienti di attenuazione massici per acqua e suolo e fattori correttivi per autoassorbimento con $t=1$ cm.

| Energia (keV) | μ/ρ – acqua (cm ² /g) | μ/ρ – suolo (cm ² /g) | k ($\rho=1$ g/cm ³) | k ($\rho=2$ g/cm ³) |
|------------------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| 10 | 5,10E+000 | 2,03E+001 | 0,253 | 0,126 |
| 50 | 2,08E-001 | 3,09E-001 | 0,953 | 0,826 |
| 100 | 1,65E-001 | 1,64E-001 | 1,000 | 0,925 |
| 500 | 9,67E-002 | 8,86E-002 | 1,004 | 0,961 |
| 1000 | 7,07E-002 | 6,47E-002 | 1,003 | 0,972 |
| 2000 | 4,94E-002 | 4,55E-002 | 1,002 | 0,980 |
| 3000 | 3,97E-002 | 3,69E-002 | 1,001 | 0,983 |

BOX 1.1.5 – LUNGHEZZA EQUIVALENTE

Il concetto di lunghezza equivalente è stato inizialmente introdotto per sorgenti sferiche nell'ipotesi che il rivelatore possa considerarsi puntiforme. Un semplice algoritmo per la stima della lunghezza equivalente nel caso di geometrie estese a contatto con il rivelatore – configurazione nella quale le dimensioni del rivelatore non possono essere trascurate – è riportato in Sima O., “Photon attenuation for samples in Marinelli beaker geometry: an analytical computation”, Health Physics, 62, (1992).

Per i beaker di Marinelli l'algoritmo proposto fornisce la seguente espressione della lunghezza equivalente t:

$$\left\{ \begin{array}{l} t = \frac{1}{p} [f(r_e, h_1) + f(r_e, h_0) - f(r_i, h_2) - f(r_i, h_0)] \\ p = 1 + \frac{h_0}{\sqrt{h_0^2 + r_i^2}}, \quad h_1 = h_e - h_0, \quad h_2 = h_i - h_0 \\ f(r, h) = r \cdot \arctg\left(\frac{h}{r}\right) + \frac{h}{2} \cdot \ln\left[\left(\frac{r}{h}\right)^2 + 1\right] \end{array} \right.$$

dove r_i , h_i , r_e , h_e sono rispettivamente i raggi e le altezze interne ed esterne del beaker di Marinelli e h_0 è la distanza tra il centro del rivelatore e la base inferiore del beaker.

Per contenitori di forma cilindrica si può ricavare un'espressione analoga:

$$\left\{ \begin{array}{l} t = \frac{1}{p} [f(r, h + h_0) - f(r, h)] \\ p = 1 - \frac{h_0}{\sqrt{r^2 + h_0^2}} \\ f(r, h) = r \cdot \arctg\left(\frac{h}{r}\right) + \frac{h}{2} \cdot \ln\left[\left(\frac{r}{h}\right)^2 + 1\right] \end{array} \right.$$

dove r , h sono raggio ed altezza del contenitore e h_0 è la distanza tra il centro del rivelatore e la base inferiore del contenitore.

1.1.11 Somma per coincidenza

Radionuclidi con emissioni in cascata – quali ad esempio ^{134}Cs e ^{152}Eu – possono essere soggetti a perdite di conteggio per somme in coincidenza (*TCC True Coincidence Correction*), soprattutto nel caso di rivelatori ad alta efficienza e geometrie di conteggio ad elevata efficienza geometrica; per rivelatori a bassa efficienza o per geometrie che vedono il rivelatore sotto un piccolo angolo solido, l'effetto può considerarsi trascurabile. Il fenomeno deriva dal fatto che due segnali – corrispondenti a due diverse emissioni gamma – possono essere registrati contemporaneamente: si ha così una diminuzione dei conteggi per le singole emissioni gamma (*summing out*) ed un segnale dovuto dalla somma dei due segnali singoli (*summing in*).

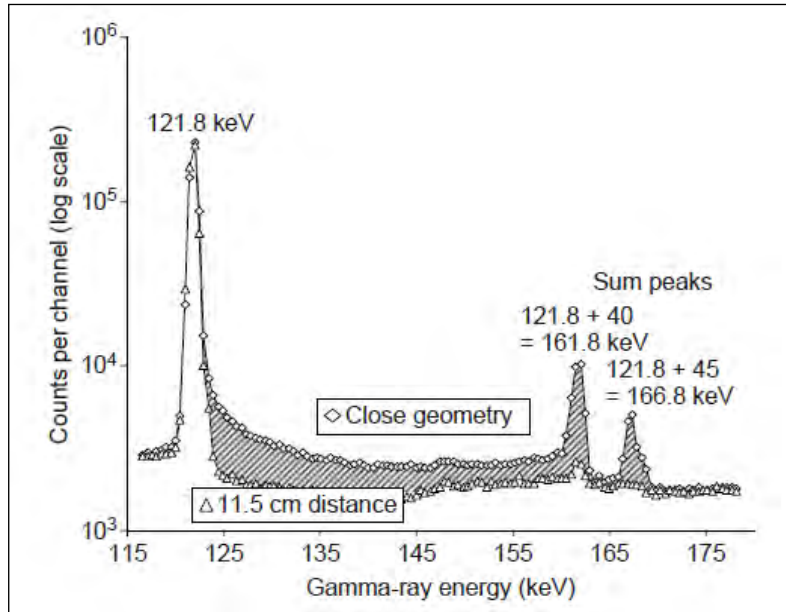


Figura 1.5 – Effetto della somma per coincidenza nel caso di ^{152}Eu .

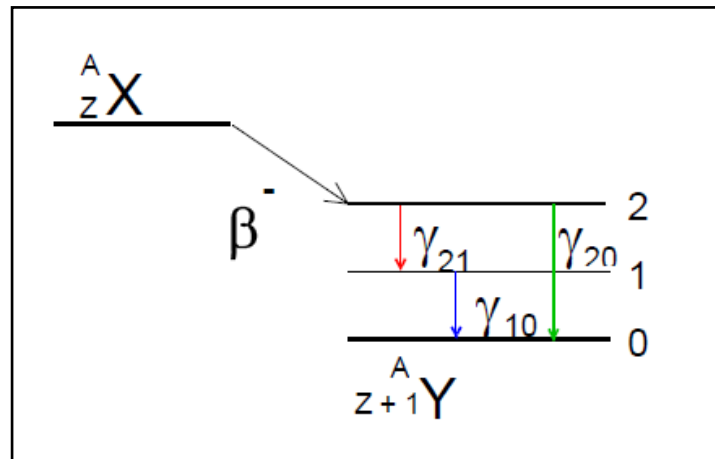


Figura 1.6 – Generico schema di decadimento con emissioni in cascata.

Per il generico schema di decadimento riportato in figura il rateo di conteggio atteso all'energia E_{10} si può esprimere come:

$$N_{10} = AP_{10}\varepsilon(E_{10})[1 - P_{21}\varepsilon_t(E_{21})]$$

da cui si ottiene il fattore correttivo per somma per coincidenza:

$$C_{10} = [1 - P_{21}\varepsilon_t(E_{21})]^{-1}$$

dove:

- N_{ij} = rateo di conteggio netto per il fotone di energia E_{ij}
- A = attività della sorgente
- P_{ij} = probabilità di emissione per il fotone di energia E_{ij}
- ε = efficienza fotoelettrica
- ε_t = efficienza totale
- E_{ij} = energia del fotone per la transizione dal livello i al livello j
- C_{ij} = fattore correttivo per somma per coincidenza

In modo analogo si possono scrivere i fattori correttivi per le altre emissioni riportate nello schema in figura 1.6, che dipendono dallo schema di decadimento e dall'efficienza totale ε_t .

In generale la correzione per coincidenza dipende dal radionuclide, dal rivelatore e dalle caratteristiche geometriche sorgente-rivelatore. La correzione non è necessaria per radionuclidi che non presentano

emissioni in cascata o nel caso in cui i radionuclidi di interesse siano presenti anche nella sorgente di taratura.

Le correzioni per coincidenza possono essere valutate in diversi modi, anche facendo riferimento all'uso di software commerciali (Box 1.1.6 – Somma per coincidenza).

BOX 1.1.6 – SOMMA PER COINCIDENZA

Nella tabella seguente sono presentati, a titolo esemplificativo, i fattori correttivi valutati per alcuni radionuclidi utilizzando il software GESPECOR (<http://www.gespecor.de/en/>). I fattori correttivi sono stati valutati per due diversi rivelatori con efficienza relativa pari rispettivamente al 30% e al 50% per soluzioni acquose nelle geometrie Marinelli 1000 cm³, Marinelli 450 cm³, beaker cilindrico 100 cm³.

Fattori correttivi per somma per coincidenza (dati Arpa Umbria).

| Radionuclide | keV | Rivelatore tipo p Eff.=30% | | | Rivelatore tipo n Eff.=50% | |
|-------------------|---------|--------------------------------|-------------------------------|----------------------------|--------------------------------|----------------------------|
| | | Marinelli 1000 cm ³ | Marinelli 450 cm ³ | Beaker 100 cm ³ | Marinelli 1000 cm ³ | Beaker 100 cm ³ |
| ⁵⁷ Co | 122,06 | 0,999 | 0,999 | 1,000 | 0,998 | 0,995 |
| | 136,47 | 0,999 | 0,999 | 1,000 | 1,011 | 1,023 |
| ⁶⁰ Co | 1173,23 | 0,938 | 0,915 | 0,940 | 0,916 | 0,927 |
| | 1332,49 | 0,936 | 0,912 | 0,939 | 0,913 | 0,924 |
| ¹³¹ I | 284,31 | 0,967 | 0,956 | 0,969 | 0,891 | 0,884 |
| | 364,49 | 1,002 | 1,003 | 1,002 | 1,003 | 1,004 |
| ¹³³ Ba | 636,99 | 1,000 | 1,000 | 1,000 | 1,001 | 1,001 |
| | 81,00 | 0,904 | 0,874 | 0,912 | 0,803 | 0,800 |
| ¹³⁴ Cs | 276,40 | 0,934 | 0,911 | 0,940 | 0,754 | 0,738 |
| | 302,85 | 0,961 | 0,948 | 0,968 | 0,792 | 0,775 |
| | 356,01 | 0,968 | 0,957 | 0,973 | 0,839 | 0,826 |
| | 383,85 | 1,035 | 1,052 | 1,050 | 0,954 | 0,945 |
| ¹⁵² Eu | 563,23 | 0,856 | 0,809 | 0,863 | 0,810 | 0,833 |
| | 569,32 | 0,857 | 0,810 | 0,865 | 0,811 | 0,834 |
| | 604,69 | 0,910 | 0,880 | 0,915 | 0,880 | 0,897 |
| | 795,84 | 0,910 | 0,880 | 0,916 | 0,881 | 0,896 |
| | 801,93 | 0,867 | 0,824 | 0,875 | 0,825 | 0,849 |
| ¹⁵² Eu | 121,78 | 0,910 | 0,880 | 0,916 | 0,801 | 0,803 |
| | 244,70 | 0,878 | 0,837 | 0,884 | 0,733 | 0,739 |
| | 344,28 | 0,944 | 0,924 | 0,946 | 0,925 | 0,934 |
| | 778,90 | 0,918 | 0,890 | 0,925 | 0,889 | 0,904 |
| | 964,08 | 0,933 | 0,911 | 0,939 | 0,800 | 0,801 |
| | 1085,84 | 1,018 | 1,030 | 1,030 | 0,939 | 0,939 |
| | 1112,08 | 0,919 | 0,892 | 0,962 | 0,823 | 0,821 |
| 1408,01 | 0,946 | 0,927 | 0,952 | 0,817 | 0,817 | |

1.1.12 Software

Oltre ai diffusi software commerciali realizzati dai produttori di rivelatori, che consentono la gestione delle apparecchiature, l'acquisizione e l'analisi completa degli spettri, sono numerosi i software *off-line* per applicazioni diverse: senza pretesa di completezza nel Box 1.1.7 – Software si riportano alcuni di tali software, sia liberi che commerciali.

BOX 1.1.7 – SOFTWARE

- ETNA – *Efficiency Transfer for Nuclide Activity measurements* (<http://www.nucleide.org>) consente di effettuare le correzioni per autoassorbimento, il trasferimento di efficienza e le correzioni per coincidenza (software libero).
- GESPECOR – *Germanium Spectra Correction* (<http://www.gespecor.de/en/>) consente di effettuare le correzioni per autoassorbimento, il trasferimento di efficienza e le correzioni per coincidenza (software commerciale).
- EFFTRAN – *Efficiency transfer and coincidence summing corrections for gamma-ray spectrometry* (<http://efftran.com/>) consente di effettuare le correzioni per autoassorbimento, il trasferimento di efficienza e le correzioni per coincidenza (software libero).
- FitzPeaks – *Gamma Spectroscopy Analysis software package* (<http://www.jimfitz.demon.co.uk>) è un completo analizzatore multicanale che consente l'individuazione e la quantificazione dei radionuclidi presenti in spettri di diversi formati (software commerciale).
- PENELOPE (<http://www.oecd-nea.org/>) applicativo sviluppato per la simulazione del passaggio delle particelle attraverso la materia (software libero).
- Geant4 (<http://geant4.cern.ch/>) applicativo sviluppato per la simulazione del passaggio delle particelle attraverso la materia (software libero).

Da citare inoltre l'utilizzo delle schede audio di cui sono dotati i normali PC come analizzatori multicanali ed i software collegati come PRA - Gamma Spectroscopy Software (<http://www.gammaspectacular.com>).

1.1.13 Pretrattamento matrici

Il pretrattamento delle matrici ha la finalità di rendere il campione in grado di soddisfare i requisiti soprariportati (es. rendendolo omogeneo) e di privarlo delle parti che non devono essere sottoposte ad analisi in base alle convenzioni adottate (es. parti non edibili degli alimenti, sassi nei suoli ecc.). I vegetali vengono inizialmente lavati ed asciugati per eliminare il terriccio eventualmente presente¹. I successivi trattamenti sono riassunti nella tabella 1.2.

In alcuni casi il pretrattamento può essere volto a ridurre il volume del campione per aumentare la sensibilità analitica (preconcentrazione). I campioni solidi (come ad esempio i vegetali) possono essere preconcentrati per essiccazione in stufa ventilata e ulteriormente per calcinazione in muffola.

Per i vegetali ad ognuno di questi passaggi il peso si riduce approssimativamente di un ordine di grandezza. Alcuni liquidi (come ad esempio l'acqua sia meteorica che superficiale o di falda) possono essere preconcentrati per evaporazione o per percolazione su resina a scambio ionico. In questi casi la massa del campione può venire ridotta di 2-3 ordini di grandezza.

1.1.13.1 Matrici alimentari (e assimilabili) senza preconcentrazione

Le matrici alimentari o assimilabili ad esse come pasta, riso, farine, carni, pesce, molluschi, latticini, latte², frutta, verdura, mangimi, foraggi, funghi, frutti di bosco, miele ecc. possono essere analizzate con un pretrattamento minimo volto, eventualmente, a privare il campione della parte non edibile e migliorarne l'omogeneità sminuzzandolo o macinandolo³; in particolare frutta e verdura vanno lavate ed asciugate (come al consumo) per eliminare residui di terra. La matrice viene poi trasferita nel contenitore di misura sino al livello di riempimento prestabilito.

¹ In caso di ricadute recenti la verdura a foglia larga può essere considerata un efficace indicatore ambientale relativamente alle ricadute. In questo caso può essere utile evitare il lavaggio dei vegetali. Questa variazione deve essere chiaramente esplicitata.

² Il latte può presentare problemi di conservazione: il suo deterioramento può causare disomogeneità o problemi di tenuta al contenitore. E' possibile aggiungere al contenitore di Marinelli con il latte un agente conservante come formaldeide o sodio azide.

³ Con sminuzzare si intende il tagliare la matrice a piccoli pezzi (1-2 cm); la macinazione viene effettuata invece con un mulino a palle o a lame, oppure con un frullatore: in questo la matrice viene ridotta in poltiglia o in polvere più o meno grossolana (orientativamente < 1 mm).

Nella tabella 1.2 vengono riassunte le operazioni di trattamento preliminare da effettuarsi su alcune tra le principali matrici alimentari.

Tabella 1.2 – Trattamento delle matrici alimentari (senza preconcentrazione).

| Matrice | Parti non edibili da eliminare | Trattamento |
|-------------------|---------------------------------------------------|------------------------------------|
| Pasta | nessuna | sminuzzare o macinare |
| Riso, farine | nessuna | nessuno |
| Carni | ossa, grasso | sminuzzare |
| Pesce | testa, interiora, lische | sminuzzare |
| Molluschi | gusci | sminuzzare o macinare (vedi sotto) |
| Latticini | crosta se sicuramente non edibile | sminuzzare |
| Latte | nessuna | nessuno |
| Frutta | nocciolo, buccia (quando sicuramente non edibile) | sminuzzare o macinare |
| Verdura | buccia (quando sicuramente non edibile) | sminuzzare o macinare |
| Funghi | tallo | sminuzzare o macinare |
| Funghi secchi | nessuna | reidratare (vedi sotto) |
| Frutti di bosco | nessuna | nessuno |
| Miele | nessuna | nessuno |
| Pasto completo | nessuna | sminuzzare o macinare (vedi sotto) |
| Mangimi e foraggi | nessuna | sminuzzare o macinare |

Molluschi

I molluschi possono essere più agevolmente aperti se riscaldati per alcuni minuti in un recipiente coperto. Il mollusco viene estratto e ne viene determinato il peso fresco (peso a cui viene riferita l'analisi), l'acqua prodotta viene scartata.

Il mollusco così ottenuto può essere direttamente introdotto nel contenitore di misura oppure essiccato in stufa ventilata e macinato. L'essiccazione è consigliata perché, oltre a ridurre il volume e facilitare l'omogeneizzazione, migliora la conservabilità del prodotto nel caso l'analisi non venga condotta immediatamente evitando così esalazioni maleodoranti.

Funghi secchi (e altri prodotti disidratati)

I funghi secchi possono essere analizzati tal quali o previa reidratazione, ponendoli per un'ora in un volume di acqua pari circa al doppio del loro volume; al termine di tale lasso di tempo i funghi vengono fatti sgocciolare per 30 minuti circa, pesati e quindi posti nel contenitore per l'analisi. In ogni caso, come previsto dal Regolamento CE 733/2008, il risultato finale deve essere riferito al peso del prodotto ricostituito, come pronto per il consumo⁴.

Pasto completo

Il pasto completo viene omogeneizzato frullandolo. Questa operazione risulta più agevole se preceduta da essiccamento in stufa ventilata. Il peso a cui riferire l'analisi è comunque il peso fresco.

1.1.13.2 Matrici alimentari (e assimilabili) con preconcentrazione

Allo scopo di ridurre il limite di rivelabilità, la massa del campione può essere ridotta per trattamento termico per evaporazione (campioni liquidi), per essiccamento seguito eventualmente da calcinazione (campioni solidi) o per estrazione dei radionuclidi mediante resine a scambio ionico (campioni liquidi). Vengono di seguito riportati i procedimenti più frequentemente utilizzati. Anche altre matrici quali carne, pesce, formaggi possono essere trattate in modo analogo, benché la procedura possa presentare inconvenienti pratici come esalazioni maleodoranti per la calcinazione di materiale proteico. La preparazione del campione è descritta nella scheda MET-01 "Pretrattamento di matrici alimentari con e senza preconcentrazione". I campioni essiccati o inceneriti presentano normalmente densità inferiori a 0,25 kg/dm³. Nel caso non sia disponibile una taratura valida per basse densità, è possibile inumidire il campione aggiungendo una quantità opportuna di acqua distillata in modo da ottenere una densità finale maggiore, ricompresa nell'intervallo di accettabilità della taratura (normalmente densità apparente prossima a 1 kg/dm³).

Per il calcolo della densità apparente del campione è utile registrare sul foglio di lavoro anche il peso del campione inumidito. Nella tabella 1.3 vengono riportate indicativamente le modalità di essiccazione e di calcinazione di alcune matrici alimentari.

⁴ I livelli di riferimento applicabili ai prodotti concentrati o disidratati si riferiscono al prodotto ricostituito, come pronto per il consumo (Regolamento 733/2008 - CE, 2008, modificato dal Regolamento 1409/2009 - CE, 2009) che tuttavia non specifica l'esatta procedura di reidratazione.

L'essiccazione ha il solo scopo di ridurre il volume del campione eliminando l'acqua; dal momento che il valore numerico della massa essiccata non viene utilizzato per il calcolo della concentrazione di attività, le temperature e i tempi di essiccazione non sono critici da questo punto di vista. Nel caso non si intenda eseguire la calcinazione è opportuno eseguire l'essiccazione a temperature inferiori (indicativamente non più di 80°C) per non provocare la parziale combustione del campione che ne renderebbe più difficile la successiva omogeneizzazione.

La calcinazione è completa quando produce "ceneri bianche", ossia ceneri in cui la sostanza organica è completamente combusta e che si presentano di colore grigio chiaro: questo si ottiene generalmente a temperature prossime ai 500 °C. Tuttavia, se l'incenerimento è diretto alla semplice riduzione di volume e non devono essere applicate successivamente procedure radiochimiche che comportano dissoluzione del campione, non è indispensabile arrivare alle ceneri bianche, anzi, secondo alcuni autori, temperature maggiori di 350 °C potrebbero causare perdite di ¹³⁷Cs, dotato di una certa volatilità.

Tabella 1.3 – Essiccazione ed incenerimento dei vegetali – tempi e temperature indicative.

| Categoria | Quantità media di campione fresco | Temperatura essiccazione | Durata media del trattamento di essiccazione | Temperatura calcinazione | Durata media del trattamento di calcinazione |
|------------------------|-----------------------------------|--------------------------|----------------------------------------------|--------------------------|----------------------------------------------|
| Frutta | 2 kg | 80-105 °C | 24 - 36 ore | 350-500 °C | 5 ore |
| Ortaggi | 2 kg | 80-105 °C | 24 - 36 ore | 350-500 °C | 5 ore |
| Tuberi e radici | 2 kg | 80-105 °C | 24 - 36 ore | 350-500 °C | 5 ore |
| Verdura a foglia larga | 2 kg | 80-105 °C | 12 ore | 350-500 °C | 5 ore |

Nella tabella 1.4 vengono riportati a titolo esemplificativo le riduzioni di massa di alcune matrici sottoposte ad essiccazione (105 °C) e successivamente a calcinazione (450 °C). Tali valori sono stati ricavati da dati storici di ARPA Lombardia e sono sostanzialmente in accordo con quelli riportati in letteratura (DOE 1997; USDA 2011, INRAN). Hanno naturalmente valore puramente indicativo.

Tabella 1.4 – Essiccazione ed incenerimento dei vegetali – riduzione di peso.

| Categoria | Matrice | Peso fresco (g) | Peso secco (frazione edibile) (g) | Peso incenerito (frazione edibile) (g) |
|----------------------|-------------|-----------------|-----------------------------------|----------------------------------------|
| Verdura foglia larga | catalogna | 1000 | 60 | 10 |
| | cicorino | 1000 | 70 | 13 |
| | coste | 1000 | 70 | 15 |
| | lattuga | 1000 | 50 | 9 |
| | radicchio | 1000 | 60 | 8 |
| | spinaci | 1000 | 100 | 19 |
| Ortaggi | broccoletti | 1000 | 90 | 11 |
| | carciofi | 1000 | 130 | 14 |
| | carote | 1000 | 110 | 14 |
| | cavolfiore | 1000 | 80 | 9 |
| | cipolle | 1000 | 90 | 6 |
| | fagiolini | 1000 | 90 | 11 |
| | finocchio | 1000 | 60 | 14 |
| | melanzana | 1000 | 70 | 7 |
| | peperoni | 1000 | 70 | 12 |
| | pomodoro | 1000 | 70 | 21 |
| | zucchine | 1000 | 50 | 12 |
| Frutta | albicocche | 1000 | 90 | 26 |
| | arance | 1000 | 130 | 11 |
| | fichi | 1000 | 180 | 17 |
| | fragole | 1000 | 70 | 15 |
| | kiwi | 1000 | 140 | 30 |
| | limoni | 1000 | 140 | 9 |
| | mele | 1000 | 140 | 17 |
| | pere | 1000 | 180 | 7 |
| | pesche | 1000 | 110 | 13 |
| | prugne | 1000 | 110 | 19 |
| | uva | 1000 | 170 | 8 |

Preconcentrazione di campioni liquidi (acqua potabile, latte) (MET-02,03,04,05)

La preconcentrazione di campioni di acqua potabile può essere effettuata con diverse modalità (arricchimento su resina, evaporazione ecc.). Le procedure sono riassunte nel paragrafo seguente e descritte in dettaglio nelle schede MET-02,03,04,05.

La preconcentrazione di campioni di latte non viene normalmente effettuata per le misure in spettrometria gamma, mentre viene adottata per le analisi radiochimiche, ad esempio nelle determinazioni di ⁹⁰Sr e plutonio. La procedura è descritta nelle schede relative a queste determinazioni analitiche.

1.1.13.3 Matrici ambientali

Acque (imbottigliate di rete, di falda, superficiali, reflue, di mare) (MET-02,03,04,05)

I campioni d'acqua che si presentano apparentemente limpidi e privi di deposito visibile sul fondo del contenitore di prelievo possono essere analizzati senza alcuna filtrazione preliminare.

Mentre le acque imbottigliate e di rete non presentano normalmente particolato sospeso, questo può essere presente in acque di pozzo, superficiali, reflue ecc.: in tal caso convenzionalmente si procede alla filtrazione e questa viene effettuata prima di ogni ulteriore trattamento compresa l'acidificazione. Le norme ISO sulle acque talvolta non specificano il tipo e la porosità dei filtri da utilizzare. Normalmente vengono utilizzati filtri con porosità 0,45 µm: questo tipo di filtri viene esplicitamente indicato nella norma UNI relativa alla misura dell'attività alfa beta totale nelle acque (UNI 11260: 2008). Se ritenuto opportuno il filtro può essere analizzato separatamente.

Se invece è necessario, per motivi specifici, analizzare il campione d'acqua assieme al particolato sospeso, va adottato un metodo di preparazione che consenta di ottenere un campione omogeneo (ad esempio attraverso evaporazione con aggiunta di un supporto massivo inerte o aggiunta di agar).

I campioni d'acqua sono soggetti alla possibilità di crescita di organismi (batteri, alghe, mucillagini), precipitazione di composti poco solubili, formazione di colloidali che aderiscono alle pareti del contenitore ecc. Questi fenomeni possono causare la perdita di analiti e vanno pertanto evitati conservando il campione per tempi brevi, al buio e in frigorifero. Il campione filtrato e acidificato presenta maggior stabilità. Le acque imbottigliate, preferibilmente conservate in bottiglie di polietilene hanno minori problemi di conservazione: può ragionevolmente far fede la data di scadenza riportata sulla bottiglia. Le modalità di conservazione delle acque sono descritte nella UNI EN ISO 5667-3:2013. Nella norma, analogamente alla precedente edizione, vengono proposte come tecniche di conservazione, per un periodo di tempo di 1 mese, alternativamente la conservazione al buio e in frigorifero (tra 1 e 5 °C) o l'acidificazione a pH acido (pH < 2).

Normalmente, per ottenere limiti di rivelazioni adeguati, le acque vengono concentrate prima dell'analisi. Alcuni dei metodi adottabili sono riassunti di seguito e descritti per esteso nelle schede citate.

Nel caso debbano essere effettuate analisi radiochimiche, il metodo di pretrattamento ed eventuale concentrazione è descritto all'interno della procedura.

Preparazione tramite evaporazione completa (MET-02)

Nell'evaporazione completa, le acque sono poste in un recipiente di vetro o di acciaio e mandate a secchezza per lenta evaporazione. Eventualmente, dopo una prima parziale concentrazione possono essere mandate a secco in un recipiente più piccolo. Il residuo viene asportato e misurato. E' un metodo molto semplice che presenta tuttavia lo svantaggio della lentezza della preparazione e di una certa difficoltà nell'asportare tutto il residuo e ricreare una geometria di misura riproducibile. E' inadatto ad acque che presentano un basso residuo fisso.

Per ovviare a questo inconveniente si può aggiungere al campione una quantità stabilita (in relazione alla geometria di misura che si intende adottare) di un materiale inerte tale da non influenzare l'analisi (ad esempio silice per cromatografia).

In generale, ma soprattutto per acque con elevato contenuto di carbonati e bicarbonati, è opportuno acidificare il campione allo scopo di evitare la formazione di depositi difficilmente asportabili sulle pareti del contenitore. Rispetto al metodo precedente consente un facile recupero del residuo e la possibilità di riprodurre correttamente la geometria di misura. Questo metodo si applica anche all'acqua di mare.

Preparazione tramite evaporazione parziale (MET-03)

Nell'evaporazione parziale, il campione è concentrato come sopra senza arrivare a secchezza. Raggiunto il volume desiderato, compatibile con il recipiente di misura, il campione viene trasferito e misurato. Si deve

prestare cura a che non avvengano fenomeni di precipitazione, o che comunque non si creino disomogeneità nel campione.

Preparazione mediante resine a scambio ionico (MET-04)

Nel pretrattamento con resine a scambio ioniche, sono comunemente utilizzate resine a letto misto (anionica + cationica), preferibilmente con indicatore di saturazione, o resine cationica e anionica separatamente. L'acqua viene fatta lentamente percolare su di essa a circuito aperto o fatta ricircolare tramite una pompa. La resina viene poi essiccata in stufa o asciugata tramite filtrazione sottovuoto, trasferita nel contenitore di misura e analizzata. E' un metodo adatto al monitoraggio in continuo. E' inoltre adatto alla preconcentrazione rapida di campioni di medie dimensioni (5-50 L) e al trattamento di campioni di grandi volumi (fino a qualche centinaio di litri). I limiti sono rappresentati dal costo relativamente elevato della resina e dalla sua limitata capacità di scambio: quest'ultima può essere espressa, per comodità, in grammi di residuo per millilitro di resina, grandezza indicativa che dipende dal tipo e dalle caratteristiche degli anioni presenti. Ad esempio nel caso della ampiamente utilizzata Amberlite MB6113 (resina a letto misto, con indicatore) questa varia da circa 50 g/ml a circa 95 g/ml (dati ARPA Lombardia). Questa tecnica è quindi poco adatta ad acque ad alto residuo fisso che tendono a saturare rapidamente la resina. Non è garantito il trattenimento di un eventuale particolato sospeso.

Preparazione per gelificazione (MET-05)

Campioni liquidi disomogenei, quali ad esempio quelli risultanti da evaporazione parziale possono essere resi omogenei attraverso l'uso di un agente "gelificante" (es. agar batteriologico a basso contenuto di pigmenti). Al campione preconcentrato, viene aggiunto un quantitativo prestabilito di agar solido (indicativamente in proporzione di 15 g/l). La soluzione è quindi riscaldata e sottoposta ad agitazione al fine di consentire lo scioglimento dell'agar e la distribuzione omogenea del materiale in sospensione. Raggiunto lo scioglimento, la soluzione, sempre sotto agitazione, è raffreddata rapidamente a temperatura prossima al punto di solidificazione dell'agar e quindi trasferita, nel beaker di misura, in un luogo refrigerato sino a completa solidificazione. Tale procedura trova inoltre impiego nella preparazione di campioni di definite geometrie di misura, a partire da materiale (essiccato o incenerito) disponibile in piccole quantità e a bassa densità. In questo caso l'agar è miscelato direttamente al campione ed il tutto è portato al volume prestabilito con acqua distillata. Le successive fasi di riscaldamento e raffreddamento sono analoghe a quelle sopra descritte.

Preparazione del detrito minerale organico sedimentabile e di sedimenti lacustri e marini (MET-06)

La matrice del DMOS e dei sedimenti viene setacciata ad 1 mm, (se possibile sul luogo di prelievo) scartando la frazione di granulometria maggiore. Il campione di DMOS e di sedimento non viene essiccato per evitare la perdita di radionuclidi volatili quali lo ^{131}I , tuttavia il risultato analitico viene convenzionalmente riferito alla massa secca. Per effettuare la conversione viene determinato il rapporto massa fresca/massa secca essiccando una aliquota di pochi grammi di campione a 105 °C per 24-48 ore.

Per la caratterizzazione del DMOS e dei sedimenti, contemporaneamente al pretrattamento possono essere determinati anche gli altri parametri utili quali granulometria e frazione organica.

Per stabilire la composizione granulometrica, una aliquota (circa 20-40 g) del campione setacciato a 1 mm viene setacciato ad umido a 62 µm. La frazione fine è quella costituita da limo e argilla.

Per calcolare la percentuale di materia organica si calcina in muffola a 500 °C per 24 ore una piccola aliquota (1-2 g) di campione essiccato. Il peso perso nella combustione è ascrivibile alla frazione organica. Dal momento che questi due parametri sono spesso scarsamente indicativi e difficilmente correlabili all'effettiva radiocontaminazione, la procedura di calcolo non è descritta nella scheda MET-06. Maggiori particolari possono essere reperiti nelle guide ANPA (ANPA, 1995) e nei documenti elaborati dal CTN (ANPA, 2000).

Preparazione di deposizioni umide e secche (fallout) (MET-07)

Il metodo di pretrattamento del fallout deve tenere in considerazione la sua natura disomogenea. Particelle solide di varia densità e dimensione sono normalmente presenti e la loro quantità e natura possono variare notevolmente. Il prelievo di una aliquota per l'effettuazione, ad esempio, di una misura diretta non è quindi normalmente accettabile a meno di particolari situazioni emergenziali in cui debba essere effettuato un primo screening in tempi particolarmente rapidi.

In situazioni ordinarie il campione di fallout viene raccolto interamente e portato a secchezza per lenta evaporazione su piastra; il residuo viene poi omogeneizzato meccanicamente, trasferito in un opportuno contenitore e misurato. Questo tipo di pretrattamento consente di effettuare successivamente l'analisi di altri radionuclidi di interesse come ^{90}Sr o isotopi del plutonio.

In alternativa, il fallout raccolto può venire concentrato al volume desiderato e reso omogeneo mediante aggiunta di un agente "gelificante" (vedi scheda MET-05). In questo caso diventa più difficile effettuare le successive analisi radiochimiche che implicano la dissoluzione del campione.

In caso di emergenza viene adottata una diversa procedura per evitare la perdita per evaporazione dello ^{131}I , uno dei radionuclidi prodotti in modo più significativo negli incidenti su vasta scala (vedi scheda MET-08). In particolare vengono aggiunti sali di argento che, precipitando lo iodio come AgI , consentono di trattenerlo in modo specifico. Questa procedura produce una massa di campione solido difficilmente solubile utile ad una analisi spettrometrica gamma ma poco adatta a eventuali successive analisi radiochimiche.

Prelievo e preparazione di polveri totali sospese (PTS) in aria (MET-09,10)

Il prelievo può essere effettuato con sistemi di aspirazione a medio-basso volume oppure ad alto volume. In entrambi i casi esso riguarda le polveri totali sospese (PTS), costituite da materiale non gassoso in sospensione nell'aria (acqua esclusa). Le particelle sospese possono essere costituite da composti organici o inorganici di origine sia antropica che naturale, materiale organico proveniente da vegetali, materiale inorganico prodotto da agenti naturali e dall'erosione del suolo. Nelle aree urbane il particolato può avere origine da lavorazioni industriali, dagli impianti di riscaldamento, dall'usura dell'asfalto, degli pneumatici, dei freni e dalle emissioni di scarico degli autoveicoli. Non può essere trascurata inoltre la frazione di particolato secondario, ovvero l'insieme delle particelle formatesi in atmosfera per processi chimici e fisici a partire da composti gassosi (es. composti organici bassobollenti, biossido di zolfo, ammoniaca, ecc.) detti precursori, a loro volta emessi da sorgenti antropiche o naturali.

Ai fini radiometrici, possono essere sottoposti a misura anche i filtri prelevati per determinazioni convenzionali quali PM_{10} e $\text{PM}_{2,5}$.

Il filtro può essere in fibra di vetro, carta, acetato o nitrato di cellulosa, teflon, quarzo e può avere forme e dimensioni diverse in funzione del campionatore utilizzato. I filtri devono essere sostenuti durante l'aspirazione dell'aria da un supporto che impedisca ogni loro possibile deformazione e danneggiamento. I filtri di carta sono caratterizzati da un'efficienza di trattenimento estremamente variabile⁵.

In funzione del sistema di aspirazione può essere necessaria una verifica dell'eventuale saturazione del filtro, che può comportare una diminuzione del flusso di aspirazione nel corso del prelievo.

Ogni laboratorio può scegliere il tipo di materiale che risponde meglio alle proprie esigenze di prelievo ed analisi, tenendo però in particolare considerazione la porosità e l'efficienza di trattenimento. Ulteriori informazioni sono riportate in tabella 1.5 e in ISO 2889: 2010 "Sampling airborne radioactive materials from the stacks and ducts of nuclear facilities". In particolare la risoluzione riportata in tabella 1.5 fornisce un'utile indicazione sulla penetrazione del particolato all'interno del filtro, ed il conseguente autoassorbimento (particolarmente rilevante per le emissioni alfa).

⁵ Nel caso questa non sia prossima al 100% è teoricamente possibile tenerne conto effettuando una opportuna correzione: tuttavia, non conoscendo la distribuzione dimensionale delle particelle perse, questa non è facilmente applicabile in pratica. Di solito questo fenomeno è contenuto entro pochi punti percentuali.

Tabella 1.5 – Principali caratteristiche dei filtri utilizzabili per il prelievo di particolato atmosferico (dati tratti da ISO 2889: 2010).

| Tipo di filtro | Composizione | Flusso tipico (l/min/cm ²) | FWHM Po-218 (keV) | Efficienza di trattamento |
|----------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------|-------------------|---------------------------|
| Millipore type SMWP (5,0 µm pore size), Millipore Corp., Bedford, MA | Esteri misti di acetato di cellulosa e nitrato di cellulosa (fragile, elettrostatico, lati identici) | 16 | 670 | 98,1% ÷ > 99,99% |
| Millipore type AW19 (5,0 µm pore size), Millipore Corp. | Polimeri microporosi e omogenei di esterati di cellulosa formati intorno a una rete di cellulosa (robusto, lati identici) | 16 | 470 | 99,93% ÷ > 99,99% |
| Durapore (5,0 µm pore size), Millipore Corp. | Polivinilidene fluoruro (robusto, lati identici) | 14 | 790 | - |
| Fluoropore (3,0 µm pore size), Millipore Corp. | Politetrafluoroetilene legato a fibre di polipropilene ad alta densità (robusto; lati distinguibili) | 23 | 350 | 98,2% ÷ > 99,98% |
| Fluoropore (5,0 µm pore size), Millipore Corp. | Politetrafluoroetilene | - | - | - |
| Versapor 3000 (3,0 µm pore size), Gelman Sciences, Ann Arbor, MI | Copolimero acrilico su un supporto di fibre di nylon (robusto, lati identici) | 25 | 590 | 99,7% ÷ > 99,99% |
| Gelman type A/E (~1,0 µm pore size) Gelman Sciences | Fibre di vetro borosilicato senza legante (delicato lati identici) | 25 | >1000 | 99,6% ÷ > 99,99% |
| Whatman EPM 2000, Whatman LabSales, Hillsboro, OR | Fibre di vetro borosilicato senza legante (delicato lati identici) | 20 | >1000 | - |
| Whatman 41, Whatman LabSales | Filtro di carta cellulosa-cotone (robusto; utilizzato principalmente per la filtrazione di liquidi; lati identici) | 25 | >1500 | 43% ÷ > 99,5% |
| Nuclepore (0,6 µm pore size), VWR Scientific, Pleasanton, CA | Membrana in policarbonato (robusto; sottile; molto elettrostatico; utilizzato principalmente per la filtrazione di liquidi; lati distinguibili) | 4 | 500 | 53% ÷ > 99,5% |
| Millipore type AA (0,8 µm pore size), Millipore Corp. | Esteri misti di cellulosa (fragile; elettrostatico; lati distinguibili) | 7 | 520 | 99,999% ÷ > 99,999% |

Anche se la maggior parte dei radionuclidi è fissata sul particolato sospeso, quelli volatili come ³H e ¹³¹I non vengono efficacemente captati dai filtri. In particolare nel caso dello iodio è stato dimostrato in occasione dell'incidente di Fukushima (Rusconi, 2011) che solo una frazione inferiore al 50% viene trattenuta assieme al PTS. Per evitare di sottostimare la concentrazione di ¹³¹I è necessario predisporre trappole specifiche a valle del filtro, contenenti un materiale adsorbente efficace quale i carboni attivi addizionati di reagenti specifici per lo iodio (ammine, metilioduro, sali di iodio). Modelli di trappole per la captazione selettiva dello iodio sono disponibili presso ARPA Lombardia (MET-10).

L'analisi radiometrica può essere effettuata sia sul campione giornaliero sia sui campioni composti settimanali e mensili. Può essere utile, per stabilizzare il particolato sul filtro, un fissativo o spray per disegnatori per garantire una buona conservazione, ma deve essere tassativamente eseguito solo dopo aver effettuato le misure alfa totale e beta totale.

Sono considerati sistemi di aspirazione a medio-basso volume quei sistemi in grado di operare nell'intervallo compreso tra 30-140 litri di aria al minuto. Per questi sistemi il filtro è generalmente circolare ed è idoneo ad essere sottoposto sia a misure di spettrometria gamma sia a misure alfa totale e beta totale senza ulteriori trattamenti.

I sistemi di aspirazione ad alto volume sono in grado di aspirare almeno 1000-2000 m³/giorno di aria. L'impiego di questi sistemi di prelievo consente di ottenere elevatissime sensibilità (dell'ordine del mBq/m³ per il ¹³⁷Cs) per scopi di monitoraggio giornaliero (ad esempio punti della rete diradata) o per disporre di un sistema in grado di campionare grossi volumi in breve tempo in caso di emergenze. Uno svantaggio di questo sistema consiste nel fatto che il filtro non può essere analizzato tal quale ma deve essere adattato al contenitore prescelto per la misura, piegando o ritagliando opportunamente il filtro stesso. Per lo stesso motivo il filtro sovente non è idoneo ad essere immediatamente sottoposto a misure alfa totale e beta totale, dal momento che i rivelatori commercialmente disponibili prevedono di solito come campione dei filtri circolari con diametro pari a circa 50 mm. I filtri impiegati in questi sistemi sono quindi di solito sottoposti alla sola spettrometria gamma, anche se è sempre possibile ritagliare opportunamente una parte del filtro per ulteriori misure (analisi radiochimiche per la ricerca ⁹⁰Sr e plutonio o anche semplici misure alfa totale e beta totale).

Per analogia al prelievo del PM 10 e PM 2,5 ai fini della verifica della qualità dell'aria, in cui il volume aspirato non viene normalizzato a temperatura e pressione standard (vedi D. Lgs. 155/10), sembra opportuno non effettuare correzioni sul volume campionato in relazione alla temperatura e alla pressione effettive.

Se tuttavia una normalizzazione viene tradizionalmente effettuata da un laboratorio (ad es a 25 °C e 1013 millibar), questa dovrebbe essere esplicitamente dichiarata.

Correzioni per le variazioni di temperatura e pressione devono essere invece effettuate quando queste vengono provocate dall'apparato di prelievo ed influenzano il sistema di misura. La correzione deve riportare il dato ottenuto alla temperatura e pressione ambientali effettive.

Eventuali variazioni delle condizioni di normalizzazione devono essere specificate ed indicate dal laboratorio.

Prelievo e preparazione di suolo (MET-11)

I diversi metodi di prelievo del suolo (con sagoma, carotatore, trincea ecc.) sono descritti nel capitolo relativo al campionamento, mentre il pretrattamento è riportato in MET-11.

L'essiccazione ha lo scopo di determinare il peso secco del campione e facilitarne la successiva omogeneizzazione. Può essere realizzato all'aria in ambiente controllato, oppure in stufa ventilata con termostato.

In ogni caso, un campione viene considerato secco, quando, effettuate pesate successive, i valori misurati risultano essere costanti. L'essiccazione all'aria richiede tempi che variano da alcuni giorni ad alcune settimane a seconda del tipo del campione. Compatibilmente con le esigenze di spazio, per ridurre i tempi di trattamento è consigliabile distendere i campioni su vassoi di superficie più ampia possibile e procedere saltuariamente al loro rimescolamento. In alternativa all'asciugatura all'aria, l'essiccazione si può effettuare in stufa a temperatura compresa tra 40 e 105°C (va tenuta registrazione ed evidenza delle temperature di essiccazione). In tal modo, pur evitando la volatilizzazione di gran parte dei radionuclidi di interesse, si ottiene un notevole abbattimento del tempo di trattamento. Lo strato di suolo posto nelle apposite teglie deve essere sufficientemente sottile (< 2 cm) per permettere una efficiente essiccazione.

Se sono previste determinazioni geopedologiche come la percentuale di argilla, va conservata a parte una frazione non essiccata in stufa dal momento che la temperatura può alterare la composizione granulometrica.

Una volta raggiunto il peso costante si può procedere alla separazione dei sassi e delle radici di dimensioni maggiori ed alla frantumazione dei grumi con un pestello da mortaio. Si procede con la setacciatura a secco a 2 mm, che consente di separare la componente fine dallo scheletro. Qualora si abbia una quantità di materiale sufficientemente grande, per costruire un campione rappresentativo della quantità di suolo prelevata si può utilizzare il metodo della "quartatura" che prevede che il campione venga disteso in strato uniforme su una superficie piana e suddiviso in quattro parti con un separatore, costituito da due aste ortogonali: si prelevano le quantità di due quadranti opposti che possono essere a loro volta suddivisi nello stesso modo. Qualora non fosse eseguita l'essiccazione del campione di suolo in stufa ventilata, il fattore di conversione peso fresco peso secco può essere calcolato su una o più aliquote di campione (tipicamente 1-5 g) che vengono pesate ed essiccate alla temperatura di riferimento.

La concentrazione dei radionuclidi può essere espressa per unità di massa (Bq/kg) o per unità di superficie (Bq/m²).

La formula per la conversione è la seguente:

$$s_i = k \frac{M_s - M_{sk}}{S} a_i = k \frac{M_t}{S} a_i$$

dove

- a_i concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo;
- s_i concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo;
- M_s massa totale del campione essiccato;
- M_{sk} massa totale dello scheletro;
- M_t massa totale della componente fine;
- S superficie campionata;
- k fattore di conversione peso fresco – peso secco.

La formula tiene conto del fatto che lo scheletro, costituito da sassi, contribuisce al peso complessivo ma non all'adsorbimento di radionuclidi.

Qualora si ritenesse utile ottenere una maggior omogeneità del campione, o comunque una granulometria più fine per esigenze analitiche specifiche (ad esempio misure alfa totale o beta totale), si può utilizzare il metodo riportato in ISO 18589-2: 2007, che prevede:

-
- essiccazione a 40 °C;
 - disgregazione manuale e setacciatura a 2 mm;
 - essiccazione della frazione fine a 105 °C;
 - frantumazione totale in mulino e setacciatura a 200 µm.

Prelievo e preparazione di muschi (MET-12)

I muschi campionati a scopi radiometrici sono quelli appartenenti a specie che formano tappeti (muschi pleurocarpi). La parte inferiore del tappeto è costituita da materiale proveniente dal muschio in decomposizione e poggia direttamente sul substrato minerale, mentre la parte superiore è formata da fusticini del muschio fittamente addensati. Le specie appartenenti ai generi Hypnum e Isoetecium soddisfano questi requisiti.

I siti di prelievo vanno scelti in base alle esigenze di monitoraggio, cercando di rappresentare il territorio di indagine nella sua totalità. Per ogni sito va prelevato un numero sufficiente di campioni per garantire la rappresentatività. Convenzionalmente si consiglia di prelevare almeno 15 campioni di muschio, di spessore non inferiore a 1 cm. Vanno scelti i muschi che crescono su rocce o sassi e la superficie del campione deve essere di almeno 100 cm² e posta orizzontalmente. Sono da evitare i muschi che crescono verticalmente o al riparo dalle precipitazioni atmosferiche. È meglio effettuare la raccolta con clima asciutto.

I campioni vengono asciugati all'aria, ripuliti manualmente dai pezzi di terra e ritagliati in pezzi di forma regolare. Si misura la superficie complessiva delle aliquote da misurare e queste sono introdotte in un beaker di Marinelli.

1.1.14 Misura radiometrica

La procedura per la misura radiometrica è descritta nel dettaglio nella relativa scheda (MET-13). Le librerie di radionuclidi utilizzate per le analisi quantitative sono in genere incluse nel programma di analisi; tuttavia, vista l'importanza di utilizzare riferimenti univoci e autorevoli per i dati nucleari (in particolare per il tempo di dimezzamento e le abbondanze di emissione gamma), si riportano di seguito i riferimenti delle principali banche di dati nucleari, selezionati su suggerimento dell'Istituto Nazionale di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti.

BOX 1.1.8 – BANCHE DATI NUCLEARI

1. <http://www.bipm.org/en/publications/monographie-ri-5.html>
2. http://www.nucleide.org/DDEP_WG/DDEPdata.htm
3. <https://www-nds.iaea.org/exfor/endl.htm>
4. <http://laraweb.free.fr/>
5. <http://www.nndc.bnl.gov/nudat2/>
6. <http://www.oecd-nea.org/janis/>

Queste banche dati sono accessibili gratuitamente sul web. L'ordine di presentazione corrisponde ad un ordine di preferenza nella scelta della fonte, anche se occorre rilevare che le banche dati 1. e 2. fanno parte di un progetto internazionale di armonizzazione e dovrebbero quindi proporre gli stessi insiemi di dati nucleari.

1.1.15 Dati utili

Si riportano di seguito, a titolo di esempio, i limiti di rivelabilità per ¹³⁷Cs ottenibili con un rivelatore al germanio iperpuro di tipo p, di efficienza nominale pari al 30%, per le principali matrici previste dalla rete di monitoraggio, in alcune delle possibili condizioni di misura (quantità di campione, geometria, tempo di misura). Sono evidenziati in grigio i due casi nei quali non si raggiungono le sensibilità richieste per la rete di monitoraggio.

Tabella 1.6 – Valori indicativi dei limiti di rivelabilità (^{137}Cs) in varie condizioni di misura, confrontate con le sensibilità richieste dalla rete di monitoraggio. Evidenziati in grigio i casi in cui non è rispettato il requisito.

| Matrice | Unità di misura | Quantità di campione | Tempo di misur. (s) | Geometria di misura | Limite di rivelabilità (Bq/ u. di m.) | Sensibilità richiesta (Bq/ u.d.m.) |
|-----------------------------------------------|-----------------|----------------------|---------------------|---------------------|---------------------------------------|------------------------------------|
| Aria (PTS) mensile * medio volume | m ³ | 2 000 | 240000 | 100 ml | 10 ⁻⁵ | 10 ⁻⁴ |
| Aria (PTS) giornaliera ** alto volume | m ³ | 2 000 | 5400 | Petri | 10 ⁻⁴ | 10 ⁻⁴ |
| Aria (PTS) mensile ** alto volume | m ³ | 60 000 | 240 000 | 500 ml | 10 ⁻⁶ | 10 ⁻⁶ |
| Fall out | m ² | 1,28 | 120000 | 20 ml | 0,03 | 0,1 |
| Acque superficiali | l | 2 | 120000 | 2 l | 0,07 | 0,1 |
| DMO, sedimenti, suol | kg (secco) | 1 | 120000 | 1 l | 0,09 | 0,1 |
| Alimenti | kg (fresco) | 0,5 | 120000 | 500 ml | 0,2 | 0,1 |
| Alimenti | kg (fresco) | 1 | 120000 | 1 l | 0,09 | 0,1 |
| Alimenti | kg (fresco) | 2 | 120000 | 2 l | 0,07 | 0,1 |
| Foraggi, mangimi | kg (fresco) | 2 | 120000 | 2 l | 0,07 | 0,1 |
| Acqua potabile tal quale | l | 2 | 120000 | 2 l | 0,07 | 0,01 |
| Acqua potabile preconcentrata | l | 200 | 60000 | 1 l | 0,0007 | 0,01 |
| Acque/fanghi da impianti di depurazione | kg | 2 | 120000 | 2 l | 0,07 | 1 |

* requisiti riferiti alla rete fitta

** requisiti riferiti alla rete diradata

1.2 Misure di alfa e beta emettitori

Come nel caso dei fotoni gamma, anche nel caso di particelle alfa e beta (vedi Box 1.2.1 – Le interazioni delle particelle cariche con la materia) vale il principio di funzionamento di tutti i rivelatori di particelle, che consiste nel trasferimento di tutta o di una parte dell'energia della radiazione al rivelatore, dove è convertita in una forma misurabile: tutti i rivelatori moderni forniscono essenzialmente un tipo di risposta elettrico, cioè l'informazione dal rivelatore è trasformata in impulsi elettrici che poi sono processati da opportuni circuiti elettronici. La ionizzazione delle particelle interagenti produce, nei rivelatori a gas, ioni che danno origine ad un segnale elettrico, mentre negli scintillatori induce transizioni energetiche molecolari che risultano nella emissione di luce.

BOX 1.2.1 – LE INTERAZIONI DELLE PARTICELLE CARICHE CON LA MATERIA

Le particelle cariche pesanti – particelle alfa, protoni, nuclei completamente ionizzati – nell'attraversare un mezzo interagiscono quasi esclusivamente con gli elettroni atomici, mentre le particelle cariche leggere – elettroni e positroni – sono soggette non solo alla interazione con gli elettroni atomici del mezzo attraversato, ma subiscono anche un secondo tipo di meccanismo di perdita di energia, importante per energie elevate della particella incidente, dovuto alla interazione coi nuclei atomici. Questo secondo tipo di interazione è detta perdita di energia per irraggiamento. Inoltre per le particelle cariche leggere gli effetti relativistici non possono essere trascurati, avendo queste una massa a riposo molto più piccola delle particelle cariche pesanti.

Gli elettroni atomici del mezzo attraversato possono essere condotti a livelli energetici superiori (eccitazione) o essere del tutto strappati all'atomo (o alla molecola) a cui appartengono (ionizzazione).

Man mano che la particella penetra nella materia cede una frazione della propria energia. Possiamo indicare con dE/dx la quantità di energia persa per unità di percorso. La forma esplicita di dE/dx - detta anche potere frenante – dipende da numerosi parametri e dalla natura della particella incidente ed è nota come Formula di Bethe-Bloch (per le particelle cariche leggere ne esiste una versione modificata). Il potere frenante varia a seconda del materiale, della carica e della velocità della particella, quindi varia lungo la traiettoria durante il processo di arresto.

Nota la perdita di energia per unità di percorso, il range – o capacità di penetrazione – di una particella può essere calcolato: le particelle cariche pesanti, come le particella alfa, vengono facilmente assorbite su distanze molto brevi (un foglio di carta può sufficientemente bloccare un fascio di particelle alfa di qualche MeV di energia), mentre un piccolo spessore di alluminio è sufficiente a schermare le particelle beta.

Per quanto riguarda le particelle cariche leggere la perdita di energia per irraggiamento è detta irraggiamento da frenamento o *bremßstrahlung*.

Oltre ai processi di collisione e radiazione, un altro fenomeno di perdita di energia che interessa le particelle cariche nell'interazione con un mezzo materiale è dato dall'effetto Cerenkov. Tale effetto consiste nell'emissione di radiazione elettromagnetica da parte di particelle cariche che attraversano un mezzo trasparente con un velocità maggiore della velocità della luce in quel mezzo.

Si possono distinguere diverse categorie di strumenti per la rivelazione di particelle alfa e beta:

- i contatori a scintillazione a stato solido;
- i contatori a scintillazione liquida;
- i contatori a gas;
- i rivelatori al silicio.

Molte delle considerazioni generali riportate al paragrafo 1.1 valgono anche per queste categorie di strumenti, in particolare per quanto riguarda:

- fondo ambientale e bianco;
- correzione per il decadimento;
- tempo morto, somma casuale, linearità della risposta;

-
- taratura in efficienza.

La taratura in energia non è applicabile a tutti gli strumenti utilizzati come contatori, mentre è necessaria per spettrometri e rivelatori al silicio.

La scelta della tecnica analitica per la determinazione di emettitori beta puri quali ^3H , ^{14}C , ^{90}Sr o elementi transuranici quali plutonio dipende dal tipo di emissione e dal suo spettro energetico.

1.2.1 Contatori a scintillazione a stato solido

Si tratta di contatori in cui un materiale interagisce con le particelle incidenti producendo delle emissioni luminose (UV/VIS) poi raccolte ed amplificate elettricamente da un tubo fotomoltiplicatore (PMT).

I materiali scintillanti a stato solido sono suddivisi in due grandi categorie:

scintillatori inorganici di cui fanno parte gli alogenuri alcalini attivati con altri elementi come lo NaI(Tl), lo CsI(Tl) in forma di cristalli; polveri cristalline come il ZnS(Ag); vetri scintillanti come il Ce attivato con Li scintillatori organici in forma di cristalli come l'Antracene, Trans-Stilbene e Naftalene; scintillatori organici in soluzioni solide, ovvero uno o più' soluti in un solvente plastico solido.

L'energia dissipata da una particella carica (per ionizzazione o per eccitazione) è trasformata in emissione di luminescenza. Per luminescenza si intende il fenomeno per cui alcune sostanze sono capaci di riemettere, sotto forma di radiazione elettromagnetica, una parte dell'energia assorbita in precedenza sotto varie forme.

A seconda delle cause dell'eccitazione si distinguono vari tipi di luminescenza (chemiluminescenza, elettroluminescenza...). Se l'emissione avviene in tempi dell'ordine 10^{-8} s o meno si parla di fluorescenza, invece se l'emissione è molto più lunga (10^{-4} s) si parla di fosforescenza. In generale la luminescenza (UV/VIS) avviene a energia minore di quella assorbita dalla radiazione incidente.

Per la rivelazione di particelle alfa un materiale molto usato è lo ZnS(Ag), mentre per la rivelazione di particelle beta si utilizzano spesso scintillatori plastici.

Per la rivelazione di fotoni gamma si utilizzano cristalli di elevata densità e numero atomico efficace, così da massimizzare la probabilità di interazione per effetto fotoelettrico. Il più diffuso scintillatore inorganico per la misura di fotoni gamma è NaI(Tl).

1.2.2 Contatori alfa/beta totali per scintillazione liquida (LSC)

Nella scintillazione liquida il misurando è rappresentato da una soluzione liquida che viene miscelata, all'interno di un flaconcino (vial) con un liquido scintillante (cocktail di scintillazione). Quest'ultimo è costituito da sostanze che vengono eccitate dalle emissioni radioattive del misurando e che, diseccitandosi, emettono per fluorescenza radiazioni luminose nel campo del visibile (vedi Box 1.2.2 – I liquidi scintillanti).

BOX 1.2.2 – I LIQUIDI SCINTILLANTI

I costituenti fondamentali di uno scintillatore organico liquido sono:

- il solvente S che ha la duplice funzione di solubilizzare sia il campione che gli altri componenti del cocktail di scintillazione e di interagire con la radiazione incidente producendo stati eccitati
- il soluto F costituito da molecole in grado di intrappolare l'energia degli stati eccitati del solvente e produrre per fluorescenza fotoni luminosi
- l'emulsionante utile ad aumentare la miscibilità tra campione e soluto quando questa non è sufficiente (ad esempio nel caso di campioni acquosi e solventi idrocarburici aromatici)

I processi di scambio dell'energia che portano alla produzione di un fotone $h\nu$ che può essere rivelato dal tubo fotomoltiplicatore PMT si possono schematizzare come segue, dove P^* è la particella emessa nel corso del decadimento radioattivo:

1. $P^* + S \rightarrow P + S^*$ eccitazione del solvente
2. $S^* + F \rightarrow S + F^*$ eccitazione della molecola fluorescente
3. $F^* \rightarrow F + h\nu$ emissione del fotone $h\nu$ 375-425 nm
4. $h\nu + \text{PMT} \rightarrow e$ rivelazione/conversione fotoelettrica

Il primo passaggio si riferisce al processo di eccitazione elettronica della molecola di solvente S causata dal trasferimento dell'energia cinetica della particella P^* ; successivamente l'energia di eccitazione del solvente si trasforma in eccitazione elettronica del soluto F^* (punto 2), che diseccitandosi emette un fotone, $h\nu$ (punto 3). La rivelazione del fotone $h\nu$ da parte del tubo fotomoltiplicatore (punto 4) rappresenta l'anello finale della catena di produzione e trasferimento dell'energia di scintillazione.

Il numero di fotoni luminosi prodotti nel liquido scintillante per unità di energia depositata dalla radiazione incidente (resa di scintillazione) dipende sia dal tipo di radiazione incidente che dalla sua energia. In particolare, la resa di scintillazione di particelle alfa e beta differisce in modo significativo. Inoltre, l'analisi degli impulsi di fluorescenza consente l'identificazione della particella incidente (alfa o beta).

Il contatore è uno strumento che rileva, tramite uno o più fotomoltiplicatori, la radiazione luminosa prodotta generando uno spettro. Una descrizione più esaustiva della tecnica è riportata in Appendice 1 (1.6).

Questa tecnica ha trovato, nelle ultime decadi, sempre maggiori applicazioni in campo ambientale grazie alla disponibilità di strumenti ad elevate prestazioni, caratterizzati da livelli di background sempre più bassi (LSC ultra low-level). Sono state messe a punto procedure, pubblicate sia in letteratura scientifica che come metodi normati, per la misura di molti alfa e beta emettitori con ottime sensibilità.

La principale limitazione della scintillazione liquida è che il misurando deve essere costituito da una soluzione liquida di piccolo volume (alcuni ml), limpida e non (o scarsamente) colorata. Anche la composizione chimica ha delle limitazioni legate, tra l'altro, alla compatibilità della soluzione col liquido scintillante. Dopo la miscelazione, il sistema campione-scintillante deve risultare omogeneo e stabile. Devono essere assenti emulsioni lattescenti che impediscano la trasmissione degli impulsi luminosi e inoltre non devono essere presenti composti che causino una precoce degradazione del cocktail scintillante o che comunque provochino una degradazione del segnale (vedi Box 1.2.3 – Il quenching).

BOX 1.2.3 – IL QUENCHING

Con il termine quenching, o spegnimento, si intendono tutti i processi di diseccitazione delle molecole eccitate che non comportano l'emissione di luce, o più in generale di radiazione, e nel corso dei quali l'eccitazione si degrada principalmente sotto forma di calore. Si intende per agente quenchante qualunque composto che, interagendo con le molecole eccitate direttamente o indirettamente dalla radiazione, rimuove la loro energia di eccitazione contribuendo a dissiparla per via non radiativa.

E' possibile distinguere tra diversi tipi di quenching:

- quenching di assorbimento
- quenching chimico
- quenching ottico, o di colore

Il fenomeno del quenching è presente in tutti i campioni e varia in funzione delle caratteristiche del campione stesso, anche se non sempre in modo prevedibile e controllabile; interferendo nei processi di conversione e trasferimento dell'energia, influenza non solo la forma dello spettro ma anche la sua intensità, provocando variazioni significative dell'efficienza di rivelazione che è il parametro fondamentale delle determinazioni radiometriche quantitative.

E' quindi necessario che la presenza e l'intensità dei fenomeni di quenching sia monitorata in tutti i campioni analizzati, soprattutto allo scopo di disporre di un indice attraverso il quale ricavare il valore corretto dell'efficienza di rivelazione.

Nonostante queste limitazioni, la scintillazione liquida è una tecnica con vaste possibilità applicative e che permette di adottare procedure particolarmente rapide e poco laboriose. Questo è particolarmente vero nel caso dell'analisi radiometrica delle acque in quanto la matrice di partenza possiede già le caratteristiche richieste ed è relativamente facile produrre un misurando adatto al conteggio LSC.

1.2.3 Contatori alfa/beta totali a flusso di gas

Un rivelatore a flusso di gas è uno strumento in cui un campo elettrico viene applicato attraverso un volume riempito di gas. Le particelle cariche di una radiazione che si muovono attraverso il gas, a seguito della loro interazione, ionizzano il gas producendo ioni positivi ed elettroni. La presenza del campo elettrico fa sì che ioni positivi ed elettroni si muovano in versi opposti lungo le linee di forza del campo, producendo una corrente di ionizzazione. Schematizzando il rivelatore come un condensatore piano a facce parallele riempito di gas, al variare della differenza di potenziale tra le armature si ottiene per la risposta un andamento tipico mostrato in figura 1.7.

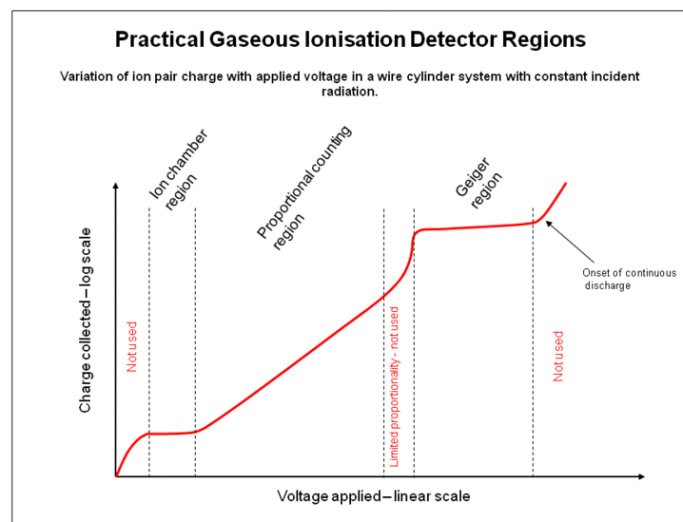


Figura 1.7 – Andamento tipico della risposta di un rivelatore a gas.

Nel primo tratto la corrente cresce in quanto è presente, per bassi valori della tensione, il fenomeno della ricombinazione e quindi la neutralizzazione degli ioni prodotti. Quando il campo elettrico è sufficientemente alto, la ricombinazione non può avvenire e la corrente raccolta resta costante. La zona del pianerottolo è la tipica regione di funzionamento della camera ad ionizzazione, utilizzata per misure di intensità di campi di radiazioni.

Quando il valore del campo elettrico aumenta al di sopra di un certo valore, l'impulso in uscita da rivelatore inizia ad aumentare, pur rimanendo proporzionale alla ionizzazione iniziale: un rivelatore che opera in queste condizioni è detto contatore proporzionale. In tale regime è possibile la rivelazione di particelle alfa e beta.

Se la tensione aumenta ulteriormente sino alla regione Geiger si ha una scarica indipendente dalla ionizzazione iniziale: il segnale elettrico che ne deriva è grande (quindi facilmente leggibile), ma ha perso la proporzionalità con la ionizzazione iniziale. Il contatore Geiger può essere utilizzato per misure di intensità di campi di radiazioni.

Il gas di riempimento è di solito un gas nobile (tipicamente Argon) con aggiunta di piccole quantità (10%) di molecole complesse capaci di assorbire i fotoni prodotti senza ionizzarsi a loro volta (tipicamente CH₄).

I contatori proporzionali a gas non sono spettrometri ma consentono, attraverso opportuni circuiti di discriminazione, l'identificazione della particella incidente (alfa o beta), anche se è sempre necessario considerare le reciproche interferenze (le interferenze delle emissioni beta sono in genere trascurabili).

I contatori proporzionali a gas sono utilizzati sia per la determinazione di emissioni alfa totali e beta totali (ad esempio nel particolato atmosferico o nelle acque), sia per la determinazione di singoli radionuclidi dopo opportune separazioni radiochimiche (ad esempio ⁹⁰Sr).

1.2.4 Spettrometria alfa con rivelatori al silicio

La spettrometria alfa con rivelatori al silicio (vedi Box 1.2.4 – I rivelatori al silicio) in camera a vuoto consente l'identificazione e la quantificazione degli isotopi alfa emettitori di uno specifico elemento chimico dopo opportune separazioni radiochimiche.

Una apparecchiatura per spettrometria alfa è schematicamente composta da un rivelatore al silicio, posizionato all'interno di una camera a vuoto, un amplificatore, un convertitore analogico digitale (ADC), una memoria multicanale (MCB), un elaboratore elettronico ed un software di analisi.

Dal momento che le particelle alfa sono caratterizzate da range estremamente ridotti (qualche cm in aria, qualche mm in acqua), il campione deve essere preparato in uno strato sottile tramite elettrodeposizione o microprecipitazione e deve essere sottoposto a misura in una camera in cui sia praticato il vuoto.

L'utilizzo di uno standard di resa interno può rendere non necessaria la taratura in efficienza, dal momento che è possibile determinare l'attività incognita per confronto diretto con quella dello standard aggiunto (in questo modo, però, non è possibile determinare la resa di separazione).

BOX 1.2.4 – I RIVELATORI AL SILICIO

Range energetico ed efficienza

I rivelatori al silicio hanno un'efficienza del 100% per le particelle alfa che incidono sull'area attiva indipendentemente dalla loro energia – tipicamente compresa nel range 3 MeV ÷ 6 MeV. Dal momento che le particelle sono emesse dalla sorgente casualmente in tutte le direzioni, l'efficienza di rivelazione dipende essenzialmente dall'angolo solido sotteso dal rivelatore:

$$\varepsilon \cong \frac{A}{4\pi d^2}$$

dove A è l'area attiva del rivelatore (fornita dal costruttore come valore nominale) e d la distanza sorgente rivelatore. La determinazione di tali parametri non è sempre agevole per cui è comunque necessaria una taratura in efficienza con una specifica sorgente di taratura.

Risoluzione e forma del picco

Il picco dovuto alle interazioni di particelle alfa monoenergetiche con il rivelatore ha idealmente forma gaussiana: emissioni multiple e fenomeni legati all'autoassorbimento da parte del campione producono in realtà picchi asimmetrici con una coda esponenziale a bassa energia.

Tipicamente la *FWHM* è compresa nel range 20 keV ÷ 100 keV.

Contaminazione

L'emissione di particelle alfa comporta inevitabilmente la contaminazione della camera a vuoto e del rivelatore: nonostante siano presenti in commercio sistemi per la riduzione del fenomeno è sempre necessario monitorare – attraverso sistematiche misure di fondo – l'andamento di tale contaminazione.

1.2.5 Misure di attività alfa e beta totale

1.2.5.1 Misura nelle polveri totali sospese (MET-14)

Il metodo permette di misurare l'attività alfa totale e beta totale in aria attraverso un campione di particolato atmosferico depositato su filtro; il filtro è lo stesso sul quale viene effettuata la misura di spettrometria gamma. E' necessario però effettuare la misura almeno 120 ore dopo il prelievo del filtro, in modo da far decadere i radionuclidi naturali con breve tempo di dimezzamento. Viceversa, un'attesa superiore ai 30 giorni circa conduce ad un significativo incremento dei conteggi alfa dovuta alla crescita del ²¹⁰Po dal ²¹⁰Pb. Non è necessario un particolare pretrattamento del filtro; è sufficiente che il diametro del filtro sia compatibile con quello del rivelatore. Particolare attenzione deve essere posta alle interferenze delle emissioni alfa nei conteggi beta.

1.2.5.2 Misura nelle acque potabili e superficiali

La misura dell'attività alfa totale e beta totale nelle acque può essere effettuata con differenti metodi.

Metodo della sorgente spessa

La misura delle attività alfa e beta totale con il metodo della sorgente spessa sono descritte rispettivamente nelle norme ISO 9696: 2007 e ISO 9697: 2008. L'acqua viene concentrata termicamente ed il residuo secco viene solfatato per aggiunta di acido solforico. La miscela di solfati così ottenuti viene depositata su un piattello metallico cercando di rendere lo spessore più omogeneo possibile. Il campione viene misurato mediante contatori alfa/beta totali.

Metodo della sorgente sottile

La misura delle attività alfa e beta totale con il metodo della sorgente sottile è descritta nella ISO 10704: 2009. L'acqua viene parzialmente preconcentrata termicamente. Una aliquota viene prelevata e trasferita su un piattello in acciaio dove viene evaporata a secchezza formando uno strato piuttosto sottile. Anche in questo caso il campione viene misurato mediante contatori alfa/beta totali.

Metodo della scintillazione liquida (MET-28)

La misura delle attività alfa e beta totale tramite scintillazione liquida è descritta dalla UNI 11260: 2008 e dalla ISO 11704: 2010. Il campione viene portato ad un pH prestabilito con acido nitrico e successivamente scaldato sotto agitazione per allontanare il ^{222}Rn o, se si desidera aumentare la sensibilità della misura, concentrato termicamente. Una aliquota viene poi trasferita in una vial per scintillazione cui è aggiunto un opportuno cocktail scintillante ed il campione è misurato previa applicazione della discriminazione alfa/beta. Il metodo della scintillazione liquida è attualmente quello più correntemente utilizzato data la semplicità e la velocità del pretrattamento. Nella scintillazione liquida l'efficienza degli alfa emettitori è sostanzialmente costante mentre quella dei beta emettitori dipende dall'energia: esiste quindi la possibilità di sottostimare in modo anche rilevante i beta emettitori a bassa energia. Inoltre, se il campione ha colorazioni anche apparentemente deboli o contiene agenti quenchanti chimici (come l'acido nitrico, spesso usato per stabilizzare i campioni, anche nel caso degli interconfronti) in quantità più elevata di quanto consentito dal campo di applicazione, la sua applicazione può essere problematica.

Nei metodi della sorgente spessa e della sorgente sottile il fenomeno di autoassorbimento (e relativa variazione dell'efficienza di rivelazione in funzione dell'energia) interessa più gli alfa che i beta emettitori. Nella scintillazione liquida, al contrario, le variazioni di composizione del campione influenzano maggiormente l'efficienza di rivelazione beta mentre quella alfa rimane sempre prossima al 100%. Relativamente al metodo della sorgente spessa, va tenuto presente che più le acque sono ricche di sali (alto residuo fisso), minore sarà l'aliquota che potrà essere analizzata, data la necessità di avere una quantità di residuo costante, con la conseguente riduzione del limite di rivelabilità.

1.2.5.3 Misura di suolo e sedimenti (MET-15)

La misura dell'attività alfa totale e beta totale in matrici solide è descritta nella ISO 18589-6: 2009. La norma descrive le modalità di preparazione di campioni di suolo, ma può essere estesa a matrici con caratteristiche simili, quali sedimenti, DMOS e fanghi.

Questo tipo di misura è utile qualora sia necessario eseguire uno screening su un elevato numero di campioni, essendo una metodica di rapida esecuzione sia nella fase di preparazione del campione, sia in quella di misura.

Occorre tuttavia effettuare una valutazione preliminare dell'adeguatezza del limite di rivelabilità del metodo rispetto agli scopi della misura. In particolare, per la componente alfa, è possibile che il limite di rivelabilità sia troppo elevato nel caso in cui ci si prefigga di verificare il rispetto dei livelli di *clearance* per i principali radionuclidi alfa emettitori previsti dall'RP122 "Practical Use of the Concepts of Clearance and Exception" (^{241}Am , isotopi del plutonio, ecc.). Un altro aspetto importante è l'interpretazione del dato che si ottiene dalla misura; può infatti essere necessario eliminare il contributo dei radionuclidi naturali presenti nel campione, in particolare del ^{40}K come beta emettitore. Si deve procedere mediante confronto con campioni prelevati in un'area di bianco vicina a quella di studio, in modo da eliminare il contributo del fondo ambientale.

La preparazione del campione è molto semplice e prevede la macinazione fine del campione (fino a una granulometria di 200 μm) e la deposizione su un piattello portacampione in uno strato il più possibile sottile e uniforme. L'aliquota viene fissata al piattello portacampione con un apposito agente fissante; la misura è effettuata mediante un contatore proporzionale a flusso di gas o contatore solido a scintillazione, con la possibilità di discriminare gli impulsi alfa e beta.

Tale metodica presenta alcune problematiche rilevanti, in particolare legate al trattamento del campione e all'omogeneità di preparazione tra campioni. Lo spessore dell'aliquota di campione deposta sul piattello portacampione è un altro aspetto cruciale e legato alla manualità dell'operatore; deve infatti essere il più possibile costante tra i vari campioni perché avendo un'influenza diretta su fenomeni di autoassorbimento è possibile sottostimare l'attività, in particolare alfa totale.

1.2.6 Misure di ^{90}Sr e isotopi del plutonio in matrici ambientali e alimentari

1.2.6.1 Preparazione di matrici per la determinazione di ^{90}Sr

Preparazione di alimenti solidi (MET-16)

Gli alimenti solidi vengono essiccati e inceneriti sino ad ottenere “ceneri bianche”. A tal fine il processo di incenerimento può essere ripetuto per eliminare completamente la parte organica e carboniosa, e le temperature portate sino a 500-600 °C dal momento che gli isotopi ricercati non sono volatili.

Le ceneri vengono poi attaccate mediante leaching acido (ebollizione a ricadere sotto agitazione con acido nitrico e/o cloridrico) seguito da filtrazione; il processo, eventualmente ripetuto, è normalmente in grado di portare in soluzione la quasi totalità del materiale.

Preparazione di alimenti liquidi (latte) (MET-17)

Per alimenti liquidi come il latte, il processo di essiccazione e incenerimento è egualmente applicabile. Nel caso delle analisi di ^{90}Sr è conveniente concentrare il radioisotopo, mediante estrazione con resina a scambio ionico (resina cationica forte, di tipo solfonico). Si usa una resina in forma sodica per evitare di cagliare il latte e si aggiunge durante il processo di estrazione un carrier di stronzio stabile per monitorare la resa di estrazione. Viene aggiunto anche acido citrico per portare il pH a 5 e favorire lo scambio tra lo stronzio contenuto nel latte e quello carrier aggiunto. I cationi vengono poi eluiti dalla resina mediante una soluzione di acido nitrico; la soluzione così ottenuta viene poi sottoposta alle successive separazioni radiochimiche.

La determinazione del plutonio nel latte non viene normalmente effettuata e non è descritta in questo manuale.

Preparazione di acque (MET-18)

Come riportato precedentemente le acque sotterranee o superficiali possono essere efficacemente preconcentrate mediante evaporazione, previa (eventuale) filtrazione ed acidificazione. La soluzione concentrata viene poi sottoposta alle successive separazioni radiochimiche. Il metodo è vantaggioso qualora i volumi trattati non siano eccessivamente elevati (< 5 L circa).

Nel caso si desideri effettuare analisi di plutonio su quantità di campioni elevate diventa più pratica la preconcentrazione per coprecipitazione. In questo caso viene aggiunto al campione sia il plutonio tracciante che un carrier stabile di ferro. Si aggiunge ammoniaca sino a reazione basica provocando la flocculazione dell'idrossido di ferro che precipita intrappolando il plutonio. Il precipitato viene poi filtrato e ridisciolto per le successive separazioni radiochimiche. La preconcentrazione del plutonio e di altri attinidi può essere effettuata anche mediante la coprecipitazione con calcio fosfato.

Preparazione di suolo, DMOS e sedimenti (MET-19)

La matrice viene setacciata ed essiccata come descritto precedentemente (MET-11). E' consigliabile utilizzare aliquote comprese tra 10 e 100 g che sono facilmente maneggiabili e consentono di ottenere limiti di rivelabilità adeguati. L' aliquota su cui va effettuata la determinazione dello stronzio e/o plutonio viene poi calcinata in muffola per eliminare la frazione organica (ad es. 450 °C per 5 ore, eventualmente rimescolando e ripetendo la procedura una seconda volta).

La dissoluzione del campione può essere effettuata mediante leaching acido, ad esempio con miscele di acido nitrico, cloridrico e fluoridrico, possibilmente ripetuto un paio di volte. Il filtrato, che contiene lo stronzio ed il plutonio disciolti viene sottoposto ai processi di separazione radiochimica.

Non sono normalmente necessari attacchi più drastici (dissoluzione completa con acido fluoridrico, fusione alcalina) dal momento che i radioisotopi artificiali sono di provenienza esogena e quindi non incorporati nel reticolo cristallino. Si rammenti che, in linea di principio, la misura dei carrier stabili (stronzio) o dei traccianti radioattivi (^{242}Pu), aggiunti al campione (normalmente dopo la sua dissoluzione) per valutare la resa chimica del processo di separazione e purificazione dei radioisotopi, non possono dare indicazioni sulla resa di estrazione. E' importante perciò testare l'accuratezza del processo su matrici più simili possibili utilizzando matrici di riferimento certificate o partecipando ad interconfronti.

Preparazione di deposizioni (fallout) e particolato atmosferico (PTS) (MET-20)

Sul residuo ottenuto dall'essiccazione delle ricadute (MET-07) si opera in modo analogo ai suoli (vedi sopra). L'aliquota destinata all'analisi radiochimica viene calcinata ed portata in soluzione mediante leaching acido. Non è possibile utilizzare a questo scopo il residuo ottenuto dal procedimento per il pretrattamento in presenza di ^{131}I (MET-08).

Il particolato atmosferico, raccolto su filtro, viene trattato in modo analogo. Il filtro viene tagliato in piccole porzioni ed attaccato mediante leaching acido. Data la limitata quantità di materiale può essere evitata la calcinazione in muffola. Il filtro, normalmente in fibra di vetro, non viene attaccato in modo significativo nel leaching.

1.2.6.2 Separazione e misura di stronzio-90

Sono possibili due differenti approcci che consistono nella separazione diretta e misura dello ^{90}Sr o nella separazione e misura del suo prodotto di decadimento, il ^{90}Y .

Nel primo caso non è necessario attendere l'instaurarsi dell'equilibrio secolare e la misura può essere effettuata in tempi brevi⁶. Inoltre, in caso di ricadute recenti, è possibile effettuare, con opportuni accorgimenti, anche la misura di ^{89}Sr . Nel secondo caso è necessario attendere il tempo sufficiente per la crescita all'equilibrio di ^{90}Y (15 giorni); per contro la separazione dell'ittrio è relativamente semplice date le sue caratteristiche chimiche. Tradizionalmente la separazione diretta dello ^{90}Sr veniva effettuata mediante una complessa serie di precipitazioni (DOE, 1997 – proc. Sr-02-RC) tra cui la precipitazione dei nitrati da HNO_3 100%, reagente particolarmente aggressivo e difficile da maneggiare e stoccare. Attualmente sono preferite tecniche diverse quali quelle proposte di seguito.

Misura di stronzio-90 mediante separazione (HDEHP) e misura di ittrio-90 all'equilibrio (MET-16,17,18,19,20).

Questa procedura si basa sulla estrazione selettiva di ^{90}Y , prodotto di decadimento di ^{90}Sr , da parte di una soluzione di acido etilesil ortofosforico (HDEHP) in toluene. La matrice, dopo un pretrattamento volto a portarla in forma facilmente solubile, viene sciolta in HCl 0,1 M (pH 1), estratta una prima volta con HDEHP in toluene che elimina l'ittrio preesistente e gli interferenti chimici e radiometrici che hanno un analogo comportamento chimico. La soluzione acquosa viene lasciata riposare per 15 giorni, in modo da permettere allo stronzio di produrre ^{90}Y e portarsi in condizioni di equilibrio secolare.

L'ittrio viene riestratto con HDEHP in toluene, precipitato come ossalato e contato per conteggio beta totale.

In alcuni casi si preferisce effettuare un conteggio Cerenkov tramite scintillazione liquida.

Questa procedura non consente la misura dello ^{89}Sr eventualmente presente.

Separazione diretta e misura di stronzio-90 mediante resine chelanti (MET-21,22).

Questa procedura si basa sulla estrazione selettiva di ^{90}Sr da parte di una resina chelante costituita dall'etere corona 4,4'(5')-di-t-butylcyclohexano 18-crown-6 in 1-otanol (concentrazione 1,0 M) su di un supporto polimerico inerte. La matrice, dopo un pretrattamento volto a portarla in forma facilmente solubile, viene sciolta in HNO_3 8 M, passata sulla resina e lavata con soluzioni di HNO_3 a differente molarità per eliminare gli interferenti chimici e radiometrici che hanno un analogo comportamento chimico.

Il ^{90}Sr viene estratto con HNO_3 0,05 M e misurato per conteggio beta totale. E' possibile comunque lasciare riposare per 15 giorni la soluzione contenente ^{90}Sr in modo da permettere la produzione di ^{90}Y e portarsi in condizioni di equilibrio secolare, effettuando successivamente la separazione di ^{90}Y e la misura per conteggio beta totale. Combinando le misure di ^{90}Sr e ^{90}Y è possibile determinare lo ^{89}Sr eventualmente presente.

1.2.6.3 Separazione e misura degli isotopi alfa emettitori del plutonio

Gli isotopi alfa emettitori del plutonio (^{238}Pu , ^{239}Pu , ^{240}Pu) vengono normalmente separati mediante tecniche cromatografiche, elettrodepositati (o microprecipitati) e misurati per spettrometria alfa ad alta risoluzione. Le attività vengono determinate col metodo dello standard interno: un radioisotopo tracciante (di solito ^{242}Pu) viene aggiunto all'inizio dell'analisi. La complessità della separazione non rende sempre possibile ottenere

⁶ E' comunque possibile, anche in questo caso, attendere la crescita, parziale o totale, del ^{90}Y per migliorare la sensibilità della misura.

rese chimiche elevate (di solito oscillano tra il 40% e 80% in dipendenza della procedura, dalla pratica dell'operatore e dal tipo di matrice).

L'elevata radiotossicità del plutonio rende desiderabile una sensibilità analitica elevata che presuppone l'utilizzo di quantità di campione relativamente grandi; tuttavia, dal momento che l'aumento di quantità di campione iniziale rende ancora più laboriosa una procedura già complessa, è opportuno ottimizzare la quantità di matrice in relazione alle necessità. In tabella 1.6 vengono riportate alcune matrici nelle quantità tipicamente utilizzate e i limiti di rivelabilità ottenuti per ciascuno degli isotopi del plutonio per tempi di misura di 72 ore, efficienza di rivelazione del 30%, rese chimiche del 50%.

Tabella 1.6 – Limiti di rivelabilità indicativi per analisi di plutonio in varie matrici.

| Matrice | Quantità | Limite di rivelabilità |
|-------------|------------------|-------------------------------------|
| Acqua | 5 kg | $1 \cdot 10^{-4}$ Bq/kg |
| Suolo | 0,1 kg | $5 \cdot 10^{-3}$ Bq/kg |
| Deposizioni | 1 m ² | $2 \cdot 10^{-4}$ Bq/m ² |

1.2.6.4 Pretrattamento matrici per la determinazione del plutonio

Nel caso di matrici solide (suolo, deposizioni) il plutonio viene portato in soluzione mediante leaching acido. Dal momento che si può ragionevolmente supporre che il plutonio non sia presente all'interno del reticolo cristallino, non è necessario utilizzare tecniche di attacco più drastiche (fusione alcalina, dissoluzione totale con HF) come, ad esempio, nel caso dell'uranio. Al contrario è stato osservato (Desideri, comunicazione privata) che queste favoriscono la presenza di interferenti che riducono l'efficienza della separazione. L'utilizzo di dissolutori a microonde in pressione è limitato dalle dimensioni del campione. I dati parziali sin ora ottenuti (ARPA Lombardia, dati non pubblicati) non indicano comunque chiari vantaggi per l'impiego di questo tipo di tecnica.

1.2.6.5 Separazione e misura del plutonio

Possono essere utilizzate differenti tecniche di separazione del plutonio. Si riportano di seguito i metodi basati su due tipi di procedura di separazione.

Preparazione mediante separazione per cromatografia di estrazione (MET-26,27)

Questa procedura è stata sviluppata presso l'Università di Urbino e consente la separazione, con elevata selettività, di piccole quantità di plutonio in presenza di interferenti delle catene naturali. Si basa sulla cromatografia di estrazione ed impiega come fase stazionaria triottilfosfinossido (TOPO) fissato su polietilene microporoso (Microthene). Vengono normalmente effettuate più separazioni sia in ambiente nitrico che cloridrico. Il campione viene infine elettrodepositato con il metodo di Talvitie (Talvitie, 1972) riportato anche nel manuale HASL300, Volume 1, Proc. G-02 (DOE 1997) e misurato per spettrometria alfa ad alta risoluzione.

Preparazione mediante separazione su resine specifiche (MET-23,24,25)

Questa procedura si basa sulla estrazione selettiva degli isotopi di americio, plutonio e uranio da parte di una combinazione di resine costituite da diamil,amilfosfonato (DAAP) e octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) su supporti polimerici inerti. La matrice, dopo un pretrattamento volta a portarla in forma facilmente solubile, viene sciolta in HNO₃ 3 M, passata sulle resine e lavata con soluzioni acide a differente composizione e molarità per eliminare gli interferenti chimici e radiometrici che hanno un analogo comportamento chimico.

Gli isotopi del plutonio vengono estratti con ammonio biossallato, sottoposti ad elettrodeposizione e misurati tramite spettrometria alfa ad alta risoluzione.

BOX 1.2.5. – PREPARAZIONE DELLE SORGENTI PER LA SPETTROMETRIA ALFA

Il metodo comunemente utilizzato per la preparazione di sorgenti per la spettrometria alfa è l'elettrodeposizione. Il radionuclide in soluzione (dopo la separazione radiochimica dagli interferenti) viene posto in una apposita cella cui verrà applicata una tensione elettrica. Il catodo è costituito da un dischetto di acciaio su cui andrà a depositarsi il radionuclide in forma metallica. L'elettrodeposizione consente di ottenere un misurando disposto su uno strato molto sottile ed omogeneo; un altro vantaggio è la forte adesione del radionuclide al dischetto che ne garantisce un'elevata stabilità meccanica e conseguentemente un ridotto rischio di perdita di materiale. Le procedure più diffuse sono il metodo di Mitchell e il metodo di Talvitie, entrambi descritti nel manuale HASL300, Volume 1, rispettivamente Proc. G-01 e G-02 (DOE 1997). Esistono comunque numerose varianti ai metodi citati.

Un'altra diffusa tecnica è la microprecipitazione, in cui viene aggiunta alla soluzione contenente il misurando una piccola quantità di sostanze (come il titanio o il lantanio) adatte a coprecipitare il radionuclide di interesse. Il precipitato viene raccolto su filtri di dimensioni adatte alla misura per spettrometria alfa. Questa seconda tecnica è più rapida ma l'omogeneità dello strato e soprattutto la sua stabilità meccanica possono essere peggiori di quelli ottenuti con l'elettrodeposizione. La perdita di materiale è particolarmente critica, anche per lo strumento di misura, se avviene all'interno della camera di misura al momento dell'applicazione o della rimozione del vuoto e può causare la contaminazione del rivelatore.

1.2.6.6 Separazione e misura simultanea di stronzio-90 e plutonio

Dal momento che viene talvolta richiesta, come nel caso del fallout, la determinazione sia di ^{90}Sr che degli isotopi del plutonio, è conveniente impiegare una procedura in cui il pretrattamento sia comune. Si tratta semplicemente di una combinazione delle procedure sopradescritte, in cui il trattamento preliminare (concentrazione, leaching ecc.) è comune per i radioisotopi in oggetto; la prima fase di trattamento radiochimico (ad esempio la prima colonna a scambio ionico utilizzata per la separazione del plutonio) permette di separare ^{90}Sr dagli isotopi del plutonio. Queste due differenti frazioni vengono poi trattate come descritto nelle procedure specifiche.

1.2.7 Misure radiochimiche sulle acque potabili

1.2.7.1 Preparazione

Le acque ad uso potabile non richiedono di norma pretrattamenti, ad eccezione della preconcentrazione che viene descritta di seguito nelle singole metodiche.

La filtrazione non viene di norma effettuata in quanto le acque potabili non presentano solitamente solidi sospesi, in caso contrario verrà effettuata una filtrazione (convenzionalmente viene indicata una porosità di 0,45 μm) prima dell'eventuale acidificazione.

Le procedure di conservazione del campione sono riportate dalla UNI EN ISO 5667-3: 2013 e richiamate in precedenza.

1.2.7.2 Trizio

Metodo per distillazione (MET-29)

Il metodo è descritto dalla ISO 9698: 2010. Il campione d'acqua viene distillato per eliminare ogni interferente chimico e radiometrico. Una aliquota viene trasferita in un vial in polietilene, addizionata di cocktail scintillante e misurata per scintillazione liquida. Il metodo è in grado di misurare unicamente il trizio presente come acqua triziata ma non quello eventualmente legato ad altre molecole (ad esempio

radiofarmaci). Nella misura deve essere posta particolare attenzione al controllo dello spegnimento (quenching) dato che l'emissione beta del trizio è ad energia piuttosto bassa ($E_{\max} = 18 \text{ keV}$).

Metodo di screening (MET-30)

Una misura di screening sul trizio totale è possibile a partire da un campione non distillato preparandolo come per la misura dell'attività alfa beta totale (MET-28). Da questo tipo di misura è possibile verificare se la quantità di trizio è inferiore ad una soglia prefissata piuttosto elevata (ad es. 10 Bq/kg). Particolare attenzione deve essere posta all'interferenza di altri beta emettitori eventualmente presenti.

1.2.7.3 Piombo-210

Metodo per separazione di piombo-210 e conteggio beta totale (MET-40)

Il ^{210}Pb viene separato mediante cromatografia ionica e successivamente purificato per precipitazioni successive (come solfato e come solfuro). Viene infine precipitato il solfato e contato, dopo il raggiungimento dell'equilibrio isotopico col figlio ^{210}Bi , tramite contatore beta totale (proporzionale a flusso di gas o plastico). Per la determinazione della resa chimica viene utilizzato piombo stabile.

Metodo per separazione di bismuto-210 e conteggio beta totale (MET-41)

Il ^{210}Pb viene misurato attraverso il figlio ^{210}Bi all'equilibrio isotopico. Se necessario il campione viene preventivamente concentrato mediante coprecipitazione con idrossido ferrico o mediante resina a scambio ionico (quando siano presenti anioni interferenti come fosfati in elevata quantità). Il bismuto viene poi separato per cromatografia a scambio ionico, precipitato come solfuro e contato tramite contatore beta totale (proporzionale a flusso di gas o plastico). Per la determinazione della resa chimica vengono utilizzati piombo e bismuto stabili.

1.2.7.4 Plutonio

Per quanto riguarda la misura degli isotopi del plutonio si rimanda ai precedenti paragrafi e alle relative schede (MET 26).

1.2.7.5 Polonio-210

Il ^{210}Po viene determinato per spettrometria alfa ad alta risoluzione dopo autodeposizione a temperatura controllata del polonio su un piattello di nichel o argento (MET-39). Non è necessaria alcuna separazione preliminare, al campione d'acqua vengono aggiunti gli opportuni reagenti chimici e il tracciante di resa ^{209}Po e viene effettuata la autodeposizione secondo la procedura stabilita.

1.2.7.6 Radio-226

Metodo per scintillazione liquida (MET-34)

Il metodo per scintillazione liquida prevede che venga prelevata una aliquota (e.g. 10 ml) di campione, preventivamente acidificato per impedire possibili precipitazioni di sali disciolti, ed eventualmente preconcentrato per evaporazione nel caso si voglia aumentare la sensibilità della misura. L'aliquota viene trasferita in un vial per scintillazione liquida in polietilene teflonato; si aggiunge una quantità simile (10 ml) di cocktail per scintillazione idrofobico e adatto alla discriminazione alfa/beta. Si attende il tempo necessario (30 giorni) all'instaurarsi dell'equilibrio isotopico con il figlio ^{222}Rn e discendenti a vita breve. In questo lasso di tempo il gas radon formatosi si concentra spontaneamente nella fase organica (cocktail scintillante) grazie ai favorevoli coefficienti di distribuzione (C_d acqua:aria:solvente = 1:4:50) (Prichard, 1977). Viene effettuato quindi il conteggio mediante un contatore per scintillazione liquida. In fase organica sono presenti gli alfa emettitori ^{222}Rn , ^{218}Po , ^{214}Po e i beta emettitori ^{214}Pb e ^{214}Bi , mentre ^{226}Ra rimane, con tutti gli altri radioisotopi presenti nel campione come specie ioniche, nella fase acquosa e non origina segnale. La diffusione di ^{222}Rn verso la fase organica è selettiva e consente una buona separazione di ^{222}Rn . La resa chimica di questo processo non viene valutata separatamente ma inglobata nell'efficienza complessiva (estrazione + rivelazione). Nonostante sia possibile considerare i conteggi complessivi (sia alfa che beta) relativi a tutti e cinque i decadimenti di ^{222}Rn e figli, è stato verificato che, soprattutto per le basse

concentrazioni di ^{226}Ra è conveniente considerare le sole emissioni alfa dato che il fondo alfa è particolarmente basso e stabile.

Il metodo è descritto in dettaglio in MET-34 ricalca fedelmente la norma ISO 13165-1: 2013.

Metodo per emanometria (MET-35)

Il metodo per emanometria si basa sul trasferimento del campione d'acqua, o di una sua aliquota preconcentrata, in un contenitore che consenta l'estrazione del radon per flussaggio e gorgogliamento con un secondo gas (ad esempio azoto). Il radon, trasportato dal gas di flussaggio, viene raccolto in una cella di Lucas. Trascorso il tempo necessario all'equilibrio isotopico tra il radon e i figli a vita breve, viene effettuato il conteggio della cella mediante un apposito lettore.

Metodo per spettrometria gamma (MET-13)

Il ^{222}Rn può essere misurato anche per spettrometria gamma. Dal momento che il radon tende a desorbirsi rapidamente dall'acqua e può permeare attraverso il polietilene (e materiali analoghi), devono essere utilizzati contenitori impermeabili al radon (come metallo, vetro ecc.) e costruiti in modo che non sia presente un battente interno d'aria che possa consentire l'alterazione della distribuzione omogenea del radon all'interno del contenitore stesso.

1.2.7.7 Radio-228

Il ^{228}Ra può essere misurato per spettrometria gamma (MET- 13), attraverso l'emissione del figlio ^{228}Ac . Alternativamente sono disponibili metodi radiochimici, piuttosto complessi, come quelli riportati in 1.3.8. o in letteratura.

1.2.7.8 Radon-222

I metodi più diffusi per la misura del ^{222}Rn in acqua sono, analogamente al ^{226}Ra (vedi sopra) il conteggio per scintillazione liquida (MET-36), il metodo emanometrico (MET-37) e la spettrometria gamma (MET-13). Una pubblicazione interna ARPA Lombardia paragona caratteristiche, prestazioni e limiti di queste tre tecniche (Forte, 2004).

1.2.7.9 Stronzio-90

Per quanto riguarda la misura degli isotopi dello stronzio si rimanda ai precedenti paragrafi e alle relative schede (MET 18, 22).

1.2.7.10 Torio

Il torio può essere separato mediante cromatografia su resina anionica ed elettrodepositato (MET-38) in maniera analoga all'uranio. Il campione viene misurato per spettrometria alfa ad alta risoluzione per la misura degli isotopi alfa emettitori del torio (^{232}Th , ^{230}Th e ^{228}Th). Viene impiegato un tracciante per la determinazione della resa chimica (normalmente ^{229}Th).

1.2.7.11 Uranio

Metodo con scintillazione liquida (MET-31)

L'uranio viene estratto da un campione d'acqua acidificato a pH controllato ed eventualmente preconcentrato con un cocktail per scintillazione immiscibile all'acqua e contenente un complessante organico (HDEHP) in grado di estrarre l'uranio con resa chimica prossima al 100%.

L'estratto viene contato in scintillazione liquida: è possibile determinare l'attività totale degli isotopi di uranio (^{234}U , ^{235}U e ^{238}U). La risoluzione dello spettro è tale da permettere normalmente la deconvoluzione e la determinazione del rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$. Non è possibile separare il contributo di ^{235}U .

Metodo mediante cromatografia su resina anionica con spettrometria alfa ad alta risoluzione (MET-32)

L'uranio viene separato mediante cromatografia su resina anionica ed elettrodepositato. Il campione viene misurato per spettrometria alfa ad alta risoluzione. Il metodo è più lungo e laborioso del precedente ma permette di raggiungere elevatissime sensibilità. Inoltre la risoluzione spettrale consente di determinare le attività dei tre isotopi naturali (^{234}U , ^{235}U e ^{238}U). Viene impiegato un tracciante per la determinazione della resa chimica (normalmente ^{232}U).

Metodo mediante cromatografia su resina specifica con spettrometria alfa ad alta risoluzione (MET-33)

Questa procedura si basa sulla estrazione selettiva degli isotopi di uranio da parte di una resina costituita da diamyl,amylphosphonate (DAAP) su supporto polimerico inerte. La matrice, dopo un pretrattamento volta a portarla in forma facilmente solubile, viene sciolta in HNO_3 3 M, passata sulla resina e lavata con soluzioni acide a differente composizione e molarità per eliminare gli interferenti chimici e radiometrici che hanno un analogo comportamento chimico.

Gli isotopi dell'uranio vengono estratti con acido cloridrico, sottoposti ad elettrodeposizione e misurati tramite spettrometria alfa ad alta risoluzione. La risoluzione spettrale consente di determinare le attività dei tre isotopi naturali (^{234}U , ^{235}U e ^{238}U).

Metodo per spettrometria di massa (ICP-MS)

La misura per spettrometria di massa (non trattata qui in dettaglio) è sempre più frequentemente utilizzata date le ottime performance e la rapidità del pretrattamento. Gli strumenti più semplici (ICP-MS a quadrupolo) possono comunque fornire misure con sufficiente sensibilità del ^{238}U , più abbondante in termini di massa. Più delicata la misura di ^{235}U e ^{234}U che può essere effettuata con strumenti di classe più elevata (ICP MS magnetici o sector field).

1.3 Metodi normati e di letteratura per i principali radionuclidi

1.3.1 Attività alfa e beta totale

Metodi normati

- Water quality – Measurement of gross alpha activity in non-saline water – Thick source method; ISO 9696 (2007).
- Water quality – Measurement of gross beta activity in non-saline water; ISO 9697 (2008).
- Water quality – Measurement of gross alpha and gross beta activity in non-saline water – Thin source deposit method; ISO 10704 (2009)
- Water quality – Measurement of gross alpha and gross beta activity in non-saline water – Liquid scintillation counting method; ISO 11704 (2009)
- Standard Test Method for Alpha Particle Radioactivity of Water; ASTM D1943-96.
- Standard Test Method for Alpha Particle Spectrometry of Water; ASTM D3084-96.
- Standard Test Method for Beta Particle Radioactivity of Water; ASTM D1890-96.
- Standard Test Method for Alpha and Beta Activity in Water By Liquid Scintillation Counting; ASTM D7283-13
- Gross Alpha and gross Beta Radioactivity (total, suspended and dissolved); Standard Methods (APHA, 1982), 7110A-C.
- Radiochemical Determination of Gross Alpha and Gross Beta Particle Activity in Water; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-01.
- Radiochemical Determination of Gross Alpha Activity in Drinking Water by Coprecipitation; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-02.
- Determinazione dell'attività alfa totale degli attinidi nelle urine; UNI 8323 (12/81).
- Qualità dell'acqua: determinazione del contenuto di attività alfa e beta totale in acque destinate al consumo umano mediante scintillazione liquida; UNI 11260 (2008)
- Determinazione dell'indice di attività alfa nelle acque dolci; UNICHIM acque 78 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).
- Determinazione dell'indice di attività beta nelle acque dolci; UNICHIM acque 43 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).
- Mesurage de l'indice de radioactivité alpha en équivalent plutonium 239 dans l'eau peu chargée en sels: Norme Française AFNOR M 60-801 (1997).
- Bestimmung der Gesamt-Alpha-Aktivitätskonzentration in Trink, Grund und Oberflächenwasser; Deutsche Norm DIN 38 404 Teil 14.
- Bestimmung der Rest-Beta-Aktivitätskonzentration in Trink, Grund und Oberflächenwasser; Deutsche Norm DIN 38 404 Teil 15.

1.3.2 Radionuclidi gamma-emettitori

Metodi normati

- Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides by high resolution gamma – ray spectrometry; ISO 10703 (2007)
- Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 3: Measurement of gamma-emitting radionuclides; ISO 18589-3 (2007)
- Determinazione dei principali radionuclidi nel latte; UNI 9882 (1991)
- Determinazione di emettitori gamma in matrici agroalimentari e prodotti derivati; UNI 10136 (1992)
- Standard Practice for High-Resolution Gamma-Ray Spectrometry of Water; ASTM D3649-06
- Standard Practice for the Rapid Assessment of Gamma-ray Emitting Radionuclides in Environmental Media by Gamma Spectrometry; ASTM D7784-12

-
- Standard Guide for High-Resolution Gamma-Ray Spectrometry of Soil Samples; ASTM C1402-04(2009)

1.3.3 Carbonio-14

Metodi normati

- Radiochemical Determination of Carbon-14 in Aqueous Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) C-01.
- Water quality — Determination of carbon 14 activity — Liquid scintillation counting method; ISO 13162 (2011)

Altri metodi

- Qureshi, Aravena, Fritz, Drimmie; The CO₂ absorption method as an alternative to benzene synthesis method for ¹⁴C dating; Applied Geochemistry, Vol. 4; 1989.
- Momoshima, Kawamura, Takashima; Determination of ¹⁴C in environmental materials: combination of CO₂ absorbent and a large-volume low-background liquid-scintillation counter; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, Vol. 173, N° 2; 1993.
- Woo, Chun, Cho, Kim, Kang, Kim; Optimization of liquid scintillation counting techniques for the determination of carbon-14 in environmental samples; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry , Vol. 239, N° 3; 1999.
- Nair, Sinha, Joseph, Rao; Radiocarbon Dating up to 37,000 Years Using CO₂ Absorption Technique; Nucl. Geophys. , Vol. 9, N° 3; 1995.
- Aravena, Drimmie, Qureshi, McNeely, Sandy Fabris; New possibilities for ¹⁴C measurements by liquid scintillation counting; Radiocarbon, Vol. 31, N° 3; 1989.
- Rao, Killey; Quantitative Separation and Determination of Organic Forms of Total Carbon and Radiocarbon in Natural Waters and Application at a Radioactive Waste Management Site; Radiochimica Acta 65; 1994.

1.3.4 Trizio

Metodi normati

- Water Quality – Determination of Tritium Activity Concentration – Liquid Scintillation Counting Method; ISO 9698 (2010).
- Determinazione del tritio presente nelle urine come HTO; UNI 8322 (12/81).
- Determinazione del tritio in aria. Misura discontinua; UNI 9107/1 (01/88).
- Determinazione del tritio in aria. Misura continua; UNI 9107/2 (03/99).
- Standard Test Method for Tritium in Drinking Water; ASTM D4107-98.
- Standard Test Method for Gaseous Tritium Content of the Atmosphere; ASTM D3442.
- Tritium - Liquid Scintillation Spectrometric Method; Standard Methods (APHA, 1982), 7500-3H.
- Tritium in Water – Acid Electrolysis 3H-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Tritium in Water – Alkaline Electrolysis; 3H-02-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Organically Labelled Tritium – Combustion Procedure; 3H-03-RC, EML Procedures Manual, HASL 300, 1997.
- Tritium in Water –Liquid Scintillation Counting; 3H-04-RC, EML Procedures Manual; HASL 300, 1997.
- Radiochemical Determination of Tritium in Milk, Soil, Urin, Vegetation and Other Biological Samples: Azeotropic Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) H-01.
- Radiochemical Determination of Tritium in Water: Dioxane Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) H-02.
- Radiochemical Determination of Tritium in Water Samples: Emulsion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) H-03.
- Determinazione del tritio; UNICHIM acque 6 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).

1.3.5 *Piombo-210*

Metodi normati

- Lead-210 in bone, food, urine, feces, blood, air and water; Pb-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Determination of ^{210}Pb in bone ash by measurement of ^{210}Po ; Po-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Determinazione del ^{210}Pb nei carboni e nelle ceneri di carbone; UNI 10313 (29/94).
- Radiochemical Determination of Lead-210 in Water and Solid Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Pb-01.
- Radiochemical Determination of Lead-210 and Polonium-210 in Dry Inorganic Biological Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-03.
- Radiochemical Determination of Lead-210 and Polonium-210 in Coal and Oil Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-08.
- Water quality – Lead 210 – Test method using liquid scintillation counting; ISO 13163: 2013.

1.3.6 *Plutonio*

Metodi normati

- Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 4: Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and plutonium 239 + 240) by alpha spectrometry; ISO 18589-4 (2009)
- Determinazione del plutonio nelle urine; UNI 8325 (12/81).
- Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio nei terreni, fanghi e sedimenti; UNI 9778 (11/90).
- Determinazione del ^{238}Pu e $^{239+240}\text{Pu}$ in aria; UNI 10620 (11/97).
- Disattivazione di impianti nucleari – Determinazione degli isotopi di plutonio, americio e curio. UNI Progetto di norma UNICEN 188.
- Standard Test Method for Radiochemical Determination of Plutonium in Soil by Alpha Spectroscopy; ASTM C1001-00.
- Standard Test Method for Plutonium Water; ASTM D3865-97.
- Standard Practice for the Ion Exchange Separation of Uranium and Plutonium Prior to Isotopic Analysis; ASTM C1411-01.
- Standard Practice for Preparation and Dissolution of Plutonium Materials for Analysis; ASTM C1168-90.
- Plutonium in Air Filters; Pu-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Soil Samples; Pu-02-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Soil Residue-Total Dissolution Method; Pu-03-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Tissue; Pu-04-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Tissue-Solvent Extraction; Pu-05-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Urine; Pu-06-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Large Urine Samples; Pu-07-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Vegetation and Tissue – Nitric/Hydrochloric Acid Method; Pu-08-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Vegetation and Tissue – Nitric/Sulfuric Acid Method; Pu-09-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium in Water; Pu-10-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium Purification – Ion Exchange Technique; Pu-11-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Plutonium and/or Americium in Soils or Sediments; Pu-12-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Americium, Plutonium and Uranium in Water; Se-03, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.

- Radiochemical Determination of Plutonium in Ashed Samples Including Soil, Coal, Fly Ash, Ores, Vegetation, Biota and Water; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Pu-01.
- Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Air Filters; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-04.
- Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Ashed Samples Including Soil, Coal, Fly Ash, Ores, Vegetation and Biota: Fusion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-05.
- Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Ashed Samples: Nonfusion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-06.
- Radiochemical Determination of Plutonium and Uranium in Milk; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-09.
- Determinazione del ^{238}Pu e del $^{239+240}\text{Pu}$ in aria; UNI 10620 (1997)

Altri metodi

- J. Guogang, C. Testa, D. Desideri, F. Guerra, C. Roselli: Sequential separation and determination of plutonium, americium-241 and strontium-90 in soils and sediments; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry: 230, pag. 21-27(1998).
- Nora Vajda, Chang-Kyu Kim: Determination of Pu isotopes by alpha spectrometry: a review of analytical methodology. Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry: 283, 203-223 (2010).

1.3.7 Polonio-210

Metodi normati

- Polonium in water and urine; Po-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Polonium in water, vegetation, soil and air filters; Po-02-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Radiochemical Determination of Lead-210 and Polonium-210 in Dry Inorganic Biological Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-03.
- Radiochemical Determination of Lead-210 and Polonium-210 in Coal and Oil Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-08.
- Determinazione del Polonio-210 nell'acqua di mare; UNICHIM acque 48 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).
- Water quality – Measurement of polonium 210 activity concentration in water by alpha spectrometry; ISO 13161: 2013.

Altri metodi

- K. Murray Matthews, Chang-Kyu Kim, Paul Martin: Determination of ^{210}Po in environmental materials: A review of analytical methodology; Appl. Radiat. Isot. 65(3), 267-374 (2007).

1.3.8 Radio

Metodi normati

- Determinazione del radio-226 nelle urine; UNI 8563 (01/84).
- Determinazione dell'uranio naturale e del ^{226}Ra nelle fosforiti e nei loro derivati naturali; UNI 10314 (02/94).
- Standard Test Method for Radium-226 in Water; ASTM D3454-97.
- 8.4) Standard Test Method for Alpha-Particle-Emitting Isotopes of Radium in Water; ASTM D2460-97.
- Radium – Precipitation Method; Standard Methods (APHA, 1982), 7500-Ra B.
- Radium – Emanation Method; Standard Methods (APHA, 1982), 7500-RaCB.
- Radium – Sequential Precipitation Method (proposed); Standard Methods (APHA, 1982), 7500-Ra D.
- Radium-226 in Bone Ash; Ra-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Radium-226-Emanation Procedure; Ra-02-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.

-
- Radium-226 in Soil, Vegetation Ash and Ion Exchange Resin; Ra-03-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Radium-226 in Tap Water, Urine and Feces; Ra-04-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Radium-224 in Urine; Ra-05-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Radium-226 in Urine and Water; Ra-06-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Isotopic Uranium and Radium-226; Se-01, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Isotopic Uranium, Isotopic Thorium and Radium-226; Se-02, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Radiochemical Determination of Radium-226 in Solid Samples Requiring Fusions; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986)Ra-01.
 - Radiochemical Determination of Radium-226 in Urine; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Ra-02.
 - Radiochemical Determination of Radium-226 in Water Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Ra-03.
 - Radiochemical Determination of Radium-226. De-emanation Procedure; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Ra-04.
 - Radiochemical Determination of Radium-228 in Water Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Ra-05.
 - Determinazione del radio-226; UNICHIM acque 4 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).
 - Water quality – Radium-226 – Part 1: Test method using liquid scintillation counting; ISO 13165-1 (2013).

1.3.9 Radon-222

Metodi normati

- Standard Test Method for Radon in Drinking Water; ASTM D 5072-98.
- Qualità dell'acqua: determinazione della concentrazione di attività del Radon (^{222}Rn) nelle acque mediante scintillazione liquida; UNI 11260 (2008).
- Water quality – Radon-222 – Part 1: General principles; ISO 13164-1 (2013)
- Water quality – Radon-222 – Part 2: Test method using gamma-ray spectrometry; ISO 13164-2 (2013)
- Water quality – Radon-222 – Part 3: Test method using emanometry; ISO 13164-3 (2013)
- Water quality – Radon-222 – Part 4: Test method using two-phase liquid scintillation counting; ISO 13164-4 (in preparazione)

1.3.10 Stronzio-90

Metodi normati

- Determinazione dello stronzio 90 nelle urine; UNI 8693 (09/85).
- Determinazione dei principali radionuclidi nel latte – Misura mediante metodo radiochimico; UNI 9882 (07/91).
- Determinazione radiochimica dello ^{90}Sr ; UNI 9888 (12/91).
- Metodo rapido di determinazione di ^{90}Sr e di ^{89}Sr nel latte e in matrici similari; UNI 10374 (06/94).
- Standard Test Method for Strontium-90 in water; ASTM D5811-95.
- Total radioactive strontium and strontium-90; Standard Methods (APHA, 1982), 7500-Sr.
- Strontium-89; Sr-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Strontium-90; Sr-02-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Strontium-90 in environmental matrices; Sr-03-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Radiochemical Determination of Radiostrontium in Food Ash and Other Solid Samples; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Sr-01.
- Radiochemical Determination of Radiostrontium in Milk; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Sr-02.

-
- Radiochemical Determination of Radiostrontium in Urine; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Sr-03.
 - Radiochemical Determination of Radiostrontium in Water, Sea Water and other Aqueous Media; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) Sr-04.
 - Measurement of radioactivity in the environment - Soil - Part 5: Measurement of strontium 90; ISO 18589-5 (2009)
 - Strontium 90 and strontium 89 – Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting; ISO 13160 (2012)
 - Determinazione del radiostronzio nell'acqua; UNICHIM acque 46 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).

Altri metodi

- C. Osimani, V. Aspesi: Metodologie di misura per analisi di contaminazione da stronzio 89-90; ENEL, Maggio 1987.
- J. Guogang, C. Testa, D. Desideri, F. Guerra, C. Roselli: Sequential separation and determination of plutonium, americium-241 and strontium-90 in soils and sediments; Journal of Radioanalytical and Nuclear Chemistry, 230, pag. 21-27(1998).
- R.D. Wilken, S.R. Joshi: Rapid Methods for Determining ⁹⁰Sr, ⁸⁹Sr and ⁹⁰Y in Environmental Samples: A Survey; Radioactivity & Radiochemistry 3, pag. 14-27(1991).
- S. Brun, Y. Kergadallan, B. Boursier, J.M. Fremy, F. Janin: Methodology for determination of radiostrontium in milk: a review. Lait 83 1-15 (2003).
- N. Vajda, C.K. Kim: Determination of radiostrontium isotopes: a review of analytical methodology. Appl. Radiat. Isot. 68(12), 2306-26 (2010).

1.3.11 Torio

Metodi normati

- Determinazione del torio nelle urine. Metodo colorimetrico; UNI 8564 (01/84).
- Standard Test Method for Analysis of Total and Isotopic Uranium and Total Thorium in Soils by Spectrometry; ASTM C 1345-96.
- Standard Test Method for Analysis of Uranium and Thorium in Soils by Energy Dispersive X-Ray Fluorescence; ASTM C 1255-93.
- Thorium – Atomic Absorption Spectrometric Method; Standard Methods (APHA, 1982), 7500-Th B.
- Thorium in Urine; Th-01-RC, EML Procedures Manual; HASL300, 1997.
- Isotopic Uranium, Isotopic Thorium and Radium-226; Se-02, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
- Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Air Filters; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-04.
- Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Ashed Samples Including Soil, Coal, Fly Ash, Ores, Vegetation and Biota: Fusion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-05.
- Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Ashed Samples: Nonfusion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-06.
- Radiochemical Determination of Thorium and Uranium in Water; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-07.

1.3.12 Uranio

Metodi normati

- Determinazione dell'uranio naturale nelle urine. Metodo fluorimetrico; UNI 8324 (12/81).
- Determinazione dell'uranio arricchito nelle urine; UNI 8562 (01/84).

-
- Determinazione dell'uranio naturale e del ^{226}Ra nelle fosforiti e nei loro derivati naturali; UNI 10314 (02/94).
 - Standard Test Method for Analysis of Urine for Uranium-235 and Uranium-238 Inductively Coupled Plasma-Mass Spectrometry; ASTM C1379-97.
 - Standard Test Method for Isotopic Uranium in Water by Radiochemistry; ASTM D3972-97.
 - Standard Test Method for Uranium in Drinking Water by High Resolution Alpha-Liquid Scintillation Spectrometry; ASTM D6239-98a.
 - Standard Test Method for Radiochemical Determination of Uranium Isotopes in Soil by Alpha Spectrometry; ASTM C1000-00.
 - Standard Test Method for Radiochemical Determination of Uranium Isotopes in Urine by Alpha Spectrometry; ASTM C1473-00.
 - Standard Test Method for Trace Uranium in Water by Pulsed-Laser Phosphorimetry; ASTM D5174-97.
 - Standard Test Method for Microquantities of Uranium in Water by Fluorometry; ASTM D2907-97.
 - Standard Test Method for Uranium Analysis in Natural and Waste Water by X-Ray Fluorescence; ASTM C 1416-99.
 - Standard Test Method for Analysis of Uranium and Thorium in Soils by Energy Dispersive X-Ray Fluorescence; ASTM C 1255-93.
 - Standard Test Method for Chemical and Atomic Absorption Analysis of Uranium-Ore Concentrate; ASTM C 1022-93.
 - Standard Practice for the Ion Exchange Separation of Uranium and Plutonium Prior to Isotopic Analysis; ASTM C1411-01.
 - Standard Practice for Preparation and Dissolution of Uranium Materials for Analysis; ASTM C1347-96a.
 - Uranium – Radiochemical Method (proposed); Standard Methods (APHA, 1982), 7500-U B.
 - Uranium – Isotopic Method (proposed); Standard Methods (APHA, 1982), 7500-U C.
 - Enriched Uranium in Urine; U-01-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Isotopic Uranium in Biological and Environmental Materials; U-02-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Isotopic Uranium in Bone Ash; U-0-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Uranium in Biological and Environmental Materials; U-04-RC, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Isotopic Uranium and Radium-226; Se-01, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Isotopic Uranium, Isotopic Thorium and Radium-226; Se-02, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Americium, Plutonium and Uranium in Water; Se-03, EML Procedures Manual, HASL300, 1997.
 - Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Air Filters; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-04.
 - Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Ashed Samples Including Soil, Coal, Fly Ash, Ores, Vegetation and Biota: Fusion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-05.
 - Radiochemical Determination of Plutonium, Thorium and Uranium in Ashed Samples: Nonfusion Method; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-06.
 - Radiochemical Determination of Thorium and Uranium in Water; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-07.
 - Radiochemical Determination of Plutonium and Uranium in Milk; Radiochemistry Procedure Manual, EPA (1986) 00-09.
 - J. Guogang, S. Rosamilia, S. Gaudino: Uranium Isotopes Determination; Procedure ANPA.
 - Determinazione dell'uranio in acque dolci (metodo fluorimetrico); UNICHIM acque 44 (Manuale N. 154 – Ed. 1991).

1.4 Assicurazione di qualità dei metodi, validazione, limiti caratteristici

1.4.1 Generalità

Quanto descritto in questo capitolo ha particolare relazione con il processo di accreditamento dei metodi secondo la UNI CEI EN ISO/IEC 17025: 2005. L'impianto teorico e i documenti di riferimento, riportati nel box seguente, sono stati sviluppati negli ultimi anni sostanzialmente in campo chimico. L'applicazione di questo approccio, e in certa misura anche delle definizioni date, per il settore delle misure radiometriche non è sempre scontato. Nei paragrafi seguenti vengono riportati estratti dei documenti di riferimento ed interpretazioni applicative suscettibili di modifiche anche se almeno già parzialmente testate dai laboratori radiometrici accreditati nel corso di un pluriennale confronto con l'organismo di verifica.

BOX 1.4.1 – DOCUMENTI FONDAMENTALI SULL'ASSICURAZIONE QUALITÀ

Per quanto riguarda gli aspetti generali dell'accREDITAMENTO dei metodi di prova:

- UNI CEI EN ISO/IEC 17025: 2005 “Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e di taratura”;
- UNI EN ISO 10012: 2004 “Sistemi di gestione della misurazione. Requisiti per i processi e le apparecchiature di misurazione”;
- ACCREDIA RT-08 (2012) “Prescrizioni per l'accREDITAMENTO dei laboratori di prova”.

Per quanto riguarda definizioni e simboli:

- UNI CEI 70099: 2008 “Vocabolario Internazionale di Metrologia - Concetti fondamentali e generali e termini correlati (VIM)” Versione italiana dell'aprile 2010;
- UNI CEI ISO 80000-10: 2013 “Grandezze ed unità di misura. Parte10: Fisica atomica e nucleare”.

Per quanto riguarda la valutazione delle incertezze:

- UNI CEI ENV 13005: 2000 “Guida all'espressione dell'incertezza di misura” (GUM 1995)
- EA-4/02 (2013) “Evaluation of the uncertainty of measurement in calibration” European Accreditation;
- QUAM, Guide CG4 (2012) “Quantifying uncertainty in analytical measurement” 3° Edition, Eurachem-CITAC;
- ACCREDIA DT-05-DT (2012) “Introduzione ai criteri di valutazione della incertezza di misura nelle tarature”;
- IAEA TECDOC 1401 “Quantifying uncertainty in nuclear analytical measurements”.

Per quanto riguarda i limiti caratteristici:

- L.A. Currie, “Limits for qualitative detection and quantitative determination – application to radiochemistry”. Anal Chem. 40(3), 586-593 (1968);
- ISO 11929: 2010 “Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of confidence interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application”.

Per quanto riguarda il calcolo della ripetibilità e dei limiti di ripetibilità:

- SINAL DT-0002/6 (2007) “Guida al calcolo della ripetibilità di un metodo di prova ed alla sua verifica nel tempo”.

1.4.2 Procedure di validazione dei metodi

1.4.2.1 Che cos'è la validazione

La validazione di un metodo è la conferma, attraverso esame e con apporto di evidenza oggettiva, che i requisiti particolari per l'utilizzazione prevista siano soddisfatti. Il processo di validazione ha l'obiettivo di

dimostrare la validità di un metodo per il suo utilizzo verificando che i requisiti che il laboratorio si prefigge di raggiungere siano soddisfatti.

Ogni metodo utilizzato dal laboratorio deve essere preventivamente sottoposto a validazione o a verifica dell'applicabilità.

Lo scopo della validazione è provare l'adeguatezza della procedura in esame, documentare la competenza dell'operatore e fornire dati sufficienti alla definizione dei limiti di controllo utili per garantire la qualità del dato.

1.4.2.2 Quando e come applicare la validazione

La validazione e/o la verifica deve essere eseguita prima dell'uso routinario del metodo, tuttavia la validazione deve essere intesa anche come un processo continuo: per ogni modifica al sistema analitico occorre verificare la necessità di effettuare una nuova validazione, ridotta o completa.

Il processo di validazione si applica ai metodi non normalizzati, a quelli normalizzati utilizzati al di fuori dal proprio campo di applicazione, a estensioni o modifiche di metodi normalizzati e infine ai metodi sviluppati dal laboratorio.

Nel caso di un metodo normalizzato (metodo emesso da organismi di normazione nazionali o internazionali – es. UNI, CEI, CEN, ISO, UNICHIM, AOAC ecc.) il laboratorio dovrà verificare l'effettiva capacità di applicarlo confrontando le proprie prestazioni con quelle indicate nel metodo stesso.

Quando un metodo normalizzato, non normalizzato o ufficiale riporta valori di ripetibilità ed esattezza, il laboratorio è tenuto a verificare che, in condizioni di ripetibilità, le prestazioni del laboratorio siano compatibili con quelle indicate. Ove manchino tali informazioni, il laboratorio deve determinare la propria ripetibilità e l'esattezza e verificarne il suo mantenimento nel tempo.

Quando i metodi non contengono dati di prestazione esaustivi (precisione, esattezza, incertezza...), il laboratorio non è messo in condizione di verificare, per confronto, la capacità di applicarli e deve pertanto procedere con una propria validazione, che comprenda la determinazione di tali parametri.

Le modifiche apportate ad un metodo validato che ne migliorano le prestazioni senza snaturarne il principio comportano una opportuna validazione ridotta.

Si riporta di seguito una guida indicativa relativa alla validazione minima e alle verifiche di compatibilità richieste in funzione del metodo di analisi scelto dal laboratorio.

Tabella 1.7 – Validazione minima o verifiche richieste.

| Metodo d'analisi | Validazione minima o verifiche richieste |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Metodo ufficiale o normalizzato con parametri di prestazione (ripetibilità e esattezza) | Verificare che le prestazioni del laboratorio siano compatibili con quelle indicate. Devono essere valutati almeno i seguenti parametri: ripetibilità, esattezza, linearità, limite di rivelabilità o quantificazione. |
| Metodo ufficiale o normalizzato con parametri di prestazione, applicato a matrici diverse o in un differente intervallo di concentrazione o in differenti condizioni migliorative | E' richiesta una validazione in riferimento alla variazione introdotta al fine di dimostrare che le prestazioni del metodo siano compatibili con quelle indicate. |
| Metodo ufficiale o normalizzato o non normalizzato privo di parametri di prestazione | Validazione estesa. |
| Metodo descritto in letteratura del quale non sono noti i parametri di prestazione | Validazione estesa. |
| Metodo descritto in letteratura ma del quale sono stati valutati i principali parametri di qualità tramite un confronto interlaboratorio | Verificare almeno i seguenti parametri: precisione, esattezza, linearità, limite di rivelabilità o quantificazione e robustezza. |
| Metodo sviluppato all'interno del laboratorio | Validazione estesa. |
| Metodo precedentemente validato ma in condizioni sperimentali differenti (nuova strumentazione, nuovo analista) o dopo un lungo periodo dall'ultima applicazione | Rivalutare tutti i parametri di qualità potenzialmente a rischio o peggioramento: range lineare, esattezza, precisione, limite di rivelabilità |

1.4.2.3 Il processo di validazione

La validazione di un metodo interno è strettamente correlata al suo sviluppo e, in genere, le due cose sono svolte in parallelo. Viene innanzitutto svolto uno studio di fattibilità che, partendo dall'esame dei requisiti che il metodo deve garantire per soddisfare la richiesta del cliente, dia indicazioni sulla capacità del laboratorio di fornire i dati richiesti evidenziando le risorse necessarie. Si procede quindi alla redazione del metodo di prova, in bozza, e di tutte le istruzioni operative eventualmente necessarie per il controllo delle apparecchiature necessarie per l'esecuzione del metodo. Quando le condizioni operative sono definite e dettagliate, può iniziare la validazione. Al termine del processo di validazione il metodo viene redatto in forma definitiva, approvato ed emesso.

La validazione di un metodo analitico comporta:

- una fase di progettazione iniziale;
- la stesura di un piano di validazione;
- l’attività di sviluppo e la registrazione dei risultati di ogni singola fase della validazione;
- l’analisi periodica dei risultati ottenuti;
- la valutazione finale comportante una dichiarazione di validità del metodo all’interno del campo di applicazione stabilito.

1.4.2.4 I parametri di validazione

Si riporta di seguito l’elenco dei parametri (qualitativi o quantitativi) che devono essere considerati nella validazione del metodo. Alcuni di questi possono essere già adeguatamente presi in considerazione all’interno del metodo scelto, in tal caso va al più dimostrata la capacità del laboratorio di fornire una prestazione compatibile con quanto riportato nel metodo.

Tabella 1.8 – Parametri di validazione.

| Parametro | Definizione |
|------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Specificità | La specificità è un indice che valuta l'affidabilità delle misure in presenza di interferenti. È normalmente definito all'interno del metodo. |
| Limite di rivelabilità | Per i metodi radiometrici nella comune pratica di laboratorio sono stimati MAR (Minima Attività Rivelabile) o MCR (Minima Concentrazione Rivelabile). Più recentemente (ISO 11929: 2010) sono stati introdotti i concetti di Limite di rivelabilità corrispondente sostanzialmente alla MAR e di Soglia di decisione (vedi par. 1.7.5). Normalmente il metodo impiegato specifica come calcolarli. Il valore numerico viene determinato analisi per analisi in quanto dipendente dai parametri analitici (tempo di misura, quantità del campione ecc.) |
| Range o intervallo di misura | Non va valutato se coincide con il campo di applicazione riportato nel metodo e definito con "intervallo dei valori del misurando, compresi gli estremi, entro cui la qualità dei parametri di validazione è ritenuta accettabile per l'uso previsto". Deve essere valutato nel caso sia più esteso. |
| Linearità | Definito come intervallo in cui esiste una relazione lineare tra risposta strumentale e valori dell'analita. Può essere anche inteso come range in cui il valore dell'efficienza di rivelazione è costante. L'impostazione della verifica della linearità deve essere accuratamente pianificata in quanto sia la scelta dei punti di controllo, dei parametri di analisi e del test statistico utilizzato per dimostrarla possono presentare alcune difficoltà aggiuntive in campo radiometrico rispetto a quello chimico. |
| Precisione | La precisione di un metodo è normalmente determinata in circostanze specifiche (ripetibilità stretta, ripetibilità intermedia o riproducibilità) che nella pratica routinaria possono essere molto varie. La ripetibilità stretta fornisce una stima della variabilità dei risultati di un metodo ottenuti in un laboratorio mantenendo costanti tutte le condizioni sperimentali: strumentazione, operatori, condizioni ambientali; in particolare gli strumenti di misura non vengono ritirati durante la sequenza delle prove e le misure sono eseguite in un breve lasso di tempo. La ripetibilità intermedia (o riproducibilità intralaboratorio) riguarda i risultati ottenuti in un laboratorio quando una o più condizioni di lavoro non sono mantenute costanti durante la sperimentazione, in particolare quando le prove non sono eseguite in un breve lasso di tempo. La riproducibilità infine è una stima della precisione che si ottiene quando uno stesso materiale analizzato da diversi laboratori. Una volta ottenuta la serie di dati dalle misure replicate è necessario valutare la normalità della distribuzione e la presenza di eventuali dati anomali con opportuni test statistici. La precisione è solitamente indicata in termini di scarto tipo. |
| Esattezza o giustezza | L'esattezza o giustezza (secondo la definizione di UNI CEI 70099: 2008) è un'espressione di quanto la media di un insieme di risultati prodotti dal metodo è vicino al valore vero. Essa è normalmente espressa in termini di scostamento (bias). La valutazione della esattezza si effettua secondo modalità che sono diverse in funzione delle finalità della procedura da validare e in funzione delle risorse umane, economiche e materiali disponibili. La stima dell'esattezza può essere effettuata secondo una delle seguenti modalità in funzione della disponibilità o meno di materiali di riferimento, matrici tracciate, metodi validati alternativi, confronti interlaboratorio. |
| Accuratezza | L'accuratezza esprime la vicinanza di un valore al valore vero (assumendo la definizione derivata dalla UNI ISO 3534-1: 2006). La validazione del metodo, cerca di quantificare la probabilità di accuratezza dei risultati valutando sia gli effetti sistematici che quelli casuali aventi effetti sull'accuratezza. L'accuratezza è, quindi, normalmente studiata attraverso la caratterizzazione di due componenti: esattezza e precisione. |
| Robustezza | La robustezza è la capacità posseduta da un metodo di non essere influenzato significativamente, in termini di risultati finali, per effetto di variazioni deliberate, introdotte nelle sue fasi di realizzazione. In altri termini può essere intesa come l'efficienza di un metodo e il modo in cui le sue prestazioni si adeguano ad una non perfetta esecuzione analitica. In ogni metodo ci sono certi passaggi nei quali, se non si opera con la cura necessaria, si verificano degli imprevisti effetti sulle performance, fino ad arrivare all'inutilizzabilità pratica del metodo. La robustezza è normalmente valutata durante lo sviluppo del metodo, tipicamente dal laboratorio che l'ha sviluppato. |

BOX 1.4.2 – VERIFICA DELLA LINEARITA': UN ESEMPIO

Nel caso della spettrometria gamma la linearità del metodo di prova dipende principalmente dalla linearità della risposta strumentale.

Una semplice procedura per la verifica della linearità della risposta strumentale di un rivelatore al germanio iperpuro consiste nel valutare l'efficienza di rivelazione – in una specifica configurazione – al variare del rateo totale di conteggio. Se l'efficienza non cambia in modo statisticamente significativo al variare del rateo totale di conteggio significa che l'efficienza stessa risulta costante, quindi la risposta strumentale è lineare rispetto al segnale in ingresso.

Nella tabella seguente sono riportati dei dati di esempio relativi alla verifica della linearità della risposta strumentale per l'efficienza relativa di un rivelatore al germanio iperpuro di tipo n con efficienza relativa nominale del 40%. Le misure sono state effettuate posizionando una sorgente puntiforme di ^{60}Co a 25 cm dal rivelatore – utilizzando un supporto per garantirne il corretto posizionamento (vedi figura) – per tempi di misura scelti in modo tale da ottenere la stessa incertezza statistica di conteggio sull'area netta del picco a 1,33 MeV (condizione di omoschedasticità). Il rateo totale di conteggio è stato fatto variare posizionando una sorgente di ^{137}Cs a differenti distanze dal rivelatore, mantenendo sempre nella stessa posizione la sorgente di ^{60}Co .

Supporto per la determinazione dell'efficienza relativa di un rivelatore al germanio iperpuro.



Andamento dell'efficienza relativa di un rivelatore al germanio iperpuro di tipo n con efficienza relativa nominale del 40% in funzione del rateo totale di conteggio (Dati Arpa Piemonte).

| Rateo totale di conteggio r (s^{-1}) | Tempo morto | Efficienza relativa $\epsilon_{\text{relativa}}$ (s^{-1}/Bq) ($k=1$) |
|------------------------------------------------------|-------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|
| 293,09 | 3,78% | 43,75% \pm 0,38% |
| 1194,58 | 12,89% | 43,05% \pm 0,38% |
| 1827,28 | 18,85% | 42,96% \pm 0,38% |
| 3267,33 | 30,64% | 43,45% \pm 0,38% |
| 4495,88 | 39,31% | 43,03% \pm 0,37% |

Da un'analisi della regressione si ottiene:

$$\epsilon_{\text{relativa}} = (0,4301 \pm 0,0030) + (4,206E - 07 \pm 1,009E - 06) \cdot r$$

Come si può facilmente osservare la pendenza della retta di regressione è compatibile con zero, per cui l'efficienza relativa non cambia in modo statisticamente significativo al variare del rateo totale di conteggio. Ciò significa che l'efficienza risulta costante al variare del rateo totale di conteggio e quindi la risposta può considerarsi lineare.

BOX 1.4.3 – LO SCARTO TIPO DI RIPETIBILITA': UN ESEMPIO

Nel caso della spettrometria gamma lo scarto tipo di ripetibilità sperimentale spesso è completamente spiegato dall'incertezza statistica di conteggio.

I casi in cui lo scarto tipo di ripetibilità non è completamente spiegato dall'incertezza statistica di conteggio sono limitati a matrici solide caratterizzate da una scarsa omogeneità – quali i suoli – o per le quali può essere difficoltoso riprodurre esattamente la geometria di taratura (per il livello di riempimento o per l'impaccamento del campione), e ad attività elevate dei campioni sottoposti a prova. In tali casi è necessario stimare il contributo allo scarto tipo di ripetibilità non spiegato dall'incertezza statistica di conteggio e tenerne conto come contributo addizionale all'incertezza composta. Il peso di tale contributo deve comunque essere valutato rispetto alle altre fonti di incertezza.

Per determinare il contributo allo scarto tipo di ripetibilità non spiegato dall'incertezza statistica di conteggio è possibile, ad esempio, effettuare la prova su diverse aliquote dello stesso campione in condizioni di ripetibilità stretta e valutare la compatibilità statistica tra lo scarto tipo osservato dell'attività e lo scarto tipo atteso secondo la distribuzione di Poisson:

- se lo scarto tipo osservato è compatibile con lo scarto tipo atteso significa che l'incertezza statistica di conteggio spiega completamente lo scarto tipo osservato;
- in caso contrario significa che esiste un contributo non trascurabile allo scarto tipo di ripetibilità non spiegato dall'incertezza statistica di conteggio, che è necessario considerare come contributo addizionale all'incertezza composta.

Nella tabella seguente sono riportati i dati relativi a prove effettuate sul materiale di riferimento certificato IAEA-375 (suolo).

*Valutazione dello scarto tipo di ripetibilità sul materiale di riferimento certificato IAEA-375 (suolo)
(Dati Arpa Piemonte).*

| Massa (kg) | ¹³⁷ Cs | | | ⁴⁰ K | | |
|--------------------|-------------------|--------------------------|------------------------------|-----------------|--------------------------|------------------------------|
| | Attività (Bq) | Incetezza conteggio (Bq) | Incetezza conteggio relativa | Attività (Bq) | Incetezza conteggio (Bq) | Incetezza conteggio relativa |
| 0,13293 | 712,8 | 4,6 | 0,65% | 56,1 | 4,4 | 7,88% |
| 0,13288 | 687,9 | 4,5 | 0,66% | 64,2 | 4,7 | 7,26% |
| 0,13287 | 702,6 | 4,6 | 0,66% | 63,0 | 5,1 | 8,11% |
| 0,13293 | 706,0 | 4,6 | 0,65% | 51,7 | 4,3 | 8,28% |
| 0,13248 | 724,5 | 4,7 | 0,64% | 57,2 | 4,5 | 7,79% |
| Media | 0,13282 | 706,8 | 0,65% | 58,4 | | 7,86% |
| Scarto tipo | 0,00019 | 13,5 | | 5,2 | | |
| CV | 0,14% | 1,90% | | 8,83% | | |

La corretta valutazione dei dati presentati prevede l'effettuazione di test statistici sulla compatibilità delle varianze (test F). Si può comunque facilmente osservare che per ⁴⁰K lo scarto tipo osservato è completamente spiegato dall'incertezza statistica di conteggio, mentre ciò non accade per ¹³⁷Cs.

Si può quindi assumere in questo caso un contributo addizionale all'incertezza composta pari a circa il 2%.

1.4.3 Assicurazione di qualità del dato

Il ruolo di un laboratorio di analisi è quello di produrre misurazioni basate su dati tecnicamente validi, legalmente difendibili, e di qualità conosciuta. Tutte le misure contengono errori, che possono essere sistematici (grandezza invariabile) o casuali (grandezza variabile e con la stessa probabilità di essere positivi o negativi). Le prestazioni del metodo analitico sono definite dalla combinazione tra gli errori sistematici e

casuali. L'assicurazione della qualità del dato è un programma progettato per rendere il processo di misura il più affidabile possibile. Il controllo della qualità è l'attività necessaria per identificare e determinare le fonti di errore.

E' pertanto necessario definire le modalità di gestione dei Controlli Qualità (CQ) relativamente alle attività analitiche al fine di garantire, attraverso l'utilizzo di metodi di controllo di qualità, la produzione mantenuta nel tempo di dati analitici affidabili.

I controlli di qualità, costituiscono un importante strumento tipicamente utilizzato per:

- verificare le competenze di un laboratorio ad eseguire correttamente determinate procedure analitiche;
- rilevare gli errori di una misura analitica che si collocano al di fuori dei limiti di accettabilità per poter dare affidabilità ai dati analitici prodotti;
- determinare la dispersione o variabilità analitica di un determinato metodo analitico;
- determinare la giustezza del metodo impiegato.

Il laboratorio che utilizza metodi validati è tenuto anche successivamente a verifiche, con una periodicità stabilita a priori.

Riesame del metodo e rivalidazione

Il riesame dei metodi di prova deve essere eseguito con una periodicità definita (in linea di massima annuale).

Il periodo tra un riesame ed il successivo può essere altrimenti definito considerando anche aspetti relativi al carico di lavoro (numero di prove eseguite; disponibilità di operatori ecc.).

In tale occasione devono essere valutati almeno i seguenti elementi:

- risultati dei controlli qualità, intralaboratorio ed interlaboratorio, eseguiti nel corso del periodo trascorso dal riesame precedente;
- verifica di ripetibilità ed esattezza (o giustezza): il laboratorio deve verificare di mantenere nel tempo tali parametri;
- verifica dell'adeguatezza dei parametri di qualità del metodo rispetto ai riferimenti normativi in vigore e alle richieste del cliente;
- obiettivi del laboratorio, quali estensione dell'accreditamento, estensione del campo di applicazione dei metodi, ecc;
- richieste del cliente;
- eventuali NC rilevate a seguito dell'applicazione del metodo.

Il riesame del metodo può comportarne la rivalidazione.

La rivalidazione può rendersi necessaria in caso di:

- variazioni alle normative di riferimento che apportino ad es. modifiche ai limiti di legge, alle modalità di espressione di parametri oggetto di prove ecc.;
- revisione dei metodi normati di riferimento;
- acquisizione e messa in uso di apparecchi di misura differenti;
- esito non soddisfacente dei controlli di qualità e dei parametri di validazione.

Il grado di rivalidazione richiesta dipende dalla natura dei cambiamenti. La rivalidazione può essere ridotta ai soli parametri di qualità del metodo che sono modificati dalla normativa e/o che vengono influenzati dal cambiamento del sistema.

Verifica della taratura

La taratura del metodo va periodicamente verificata – tramite opportuni controlli ed adeguati metodi statistici per la loro interpretazione – o rieseguita. I risultati possono fare parte del riesame del metodo o della sua rivalidazione.

Verifica del metodo e partecipazione ad interconfronti

In generale la verifica di un metodo di prova può essere efficacemente effettuata attraverso l'utilizzo sistematico di campioni di controllo insieme alla loro interpretazione con adeguati metodi statistici, ad esempio con carte di controllo.

La verifica dei campioni di controllo può essere effettuata, ad esempio, attraverso l'utilizzo dell'errore normalizzato E_n (Vedi Box 1.4.4) dove il criterio di accettabilità è solitamente: $E_n \leq 1$ (probabilità di copertura del 95% per una distribuzione normale).

BOX 1.4.4 – ILC, PT e criteri di accettabilità

Il documento Accredia RT-24 Rev 01, 2010 e la UNI CEI EN ISO IEC 17043: 2010 definiscono:

Confronto interlaboratorio o Interlaboratory Comparison (ILC): organizzazione, esecuzione e valutazione di misurazioni o prove sugli stessi materiali o su materiali simili da parte di due o più laboratori in conformità a condizioni prestabilite.

Prova valutativa interlaboratorio o Proficiency Testing (PT): valutazione della prestazione di un partecipante a fronte di criteri prestabiliti utilizzando confronti interlaboratorio.

I criteri valutativi sono stabiliti dall'organizzatore, alcuni parametri valutativi comunemente utilizzati sono i seguenti i:

z-score:

$$z = \frac{x - X}{\sqrt{\sigma^2 + u_x^2}} \quad \text{criterio: accettabile se } z \leq 1$$

zeta-score (o u-test):

$$\text{zeta} = \frac{x - X}{\sqrt{u_x^2 + u_X^2}} \quad \text{criterio: accettabile se } \text{zeta} \leq 2$$

errore normalizzato E_n :

$$E_n = \frac{x - X}{\sqrt{U_x^2 + U_X^2}} \quad \text{criterio: accettabile se } E_n \leq 1$$

dove:

- x: risultato del laboratorio
- X: risultato di riferimento
- σ : valore fornito dall'organizzatore e collegato alla dispersione di tutti i risultati
- u_x : incertezza composta fornita dal laboratorio
- u_X : incertezza composta del valore di riferimento
- U_x : incertezza estesa fornita dal laboratorio
- U_X : incertezza estesa del valore di riferimento

La verifica di un metodo può essere effettuata anche attraverso la partecipazione a confronti interlaboratorio. Lo scopo delle prove valutative interlaboratorio (PT o *Proficiency Test*) è di verificare l'accuratezza dei laboratori partecipanti. Vanno effettuati con un periodicità prestabilita, tenuto conto della disponibilità concreta e delle possibilità del laboratorio.

Devono essere scelti preferibilmente PT di organizzatori accreditati secondo la UNI CEI EN ISO/IEC 17043: 2010 "Valutazione della conformità - Requisiti generali per prove valutative interlaboratorio" e che rielaborano i dati secondo la norma ISO 13528: 2005 "Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparisons".

Il rapporto di prova rilasciato riporta per ogni risultato trasmesso dai laboratori partecipanti una valutazione di "proficiency" secondo modalità proprie dell'organizzatore del PT (per esempio può essere assegnato ad ogni risultato uno zeta-score) che mette in evidenza i risultati critici o anomali. I dati anomali richiedono l'attuazione di un'azione correttiva, i dati critici devono essere attentamente valutati.

Verifica delle prestazioni degli operatori

Gli operatori abilitati all'esecuzione di una prova devono verificare con una periodicità stabilita le proprie prestazioni.

Tipicamente ogni operatore effettua una prova su di un materiale per cui è disponibile un valore di riferimento al fine di verificare l'accuratezza, attraverso, ad esempio, l'utilizzo dell'errore normalizzato oppure l'espressione, algebricamente identica, dello zeta-score (noto anche come u-test), vedi Box 1.5.4, ove il criterio di accettabilità è solitamente: zeta-score ≤ 2 (probabilità di copertura del 95% per una distribuzione normale).

Un'altra strategia consiste nell'effettuare prove in doppio su di un materiale, non necessariamente certificato, al fine di verificare la precisione; la differenza tra due prove replicate su uno stesso campione in condizioni di ripetibilità deve essere inferiore al limite di ripetibilità:

$$r = \sqrt{2} \cdot t_{p,v} \cdot s_r$$

dove:

- $t_{p,v}$ t di Student per v gradi di libertà; $v=n-1$ (n = numero di repliche effettuate in fase di validazione);
- s_r scarto tipo di ripetibilità.

1.4.4 Le carte di controllo

Una carta di controllo è basata sulle caratteristiche statistiche delle variazioni casuali di un valore misurato, definite dalla funzione di distribuzione, generalmente supposta normale, di tali variazioni.

Uno dei tipi più vecchi e più semplici di carta di controllo è la carta X (o carta di controllo delle medie), che si basa sulla distribuzione dei valori di controllo nell'intorno di un valore vero o di un valore atteso. Si può usare per monitorare il verificarsi di effetti sistematici e casuali combinati sui valori di controllo, siano essi risultati singoli o una media calcolata su più analisi.

Parallelamente, la carta R (o carta degli intervalli) è utile per il controllo della ripetibilità. L'intervallo è definito come la differenza tra il più grande e il più piccolo risultato singolo, per due o più aliquote separate degli stessi campioni. Per applicazioni pratiche nei laboratori analitici la carta R viene, di solito, utilizzata nella sua forma più semplice, cioè la sola determinazione in duplicato di campioni di prova per ogni serie analitica.

Esistono una vasta letteratura e numerose norme sulle carte di controllo e le loro applicazioni, tra cui, senza pretesa di completezza:

- UNI ISO 7870-1: 2010 "Carte di controllo - Parte 1: Linee guida generali";
- UNI ISO 8258: 2004 "Carte di controllo di Shewhart";
- Rapporti ISTISAN 12/29, "Controllo della qualità interno: manuale per i laboratori di analisi chimiche. Quarta edizione (2011) del Nordtest Report TR 569, Traduzione italiana", noto come Troll Book (<http://www.nordtest.info/index.php/download/tag/trollbook.html>).

Nel seguito si farà riferimento all'approccio presentato nel TrollBook, testo di agevole utilizzo soprattutto per le applicazioni pratiche ai controlli interni della qualità di un laboratorio analitico.

Nelle applicazioni ai controlli interni della qualità di un laboratorio analitico si definiscono generalmente:

1. una **linea centrale** (LC), che rappresenta la media dei valori di controllo o il valore nominale di un materiale di riferimento o un valore di specifica assegnato;
2. due linee, ad una distanza di due volte lo scarto tipo dalla linea centrale ($LC \pm 2s$), denominate **limiti di allarme** (LW); purché i risultati siano distribuiti normalmente, approssimativamente il 95% dei risultati stessi dovrebbe trovarsi all'interno di questi limiti; lo scarto tipo può essere determinato sperimentalmente o essere un valore obiettivo assegnato o un valore di specifica assegnato;
3. due linee, ad una distanza di tre volte lo scarto tipo dalla linea centrale ($LC \pm 3s$), denominate **limiti di azione** (LA); il 99,7% dei dati normalmente distribuiti dovrebbe trovarsi all'interno di questi limiti.

Statisticamente, solo tre misurazioni su mille potrebbero trovarsi al di fuori dei limiti di azione. Se il valore si trova fuori dai limiti di azione, c'è un'alta probabilità che il processo sia fuori controllo statistico. Nel caso in cui si utilizzino valori di specifica assegnati è possibile non definire i limiti di allarme ma solo quelli di azione.

I controlli interni della qualità di un laboratorio analitico si riferiscono principalmente all'utilizzo di campioni di controllo per ogni corsa analitica o per ogni gruppo di campioni, ma possono essere facilmente estesi al controllo delle prestazioni strumentali o al controllo delle prestazioni degli operatori.

L'interpretazione dei dati porta a tre casi possibili.

1. Il processo è sotto controllo e la variabilità osservata è dovuta alla natura aleatoria del fenomeno. Ciò accade se il dato è al di sotto del limite di allarme oppure se si trova tra il limite di allarme ed il limite di azione ma i due precedenti sono al di sotto del limite di allarme.
2. Il processo è sotto controllo ma presenta un andamento significativo dal punto di vista statistico. Ciò accade se sette dati in ordine consecutivo aumentano o diminuiscono oppure se su undici valori di controllo consecutivi, dieci si trovano dallo stesso lato della linea centrale. In questo caso è possibile riportare i risultati ma sono presenti indizi del manifestarsi di un problema.
3. Il processo è fuori controllo poiché sono presenti dati anomali non giustificati dalla natura aleatoria del fenomeno. Ciò accade se il dato è al di sopra del limite di azione oppure se si trova tra il limite di allarme ed il limite di azione e almeno uno dei due precedenti è anch'esso tra il limite di allarme ed il limite di azione (regola del due su tre). In questo caso, di regola, nessun risultato può essere rilasciato.

Nel seguito sono riportati alcuni esempi di carte di controllo.

Il primo esempio (figura 1.8) riguarda la verifica della risposta strumentale di una bilancia analitica. La verifica – effettuata con frequenza mensile – consiste nella pesata di una massa campione con massa nominale di 200 g. La linea centrale ed i limiti di allarme sono stati preventivamente determinati a partire dalla media (200,0063 g) e dallo scarto tipo (0,0006 g) di una serie di osservazioni. Il dato evidenziato – al di sopra del limite di azione superiore – corrisponde ad una situazione fuori controllo. Nel caso specifico l'analisi delle cause ha individuato nell'operatore la causa del dato anomalo e non è stata rilevata alcuna non conformità nei dati prodotti in precedenza, dal momento che lo scarto (0,0026 g) rispetto alla media (200,0063 g) risulta del tutto trascurabile (0,0013%).

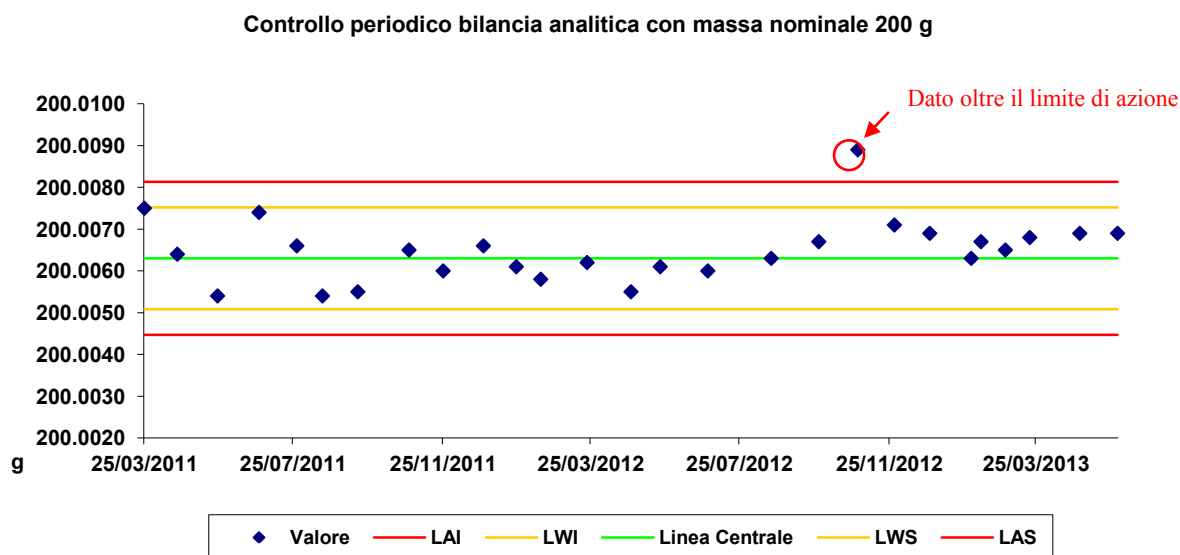


Figura 1.8 - Controllo periodico bilancia analitica (Dati Arpa Piemonte).

Un altro esempio (figura 1.9) di verifica delle prestazioni strumentali è dato da un insieme di sei carte di controllo utilizzate per verificare le prestazioni di un rivelatore al germanio iperpuro: le verifiche – effettuate con frequenza mensile – riguardano l'attività di una sorgente sigillata, la risoluzione e la forma del picco, il fondo ambientale in corrispondenza di tre diverse regioni dello spettro (^{241}Am , ^{137}Cs , ^{60}Co). Anche in questo caso le linee centrali ed i limiti sono stati preventivamente determinati a partire dalle medie e dagli scarti tipo di una serie di osservazioni. L'insieme delle sei carte di controllo consente di tenere sotto controllo statistico il sistema per i diversi aspetti che lo caratterizzano.

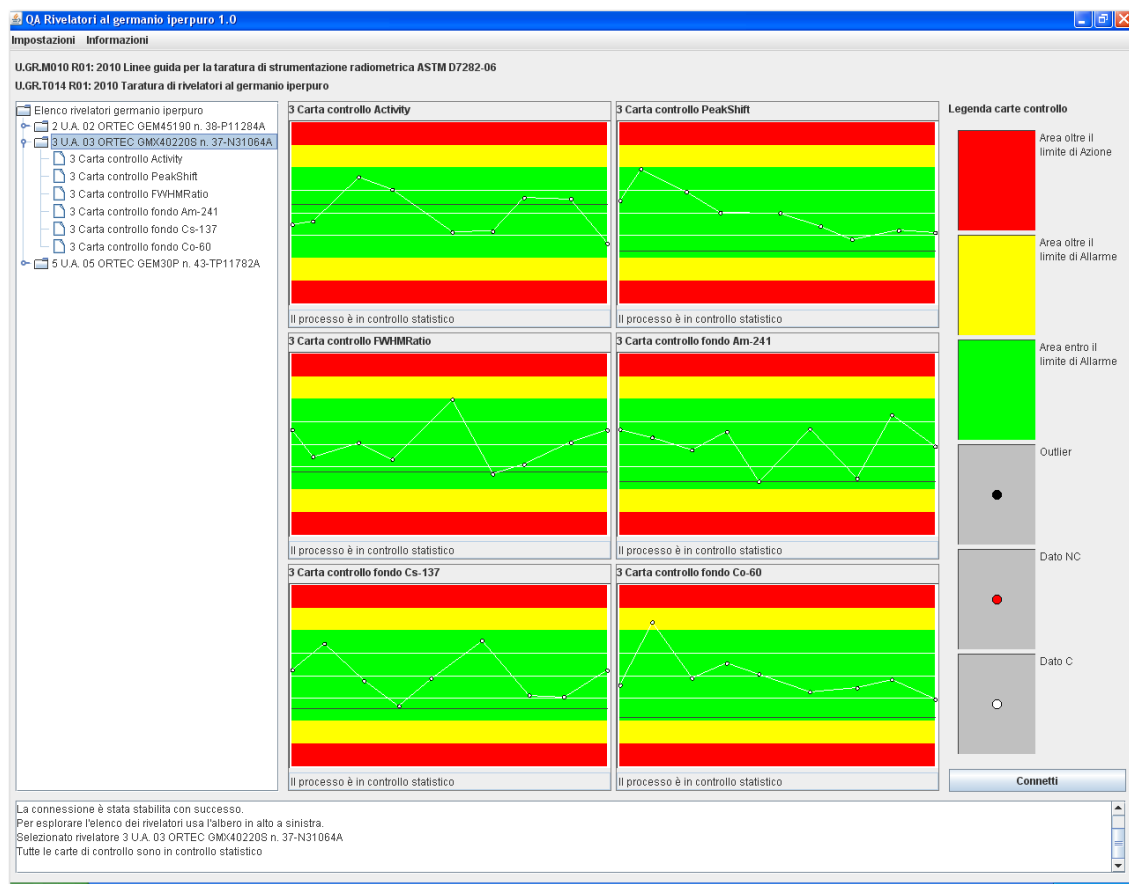


Figura 1.9 – Verifica delle prestazioni strumentali di un rivelatore al germanio iperpuro di tipo n con efficienza relativa nominale del 40% (Dati Arpa Piemonte)

Per quanto concerne il controllo dei metodi di prova il seguente esempio (figura 1.10) presenta il controllo del processo di trattamento tramite resine a scambio ionico di campioni di acque sottoposte a misure di spettrometria gamma (MET-04).

Il controllo del metodo viene effettuato sistematicamente su tutti i campioni attraverso la misura della conducibilità in uscita: il processo termina quando il rapporto tra la conducibilità in uscita e la conducibilità iniziale è inferiore a 1%.

Periodicamente – con frequenza settimanale ed almeno sul 10% dei campioni – viene effettuato un campione di controllo tramite l’aggiunta di una quantità nota di soluzione di riferimento certificata di ^{85}Sr ad uno dei campioni da sottoporre a prova. E’ stato scelto ^{85}Sr in quanto sicuramente assente nei campioni da trattare e non interferente con i radionuclidi di interesse. Scopo del controllo è verificare che il processo abbia un recupero del 100%, scopo per il quale sarebbe sufficiente una verifica puntuale, ma è stata comunque predisposta una carta di controllo per evidenziare eventuali tendenze.

La linea centrale ed i limiti di allarme sono stati preventivamente determinati a partire dalla media (96,3%) e dallo scarto tipo (4,1 %) di una serie di osservazioni. Il dato evidenziato – al di sotto del limite di azione inferiore – corrisponde ad una situazione fuori controllo, dovuta probabilmente a cause diverse e non facilmente identificabili (errore dell’operatore, mancato trattenimento della resina, disomogeneità della resina nel contenitore di misura, ecc.). Nel caso specifico il trattamento è stato ripetuto.

E’ importante notare che lo scarto tipo sperimentale sopra citato – determinato in condizioni di ripetibilità intermedia – non può considerarsi integralmente come contributo addizionale all’incertezza di misura dal momento che è influenzato dall’incertezza statistica di conteggio.

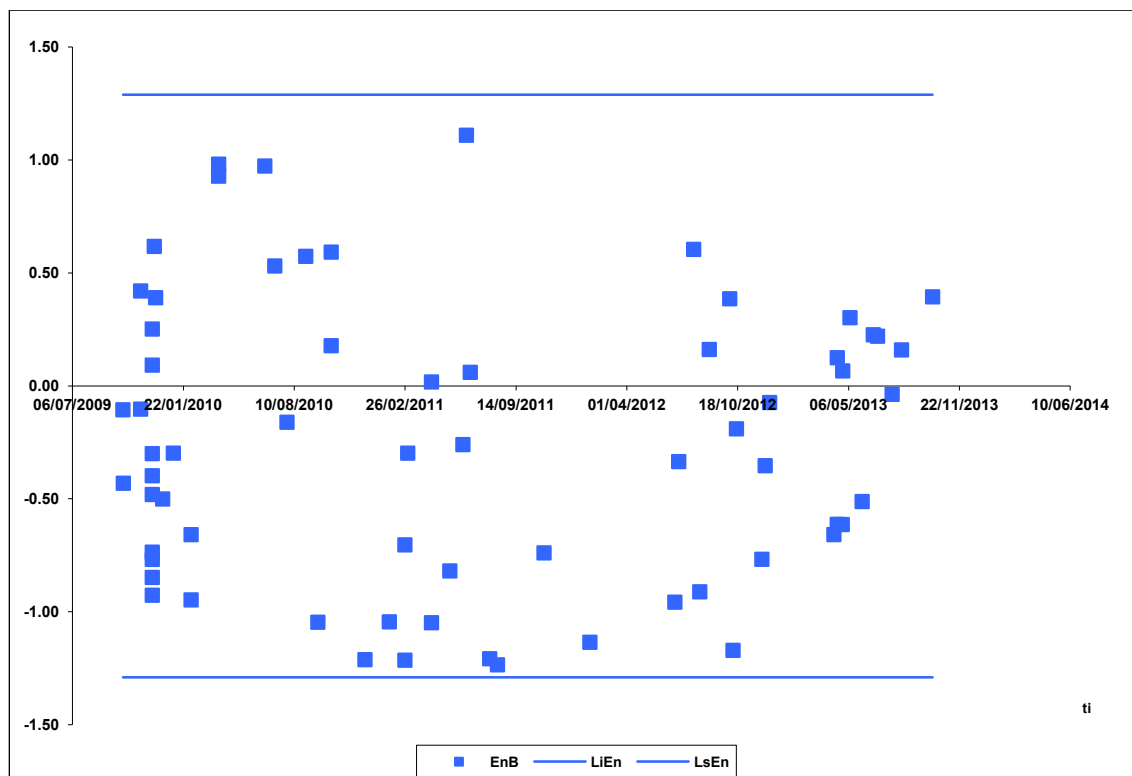


Figura 1.11 - Controllo di un metodo di separazione radiochimica (MET-22, dati Arpa Piemonte).

1.4.5 Calcolo delle incertezze

La UNI CEI ENV 13005: 2000 “Guida all’espressione dell’incertezza di misura”, che traduce in italiano la guida GUM 1995, (vedi Box 1.4.1) enuncia nella sua introduzione che: “Nel riportare il risultato della misurazione di una grandezza fisica, è obbligatorio fornire una qualche indicazione quantitativa della qualità del risultato, cosicché gli utenti ne possano accertare l’attendibilità. Senza tale indicazione i risultati delle misurazioni non possono essere confrontati né tra di loro, né con valori di riferimento assegnati da specifiche o norme. È pertanto necessario che esista una procedura di agevole comprensione ed applicazione, per caratterizzare la qualità del risultato di una misurazione, vale a dire, per valutarne ed esprimerne l’incertezza.”

Sono possibili diversi approcci al calcolo dell’incertezza, ma in questo manuale viene illustrato unicamente il cosiddetto “metodo metrologico o “bottom-up”, trattato anche dalla guida Q.U.A.M. 2012 “Quantifying Uncertainty in Analytical Measurement” redatta da EURACHEM/CITAC (vedi Box 1.4.1).

Il metodo di calcolo indicato nella UNI CEI ENV 13005: 2000 presuppone la stima di tutte le componenti di incertezza di misura valutando i singoli contributi al misurando. La norma classifica in due categorie A e B i metodi di valutazione dell’incertezze delle grandezze in ingresso, dalle quali si ottiene la stima dell’incertezza complessiva della grandezza in uscita. Il metodo di valutazione di categoria A dell’incertezza tipo è basato sull’analisi statistica di una serie di osservazioni tra loro indipendenti, in questo caso l’incertezza tipo è lo scarto tipo della media delle prove ripetute. La valutazione delle incertezze tipo di categoria B si basa su metodi diversi dall’analisi statistica di una serie di osservazioni quali altre informazioni o conoscenze. Queste categorie non sostituiscono i termini casuali o sistematici; la suddivisione in queste due categorie ha unicamente una utilità didattica, e le due componenti si utilizzano esattamente allo stesso modo ai fini del calcolo dell’incertezza composta. Il metodo valuta poi l’incertezza composta, tenendo in considerazione tutti i vari contributi all’incertezza delle grandezze in ingresso attraverso la legge di propagazione delle incertezze.

La guida QUAM 2012 (vedi Box 1.4.1) schematizza in modo chiaro come procedere per il calcolo dell’incertezza tipo composta ed individua 4 fasi, sintetizzate nel diagramma di flusso sottostante (figura 1.12).

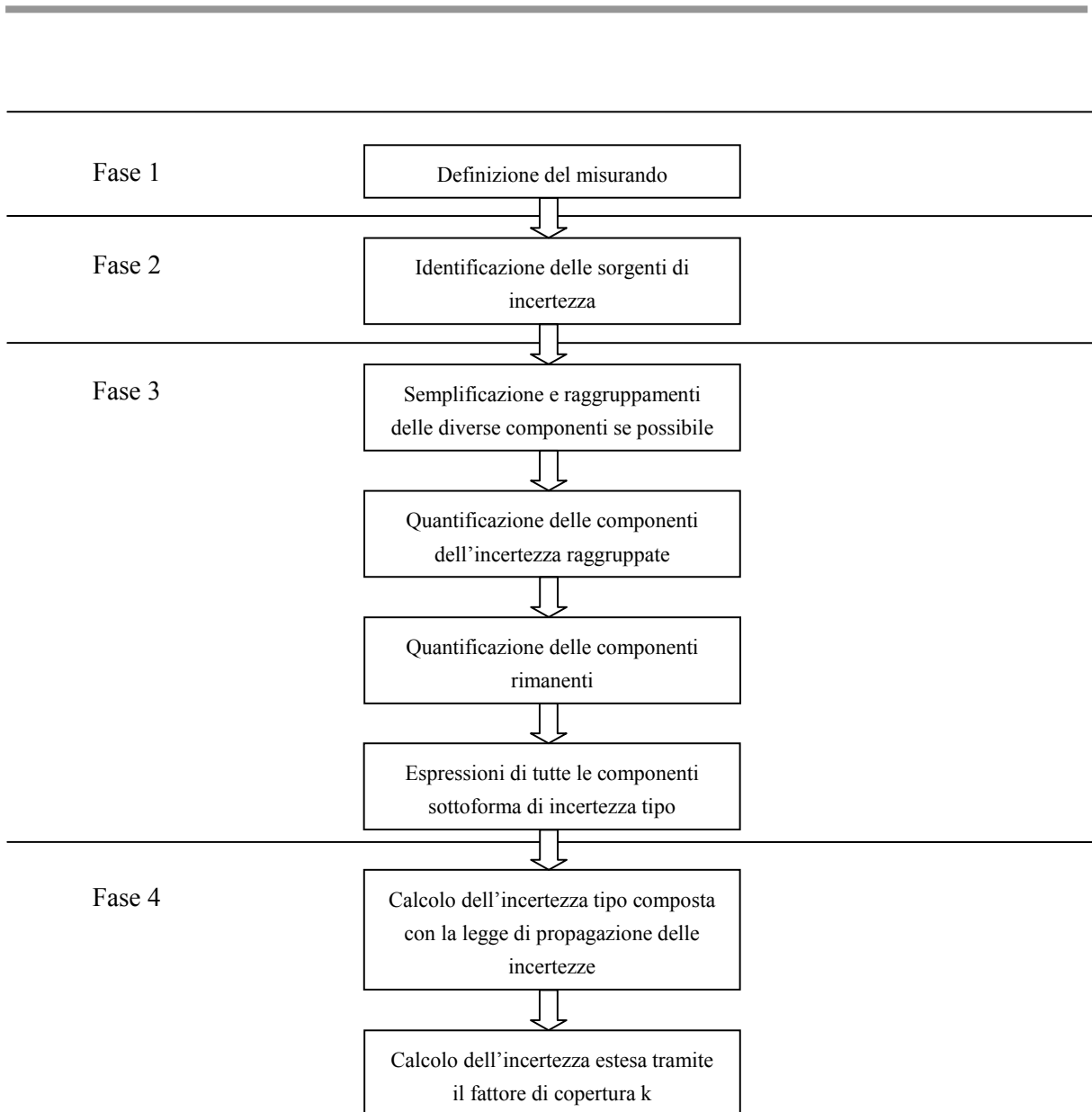


Figura 1.12 - Il processo di stima dell'incertezza secondo QUAM 2012.

Fase 1: Specificazione del misurando

La Fase 1 consiste nella trascrizione dei principi teorici e/o pratici del metodo di prova o del metodo di misura in termini di una funzione matematica.

Deve perciò essere definita l'equazione completa che consente di calcolare il misurando y a partire dalle grandezze di ingresso $x_1, x_2 \dots x_n$

$$y = f(x_1, x_2 \dots x_n)$$

Molto spesso l'espressione matematica del principio di misura del parametro o della grandezza è già definita univocamente nel metodo di prova o taratura. Nel caso di metodi interni questa operazione deve essere effettuata contestualmente alla elaborazione del metodo stesso da personale con un adeguato grado di preparazione.

Le grandezze di ingresso x_i della equazione possono essere considerate esse stesse misurandi, che possono a loro volta dipendere da altre grandezze e questa dipendenza può essere definita da una analoga espressione matematica:

$$x_i = f'(z_{i1}, z_{i2} \dots z_{in})$$

Alcuni metodi analitici, definiti come empirici, sono caratterizzati da una incertezza intrinseca elevata che dipende fortemente dal metodo stesso utilizzato (ad esempio perché soggetti a effetti legati alla matrice, come nelle analisi dei suoli). Spesso non è possibile definire in modo completo ed esauriente il misurando, in

tal caso la definizione del misurando coincide con il metodo stesso. Quando esistono convenzioni definite a livello nazionale o internazionale, per questi metodi empirici non è necessario stimare questa componente di incertezza intrinseca.

La norma UNI CEI EN 13005: 2000 definisce una “incertezza del misurando” che è dovuta alla sua non completa definizione. Per esempio nelle misure radiometriche, il misurando (attività) è caratterizzato da una incertezza intrinseca che dipende dalla fisica del decadimento radioattivo che non è costante nel tempo: la variazione del decadimento nell’unità di tempo è rappresentata statisticamente da una distribuzione di Poisson. Questa è una componente di cui occorre tenere conto.

Fase 2: Identificazione delle componenti

Successivamente vengono identificate le componenti dell’incertezza; a tale scopo può essere utile costruire un diagramma causa-effetto, noto anche come diagramma di *Ishikawa* o a lisca di pesce, in cui si identificano gli effetti delle diverse componenti all’incertezza sul risultato.

I rami principali sono costituiti dalle grandezze di ingresso del modello, come illustrato nella figura 1.13.

Vanno quindi determinate le incertezze associate alle grandezze di ingresso x_i . Queste possono dipendere a loro volta da altre grandezze.

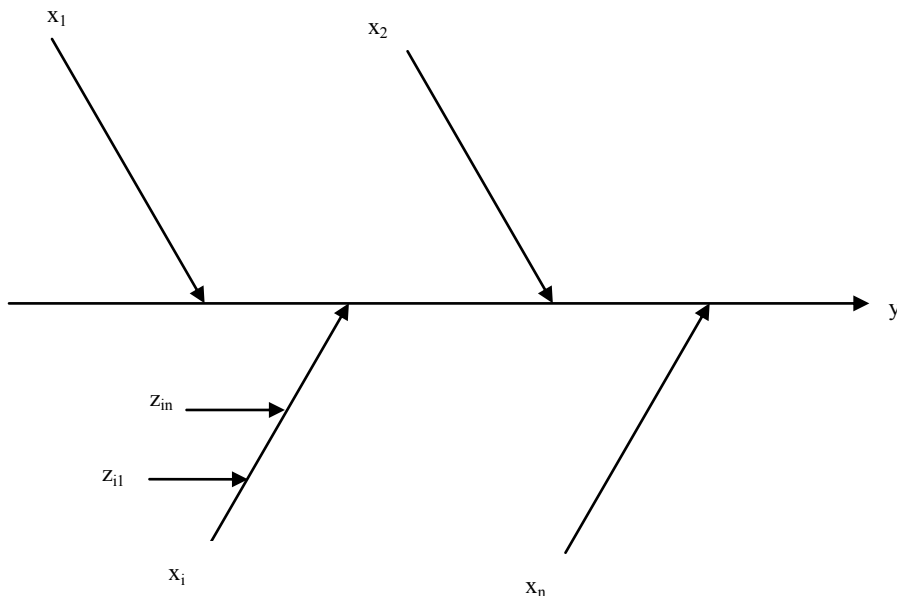


Figura 1.13 – Diagramma di Ishikawa o diagramma causa-effetto.

Fase 3: Quantificazione delle componenti dell’incertezza identificate nella fase 2.

Le incertezze associate alle variabili di ingresso x_i possono essere calcolate con metodi statistici (componenti di tipo A) o con valutazioni legate alla conoscenza che si ha del fenomeno (componenti di tipo B). Non esiste una differenza sostanziale nelle incertezze di tipo A e B, la distinzione si riferisce al modo in cui vengono calcolate.

I contributi di tipo A dipendono dalle variabilità intrinseche del metodo (random), non sono prevedibili, sono misurabili e contribuiscono al calcolo dell’incertezza valutando la precisione, espressa in termini di ripetibilità del metodo come scarto tipo. I contributi di tipo A derivano da fattori che non possono essere tenuti sotto controllo o il cui effetto quantitativo non può essere ragionevolmente determinato a priori, sono

di origine sia tecnico-strumentale, sia umana, sia ambientale. Vengono valutati sulla base di ripetizioni di prove.

I contributi di tipo B portano a variazioni costanti e ripetibili che spesso non sono noti. Quando possibile sono stimati in termini di scarto tipo, sulla base di specifiche fornite dal produttore, dati di letteratura, modelli teorici, esperienze precedenti.

Si sottolinea che, nel calcolo dell'incertezza composta, tutti i contributi siano, essi di tipo A che di tipo B, devono essere espressi come scarto tipo.

Fase 4: Calcolo dell'incertezza tipo composta ed estesa

a) Incertezza composta

Data la relazione funzionale che collega il misurando y alle n grandezze di ingresso $x_1, x_2 \dots x_n$

$$y = f(x_1, x_2 \dots x_n)$$

la varianza di y si ottiene sommando le varianze delle grandezze di ingresso secondo la seguente espressione nota, in accordo con UNI CEI ENV 13005: 2000, come legge di propagazione delle incertezze:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)$$

Si definisce incertezza tipo la radice quadrata della varianza ed incertezza relativa il rapporto tra l'incertezza tipo ed il misurando:

$$u_{rel}(y) = \frac{u(y)}{y}$$

La discussione completa è fornita nell'Appendice 2 Calcolo delle incertezze.

Il modello più semplice nel caso delle misure radiometriche si può scrivere come

$$y = \frac{x_1 - x_2}{V\varepsilon} = \left(\frac{n_1}{t} - \frac{n_2}{t} \right) \frac{1}{V\varepsilon}$$

dove:

- y concentrazione di attività per unità di volume;
- x_1 rateo di conteggio totale del campione, dato dal rapporto tra il numero di conteggi n_1 ed il tempo di misura t;
- x_2 rateo di conteggio del fondo, dato dal rapporto tra il numero di conteggi n_2 ed il tempo di misura t;
- V volume del campione;
- ε efficienza.

L'espressione dell'incertezza $u(y)$ del misurando si può facilmente ricavare utilizzando la legge di propagazione delle incertezze con diverse modalità di espressione.

In particolare, assumendo che l'incertezza sui ratei di conteggio sia determinata esclusivamente dalla statistica di Poisson:

$$u^2(x_{1,2}) = \frac{x_{1,2}}{t}$$

con la definizione di rateo netto di conteggio x_0 :

$$\begin{cases} x_0 = x_1 - x_2 \\ u^2(x_0) = u^2(x_1) + u^2(x_2) = \frac{x_1}{t} + \frac{x_2}{t} \end{cases}$$

ed introducendo il termine

$$\begin{cases} w = \frac{1}{V\varepsilon} \\ u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\varepsilon) \end{cases}$$

si possono derivare le seguenti modalità di espressione – del tutto equivalenti – per l'incertezza tipo composta.

Tabella 1.9 – Incertezza tipo composta: differenti modalità di espressione.

| | Incetzza tipo composta | Incetzza tipo composta |
|--------------------------|--------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| Modello “moltiplicativo” | $y = \frac{X_0}{V\varepsilon}$ | $u_{rel}(y) = \sqrt{u_{rel}^2(x_0) + u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\varepsilon)}$ |
| Modello “funzionale” | $y = (x_1 - x_2)w$ | $u(y) = \sqrt{\left[\frac{2x_2}{t}\right]w^2 + y\frac{w}{t} + y^2u_{rel}^2(w)}$ |

Nel primo caso sono esplicitati i contributi delle singole grandezze di ingresso all’incertezza tipo composta del misurando, mentre nel secondo caso è esplicitato l’andamento funzionale dell’incertezza tipo composta del misurando in funzione del misurando stesso. I due casi differiscono soltanto nella modalità di espressione ma conducono esattamente agli stessi risultati.

A titolo esemplificativo riportiamo il caso della misura della concentrazione di ³H in un campione di acqua destinata al consumo umano, utilizzando dati tratti da ISO 9698: 2010 “Water quality – Determination of tritium activity concentration – Liquid scintillation counting method”, come evidenziato nelle tabelle seguenti.

Tabella 1.10 – Dati di ingresso all’esempio per il calcolo dell’incertezza tipo composta (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | Simbolo | U | u | u _{rel} |
|-----------------------|----------------|------------------------|-----------|------------------|
| Conteggi lordi campio | n ₁ | 3 | 15,06 | |
| Conteggi fondo | n ₂ | 1 | 17,45 | |
| Tempo di misura | t | s 36 trascurab | - | |
| Volume | V | l 0,01 | 0,00 25,0 | |
| Efficienza | ε | s ⁻¹ /10,25 | 0,00 3,50 | |

Tabella 1.11 – Modello “moltiplicativo” per il calcolo dell’incertezza tipo composta (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | Simbolo | U | u | u _{rel} | Contribu alla varian |
|------------------------|---------------------------------------|------------------------|-------------|------------------|----------------------|
| Rateo di conteggio net | $X_0 = \frac{n_1}{t} - \frac{n_2}{t}$ | s ⁻¹ 0,05 | 0,006 11,37 | | 16,86 |
| Volume | V | l 0,01 | 0,00 25,0 | | 81,54 |
| Efficienza | ε | s ⁻¹ /10,25 | 0,00 3,50 | | 1,60 |
| Misurando | $y = \frac{X_0}{V\varepsilon}$ | Bq 23, | 6, 27,69 | | |

Tabella 1.12 – Modello “funzionale” per il calcolo dell’incertezza tipo composta (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | Simbolo | UM | u | u _{rel} | Contribu alla varian |
|---------------------------|-----------------------|----------------------|------------|------------------|----------------------|
| Rateo di conteggio campio | $X_1 = \frac{n_1}{t}$ | s ⁻¹ 0,10 | 0,00 5,06 | | 11,54 |
| Rateo di conteggio fondo | $X_2 = \frac{n_2}{t}$ | s ⁻¹ 0,05 | 0,003 7,45 | | 5,33 |
| w | w | Bq/(l s) 4 | 1 25,2 | | 83,14 |
| Misurando | $y = (x_1 - x_2)w$ | Bq/l 23, | 6, 27,69 | | |

Il modello “funzionale” risulta particolarmente utile per rappresentare l’andamento dell’incertezza composta in funzione del misurando, soprattutto per evidenziare le prestazioni di un metodo di prova.

b) Valutazione componenti significative

Al termine del calcolo dell’incertezza è opportuno riassumere in una tabella (vedi tabelle 1.11 e 1.12) i contributi all’incertezza composta (o i contributi relativi alla varianza) insieme ad una loro valutazione quantitativa. E’ utile rappresentare graficamente i risultati per evidenziare quelli che danno un contributo maggiore. Nelle figure 1.14 e 1.15 viene riportata una rappresentazione grafica dei contributi all’incertezza composta nel caso dei due modelli proposti; l’ultima barra si riferisce all’incertezza composta. Il modello “moltiplicativo” è particolarmente utile a questo scopo.

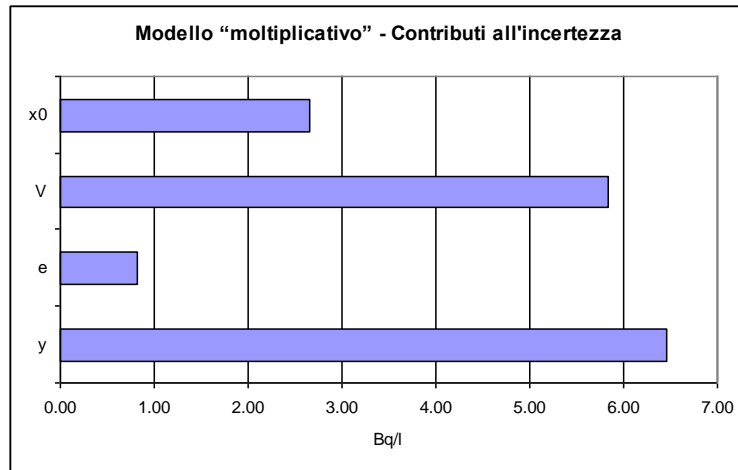


Figura 1.14 – Contributi all’incertezza $(dy/dx)u(x)$ nel “modello moltiplicativo”

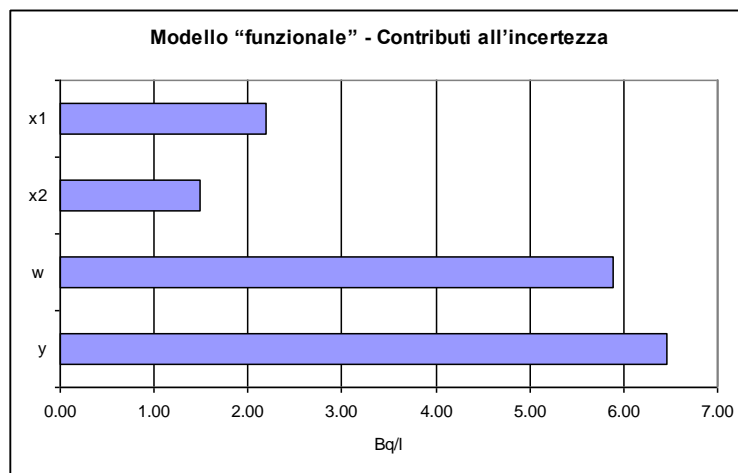


Figura 1.15 – Contributi all’incertezza $(dy/dx)u(x)$ nel “modello funzionale”

I contributi preponderanti devono essere esaminati in modo approfondito perché una loro eventuale riduzione può portare ad una apprezzabile diminuzione dell’incertezza composta. Nel caso dell’esempio considerato si può facilmente notare che il contributo maggiore è dato dall’incertezza sulla misura del volume (che nel modello “funzionale” ricade nel contributo del termine w).

E’ importante sottolineare che non sempre è possibile ridurre i contributi all’incertezza composta: nel caso della spettrometria gamma, ad esempio, non effettuare le correzioni per autoassorbimento e per somma per coincidenza può comportare un’incertezza sino a oltre il 30%, in funzione della matrice, della geometria di misura e del radionuclide di interesse.

c) *Calcolo dell'incertezza estesa*

Come ultimo passaggio è necessario moltiplicare l'incertezza tipo composta per un prescelto fattore di copertura $k_{1-\gamma/2}$, per ottenere un'incertezza estesa associata ad un intervallo di copertura che ci si possa aspettare contenga i valori che possono ragionevolmente essere attribuiti al misurando con una probabilità di copertura $1-\gamma$. Gli estremi di tale intervallo vengono detti limiti dell'intervallo di copertura (si veda il paragrafo successivo).

L'incertezza estesa, nel caso più semplice di una distribuzione normale, è data dalla relazione:

$$U(y) = k_{1-\gamma/2} \cdot u(y)$$

dove $u(y)$ è l'incertezza tipo composta e $k_{1-\gamma/2}$ il fattore di copertura:

$$k_{1-\gamma/2} = \Phi\left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

avendo indicato con Φ la funzione di distribuzione normale.

Il risultato della misura viene solitamente espresso come:

$$\tilde{y} = y \pm U(y) = y \pm k_{1-\gamma/2} u(y)$$

mentre i limiti dell'intervallo di copertura, per una probabilità di copertura $1-\gamma$, sono dati da:

$$y^< = y - U(y) = y - k_{1-\gamma/2} u(y)$$

$$y^> = y + U(y) = y + k_{1-\gamma/2} u(y)$$

Per un probabilità di copertura $1-\gamma=95\%$ il fattore di copertura $k_{0,975}=1,96$ può essere posto, in prima approssimazione, uguale a 2.

In generale l'intervallo di copertura può non essere simmetrico rispetto al valore misurato, per cui in tali casi può essere necessario procedere ad una stima più precisa dei limiti dell'intervallo di copertura (si veda il paragrafo successivo).

1.4.6 Limiti caratteristici

Le misure di radioattività ambientale sono spesso effettuate a livelli tali per cui i radionuclidi di interesse sono difficilmente distinguibili dal fondo ambientale naturale. In queste condizioni l'incertezza relativa associata al misurando tende a crescere fino al punto in cui l'intervallo di copertura del misurando arriva ad includere lo zero.

Tale regione è associata a quella che nella pratica di laboratorio viene considerata la "sensibilità" di un metodo: esistono però numerosi criteri, terminologie e formulazioni di tale concetto, spesso in conflitto fra loro.

Nel seguito saranno brevemente trattati due approcci:

- Il modello classico, che origina da Lloyd A. Currie, "Limits for quantitative detection and qualitative determination", Analytical Chemistry Division, National Bureau of Standards, Washinton, D.C., vol. 40, no. 3, marzo 1968;
- Il modello Bayesiano, in accordo con ISO 11929: 2010 "Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation - Fundamentals and application".

Con il termine Limiti caratteristici si intendono complessivamente:

- la Soglia di decisione, che consente di effettuare una decisione sulla presenza o meno dell'effetto fisico quantificato dal misurando;
- il Limite di rivelabilità, che indica il più piccolo valore vero del misurando che può essere rivelato con la procedura di misura scelta; consente di effettuare una decisione sull'applicabilità o meno di una procedura di misura rispetto ai requisiti richiesti per una specifica applicazione;
- i Limiti dell'intervallo di copertura racchiudono, nel caso in cui l'effetto fisico investigato sia presente, l'intervallo contenente il valore vero del misurando con una specifica probabilità (si veda il paragrafo precedente).

Seppur sviluppati per definire e calcolare gli stessi limiti caratteristici, i due modelli presentano una fondamentale differenza nell'approccio con cui la teoria viene sviluppata.

In entrambi le misure fisiche sono trattate come casuali e indipendenti, cioè il verificarsi di un evento aleatorio non ha effetto su quello di un altro, ma mentre nel modello classico di Currie la valutazione

considera esclusivamente la distribuzione Poissoniana del dato grezzo di misura (i conteggi), nel modello ISO 11929 l'approccio è basato sulla statistica Bayesiana applicata direttamente al misurando (la concentrazione di attività).

La statistica Bayesiana si differenzia da quella convenzionale – o frequentista – per la diversa definizione di probabilità, che non viene interpretata come il limite della frequenza di accadimento di un evento, ma come livello di fiducia nel verificarsi di un dato evento.

La terminologia utilizzata è conforme alla versione italiana di UNI CEI 70099: 2008 “Vocabolario Internazionale di Metrologia - Concetti fondamentali e generali e termini correlati (VIM). Versione italiana dell'aprile 2010”. Nel caso del modello classico di Currie, il Limite di rivelabilità viene spesso indicato come MAR (Minima Attività Rivelabile) o MCR (Minima Concentrazione Rivelabile).

La differenza nell'utilizzo della Soglia di decisione e del Limite di rivelabilità è data dal fatto che il valore misurato deve essere confrontato con la Soglia di decisione mentre il Limite di rivelabilità deve essere confrontato con il Valore di riferimento, valore per il quale si intende il requisito di un metodo di prova derivante da conoscenze scientifiche, requisiti normativi o altre fonti.

Se il valore misurato è inferiore alla Soglia di decisione, la probabilità di falsi negativi (mancata rivelazione dell'effetto fisico laddove questo è in realtà presente) è inferiore ad una specifica probabilità α (generalmente $\alpha=0,05$). Un falso negativo viene anche detto errore di prima specie o I tipo.

Se il valore misurato è superiore al Limite di rivelabilità, allora la probabilità di falsi positivi (rivelazione dell'effetto fisico laddove questo in realtà non è presente) è inferiore ad una specifica probabilità β (generalmente $\beta=0,05$). Un falso positivo viene anche detto errore di seconda specie o II tipo.

Assumendo che il valore vero sia nullo, si hanno complessivamente le quattro possibilità riportate in tabella.

Tabella 1.13 – Test d'ipotesi per la definizione dei limiti caratteristici.

| Ipotesi H_0 : =0 | Accettata | Rifiutata |
|--------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| Valida | Buona decisione: vero negativo $P=1-\alpha$ | Errore di I tipo: falso positivo $P=\alpha$ |
| Sbagliata | Errore di II tipo: falso negativo $P=\beta$ | Buona decisione: vero positivo $P=1-\beta$ |

In particolare se il valore misurato è inferiore alla Soglia di decisione potremo dire:

- che il valore vero è nullo, sapendo di poter avere un falso negativo;
- che il valore vero è inferiore al Limite di rivelabilità, e così si tiene conto anche dei falsi negativi.

Il metodo sarà applicabile se e solo se il Limite di rivelabilità risulta inferiore al Valore di riferimento pertinente.

Se il valore misurato è superiore alla Soglia di decisione potremo dire che il valore vero è compreso tra i Limiti dell'intervallo di copertura con una definita probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$).

Nella figura 1.16 è riassunto schematicamente l'utilizzo dei Limiti caratteristici sopra esposto.

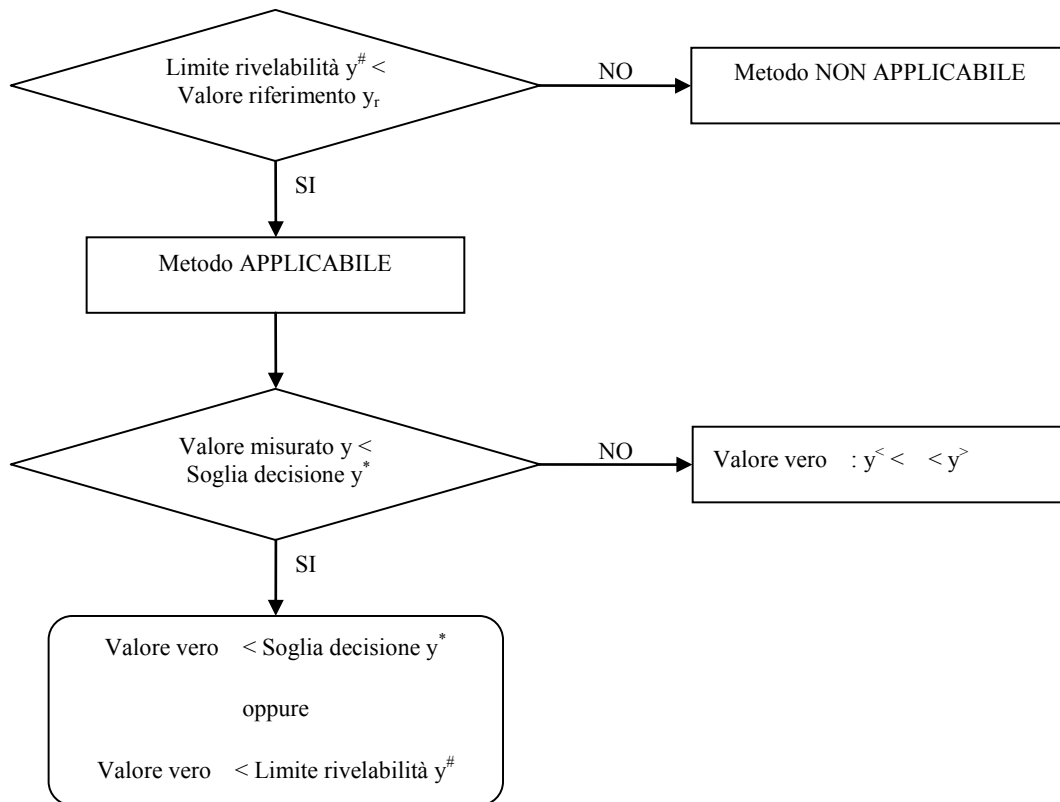


Figura 1.16 – Diagramma di flusso per l'utilizzo dei limiti caratteristici.

Assumendo per semplicità $\alpha=\beta=0,05$ ($k=k_{0,95}=1,645$) i due modelli, per il semplice caso riportato al paragrafo precedente, portano alle seguenti espressioni per Soglia di decisione e Limite di rivelabilità (per una trattazione dettagliata si veda Appendice 3 - Limiti caratteristici).

Tabella 1.14 – I due modelli per il calcolo dei limiti caratteristici.

| | Modello classico - Currie | Modello Bayesiano – ISO 11929 |
|-------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Soglia di decisione | $y^* = k\sqrt{\frac{2x_2}{t}}w = 2,33\sqrt{\frac{x_2}{t}}w$ | $y^* = k\sqrt{\frac{2x_2}{t}}w = 2,33\sqrt{\frac{x_2}{t}}w$ |
| Limite di rivelabilità | $y^\# = \left[2k\sqrt{\frac{2x_2}{t}} + \frac{k^2}{t} \right] w =$ $= \left[4,65\sqrt{\frac{x_2}{t}} + \frac{2,71}{t} \right] w$ | $y^\# = \frac{\left[2k\sqrt{\frac{2x_2}{t}} + \frac{k^2}{t} \right] w}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)} =$ $= \frac{\left[4,65\sqrt{\frac{x_2}{t}} + \frac{2,71}{t} \right] w}{1 - k^2 u_{rel}^2(w)}$ |
| Limiti dell'intervallo di copertura | $y^< = y - k_{1-\gamma/2}u(y) =$ $= y - 1,96u(y)$ $y^> = y + k_{1-\gamma/2}u(y) =$ $= y + 1,96u(y)$ | $y^< = y - k_p u(y), \quad p = \omega(y) \left(1 - \frac{\gamma}{2} \right)$ $y^> = y + k_q u(y), \quad q = 1 - \omega(y) \frac{\gamma}{2}$ $\omega(y) = \Phi(y/u(y))$ |

I due modelli forniscono la stessa espressione per la Soglia di decisione mentre il Limite di rivelabilità calcolato attraverso il modello Bayesiano è sempre maggiore di quello ottenuto dal modello classico. Ciò è dovuto alla presenza del termine $u_{rel}^2(w)$ a denominatore, che tiene in considerazione tutte le fonti di incertezza non Poissoniane, tra le quali l'incertezza sulla quantità di campione, sull'efficienza e su tutti i fattori correttivi. La differenza tra i due modelli non è trascurabile ove le fonti di incertezza non Poissoniane risultino contribuire in modo significativo all'incertezza composta. Anche il calcolo dei Limiti dell'intervallo di copertura differisce nei due modelli dal momento che, per effetto dell'asimmetria della distribuzione nel modello Bayesiano, in generale l'intervallo di copertura è asimmetrico rispetto al valore misurato e risulta simmetrico solo se $y/u(y) > 4$ (poiché in questo caso $\omega(y) = 1$). Inoltre, sempre nel modello Bayesiano, la migliore stima del valore vero di un misurando è sempre maggiore del valore misurato e la corrispondente incertezza sempre inferiore a quella del valore misurato.

A titolo esemplificativo consideriamo nuovamente il caso della misura della concentrazione di ^3H in campioni di acqua destinata al consumo umano, utilizzando dati tratti da ISO 9698: 2010. Supponiamo che un cliente richieda la valutazione della conformità al limite di 100 Bq/L (definito dal Decreto legislativo 2 febbraio 2001, n. 31, Attuazione della direttiva 98/83/CE relativa alla qualità delle acque destinate al consumo umano) di tre campioni di acqua destinata al consumo umano con una "sensibilità" di 10 Bq/L. Nel caso specifico la richiesta di una "sensibilità" di 10 Bq/L diventa un requisito sul Limite di rivelabilità del metodo. La misura del bianco consente di determinare, a priori, per entrambi i modelli sia la Soglia di decisione sia il Limite di rivelabilità.

Tabella 1.15 – Applicazione dei due modelli per il calcolo della Soglia di decisione e del Limite di rivelabilità (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | U | Soglia di decisione | Limite di rivelabilità | Valore di riferimento |
|-----------------------------|----|---------------------|------------------------|-----------------------|
| Modello classico - Currie | Bq | 3, | 7, | |
| Modello Bayesiano - ISO 119 | Bq | 3, | 8, | |

In entrambi i modelli il metodo è applicabile: le Soglie di decisione coincidono, mentre il Limite di rivelabilità è maggiore nel modello Bayesiano, comunque inferiore al Valore di riferimento. È interessante notare che se la richiesta fosse stata di una "sensibilità" di 7,5 Bq/L – a parità dei dati di ingresso – sarebbe applicabile solo il modello classico.

Sottoposti a misura, i tre campioni rappresentano tre casi diversi:

- I caso: il valore misurato del campione è inferiore alla Soglia di decisione;
- II caso: il valore misurato del campione è compreso tra Soglia di decisione e Limite di rivelabilità;
- III caso: il valore misurato del campione è superiore al Limite di rivelabilità.

Applicando i due differenti modelli ai tre campioni si ottengono i seguenti risultati (i risultati in forma estesa sono riportati nelle tabelle 1.17 e 1.18):

Tabella 1.16 – Applicazione dei due modelli per i tre campioni (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | Simbo | U | I ca | II ca | III ca |
|-----------------------------|-----------|----|-------------|-----------|--------|
| Conteggi lordi campione | n_1 | | 2 | 2 | 3 |
| Modello classico - Currie | \hat{y} | Bq | <7, 5,00±5, | 23,33±12, | |
| Modello Bayesiano - ISO 119 | \hat{y} | Bq | <8, 5,16±4, | 23,34±12, | |

Per il I caso entrambi i modelli concordano nel ritenere nullo il valore vero del misurando, ma differiscono per quanto riguarda i Limiti dell'intervallo di copertura: il modello classico prevede un Limite superiore dell'intervallo di copertura (7,94 Bq/L) superiore al corrispondente Limite di rivelabilità (7,24 Bq/L), evidenziando una certa incongruenza rispetto alle definizioni. E' interessante notare che se la richiesta fosse stata di una "sensibilità" di 7,5 Bq/L il modello classico, pur applicabile, fornirebbe un valore del Limite superiore dell'intervallo di copertura (7,94 Bq/L) superiore al Valore di riferimento (in questo caso 7,5 Bq/L). Nel caso del modello Bayesiano non si evidenziano tali incongruenze.

Per il II caso entrambi i modelli concordano nel ritenere non nullo il valore vero del misurando ma differiscono nuovamente per quanto riguarda i Limiti dell'intervallo di copertura: il modello classico prevede un Limite inferiore dell'intervallo di copertura (-0,03 Bq/L) inferiore a zero, evidenziando una certa incongruenza rispetto alle definizioni; inoltre l'incertezza estesa è maggiore del valore misurato. Nel caso del modello Bayesiano non si evidenziano tali incongruenze.

Per il III caso i due modelli portano, per le applicazioni pratiche, agli stessi risultati.

I tre campioni risultano, comunque, tutti conformi al limite di 100 Bq/L indipendentemente dal modello utilizzato, in particolare perché i Limiti di rivelabilità risultano sufficientemente inferiori al limite stesso.

Si evidenzia nuovamente che la differenza tra i due modelli non è trascurabile ove le fonti di incertezza non Poissoniane risultino contribuire in modo significativo all'incertezza composta, mentre sostanzialmente coincidono nel caso opposto.

Nella maggior parte dei casi pratici, in particolare quando i Limiti di rivelabilità risultano sufficientemente inferiori ai Valori di riferimento, i due modelli sostanzialmente coincidono.

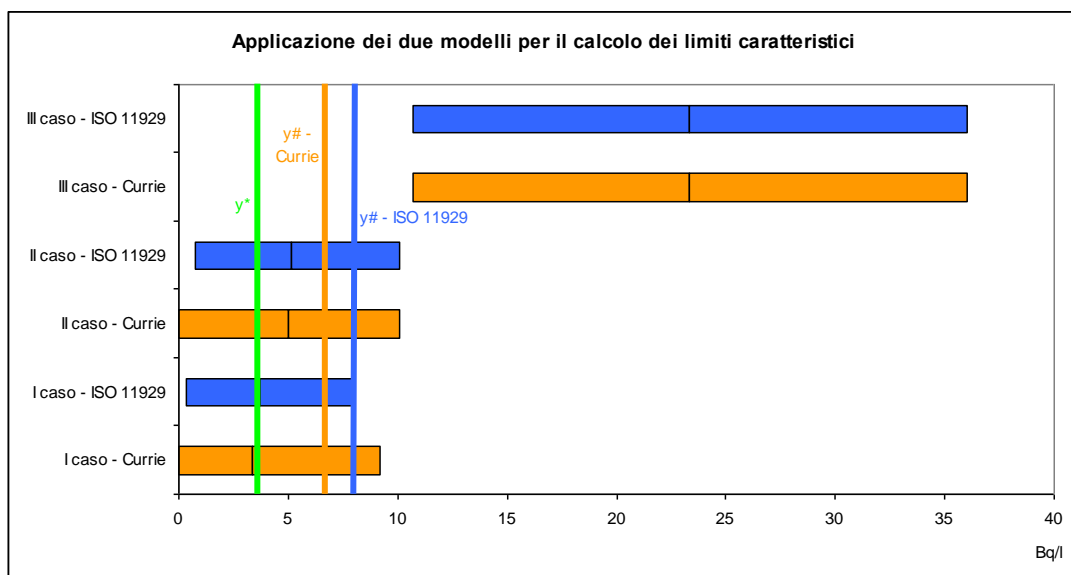


Figura 1.17 – Applicazione dei due modelli per il calcolo dei limiti caratteristici.

Nelle tabelle seguenti sono riportati in forma estesa tutti i risultati. Nell'applicazione del modello classico sono riportati i Limiti caratteristici sia per i conteggi netti che per il misurando.

Tabella 1.17 – Applicazione del Modello classico – Currie per il calcolo dei limiti caratteristici (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | Simbo | U | I ca | II ca | III ca |
|----------------------------------------------|-----------|----|---------|---------|----------|
| Conteggi lordi campio | n_1 | | 2 | 2 | 3 |
| Conteggi netti | n_0 | | | | 2 |
| Incertezza | $u(n_0)$ | | 1 ξ | 2 ξ | 2 ξ |
| Limite inferiore intervallo copertura | $n_0^{<}$ | | - ξ | ξ | 16 ξ |
| Limite superiore intervallo copertura | $n_0^{>}$ | | 6 ξ | 8 ξ | 25 ξ |
| Soglia di decisione | n_0^* | | 3 ξ | 3 ξ | 3 ξ |
| Limite di rivelabilità | $n_0^\#$ | | 6 ξ | 6 ξ | 6 ξ |
| Misurando | y | Bq | 3, | 5, | 23, |
| Incertezza | $u(y)$ | Bq | 2, | 2, | 6, |
| Limite inferiore intervallo copertura | $y^{<}$ | Bq | -1, | -0, | 10, |
| Limite superiore intervallo copertura | $y^{>}$ | Bq | 7, | 10, | 35, |
| Soglia di decisione | y^* | Bq | 3, | 3, | 3, |
| Limite di rivelabilità | $y^\#$ | Bq | 7, | 7, | 7, |

Tabella 1.18 – Applicazione del Modello Bayesiano – ISO 11929 per il calcolo dei limiti caratteristici (dati tratti da ISO 9698: 2010 Annex A).

| | Simbo | U | I ca | II ca | III ca |
|----------------------------------------------|--------------|----|------|-------|--------|
| Conteggi lordi campio | n_1 | | 2 | 2 | 3 |
| Misurando | y | Bq | 3, | 5, | 23, |
| Incertezza | $u(y)$ | Bq | 2, | 2, | 6, |
| Misurando miglior stim | \hat{y} | Bq | 3, | 5, | 23, |
| Incertezza miglior stim | $u(\hat{y})$ | Bq | 2, | 2, | 6, |
| Limite inferiore intervallo copertura | $y^{<}$ | Bq | 0, | 0, | 10, |
| Limite superiore intervallo copertura | $y^{>}$ | Bq | 8, | 10, | 36, |
| Soglia di decisione | y^* | Bq | 3, | 3, | 3, |
| Limite di rivelabilità | $y^\#$ | Bq | 8, | 8, | 8, |

1.5 Bibliografia

- ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 1995: Raccolta dei risultati dell'attività dei gruppi di lavoro delle Reti Nazionali. Roma maggio 1995.
- ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 2000: "Sistema nazionale conoscitivo e dei controlli in campo ambientale. Guida tecnica sulle misure di radioattività ambientale derivanti dall'adeguamento dei relativi insiemi di dati" Centro Tematico Nazionale Agenti Fisici (CTN AGF) Doc. AGF-T-GTE-00-02.
- Debertin K., Helmer R.G., 1988: Gamma- and X-Ray Spectrometry with semiconductor detectors. North Holland.
- DOE (U.S. Department of Energy), 1997: EML Procedures Manual, HASL300.
- EPA (United States Environmental Protection Agency), 1993: "External Exposure to Radionuclides in Air, Water, and Soil", EPA 402-R-93-081
- EPA (United States Environmental Protection Agency), 2004: "Multi-Agency Radiological Laboratory Analytical Protocols Manual", NUREG-1576, EPA 402-B-04-001, NTIS PB2004-105421.
- EPA (United States Environmental Protection Agency), 2010: "Rapid Radiochemical Methods for Selected Radionuclides in Water for Environmental Restoration Following Homeland Security Events", EPA 402-R-10-001.
- Forte M. et al., 2004: "Metodi di misura del radon-222 nelle acque di rete: l'esperienza di ARPA Lombardia" in www.arpalombardia.it
- Gilmore G., 2008: "Practical Gamma-ray Spectroscopy" John Wiley & Sons Ltd.
- L'Annunziata M.F., 2012: Handbook of Radioactivity Analysis. Elsevier – Academic Press
- INRAN (Istituto Nazionale di Ricerca per gli Alimenti e la Nutrizione): Tabelle di composizione degli alimenti (<http://www.inran.it>).
- Knoll G.F., 2000: Radiation Detection and Measurement.
- Rusconi R., Alberici A., Arrigoni S., Cati A., Forte M., Maggioni T., Sacchi B. e Sgorbati G., 2011: "Il controllo dell'impatto radiologico di Fukushima in Lombardia". Convegno "Chernobyl 25 year later – Studies, remarks and recent findings" AIRP, Udine 21 giugno 2011.
- Prichard H.M., Gesell T.F., 1977: "Rapid measurements of ²²²Rn concentrations in water with a commercial liquid scintillation counter" Health Physics, **33**, 577
- Sima O., 1992: "Photon attenuation for samples in Marinelli beaker geometry: an analytical computation", Health Physics, **62**(5), 445.
- USDA (U.S. Department of Agriculture), 2011: National Nutrient Database for Standard Reference, Release 24 (<http://ndb.nal.usda.gov>).

Appendice 1 - Conteggio per scintillazione liquida

Introduzione

La scintillazione liquida è una tecnica che permette di effettuare analisi radiometriche di radionuclidi alfa e beta emettitori in soluzione. Il liquido contenente il radionuclide viene miscelato con un liquido organico “scintillante” (cocktail di scintillazione), costituito da sostanze capaci di essere eccitate dalle emissioni radioattive e che, diseccitandosi, emettono luce. Questa emissione è isotropa, viene quindi rivelata da fotomoltiplicatori in coincidenza. La somma dei segnali genera conteggi e uno spettro che comprende sia quanto prodotto dai decadimenti alfa che beta. I due contributi possono essere distinti attraverso un’analisi del segnale mediante appositi circuiti di discriminazione. I paragrafi seguenti illustrano in dettaglio i meccanismi di generazione del segnale e la tecnica di rivelazione.

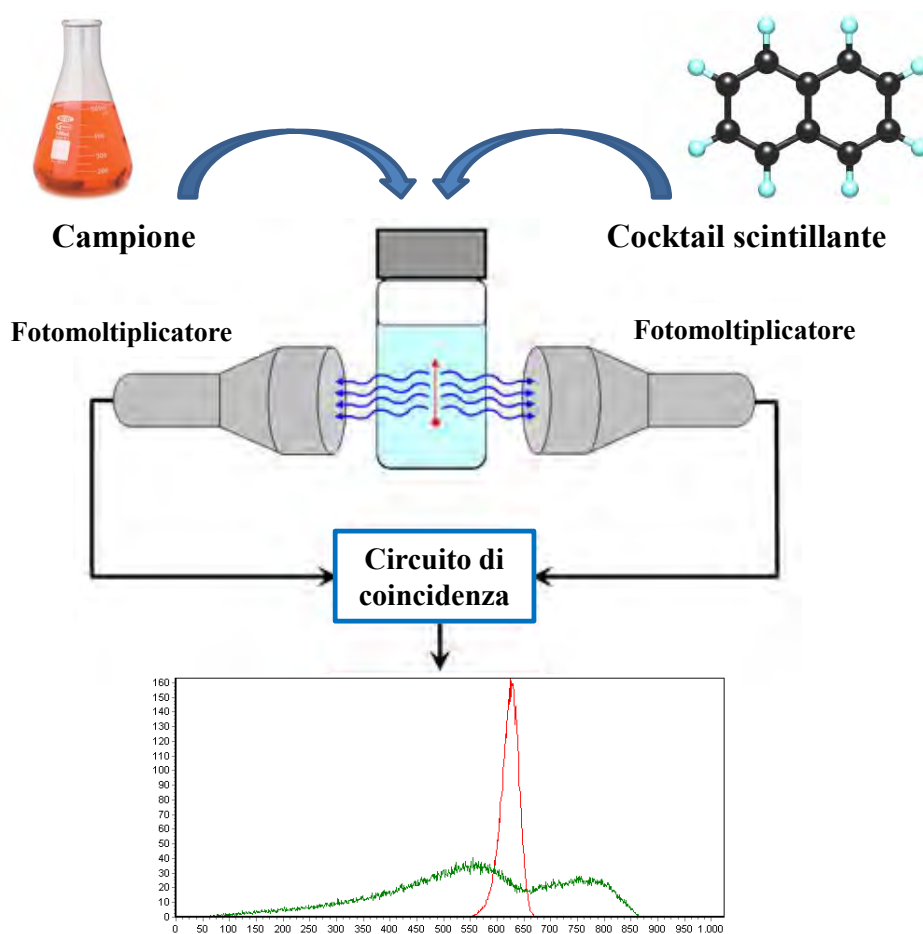


Figura 1.18 – Schema riassuntivo del principio di funzionamento della scintillazione liquida

I meccanismi di scintillazione nei materiali organici

Nei materiali organici il fenomeno di fluorescenza, vale a dire la produzione di energia luminosa a seguito di fenomeni di eccitazione elettronica e/o molecolare causati dall’interazione con una particella carica, ha origine da transizioni nella struttura dei livelli energetici di una singola molecola e non dipende, pertanto, dallo stato fisico del materiale scintillante; per questo motivo alla categoria degli scintillatori organici appartengono composti solidi, liquidi e gassosi.

Tra le sostanze organiche che possiedono le proprietà proprie degli scintillatori vi sono le molecole organiche che possiedono legami π (in particolar modo se delocalizzati come ad esempio nei composti aromatici) dotati

di orbitali di antilegame facilmente accessibili. Questi orbitali permettono una permanenza relativamente lunga di un elettrone nello stato eccitato.

I livelli energetici π -elettronici di una molecola organica che abbia queste proprietà sono illustrati in figura 1.19.

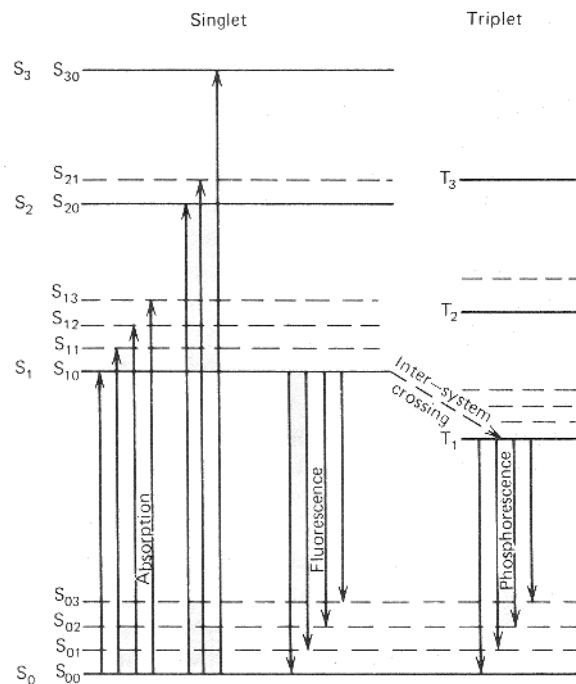


Figura 1.19 – Livelli energetici π -elettronici di una molecola organica

In presenza di una configurazione elettronica di questo tipo i processi di eccitazione elettronica prodotti dall'interazione con la radiazione ionizzante possono coinvolgere diversi livelli energetici e produrre una varietà di stati eccitati.

Nella figura è indicata una serie di stati di singoletto (spin 0), denominati rispettivamente S_0 , S_1 , S_2 . E' inoltre riportato un insieme simile di livelli elettronici di tripletto (spin 1), denominati rispettivamente T_1 , T_2 , T_3 , ... Nel caso delle molecole che possono essere utilizzate come scintillatori organici la distanza in energia tra i livelli S_0 ed S_1 è dell'ordine di 3-4 eV, mentre la distanza tra i livelli energetici superiori è normalmente inferiore. Ciascuno di questi livelli energetici è ulteriormente suddiviso in una serie di livelli (indicati in figura 1.19 con S_{00} , S_{01} , S_{02} , etc.) con spaziatura molto più fine, dell'ordine di 0.15 eV, che corrispondono ai diversi stati vibrazionali di ognuno dei livelli energetici della molecola. Poiché la distanza tra gli stati vibrazionali è grande rispetto al valore medio dell'energia termica (0.025 eV), a temperatura ambiente, pressoché tutte le molecole si trovano nello stato S_{00} .

A seguito dell'interazione con una particella carica, la molecola assorbe parte dell'energia cinetica della radiazione incidente che provoca l'eccitazione di uno o più degli stati elettronici fondamentali (rappresentati in figura dalle frecce verso l'alto). Gli stati di singoletto che hanno subito la maggiore eccitazione (in figura 1.19: S_{3n} , S_{2n}) si diseccitano rapidamente (in tempi dell'ordine dei picosecondi) e tornano al livello S_1 attraverso processi di conversione interna che non comportano l'emissione di radiazione. Inoltre, ogni livello con energia vibrazionale in eccesso (come gli stati S_{11} , S_{12} , etc.) si riporta rapidamente allo stato di equilibrio termico con i livelli adiacenti cedendo rapidamente l'energia vibrazionale in eccesso. L'effetto netto del processo di eccitazione in un cristallo organico semplice è quindi, quello di produrre, dopo un intervallo di tempo trascurabile, una popolazione di molecole eccitate nello stato S_{10} .

La diseccitazione di queste molecole eccitate attraverso l'emissione di luce viene definita, genericamente, *luminescenza*; nei composti organici la luminescenza può assumere caratteristiche diverse. La luce di scintillazione principale (o *fluorescenza pronta*) è emessa a seguito di transizioni tra il livello S_{10} ed uno degli stati vibrazionali dello stato elettronico fondamentale (queste transizioni sono indicate in figura dalle frecce rivolte verso il basso). Se τ rappresenta la costante di tempo di decadimento per fluorescenza del

livello S_{10} , allora l'intensità della fluorescenza pronta al tempo t successivo all'evento di eccitazione è data da:

$$I = I_0 e^{-\frac{t}{\tau}}$$

Nella maggior parte degli scintillatori organici τ è dell'ordine di pochi nanosecondi.

La vita media del primo stato di tripletto T_1 è significativamente più lunga di quella dello stato S_1 . Attraverso una transizione chiamata "transizione inter-sistema" alcuni stati di singoletto eccitati possono essere convertiti in stati di tripletto. La vita media di T_1 può essere anche dell'ordine di 10^{-3} sec (mediamente varia tra 10^{-7} e 10^{-3} sec), e la radiazione emessa nella diseccitazione da T_1 ad S_0 è perciò una emissione di luce ritardata caratterizzata come *fosforescenza*. Poiché il livello energetico T_1 è inferiore ad S_1 , la lunghezza d'onda dello spettro di fosforescenza è maggiore di quella dello spettro di fluorescenza.

E' anche possibile che alcune delle molecole che si trovano nello stato eccitato T_1 vengano nuovamente eccitate allo stato S_1 , e che successivamente tornino allo stato fondamentale S_0 mediante l'emissione di fluorescenza. Questo processo è responsabile dei fenomeni di *fluorescenza ritardata* (vita media dell'ordine di 10^{-6} sec) che si osservano a volte nei materiali organici.

La figura 1.20 rende anche conto del perchè gli scintillatori organici sono pressochè trasparenti alla loro stessa emissione di fluorescenza. Infatti la lunghezza delle frecce verso l'alto corrisponde a quei valori di energia dei fotoni che sarebbero fortemente riassorbiti dal materiale stesso; poiché, d'altro canto, tutte le transizioni di fluorescenza (rappresentate dalle frecce verso il basso), con l'eccezione di $S_{10}-S_{00}$, hanno energia più bassa di quella minima richiesta per l'eccitazione, gli spettri ottici di assorbimento e di emissione risultano di fatto solo parzialmente sovrapposti, e di conseguenza i fenomeni di autoassorbimento della fluorescenza sono di fatto limitati.

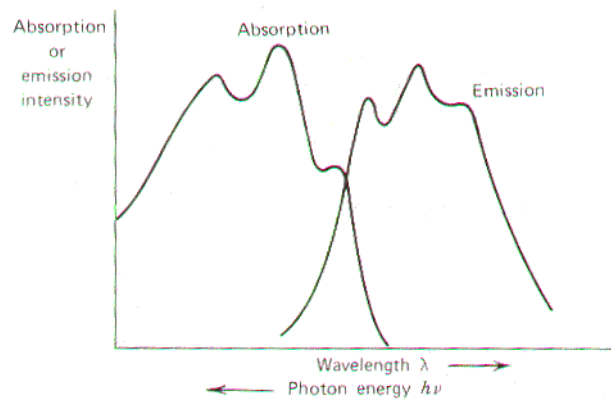


Figura 1.20 – Spettri di emissione ed assorbimento tipici di uno scintillatore organico

In quasi tutti i materiali organici il processo di diseccitazione dei livelli energetici eccitati S_{10} e T_1 allo stato fondamentale è spesso preceduto da processi ripetuti di trasferimento dell'energia di eccitazione tra molecole adiacenti. In alcuni casi, al fine di limitare ulteriormente la possibilità che si verifichino fenomeni di autoassorbimento della fluorescenza prodotta è possibile aggiungere al materiale scintillante una ulteriore componente, denominata *waveshifter*, la cui funzione è quella di assorbire la luce prodotta dallo scintillante primario e reirradiarla a lunghezza d'onda maggiore; in questo modo si produce di fatto uno spostamento dello spettro di emissione che può essere funzionale sia per garantire un migliore accoppiamento con la sensibilità spettrale del tubo fotomoltiplicatore che per minimizzare ulteriormente i fenomeni di autoassorbimento.

I processi di produzione e scambio dell'energia. L'effetto dell'interazione della radiazione ionizzante con un liquido scintillante

Consideriamo un cocktail scintillante composto da un solvente S e da un materiale scintillante F, nel quale sia presente ossigeno, O₂, ed una molecola M che contiene il radionuclide che emette la particella radioattiva P. I processi di scambio dell'energia che portano alla produzione di un fotone hv che può essere rivelato dal tubo fotomoltiplicatore PMT, si possono schematizzare come segue (l'asterisco indica uno stato eccitato):

1. $P^* + S \rightarrow P + S^*$ eccitazione del solvente
2. $S^* + F \rightarrow S + F^*$ eccitazione della molecola fluorescente
3. $F^* \rightarrow F + h\nu$ emissione del fotone hv 375-425 nm
4. $3 h\nu + \text{PMT} \rightarrow e$ rivelazione/conversione fotoelettrica
(si assume che l'efficienza del PMT sia pari al 33%)

Il primo passaggio si riferisce al processo di eccitazione elettronica della molecola di solvente S causata dal trasferimento dell'energia cinetica della particella radioattiva P*; successivamente l'energia di eccitazione del solvente si trasforma in eccitazione elettronica del soluto, o fluoro, F* (punto 2), che diseccitandosi emette un fotone, hv (punto 3). La rivelazione del fotone hv da parte del tubo fotomoltiplicatore (punto 4) rappresenta l'anello finale della catena di produzione e trasferimento dell'energia di scintillazione. La stessa catena di eventi è presentata in modo schematico in figura 1.21

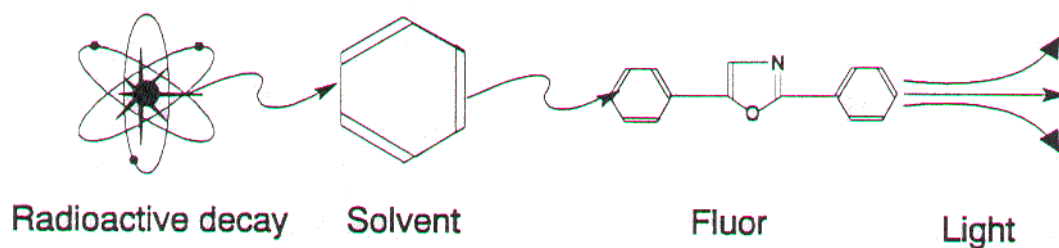


Fig. 1.21- Trasferimento dell'energia nella soluzione scintillante

I processi che hanno luogo in un liquido scintillante a seguito dell'interazione con la radiazione ionizzante contemplan, in realtà, una serie di possibili alternative; tali alternative sono relative non solo alle modalità di interazione primaria della radiazione con lo scintillante, ma anche ai processi cui possono andare incontro i prodotti dell'interazione primaria, ivi compresi i processi di trasferimento di energia. Poiché tali fenomeni hanno un'importanza fondamentale nel determinare la risposta di uno scintillatore ai diversi tipi di radiazione ed in diverse situazioni sperimentali, se ne dà di seguito un rapido cenno.

La radiazione ionizzante interagendo con un materiale scintillante produce ionizzazione ed eccitazione; le specie prodotte a seguito dell'interazione primaria (ioni, molecole eccitate, radicali, etc.) possono andare incontro ad ulteriori processi di interazione il cui risultato è la produzione di altre specie e particelle secondarie.

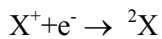
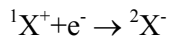
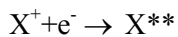
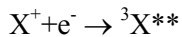
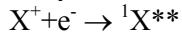
Nel caso specifico di un liquido scintillante, costituito da un solvente S e da un composto scintillante F, l'interazione primaria con la radiazione ionizzante può produrre ioni positivi e negativi sia di solvente che del composto scintillante (S⁺, S⁻, F⁺, F⁻), molecole eccitate (S*, F*) e radicali (S·, F·). Gli stati elettronici eccitati di ciascuna delle specie prodotte possono essere di singoletto, doppietto e tripletto: ad esempio ¹S, ¹F, ³S, ³F.

La concentrazione di particelle eccitate o ionizzate determina, a sua volta, i tipi di processi (fisici o chimici) che intervengono come risultato dell'interazione primaria con la radiazione ionizzante. Infatti le specie prodotte a seguito dell'interazione primaria possono interagire ulteriormente fra di loro ed eventualmente, di nuovo, con la radiazione incidente primaria dando luogo ad una varietà di processi chimici (ad esempio reazioni di ricombinazione di ioni, reazioni di radicali liberi, formazione di eccimeri, etc.) e fisici (tra cui, ad esempio, emissione di raggi X, fluorescenza, fosforescenza, migrazione o trasferimento di energia). La

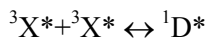
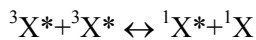
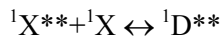
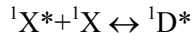
probabilità di accadimento di ciascuno di questi fenomeni secondari dipende (ed in genere aumenta) dalla concentrazione delle specie prodotte dall'interazione con la radiazione ionizzante; il risultato finale desiderato dell'interazione della radiazione ionizzante con un liquido scintillante, vale a dire l'emissione di un fotone luminoso che sia rivelato dal tubo fotomoltiplicatore, dipende in modo drastico dalla competizione con tutti i processi concorrenti più sopra richiamati.

Un elenco non esaustivo delle reazioni secondarie cui possono andare incontro le specie formatesi in un liquido scintillante a seguito dell'interazione primaria con la radiazione ionizzante è il seguente (X = S o F, D = dimero, Q = qualunque agente di spegnimento, P = particella ionizzante):

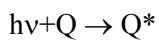
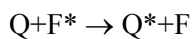
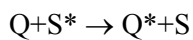
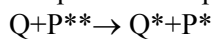
– processi di ricombinazione di carica:



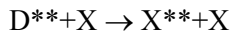
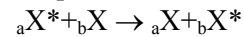
– formazione di eccimeri:



– processi di spegnimento:



– processi di scambio dell'energia:



La resa di scintillazione e la risposta degli scintillatori in funzione della densità di ionizzazione della radiazione incidente

Il numero di fotoni luminosi prodotti nel liquido scintillante per unità di energia depositata dalla radiazione incidente (*resa di scintillazione*) dipende sia dal tipo di radiazione incidente che dalla sua energia. In particolare, la resa di scintillazione di particelle alfa e beta differisce in modo significativo.

La figura 1.22 mette a confronto la relazione tra l'altezza dell'impulso e l'energia della particella incidente in un dato liquido scintillante rispettivamente per particelle alfa e beta. Come si può osservare nel grafico, la relazione tra l'altezza dell'impulso e l'energia è lineare su tutto l'intervallo per le particelle beta, mentre per le particelle alfa la linearità è limitata all'intervallo di energie compreso tra 4 e 6 MeV; inoltre appare evidente che la resa di scintillazione delle particelle alfa è molto inferiore di quella delle particelle beta.

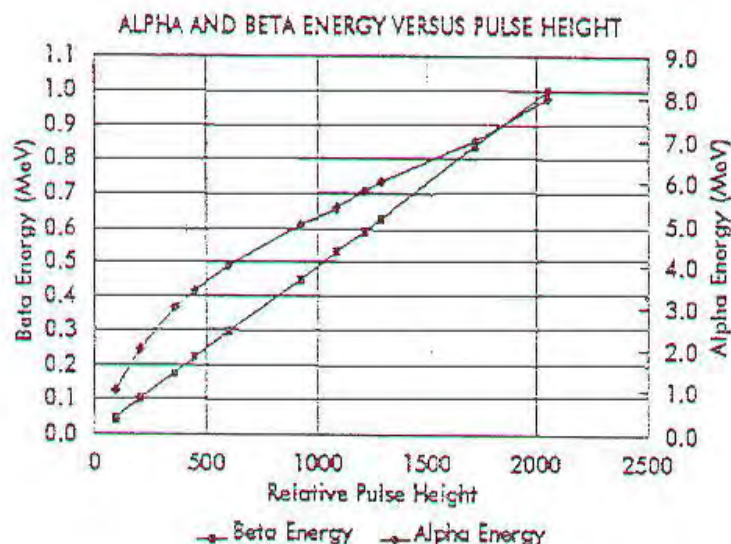


Figura 1.22 – Altezza dell'impulso prodotto da particelle alfa e beta in funzione dell'energia della particella incidente

La resa di scintillazione dipende dalla ionizzazione specifica prodotta dalla radiazione incidente. La ionizzazione specifica di una particella alfa è maggiore di quella di una particella beta; ne segue che la concentrazione delle specie prodotte dall'interazione di una particella beta con un liquido scintillante è inferiore rispetto a quella prodotta dall'interazione con una particella alfa; di conseguenza, la possibilità che i prodotti dell'interazione interagiscano ulteriormente tra di loro dissipando l'energia secondo modalità non radiative è minore per una particella beta rispetto ad una particella alfa.

Per questo motivo una particella alfa che interagisce con un liquido scintillante produce mediamente lo stesso numero di fotoni per unità di energia di una particella beta la cui energia sia 10 volte più bassa. Questo fatto è evidente nel grafico in figura 1.23, nel quale sono visibili lo spettro beta del $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ (energia massima di emissione: 546 keV - 2283 keV) e lo spettro alfa di ^{241}Am (energia di emissione 5,486 MeV), praticamente sovrapposti nonostante la differenza in energia dei due tipi di particelle.

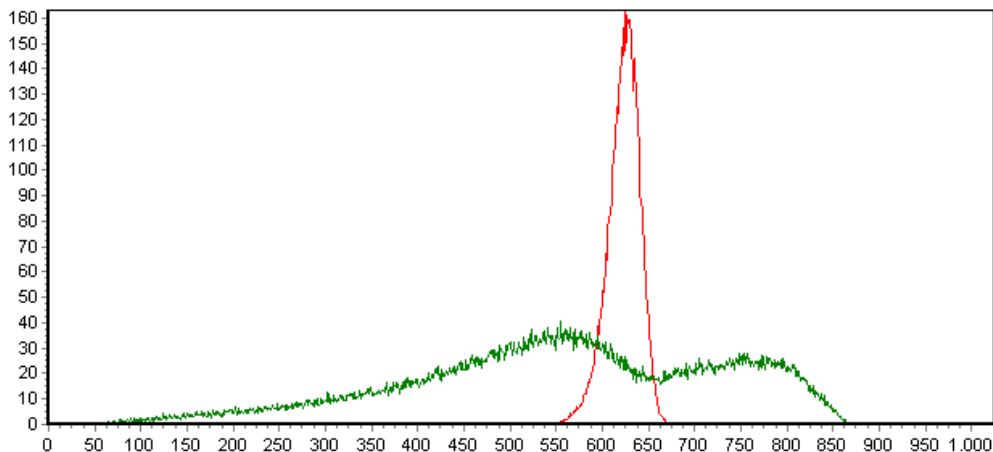


Figura 1.23 - Spettro di un campione di ^{241}Am (rosso) e di un campione di $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ (verde)- in ascissa sono riportati i canali

Il conteggio in scintillazione e la discriminazione della forma degli impulsi

Se si segue nel tempo l'impulso di luce generato dalla radiazione in un materiale scintillante è possibile osservare l'esistenza di due componenti, ciascuna delle quali può essere descritta da una funzione esponenziale:

$$I(t) = I_1 \exp\left(-\frac{t}{\tau_1}\right) + I_2 \exp\left(-\frac{t}{\tau_2}\right)$$

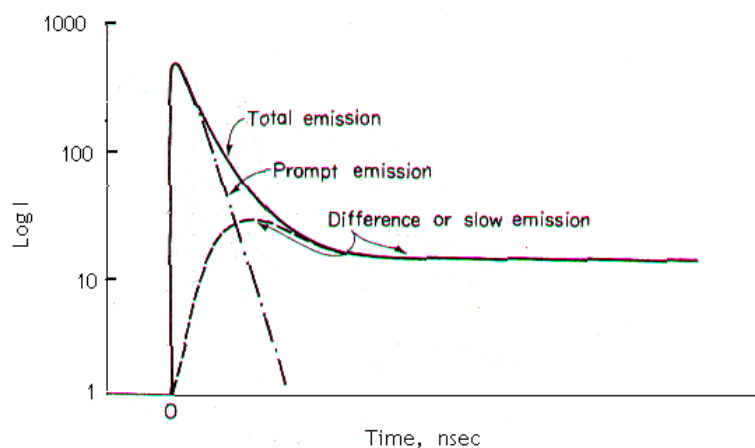


Figura 1.24– Tempi di decadimento della componente veloce e della componente lenta del segnale generato da uno scintillatore organico

I tempi di decadimento delle due componenti sono significativamente diversi e dipendono dalla composizione del complesso scintillante: mediamente, si osserva che la componente veloce ha un tempo di decadimento compreso nell'intervallo 1-10 nanosecondi, mentre quella lenta ha un tempo di decadimento compreso nell'intervallo di 200-350 ns (Figura 1.24) La tabella 1.19 riporta, a titolo di esempio, i tempi di decadimento di alcuni composti scintillanti.

Tabella 1.19 – Tempi di decadimento

| Sostanza | τ_{fast} | τ_{slow} |
|--------------------|----------------------|----------------------|
| Stilbene | 6,2 ns | 370 ns |
| Antracene | 33 ns | 370 ns |
| p-quaterphenyl | 4,5 ns | 350 ns |
| p-terphenyl (4g/l) | | |
| +POPOP (0,4g/l) | | |
| +Toluene | 2,8 ns | 200 ns |

La maggior parte della luce prodotta è contenuta nella componente veloce. Nel 1956 G.T. Wright ha però scoperto che la distribuzione della luce tra le due componenti dipende dalla natura della particella incidente. Più esattamente, maggiore è la densità di ionizzazione della particella incidente, maggiore è l'intensità della componente lenta.

La figura 1.25 evidenzia la differenze delle due componenti per diversi tipi di particelle nel caso dello stilbene.

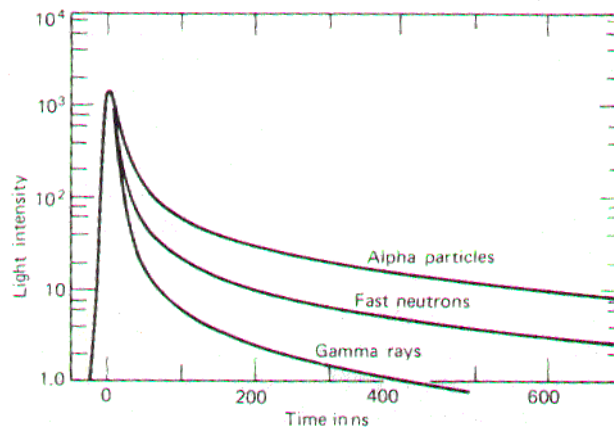
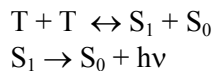


Figura 1.25 - Dipendenza temporale dell'intensità di scintillazione nello stilbene dopo l'interazione con i diversi tipi radiazione

Alla luce di quanto noto sui meccanismi di eccitazione causati dall'interazione della radiazione ionizzante, risulta che la componente veloce dei segnali luminosi prodotti in un materiale scintillante è il risultato dei processi di fluorescenza pronta; la componente lenta è il risultato dei fenomeni di fluorescenza ritardata. Conseguentemente, l'entità delle due componenti (ed in particolare della componente di fluorescenza ritardata) dipende dalla concentrazione di stati di tripletto lungo la traccia della particella incidente, in quanto la reazione che interviene nei fenomeni di fluorescenza ritardata è la seguente:



e la probabilità che la reazione di cui al punto 1 avvenga è funzione del quadrato della concentrazione delle molecole nello stato di tripletto.

Ne segue che l'intensità della componente lenta è maggiore per le particelle ad alta densità di ionizzazione specifica, come le particelle alfa, che producono lungo la traccia del loro passaggio una concentrazione più elevata di molecole nello stato eccitato di tripletto.

L'analisi della forma degli impulsi evidenzia inoltre che i tempi di decadimento delle componenti lenta e veloce prodotte in uno stesso scintillante da particelle diverse non cambiano; cambia, invece, il rapporto delle intensità delle due componenti. Questo fatto è evidente se si considerano gli impulsi prodotti separatamente da una particella alfa e da una particella beta e si calcola, per ciascuno di essi, il rapporto dell'area dell'impulso al tempo t_2 (corrispondente al completo decadimento della componente lenta) rispetto all'area dello stesso impulso al tempo t_1 (corrispondente al decadimento della componente veloce). La figura 1.26 riporta in grafico il numero di eventi osservati in funzione del valore di R; il primo picco corrisponde agli eventi beta ed il secondo a quelli alfa. I due picchi sono ben separati, anche se non completamente risolti.

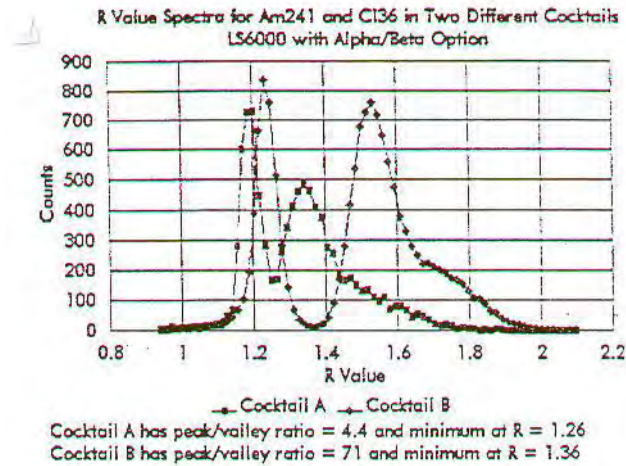


Figura 1.26 - Eventi osservati in funzione del valore di R prodotti da un campione di ^{241}Am e uno di ^{36}Cl

La componente lenta degli impulsi di fluorescenza va incontro a fenomeni di spegnimento con maggiore probabilità di quanto avvenga per la componente pronta, in quanto la sua vita media è più lunga e di conseguenza la probabilità di interagire con agenti interferenti è maggiore. Questo effetto è ben visibile nella figura 1.27, nella quale sono confrontate la forma dell'impulso prodotto da una particella alfa in assenza ed in presenza di agenti di spegnimento (ad esempio l'ossigeno).

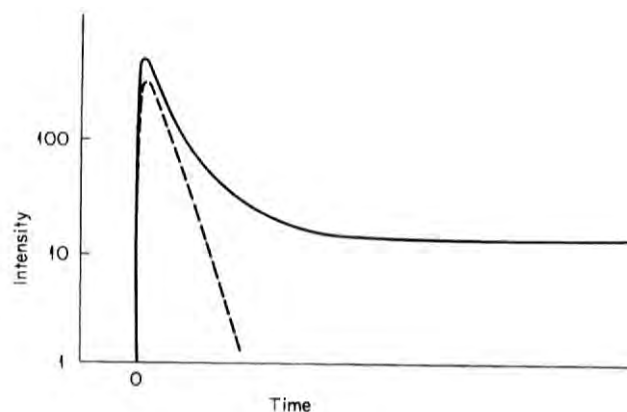


Figura 1.27 – Effetto dell' O_2 (linea tratteggiata) sulla componente lenta degli impulsi di fluorescenza

La possibilità di separare eventi alfa e beta può essere migliorata aumentando la componente lenta del segnale attraverso l'introduzione nello scintillante di composti più 'predisposti' alla formazione di tripletti (ad esempio il naftalene), in relazione alle caratteristiche specifiche della loro configurazione elettronica.

L'analisi degli impulsi di fluorescenza per l'identificazione della particella incidente (alfa o beta) può essere effettuata utilizzando tre tipi fondamentali di circuiti elettronici di elaborazione dei segnali, che sfruttano:

- la misura della parte di impulso relativa alla componente lenta rispetto a quella veloce
- la misura del tempo necessario affinché il segnale raggiunga una certa frazione della sua intensità totale
- la misura dell'istante relativo al punto di zero-crossing attraverso l'utilizzo di un circuito differenziatore

Per quanto riguarda la prima tecnica di analisi, che è quella utilizzata ad esempio dal Quantulus, il sistema di identificazione prevede che si utilizzi una soglia temporale settata oltre il tempo di decadimento della componente veloce, ma prima del completo decadimento della componente lenta; tipicamente, questa soglia temporale è impostata circa a 90 ns dall'origine del segnale. Alla separazione delle due componenti fa seguito l'amplificazione ed il confronto dei segnali ottenuti.

Il punto critico di questa tecnica consiste nella determinazione della soglia temporale, il cui valore dipende dall'energia delle particelle da discriminare, dalle caratteristiche chimiche del campione e soprattutto dal suo grado di spegnimento. La figura 1.28 mostra un esempio di distribuzione degli impulsi in funzione della forma e della loro lunghezza, ed evidenzia le interferenze conseguenti ad una definizione non ottimale della soglia temporale di discriminazione.

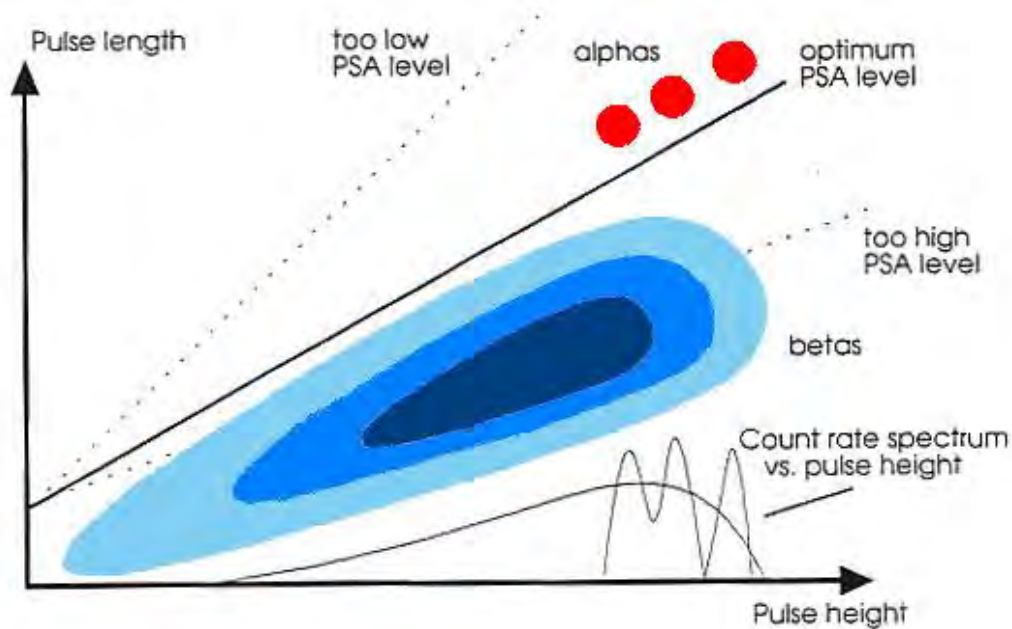


Figura 1.28 – Distribuzione della lunghezza degli impulsi in funzione della loro altezza relativa allo spettro di un campione contenente particelle alfa e beta

I fenomeni di spegnimento (quenching)

Con il termine *quenching*, o spegnimento, si intendono tutti i processi di diseccitazione delle molecole eccitate che non comportano l'emissione di luce, o più in generale di radiazione, e nel corso dei quali l'eccitazione si degrada principalmente sotto forma di calore. Si intende per agente quenchant qualunque composto che, interagendo con le molecole eccitate direttamente o indirettamente dalla radiazione, rimuove la loro energia di eccitazione contribuendo a dissiparla per via non radiativa. Alcuni esempi di reazioni di spegnimento sono già stati riportati (in paragrafo 3).

Facendo nuovamente riferimento allo schema dei processi di trasferimento dell'energia in un liquido scintillante riportato sopra e che si richiama di seguito, è possibile individuare tre tipi principali di spegnimento:

1. $P^* + S \rightarrow P + S^*$: Quench di assorbimento
2. $S^* + F \rightarrow S + F^*$: Quench chimico
3. $F^* \rightarrow F + h\nu$
4. $3 h\nu + \text{PMT} \rightarrow e$: Quench ottico (o di colore)

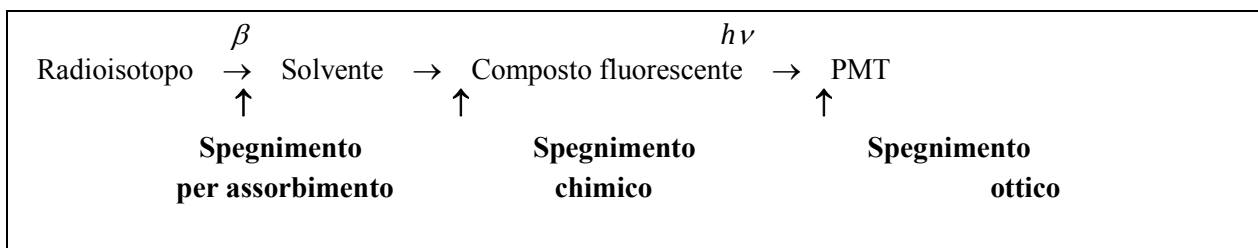
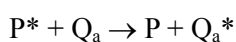


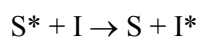
Figura 1.29 - Schema di trasferimento dell'energia e relative interferenze

- Quench di assorbimento: si riferisce ad interferenze nello stadio 1 (Figura 1.29): un filtro di carta o materiali solidi, per esempio il campione stesso, interposti tra la particella radioattiva ed il solvente assorbono l'energia emessa dalla particella ed impediscono l'eccitazione delle molecole di solvente S e/o della molecola fluorescente F:



dove Q_a identifica l'agente quenchant per assorbimento.
Non viene prodotto, quindi, S^* , né F^* , né $h\nu$

- Quench chimico: si riferisce ad interferenze nello stadio 2: S^* eccita una molecola di un interferente (o impurità) I anziché il fluoro F:



Il quench chimico interviene nel processo di conversione dell'energia dal solvente alla molecola fluorescente, ed è causato dagli elementi elettronegativi presenti all'interno del campione, compreso l'ossigeno O_2 , che hanno una forte tendenza a catturare elettroni interferendo così con le molecole eccitate di solvente.

Il suo effetto sullo spettro misurato da uno scintillatore è quello di produrre una compressione dello spettro verso le basse energie, diminuendo l'energia massima (E_{max}) apparente (Figura 1.30):

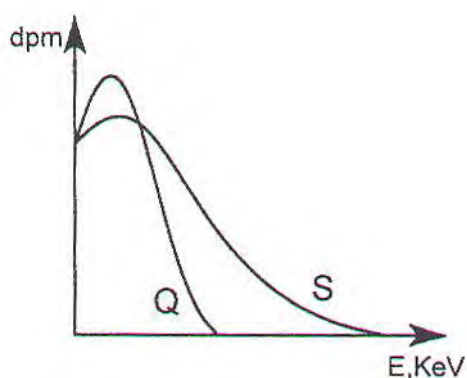
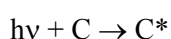


Figura 1.30 – Effetto del quenching chimico

- Quench ottico (o di colore): si riferisce ad interferenze nello stadio 4: il fotone $h\nu$ emesso dal fluoro F^* può essere assorbito da un composto colorato, C, prima di raggiungere il tubo fotomoltiplicatore:



La diseccitazione di C* può avvenire senza emissione di radiazione, oppure con emissione di radiazione ad una frequenza inadeguata ai fini della rivelazione dal parte del tubo fotomoltiplicatore. In entrambi i casi, dal punto di vista del sistema di rivelazione il fotone $h\nu$ è perso.

Il quench ottico è dovuto ad alterazioni delle proprietà ottiche della soluzione da parte del campione, causate ad esempio dalla presenza di particelle in sospensione; il suo effetto netto sullo spettro misurato da uno scintillatore è quello di diminuire, in modo pressochè uniforme, l'altezza dello spettro senza però modificarne la forma (Figura 1.31).

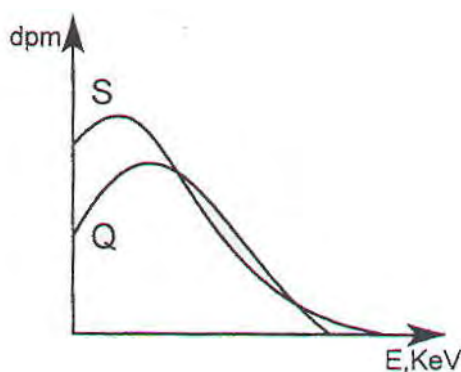


Figura 1.31 – Effetto del quenching ottico

Il fenomeno del quenching (di assorbimento, chimico e ottico) è presente in tutti i campioni e varia in funzione delle caratteristiche del campione stesso, anche se non sempre in modo prevedibile e controllabile; interferendo nei processi di conversione e trasferimento dell'energia influenza non solo la forma dello spettro ma anche la sua intensità, provocando variazioni significative dell'efficienza di rivelazione che è il parametro fondamentale delle determinazioni radiometriche quantitative.

E' quindi necessario che la presenza e l'intensità dei fenomeni di quenching sia monitorata in tutti i campioni analizzati, soprattutto allo scopo di disporre di un indice attraverso il quale ricavare il valore corretto dell'efficienza di rivelazione. Tra le diverse tecniche messe a punto a tale scopo, si richiamano di seguito le tre principali:

Sorgente interna (Internal standard)

Questa tecnica è probabilmente la più vecchia e consiste nella misura preliminare del campione incognito, nella successiva aggiunta al campione stesso di una quantità nota dello stesso radionuclide presente nel campione, nella ripetizione della misura e nel calcolo dell'efficienza di rivelazione secondo la seguente espressione:

$$\text{Efficienza} = \frac{\text{cpm}(\text{standard} + \text{campione}) - \text{cpm}(\text{campione})}{\text{dpm}(\text{standard})}$$

ove

cpm = conteggi per minuto

dpm = decadimenti per minuto

Questa tecnica offre il vantaggio della rapidità e dell'accuratezza di risposta, in cui l'efficienza di rivelazione viene determinata ogni volta sul campione effettivamente sottoposto ad analisi; tuttavia, il campione originario una volta tracciato non può più essere recuperato, e può succedere che l'aggiunta del tracciante modifichi di fatto il grado di spegnimento del campione stesso.

SCR (Sample Channel Ratio)

Questo metodo si basa sulla misura del rapporto tra il numero dei conteggi misurati in due canali diversi, ma fissati, in una serie di campioni tracciati e con diversi gradi di spegnimento e nella costruzione di una curva SCR-efficienza di rivelazione; dalla analisi del campione incognito e dalla misura del suo valore del parametro SCR, si ricava per confronto con la curva SCR-efficienza il valore dell'efficienza di rivelazione. Il metodo non richiede l'introduzione di standard marcati nel campione, che quindi può essere se necessario rimisurato. Il metodo tuttavia non dà risultati utili se lo spegnimento è troppo elevato, e richiede la costruzione a priori di una curva di standard a diverso spegnimento per ciascuno dei radionuclidi oggetto di analisi (Figura 1.32).

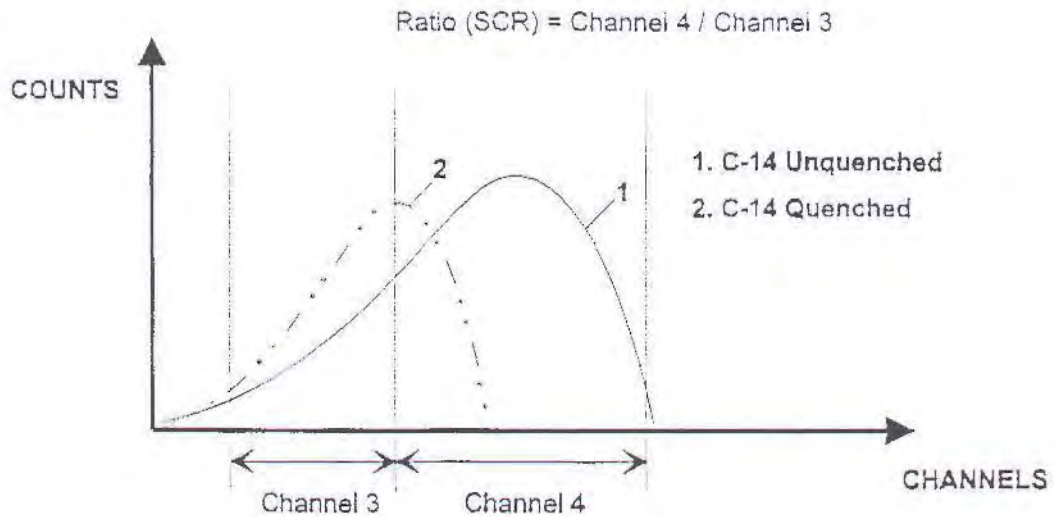


Figura 1.32 – Sample channel Ratio (SCR)

Sorgente gamma esterna (External Standard)

Il metodo più usato per il monitoraggio del quenching utilizza una sorgente standard gamma esterna al campione, che viene utilizzata per irraggiare il campione prima della misura. Lo spettro di elettroni Compton prodotto dall'interazione delle emissioni gamma della sorgente con il campione ha una forma caratteristica e dipendente dal grado di spegnimento del campione; anche in questo caso il grado di spegnimento del campione può essere quantificato introducendo un indice opportuno di 'distorsione' della forma dello spettro Compton - esempio: rapporto tra i conteggi relativi a due intervalli distinti (ESR); misura del canale oltre il quale si misura l'1 % dei conteggi totali o SQP(E), vedi Figure 1.33 e 1.34.

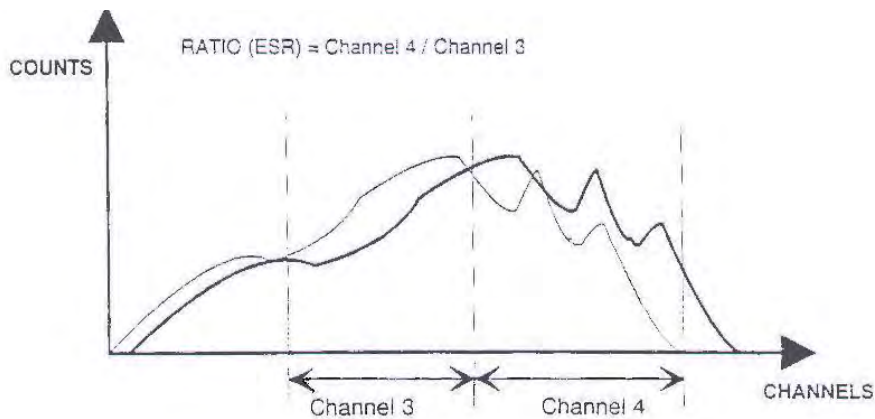


Figura 1.33 – External standard channel ratio (ESR)

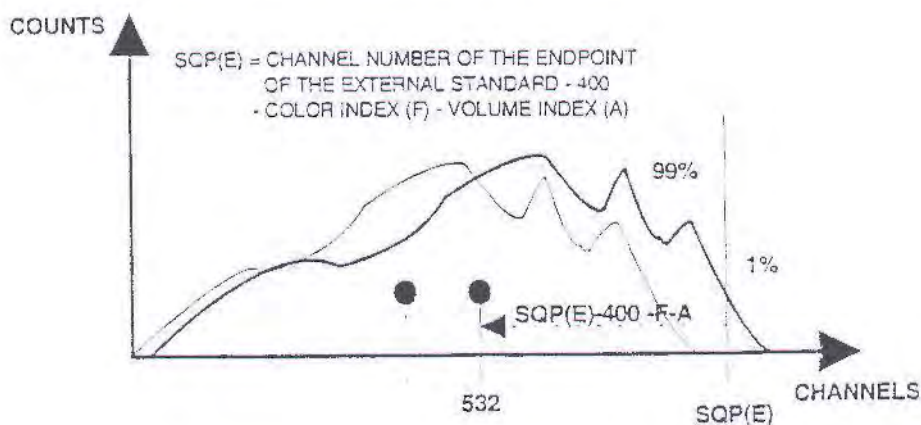


Figura 1.34 – Spectrum quench parameter of external standard (SQP(E))

Così come il metodo SCR, anche il metodo della sorgente esterna richiede la preparazione di una serie di campioni a spegnimento variabile e, analogamente al metodo SCR, la costruzione di una curva di riferimento efficienza - ESR (o SQP(E)). Inoltre la determinazione del parametro di forma dello spettro dipende dal volume del campione, che influenza l'interazione con la sorgente esterna. Ciò nonostante, questo metodo è ad oggi uno dei più utilizzati negli strumenti per scintillazione liquida per monitorare il grado di spegnimento dei campioni.

I cocktail per scintillazione liquida

I costituenti fondamentali di uno scintillatore organico liquido sono:

- il solvente S che ha la duplice funzione di solubilizzare sia il campione che gli altri componenti del cocktail di scintillazione e di interagire con la radiazione incidente producendo stati eccitati
- il soluto F costituito da molecole in grado di intrappolare l'energia degli stati eccitati del solvente e produrre per fluorescenza fotoni luminosi
- l'emulsionante utile ad aumentare la miscibilità tra campione e soluto quando questa non è sufficiente (ad esempio nel caso di campioni acquosi e solventi idrocarburici aromatici)

Il solvente

Il solvente deve essere in grado di costituire una fase omogenea con il campione per avere la massima probabilità di interazione con la radiazione incidente. Una volta colpito da questa un suo elettrone passa temporaneamente ad un livello eccitato occupando orbitali di antilegame. L'energia richiesta per la transizione è minore per gli elettroni degli orbitali π e di non legame. Nei sistemi aromatici si ha una distanza particolarmente piccola tra i livelli energetici degli orbitali di legame e quelli di antilegame, il che consente, inoltre, una vita maggiore allo stato eccitato. Le molecole di solvente "scambiano" tra di loro l'energia dello stato eccitato finché questa non viene trasmessa in modo irreversibile ad una molecola di soluto.

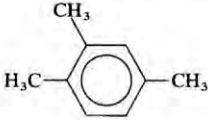

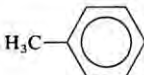

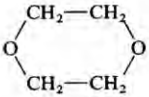

I solventi possono essere distinti in tre categorie caratterizzate dal grado di efficienza di scintillazione:

- *solventi efficaci*, di cui fanno parte la maggior parte dei composti aromatici
- *solventi moderati*, di cui fanno parte molti idrocarburi; sono caratterizzati da un'efficienza di scintillazione del 15-50% rispetto a quella dei solventi aromatici
- *solventi poveri*, che sono per lo più composti come alcoli, esteri, chetoni, etc. e sono caratterizzati da un'efficienza di scintillazione <1% di quella dei solventi effettivi.

Oltre all'efficienza, vi sono altre caratteristiche desiderabili in un solvente, legate sia alla sicurezza nell'impiego che alle prestazioni:

- bassa foto e chemiluminescenza
- buona resistenza al quench chimico e ottico
- buona capacità di solubilizzazione degli altri componenti del cocktail
- alto punto di infiammabilità
- bassa pressione di vapore
- bassa tossicità
- bassa permeazione attraverso i materiali plastici
- biodegradabilità

Nei primi anni di sviluppo della scintillazione liquida sono stati testati ed utilizzati molti tipi di solventi. Un certo favore ha incontrato inizialmente il diossano che però ha lo svantaggio di decomporsi velocemente formando composti come i perossidi che favoriscono in modo significativo lo spegnimento del campione. Gli idrocarburi aromatici di tipo benzenico (benzene, toluene, p-xilene) sono stati tra i primi e più efficaci solventi. Dagli anni '70 questi solventi sono stati sostituiti da altri appartenenti alla stessa classe chimica (pseudocumene, polialchilbenzeni) che univano ad analoghe prestazioni una minor infiammabilità e tossicità e una miglior biodegradabilità. Alla fine degli anni '80, infine, è stato introdotto il diisopropilnaftalene, oggi ampiamente utilizzato, che ad una buona efficienza unisce caratteristiche di maggior sicurezza, bassa permeazione nel polietilene ed elevate prestazioni nella discriminazione degli impulsi alfa e beta. La figura 1.35 presenta la diversità di efficienza di scintillazione di alcuni solventi.

| Solvent | Structure | Relative scintillation yield ^a |
|------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------|
| 1,2,4-Trimethylbenzene |  | 112 |
| p-Xylene |  | 110 |
| Toluene |  | 100 |
| Benzene |  | 85 |
| Dioxane |  | 65 |
| Cyclohexane |  | 20 |

^a Measured by relative (toluene = 100) pulse height of the Compton edge for the 662-keV γ rays of ^{137m}Ba.

Figura 1.35 – Efficienza di scintillazione di alcuni tra i più comuni solventi

Nella tabella seguente sono riportate le caratteristiche di alcuni solventi:

Tabella 1.20 – Caratteristiche chimico-fisiche dei liquidi scintillanti (da *Liquid Scintillation Counting and Organic Scintillators* - Ross, Noakes, Spaulding; 1991)

| Solvente | Punto di ebollizione °C | Flash-Point °C | TLV* ppm | Pressione di vapore 25°C mmHg | Resa di scintillazione |
|-------------------------|-------------------------|----------------|----------|-------------------------------|------------------------|
| Diossano | 101 | 11 | 50 | 40 | - |
| Toluene | 110 | 4 | 100 | 28 | 100 |
| Xylene | 137-139 | 25 | 100 | 8 | 110 |
| Cumene | 152 | 31 | 50 | 5 | 100 |
| Pseudo-cumene | 168 | 50 | 25 | 2 | 112 |
| Tri-methyl-benzene | 166-178 | 50 | 100 | 2 | 100 |
| Diisopropyl naphthalene | 290-299 | 132-140 | - | 1,1 | 112 |

*TLV = valore limite di soglia (threshold limit value)

Si nota che i solventi hanno efficienza di scintillazione piccola, inoltre in presenza di impurezze i valori di efficienza quantica diminuiscono ulteriormente; l'aggiunta dei soluti ha, per l'appunto lo scopo di migliorare la risposta complessiva dei liquidi scintillanti.

L'aggiunta del soluto al solvente risolve, in particolare, i seguenti problemi legati alle caratteristiche proprie del solvente stesso:

- i solventi hanno una resa quantica povera
- la distribuzione delle lunghezze d'onda della fluorescenza prodotta da un solvente è compresa in un intervallo (200-300nm) in cui i fototubi non sono particolarmente sensibili
- il fenomeno dell'autoassorbimento della fluorescenza prodotta da un solvente è molto accentuato, infatti c'è una abbondante sovrapposizione tra gli spettri di emissione e assorbimento
- i tempi di decadimento della fluorescenza dei solventi risultano essere così lunghi da dar luogo ad un abbondante spegnimento dovuto a fenomeni di diseccitazione non radiativa.

I soluti

Le molecole di soluto catturano l'energia di eccitazione delle molecole di solvente e la riemettono sotto forma di fotoni luminosi con efficienza di scintillazione molto maggiore. I soluti (o fluo) sono molecole organiche eteroaromatiche abbastanza complesse, dotate di un orbitale π delocalizzato molto esteso.

Le molecole di soluto assorbendo l'energia delle molecole di solvente eccitate si portano a loro volta in uno stato eccitato; poiché l'energia di eccitazione del soluto è minore di quella del solvente, essa non può essere nuovamente assorbita dalle molecole di solvente rimanendo così intrappolata nel soluto. Le molecole di soluto si diseccitano riportandosi nello stato fondamentale per mezzo di emissione di fotoni luminosi (fluorescenza), oppure attraverso processi non radiativi. La frazione di molecole eccitate che emettono fotoni rappresenta la *resa di fluorescenza* Φ :

$$\Phi = n^\circ \text{ fotoni} / n^\circ \text{ molecole eccitate}$$

L'efficienza di trasferimento di energia dal solvente al soluto dipende dalla concentrazione del soluto; per la maggior parte dei soluti normalmente utilizzati nelle tecniche di scintillazione liquida il valore massimo dell'efficienza di trasferimento (circa il 100 %) si raggiunge per valori di concentrazione pari circa a 7-10 g/l.

Nella scelta del valore della concentrazione ottimale di soluto nel solvente occorre comunque tenere conto di tre fattori:

- la *solubilità* del soluto nel solvente
- il processo di *auto-spegnimento* del soluto, che interviene quando una molecola eccitata di soluto interagisce direttamente con una molecola di soluto allo stato fondamentale dando luogo a processi che non producono fotoni luminosi o non sufficientemente energetici
- il processo di *auto-assorbimento* dei fotoni emessi, dovuto alla sovrapposizione degli spettri di emissione ed assorbimento del soluto, che è tanto maggiore quanto maggiore è la concentrazione.

Per risolvere, in particolare, quest'ultimo problema e quello dovuto alla solubilità è a volte necessario aggiungere alla soluzione scintillante un ulteriore soluto, definito *soluto secondario*, che ha lo scopo di migliorare la solubilità della soluzione ed agisce anche come convertitore di lunghezza d'onda, assorbendo le lunghezze d'onda emesse dal soluto primario e riemettendole in una regione dello spettro in cui l'auto-assorbimento risulta minore; il soluto secondario spesso ha anche lo scopo di garantire un migliore accoppiamento ottico con il tubo fotomoltiplicatore.

L'aggiunta di anche piccole quantità di soluti secondari (spesso in concentrazione pari solo all'1% della concentrazione del soluto primario) porta ad un notevole aumento dell'efficienza di scintillazione.

In tabella 1.21 sono riportati alcuni soluti primari e secondari tra i più comunemente utilizzati in scintillazione liquida.

Tabella 1.21 – Soluti primari e secondari (esempi)

| | Nome chimico | Tipo | Picco fluorescenza (nm) |
|---------|--------------------------------------|------------|-------------------------|
| PPO | 2,5-dipheniloxazole | primario | 375 |
| POPOP | 1,4-bis(5-phenyloxazol-2-yl)-benzene | secondario | 415 |
| Bis MSB | 1,4-bis(2-methylstyryl)-benzene | secondario | 425 |
| PBBO | 2-(4-biphenyl)-6-phenyl-benzoxazole | | |

L'emulsionante

I solventi che offrono le migliori prestazioni sono idrocarburi aromatici e quindi non miscibili all'acqua. Un cocktail basato su di essi può essere impiegato quindi o per la misura di materiali liposolubili o nei casi in cui l'immiscibilità è necessaria alla metodica stessa (ad esempio se si effettua un'estrazione selettiva di radon, uranio o altro). Se al contrario devono essere misurati campioni acquosi è necessario aggiungere al cocktail sostanze emulsionanti dette anche surfattanti. Queste molecole presentano una parte polare ed una apolare e sono in grado di rendere miscibili, entro certe proporzioni, la fase organica e quella acquosa. Vengono impiegati in scintillazione liquida surfattanti non ionici come gli alchil-fenil-etossilati o anionici (succinati, carbossilati, solfati, fosfati).

I cocktail gelificanti, che cioè producono con l'acqua una fase semisolida, impiegano solo surfattanti non ionici mentre per ottenere una miscela liquida vengono utilizzate combinazioni di surfattanti anionici e non ionici. I cocktail commercialmente disponibili contengono quantità variabili di questi composti e quindi hanno diverse caratteristiche di capacità massima rispetto alle soluzioni acquose. Questa capacità varia anche in dipendenza di numerosi fattori come la temperatura, l'acidità e la composizione della soluzione. Normalmente sono disponibili tabelle redatte dai produttori per la scelta delle condizioni operative.

Il rivelatore

I rivelatori a scintillazione liquida sono dispositivi sviluppati al fine di rivelare, registrare ed analizzare i fenomeni luminosi prodotti dalla radiazione ionizzante in un liquido scintillante, e sono costituiti principalmente da una camera di misura a tenuta di luce nella quale viene collocato il campione e da almeno un rivelatore di luce (tubo fotomoltiplicatore) in grado di misurare gli eventi di scintillazione.

Il conteggio in scintillazione liquida viene comunemente utilizzato per misurare radiazione alfa e beta: il campione viene posto in una fiala a cui viene aggiunto il liquido scintillante, che trasforma la radiazione del campione in impulsi di luce rivelabili da un tubo fotomoltiplicatore. E' inoltre possibile discriminare la radiazione alfa e beta attraverso tecniche di analisi della forma del segnale prodotto. L'implementazione di

questa tecnica richiede tuttavia una particolare cura nella preparazione del campione, le cui caratteristiche condizionano pesantemente l'esito del processo di discriminazione.

Per quanto riguarda la preparazione del campione, un primo problema nell'implementazione pratica della tecnica consiste nel fatto che la maggior parte dei liquidi scintillanti utilizza come solvente il toluene o altri solventi organici (idrofobi), mentre spesso è più adeguato preparare i campioni in soluzione acquosa.

Se i campioni da analizzare sono solidi e insolubili possono essere, ad esempio, posti in misura sotto forma di sospensione di particelle fini e, nei casi in cui esistesse il problema della deposizione rapida, è possibile utilizzare metodi che comportano la conversione della soluzione in un gel subito dopo la preparazione della sospensione stessa.

Un problema ulteriore consiste nel fatto che l'introduzione del campione tende a ridurre la resa di scintillazione rispetto a quella del liquido scintillante puro: questi fenomeni di quenching limitano spesso la quantità effettiva di campione che può essere sottoposto ad analisi.

Un altro problema è dato dal fatto che, specialmente nella misura di campioni poco attivi e di radionuclidi a bassa energia, è difficile identificare ed eliminare il contributo del fondo, sia esso dovuto alla radioattività ambientale o a rumore elettronico, che può interferire pesantemente con la sensibilità, l'accuratezza e la ripetibilità della misura.

Il fondo ambientale può essere eliminato, o almeno ridotto, utilizzando schermi passivi (realizzati in piombo ed altri materiali idonei) e schermi attivi, costituiti da rivelatori di guardia posti in anticoincidenza con i segnali prodotti dai campioni sottoposti ad analisi.

I fotoelettroni generati per effetto termico dal fotocatodo dei tubi fotomoltiplicatori, i fenomeni di fosforescenza a vita lunga nello scintillante, i fenomeni di foto e chemiluminescenza in teoria sono tutte sorgenti di rumore a cui corrisponde la produzione di un solo fotoelettrone per impulso, cosicché possono normalmente essere eliminate fissando un livello di discriminazione nella catena del segnale tale da eliminare gli impulsi di ampiezza corrispondente ad un solo fotoelettrone. Tuttavia, poiché anche il segnale reale prodotto dal campione corrisponde spesso a soli pochi fotoelettroni, c'è il rischio che questo processo di discriminazione elimini anche parte del segnale utile.

Un metodo alternativo per la discriminazione del rumore si basa sull'utilizzo contemporaneo di due tubi fotomoltiplicatori che operano simultaneamente accettando solo i segnali che sono rivelati contemporaneamente da entrambi; questa tecnica consente, ad esempio, di eliminare la maggior parte del rumore elettronico senza tuttavia condizionare pesantemente l'efficienza di rivelazione.

Negli strumenti che utilizzano due fotomoltiplicatori per l'analisi dei segnali prodotti dal campione è possibile ridurre ulteriormente il fondo utilizzando circuiti per il confronto dell'ampiezza degli impulsi generati sui due fototubi (comunemente denominati PAC - Pulse Amplitude Comparator); questa tecnica è particolarmente efficace per la riduzione dei cosiddetti fenomeni di cross-talk.

Poiché il fondo strumentale condiziona pesantemente le prestazioni degli strumenti per scintillazione liquida, si riporta di seguito una descrizione più dettagliata delle componenti che vi concorrono e dei principali metodi per eliminarle o quanto meno ridurle.

Il fondo strumentale

Le componenti principali che contribuiscono allo spettro di fondo in uno scintillatore liquido sono quattro:

- la radioattività ambientale artificiale e naturale, quest'ultima sia di origine primordiale che cosmogenica
- la chemiluminescenza
- la fotoluminescenza
- il rumore elettronico.

Questi fenomeni possono avere origine nel campione o nel sistema di rivelazione nel suo complesso; la tabella 1.22 identifica, sommariamente, i contributi al fondo dei diversi elementi che intervengono nelle misure in scintillazione liquida.

Tabella 1.22 – Principali contributi al fondo strumentale

| ELEMENTO | CONTRIBUTI |
|--------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Liquido scintillante: | <ul style="list-style-type: none"> - Radioattività naturale dei materiali che costituiscono il liquido scintillante - Chemiluminescenza e fosforescenza di alcuni solventi causata dalla presenza dei soluti |
| Campione: | <ul style="list-style-type: none"> - Componente di radioattività “indesiderata” nel campione - Chemiluminescenza e fosforescenza prodotte dal campione o da impurità in esso presenti |
| Fiala: | <ul style="list-style-type: none"> - Radioattività naturale nelle pareti o nel tappo della fiala - Fondo indotto da interazione con i raggi cosmici (elettroni secondari e Cerenkov e fotoni) - Chemiluminescenza e fosforescenza prodotte nella fiala dalla luce solare o da impurità - Carica elettrostatica prodotta durante il movimento della fiala nello scambiatore dei campioni |
| Tubi fotomoltiplicatori: | <ul style="list-style-type: none"> - Radioattività naturale nei tubi fotomoltiplicatori - Interazione con i raggi cosmici con produzione di radiazioni Cerenkov, elettroni secondari, fotoni - Emissione di elettroni termoionici e secondari dal fotocatodo dai dinodi - Crosstalk causato da scariche elettriche e/o impulsi ritardati e radiazione Cerenkov |

Radioattività naturale

Il contributo della radioattività naturale al fondo di un rivelatore a scintillazione è dovuto:

- alla radioattività ambientale, sia primordiale che di origine cosmica, che può interagire con il sistema di rivelazione,
- alla radioattività presente nei diversi elementi che costituiscono la catena di misura, ed in particolare:
 - al liquido scintillante, nel quale possono essere presenti ^3H , ^{14}C , e ^{40}K
 - al campione, che può contenere radionuclidi “indesiderati” ai fini dell’analisi
 - alla fiala, che può contenere (soprattutto se è di vetro) ^{232}Th e ^{238}U ed i loro prodotti di decadimento e ^{40}K
 - alla camera di conteggio ed ai fotomoltiplicatori, che possono contenere ^{232}Th e ^{238}U ed i loro prodotti di decadimento ed il ^{40}K .

Il contributo della radioattività primordiale è legato alle caratteristiche proprie del luogo nel quale è posizionato lo strumento di misura. Rivelatori collocati in zone ad alto fondo gamma ambientale, causato dalle corrispondenti caratteristiche litologiche e geomorfologiche, hanno un fondo normalmente più elevato.

La radiazione cosmica primaria, di origine galattica o solare, è costituita da particelle cariche e ioni pesanti con energie estremamente alte; quando queste interagiscono con l'atmosfera viene prodotta una grande quantità di particelle secondarie (mesoni pi, mesoni mu, elettroni, protoni, neutroni e fotoni elettromagnetici) con energie di centinaia di MeV. Queste possono interagire con la superficie terrestre o con la schermatura stessa del rivelatore dando origine ad un significativo incremento del fondo.

Questa componente del fondo viene normalmente contenuta costituendo uno schermo passivo ed uno attivo attorno al rivelatore.

Lo *schermo passivo* consiste in una schermatura di piombo, cadmio e rame; la schermatura in piombo elimina la componente gamma del fondo ambientale, anche se contribuisce alla componente X a causa delle emissioni beta del suo prodotto di decadimento ^{210}Pb e della radiazione di frenamento da esse prodotta. Questo problema può essere limitato utilizzando piombo opportunamente trattato o piombo antico, nel quale la concentrazione di ^{210}Pb sia limitata. Inoltre il piombo viene normalmente utilizzato solo per il rivestimento più esterno della schermatura; internamente lo schermo viene rivestito con del cadmio, che è in grado di assorbire i raggi X caratteristici del piombo, e con del rame che assorbe i raggi X caratteristici del cadmio.

Lo *schermo attivo* consiste in uno o più rivelatori di guardia che circondano completamente il sistema di rivelazione, collegati a dei fototubi; i rivelatori di guardia, posti in anticoincidenza con i rivelatori del campione, discriminano gli eventi originatisi esternamente alla camera di conteggio e ne impediscono la registrazione da parte dei rivelatori del campione. Lo schermo attivo è particolarmente efficace nella riduzione della componente di fondo dovuta ai raggi cosmici.

Per quanto riguarda la radioattività presente nei diversi elementi che costituiscono nel complesso la catena di misura, si possono adottare i seguenti accorgimenti:

- al fine di ovviare o almeno ridurre il problema della presenza di ^3H e ^{14}C nel liquido scintillante è preferibile che i solventi ed i soluti utilizzati per la sua preparazione siano prodotti derivati dal petrolio, che essenzialmente non contiene né ^{14}C , né ^3H
- i radionuclidi “indesiderati” nel campione può essere rimossi selezionando opportunamente le finestre di conteggio, quando questo è possibile; l'approccio preferibile è comunque quello del pretrattamento chimico del campione, ad esempio attraverso separazioni selettive, allo scopo di estrarre il radionuclide di interesse e porre in misura solo quest'ultimo
- il contributo al fondo della fiala può essere ridotto effettuando una selezione oculata della stessa: sono da evitare, per quanto possibile, le fiale in vetro che contribuiscono notevolmente al fondo (il vetro è ricco di ^{40}K e di elementi appartenenti alle serie radioattive di uranio e torio); sono da preferire fiale in polietilene o teflon
- la camera di conteggio ed i fotomoltiplicatori forniscono, in conclusione, il contributo principale e difficilmente eliminabile a causa degli elementi radioattivi naturali in essi normalmente presenti. L'unica accortezza che si può adottare, a questo proposito, è quella di scegliere materiali a basso contenuto di radioattività.

La chemiluminescenza

La *chemiluminescenza* (il termine indica l'emissione di fotoni risultanti da reazioni chimiche) è il prodotto delle reazioni chimiche che avvengono tra il campione ed il liquido scintillante dal momento in cui vengono miscelati. Queste reazioni possono coinvolgere le impurità presenti nella soluzione scintillante, i reagenti usati per la solubilizzazione del campione ed il campione stesso; il rateo di reazione dipende dalla concentrazione dei reagenti e dalla temperatura a cui si trovano.

Il risultato delle reazioni di chemiluminescenza è la produzione, a rateo non costante, di fotoni luminosi che contribuiscono ai conteggi nella parte bassa dello spettro; questo effetto è particolarmente fastidioso quando si misurano beta emettitori a bassa energia, in quanto in questo caso i due spettri risultano significativamente sovrapposti.

Solitamente si osserva che i fenomeni di chemiluminescenza caratterizzati da rateo elevato tendono ad esaurirsi rapidamente nel tempo; in questo caso per eliminare il problema è sufficiente attendere un tempo adeguato prima di misurare il campione. Ratei di reazione bassi corrispondono invece, solitamente, a fenomeni più persistenti nel tempo; in questo caso per eliminare il problema si può aumentare la temperatura del campione, inducendo un aumento della velocità di reazione e quindi della chemiluminescenza, ed

attendere quindi il tempo normalmente necessario all'estinzione dei fenomeni di chemiluminescenza caratterizzati da ratei più elevati.

Al fine di limitare il fenomeno della chemiluminescenza si possono adottare i seguenti accorgimenti:

- immagazzinamento dei campioni per lunghi periodi prima del conteggio
- immagazzinamento dei campioni a temperature elevate (per accrescere il rateo di chemiluminescenza ed accelerarne l'estinzione)
- uso di tecniche che eliminano gli agenti chimici responsabili del fenomeno (ossidazione del campione)
- purificazione dei solventi e delle altre sostanze chimiche presenti
- aggiunta di agenti chimici che inibiscono o competono con i reagenti che danno chemiluminescenza dando origine a prodotti non chemiluminescenti, come ad esempio l'acido cloridrico e l'acido ascorbico

Nei casi in cui la chemiluminescenza non sia totalmente eliminabile, è comunque possibile monitorarla nei rivelatori a scintillazione che utilizzano due tubi fotomoltiplicatori in coincidenza per la misura dei campioni. Infatti ogni reazione di chemiluminescenza produce un solo fotone, e quando queste reazioni avvengono con rateo elevato danno luogo ad un numero significativo di coincidenze casuali pur non avendo alcuna caratteristica di correlazione temporale; se lo strumento consente di monitorare le coincidenze ritardate, vale a dire gli eventi che sono coincidenti ma entro un intervallo di tempo maggiore di quello proprio delle coincidenze reali prodotte dall'interazione della radiazione ionizzante, è possibile ottenere una valutazione almeno indicativa della presenza di eventi di chemiluminescenza anche nella finestra di conteggio del campione.

La fotoluminescenza

Il termine *fotoluminescenza* indica il fenomeno di produzione di fotoni indotto dalla luce solare o dalle luci artificiali presenti nella stanza in cui si trovano i campioni prima di essere posti nel rivelatore, e può provocare un aumento di conteggi nella parte dello spettro a bassa energia.

L'intensità del fenomeno ed il tempo necessario per il suo completo decadimento dipendono dalla durata dell'esposizione, dall'intensità e dal tipo di luce, dalla composizione chimica del campione e dal rapporto volumetrico campione / scintillante.

Generalmente, la fotoluminescenza decade entro un paio d'ore dalla preparazione del campione.

Contributi al rumore elettronico

Al rumore elettronico contribuiscono:

- l'emissione spontanea di elettroni dal fotocatodo
- il cross-talk
- l'effetto Cherenkov

Il rumore elettronico dovuto all'emissione spontanea di elettroni dal fotocatodo e dai dinodi può essere non trascurabile quando si utilizzano tubi fotomoltiplicatori ad alta sensibilità quali quelli necessari per misure di particelle a bassa energia. Questi impulsi, che sono costituiti da meno di due o tre fotoelettroni, producono nella parte bassa dello spettro un picco che può interferire significativamente con lo spettro di beta emittitori a bassa energia, e principalmente con il trizio.

Negli strumenti che utilizzano due fotomoltiplicatori in coincidenza per la misura degli eventi di scintillazione generati dal campione si ottiene la quasi totale eliminazione di questa componente del fondo strumentale; infatti l'emissione spontanea di elettroni dal fotocatodo e dai dinodi è un processo casuale, e la probabilità che due impulsi emessi indipendentemente dai due fotomoltiplicatori vengano rivelati come coincidenti è funzione del rateo di conteggio in ognuno dei due fotomoltiplicatori (N_1 , N_2) e del tempo di risoluzione τ del circuito di coincidenza:

$$N_c = 2\tau N_1 N_2$$

Si dimostra sperimentalmente che selezionando opportunamente i tubi fotomoltiplicatori ed il tempo di risoluzione del circuito di coincidenza, la maggior parte di questi eventi cade al di fuori della finestra di coincidenza definita (solitamente $\tau = 20 - 30$ ns), ottenendo la rimozione pressochè completa di questa potenziale sorgente di rumore elettronico.

Un ulteriore contributo al rumore elettronico può essere dato dall'interferenza con radiofrequenze e dalla elettricità statica con cui si caricano, per sfregamento, le fiale. Entrambi questi fenomeni possono essere eliminati adottando delle semplici contromisure strumentali (dispositivi come antenne per l'eliminazione delle interferenze da radiofrequenza o deionizzatori per l'eliminazione delle cariche elettrostatiche).

Negli strumenti che utilizzano due fotomoltiplicatori in coincidenza per la misura degli eventi di scintillazione generati dal campione, un ulteriore contributo al fondo strumentale è legato al cosiddetto fenomeno di *cross-talk*.

Il termine *cross-talk* identifica quegli eventi che producono l'emissione di fotoni luminosi in uno dei due fotomoltiplicatori e che contemporaneamente sono rivelati anche dal secondo fotomoltiplicatore all'interno della finestra temporale di coincidenza prestabilita.

Gli eventi che possono produrre l'emissione di fotoni luminosi indipendentemente in uno dei due tubi fotomoltiplicatori sono, ad esempio:

- scariche elettriche generate nei fototubi
- radiazione Cherenkov prodotta dall'interazione della radiazione cosmica
- radioattività naturale nei materiali di cui sono costituiti i fotomoltiplicatori.

Se il fotone prodotto in uno dei due fotomoltiplicatori passa attraverso il campione e la fiala che lo contiene senza venire assorbito, oppure se subisce riflessioni da parte del sistema ottico della camera di conteggio del campione, è possibile che venga rivelato anche dal secondo tubo fotomoltiplicatore all'interno della finestra di coincidenza prestabilita; si origina in questo modo un segnale che contribuisce al fondo strumentale.

Il *cross-talk* può essere ridotto utilizzando fiale opache, così da evitare fenomeni riflessione della luce, oppure impostando una soglia sull'altezza relativa degli impulsi registrati in coincidenza dai due fotocatodi.

Quando una particella interagisce con un mezzo è possibile che parte della sua energia produca fenomeni di polarizzazione elettronica nelle molecole dell'assorbitore con cui interagisce; quando le molecole polarizzate tornano allo stato fondamentale l'energia in eccesso viene riemessa sotto forma di radiazione elettromagnetica, principalmente nell'intervallo di lunghezza d'onda corrispondente all'ultravioletto. Questo tipo di radiazione viene denominata *radiazione Cherenkov*.

La produzione di radiazione Cherenkov è un effetto con soglia, dipendente dalla velocità (e quindi dall'energia) della particella incidente oltre che dall'indice di rifrazione del mezzo; in particolare si trova che si può osservare produzione di radiazione Cherenkov nei casi in cui:

$$v > \frac{c}{n}$$

dove v è la velocità della particella, c rappresenta la velocità della luce ed n è l'indice di rifrazione del mezzo con cui avviene l'interazione. L'aumento dell'indice di rifrazione del mezzo corrisponde alla diminuzione del valore dell'energia di soglia.

Si osserva inoltre che l'emissione di radiazione Cherenkov è un fenomeno direzionale, e che il semiangolo del cono di radiazione emessa è definito dalla relazione:

$$\cos \phi = \frac{c}{vn}$$

Nel caso, ad esempio, in cui il mezzo assorbitore sia l'acqua e la particella incidente sia un elettrone, l'energia di soglia corrisponde circa a 250 keV; nel caso di materiali con indice di rifrazione compreso tra 1,2 ed 1,6, l'energia di soglia per elettroni è pari rispettivamente a 400 ed a 150 keV.

L'effetto Cherenkov causa la produzione di fotoni che, almeno in parte, hanno la stessa energia di quelli prodotti dai fenomeni di fluorescenza indotti dalla radiazione primaria; può rappresentare, di conseguenza, un contributo significativo della componente di fondo dei rivelatori a scintillazione liquida.

Negli strumenti che utilizzano due fotomoltiplicatori in coincidenza per la misura degli eventi di scintillazione generati dal campione, la radiazione Cherenkov produce, mediamente, segnali che soddisfano il requisito della coincidenza sui due fototubi; tuttavia gli impulsi prodotti sui due fototubi differiscono significativamente tra di loro in termini di ampiezza, a differenza di quanto normalmente avviene per gli impulsi prodotti dalla fluorescenza indotta dalla radiazione incidente.

Un metodo efficace per la riduzione del fondo dovuto a radiazione Cherenkov consiste pertanto nell'utilizzo di circuiti di comparazione dell'altezza degli impulsi coincidenti sui due fototubi (comunemente denominati Pulse Amplitude Comparator - PAC), e nella successiva eliminazione degli impulsi che non soddisfano la condizione di ampiezza confrontabile sui due fototubi.

Appendice 2 - Calcolo delle incertezze

Introduzione

Data la relazione funzionale che collega il misurando y alle n grandezze di ingresso x_1, x_2, \dots, x_n

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n)$$

la varianza di y si ottiene sommando le varianze delle grandezze di ingresso secondo la seguente espressione, in accordo con UNI CEI ENV 13005: 2000, nota come legge di propagazione delle incertezze:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i)$$

Si definisce incertezza relativa il rapporto tra l'incertezza tipo ed il misurando:

$$u_{\text{rel}}(y) = \frac{u(y)}{y}$$

Nel caso di una relazione funzionale di tipo esclusivamente additivo, di grandezze tutte indipendenti:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) = x_1 + x_2 + x_3 + \dots$$

si osserva facilmente che per ognuno degli addendi:

$$\frac{\partial f}{\partial x_i} = 1$$

da cui si ottiene:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n u^2(x_i)$$

L'incertezza composta è pari alla somma in quadratura delle incertezze delle singole grandezze d'ingresso:

$$u(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n u^2(x_i)}$$

Nel caso di una relazione funzionale di tipo esclusivamente moltiplicativo, di grandezze tutte indipendenti:

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) = \frac{x_1 \cdot x_3 \cdot \dots}{x_2 \cdot x_4 \cdot \dots}$$

si può facilmente derivare per i termini a numeratore:

$$\frac{\partial f}{\partial x_1} = \frac{x_3 \cdot x_5 \cdot \dots}{x_2 \cdot x_4 \cdot \dots} = \frac{y}{x_1}, \quad \frac{\partial f}{\partial x_3} = \frac{x_1 \cdot x_5 \cdot \dots}{x_2 \cdot x_4 \cdot \dots} = \frac{y}{x_3}, \quad \dots$$

e per i termini a denominatore:

$$\frac{\partial f}{\partial x_2} = -\frac{x_1 \cdot x_3 \cdot \dots}{x_2^2 \cdot x_4 \cdot \dots} = -\frac{y}{x_2}, \quad \frac{\partial f}{\partial x_4} = -\frac{x_1 \cdot x_3 \cdot \dots}{x_2 \cdot x_4^2 \cdot \dots} = -\frac{y}{x_4}, \quad \dots$$

Per cui in generale

$$\left| \frac{\partial f}{\partial x_i} \right| = \frac{y}{x_i}$$

da cui si ottiene:

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^n \left(\frac{y}{x_i} \right)^2 u^2(x_i) = y^2 \sum_{i=1}^n \frac{u^2(x_i)}{x_i^2}$$

L'incertezza composta relativa è pari alla somma in quadratura delle incertezze relative delle singole grandezze d'ingresso:

$$u_{\text{rel}}(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^n u_{\text{rel}}^2(x_i)}$$

Modello generale nel caso delle misure radiometriche

Il modello più generale nel caso delle misure radiometriche si può scrivere come

$$y = (x_1 - x_2 - x_3) \frac{x_4 x_6 \dots}{x_5 x_7 \dots}$$

dove:

- y concentrazione di attività per unità di massa o di volume
- x_1 rateo di conteggio totale del campione, dato dal rapporto tra il numero di conteggi n_1 ed il tempo di misura t_1 ;
- x_2 rateo di conteggio del fondo, dato dal rapporto tra il numero di conteggi n_2 ed il tempo di misura t_2 ;
- x_3 correzione addizionale (ulteriore sottrazione del fondo o segnale interferente)
- x_4, x_5, \dots termini contenenti l'efficienza, la quantità di campione e l'insieme dei fattori correttivi (resa di estrazione, correzione per autoassorbimento, etc...).

L'espressione dell'incertezza $u(y)$ del misurando si può facilmente ricavare utilizzando la legge di propagazione delle incertezze con diverse modalità di espressione, che conducono esattamente agli stessi risultati.

In particolare, assumendo che l'incertezza sui conteggi sia determinata esclusivamente dalla statistica di Poisson:

$$u^2(x_{1,2}) = \frac{1}{t_{1,2}^2} u^2(n_{1,2}) = \frac{n_{1,2}}{t_{1,2}^2} = \frac{x_{1,2}}{t_{1,2}}$$

con la definizione di rateo netto di conteggio x_0 :

$$\begin{cases} x_0 = x_1 - x_2 - x_3 \\ u^2(x_0) = u^2(x_1) + u^2(x_2) + u^2(x_3) = \frac{x_1}{t} + \frac{x_2}{t} + u^2(x_3) \end{cases}$$

si può riscrivere la definizione del misurando con una relazione funzionale di tipo esclusivamente moltiplicativo:

$$y = x_0 \frac{x_4 x_6 \dots}{x_5 x_7 \dots}$$

da cui si ottiene

$$u_{\text{rel}}(y) = \sqrt{u_{\text{rel}}^2(x_0) + \sum_{i=4}^n u_{\text{rel}}^2(x_i)}$$

Con questa modalità di espressione sono esplicitati i contributi delle singole grandezze di ingresso all'incertezza tipo composta del misurando.

Una modalità di espressione alternativa si ha introducendo il termine

$$\begin{cases} w = \frac{x_4 x_6 \dots}{x_5 x_7 \dots} = \prod_{i=4}^n (-1)^i x_i \\ u_{\text{rel}}^2(w) = \sum_{i=4}^n u_{\text{rel}}^2(x_i) \end{cases}$$

per cui la definizione del misurando diventa:

$$y = (x_1 - x_2 - x_3)w$$

e la varianza del misurando assume la forma:

$$u^2(y) = [u^2(x_1) + u^2(x_2) + u^2(x_3)]w^2 + y^2 u_{\text{rel}}^2(w) = \left[\frac{x_1}{t_1} + \frac{x_2}{t_2} + u^2(x_3) \right] w^2 + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)$$

Notando che:

$$x_1 = \frac{y}{w} + x_2 + x_3$$

$u(y)$ si può esplicitare in funzione di y

$$u^2(y) = \left[\left(\frac{y}{w} + x_2 + x_3 \right) \frac{1}{t_1} + \frac{x_2}{t_2} + u^2(x_3) \right] w^2 + y^2 u_{\text{rel}}^2(w) =$$

$$= \left[x_2 \left(\frac{1}{t_1} + \frac{1}{t_2} \right) + \frac{x_3}{t_2} + u^2(x_3) \right] w^2 + y \frac{w}{t_1} + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)$$

Con questa modalità di espressione è esplicitato l'andamento funzionale – che è una forma quadratica in y – dell'incertezza tipo composta del misurando in funzione del misurando stesso.

Tale espressione, derivata da un semplice modello basato sull'assunzione che tutte le fonti di incertezza siano note, è un caso particolare della più generale espressione:

$$u^2(y) = c_0 + y c_1 + y^2 c_2$$

a cui è sempre possibile ricondursi.

Approssimazioni

Consideriamo il caso in cui l'incertezza sui ratei di conteggio dipenda da fattori casuali, per cui deve essere espressa come scarto tipo sperimentale della media:

$$n_1 = \frac{1}{k_1} \sum_{i=1}^{k_1} n_{1,i} \quad u^2(n_1) = \frac{s_1^2}{k_1} \quad s_1^2 = \frac{1}{k_1 - 1} \sum_{i=1}^{k_1} (n_{1,i} - n_1)^2$$

$$x_1 = \frac{n_1}{t_1} \quad u^2(x_1) = \frac{1}{t_1^2} \quad u^2(n_1) = \frac{s_1^2}{k_1 t_1^2}$$

dove:

- k_1 numero di misure del campione;
- k_2 numero di misure del fondo;

L'espressione dell'incertezza $u(y)$ del misurando diventa

$$u^2(y) = \left[\frac{s_1^2}{k_1 t_1^2} + \frac{s_2^2}{k_2 t_2^2} + u^2(x_3) \right] w^2 + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)$$

Il limite di tale approccio è dato dal fatto che non è nota in generale la dipendenza di s_1^2 da x_1 , anche se è sempre possibile determinarla sperimentalmente.

In questo caso è possibile utilizzare una semplice approssimazione lineare per determinare la dipendenza esplicita di $u(y)$ da y , notando che $u(0)$ può essere facilmente stimata con la sostituzione $s_1 = s_2$

$$u^2(0) \cong \left[s_2^2 \left(\frac{1}{k_1 t_1^2} + \frac{1}{k_2 t_2^2} \right) + u^2(x_3) \right] w^2$$

per cui è sufficiente conoscere $u(y)$ per un solo valore $y = y_1$ al fine di determinare la dipendenza esplicita di $u(y)$ da y

$$u^2(y) = u^2(0) \left(1 - \frac{y}{y_1} \right) + u^2(y_1) \frac{y}{y_1}$$

Se, invece, si ha una collezione di dati misurati in condizioni di ripetibilità a concentrazioni diverse y_1, y_2, y_n si può utilizzare una relazione lineare ($n=2$) o quadratica ($n=3$):

$$u^2(y) = u^2(y_1) \frac{y - y_2}{y_1 - y_2} + u^2(y_2) \frac{y - y_1}{y_2 - y_1}$$

$$u^2(y) = u^2(y_1) \frac{(y - y_2)(y - y_3)}{(y_1 - y_2)(y_1 - y_3)} + u^2(y_2) \frac{(y - y_1)(y - y_3)}{(y_2 - y_1)(y_2 - y_3)} + u^2(y_3) \frac{(y - y_1)(y - y_2)}{(y_3 - y_1)(y_3 - y_2)}$$

Nel caso di $n > 3$ dati ci si può ricondurre alla regressione parabolica utilizzando il metodo dei minimi quadrati.

Un approccio alternativo consiste nel considerare la varianza di $n_{1,2}$ come la somma di un termine dovuto alla distribuzione di Poisson – $n_{1,2}$ – ed un termine che tiene conto di piccole influenze casuali – $\theta^2 n_{1,2}^2$:

$$s_1^2 = n_1 + \theta^2 n_1^2 \quad \theta^2 = \frac{s_1^2 - n_1}{n_1^2}$$

Tale modello è valido solo se $s_1^2 > n_1$; inoltre lo scarto tipo relativo θ deve essere piccolo ed indipendente dal rateo di conteggio, altrimenti è necessario utilizzare lo scarto tipo sperimentale s_1 .

$$x_1 = \frac{n_1}{t_1} \quad u^2(x_1) = \frac{n_1 + \theta^2 n_1^2}{t_1^2} = \frac{x_1}{t_1} + \theta^2 x_1^2$$

E' quindi possibile ricavare $u(y)$

$$u^2(y) = \left[\frac{x_1}{t_1} + \theta^2 x_1^2 + \frac{x_2}{t_2} + \theta^2 x_2^2 + u^2(x_3) \right] w^2 + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)$$

ed esplicitare l'espressione in funzione di y

$$u^2(y) = \left[x_2 \left(\frac{1}{t_1} + \frac{1}{t_2} \right) + \frac{x_3}{t_1} + u^2(x_3) + \theta^2 (x_2 + x_3)^2 + \theta^2 x_2^2 \right] w^2 + y \left[\frac{w}{t_1} + 2\theta^2 w (x_2 + x_3) \right] + y^2 [u_{\text{rel}}^2(w) + \theta^2]$$

E' interessante notare che nel caso di grandi y – ovvero quando il contributo della statistica di Poisson può ritenersi trascurabile rispetto alle altre fonti di incertezza – può essere facilmente evidenziato il contributo casuale addizionale θ^2 :

$$\lim_{y \rightarrow +\infty} \frac{u^2(y)}{y^2} = u_{\text{rel}}^2(w) + \theta^2 \Rightarrow \theta^2 = \lim_{y \rightarrow +\infty} \frac{u^2(y)}{y^2} - u_{\text{rel}}^2(w)$$

θ^2 può essere interpretato come il contributo – relativo – alla varianza del segnale non spiegato dalla statistica di Poisson.

Lo scarto tipo di ripetibilità sperimentale

Nel caso di misure ripetute è possibile determinare sperimentalmente lo scarto tipo di ripetibilità s_y del misurando y :

$$y = \frac{1}{k_1} \sum_{i=1}^{k_1} y_i \quad s_y^2 = \frac{1}{k_1 - 1} \sum_{i=1}^{k_1} (y_i - y)^2$$

dove

$$y_i = (x_{1,i} - x_2 - x_3) w_i$$

e

$$u^2(y_i) = \left[x_2 \left(\frac{1}{t_1} + \frac{1}{t_2} \right) + \frac{x_3}{t_1} + u^2(x_3) \right] w_i^2 + y_i \frac{w_i}{t_1} + y_i^2 u_{\text{rel}}^2(w_i)$$

in particolare per grandi y

$$\frac{u^2(y_i)}{y_i^2} \underset{y \rightarrow \infty}{\cong} u_{\text{rel}}^2(w_i)$$

Se vale, in media, la relazione

$$\frac{s_y^2}{y^2} \underset{y \rightarrow \infty}{\cong} u_{\text{rel}}^2(w)$$

il modello proposto spiega tutte le fonti di incertezza, altrimenti si può stimare il contributo – relativo – alla varianza del misurando non spiegato dalle fonti di incertezza individuate

$$s_{\text{ripetibilità}}^2 \cong \lim_{y \rightarrow +\infty} \frac{s_y^2}{y^2} - u_{\text{rel}}^2(w)$$

per cui si ottiene

$$u^2(y) = \left[x_2 \left(\frac{1}{t_1} + \frac{1}{t_2} \right) + \frac{x_3}{t_1} + u^2(x_3) \right] w^2 + y \frac{w}{t_1} + y^2 [u_{\text{rel}}^2(w) + s_{\text{ripetibilità}}^2]$$

Si può notare che il contributo casuale addizionale θ^2 è una delle possibili componenti della varianza di ripetibilità s_y^2 .

Appendice 3 - I limiti caratteristici

Introduzione

Con il termine Limiti caratteristici si intendono complessivamente:

- la Soglia di decisione, che consente di effettuare una decisione sulla presenza o meno dell'effetto fisico quantificato dal misurando;
- il Limite di rivelabilità, che indica il più piccolo valore vero del misurando che può essere rivelato con la procedura di misura scelta; consente di effettuare una decisione sull'applicabilità o meno di una procedura di misura rispetto ai requisiti richiesti per una specifica applicazione;
- i Limiti dell'intervallo di copertura, che racchiudono, nel caso in cui l'effetto fisico investigato sia presente, l'intervallo contenente il valore vero del misurando con una specifica probabilità.

Se il valore misurato è inferiore alla Soglia di decisione la probabilità di falsi negativi (mancata rivelazione dell'effetto fisico laddove questo è in realtà presente) è inferiore ad una specifica probabilità α (generalmente $\alpha=0,05$). Un falso negativo viene anche detto errore di prima specie o I tipo.

Se il valore misurato è superiore al Limite di rivelabilità, allora la probabilità di falsi positivi (rivelazione dell'effetto fisico laddove questo in realtà non è presente) è inferiore ad una specifica probabilità β (generalmente $\beta=0,05$). Un falso positivo viene anche detto errore di seconda specie o II tipo.

Assumendo che il valore vero sia nullo, si hanno complessivamente le quattro possibilità riportate in tabella.

Tabella 1.23 – test d'ipotesi per la definizione di “Soglia di decisione” e di “Limite di rivelabilità”

| Ipotesi H_0 : =0 | Accettata | Rifiutata |
|--------------------|------------------------------------------------|------------------------------------------------|
| Valida | Buona decisione: vero negativo $P=1-\alpha$ | Errore di I tipo: falso positivo $P=\alpha$ |
| Sbagliata | Errore di II tipo: falso negativo $P=\beta$ | Buona decisione: vero positivo $P=1-\beta$ |

Se il valore misurato è superiore alla Soglia di decisione potremo dire che il valore vero è compreso tra i Limiti dell'intervallo di copertura con una definita probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$).

Modello classico

Il modello classico, che origina da Lloyd A. Currie, “Limits for quantitative detection and qualitative determination”, Analytical Chemistry Division, National Bureau of Standards, Washinton, D.C., vol. 40, no. 3, marzo 1968, prende in considerazione la distribuzione del numero netto di conteggi n_0 :

$$\begin{cases} n_0 = n_1 - n_2 \\ u^2(n_0) = u^2(n_1) + u^2(n_2) = n_1 + n_2 \end{cases}$$

La distribuzione del numero netto di conteggi n_0 in funzione del valore vero \tilde{n}_0 è una gaussiana⁷

$$f(n_0) = \frac{1}{\tilde{u}(\tilde{n}_0)\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(n_0 - \tilde{n}_0)^2}{2\tilde{u}^2(\tilde{n}_0)}}$$

Errore di I tipo, ipotesi H_0 valida: il valore vero è nullo, $\tilde{n}_0=0$.

Definiamo Soglia di decisione n_0^* il valore per cui è α la probabilità di errore di I tipo; dovrà valere la condizione

$$P(n_0 > n_0^*) = \int_{n_0^*}^{+\infty} f(n_0 | \tilde{n}_0 = 0) dn_0 = \frac{1}{\tilde{u}(0)\sqrt{2\pi}} \int_{n_0^*}^{+\infty} e^{-\frac{n_0^2}{2\tilde{u}^2(0)}} dn_0 = \alpha$$

⁷ I conteggi del fondo e del campione seguono a rigore una distribuzione di Poisson, che è ben approssimata da una gaussiana per valori sufficientemente grandi dei conteggi stessi.

Indicando con $\Phi(z)$ la funzione di distribuzione normale e con k_p il p -esimo quantile della distribuzione normale

$$\Phi(z) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^z e^{-\frac{t^2}{2}} dt$$

$$k_p = \Phi^{-1}(p)$$

si ottiene

$$P(n_0 > n_0^* | \tilde{n}_0 = 0) = 1 - \Phi\left(\frac{n_0^*}{\tilde{u}(0)}\right) = \alpha$$

da cui la Soglia di decisione

$$n_0^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0)$$

Errore di II tipo, ipotesi H_0 sbagliata: il valore vero non è nullo, $\tilde{n}_0 = n_0^\#$.

Definiamo Limite di rivelabilità $n_0^\#$ il valore per cui è β la probabilità di errore di II tipo: dovrà valere la condizione

$$P(n_0 < n_0^* | \tilde{n}_0 = n_0^\#) = \int_{-\infty}^{n_0^*} f(n_0 | \tilde{n}_0 = n_0^\#) dn_0 = \frac{1}{\tilde{u}(n_0^\#) \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{n_0^*} e^{-\frac{(n_0 - n_0^\#)^2}{2\tilde{u}^2(n_0^\#)}} dn_0 = \beta$$

da cui si ottiene la definizione, implicita, di Limite di rivelabilità

$$n_0^\# = n_0^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(n_0^\#)$$

La varianza di n_0 si può esplicitare in funzione di n_0

$$u^2(n_0) = n_0 + 2n_2$$

per cui le definizioni di n_0^* e $n_0^\#$ assumono la forma, assumendo che lo scarto tipo del valore vero abbia la stessa forma dello scarto tipo del valore misurato

$$n_0^* = k_{1-\alpha} u(0) = k_{1-\alpha} \sqrt{2n_2}$$

$$n_0^\# = n_0^* + k_{1-\beta} u(n_0^\#) = k_{1-\alpha} u(0) + k_{1-\beta} u(n_0^\#) = k_{1-\alpha} \sqrt{2n_2} + k_{1-\beta} \sqrt{2n_2 + n_0^\#}$$

Assumiamo per semplicità $\alpha = \beta$

$$k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$$

ottenendo

$$n_0^* = k \sqrt{2n_2}$$

$$n_0^\# = 2k \sqrt{2n_2} + k^2$$

che sono le formule più utilizzate nella comune pratica di laboratorio – implementate dalla maggior parte dei software.

I limiti così ottenuti sono limiti a priori, e non dipendono dal valore misurato.

In particolare se il valore misurato n_0 è inferiore alla Soglia di decisione n_0^* si può affermare:

- che il valore vero del rateo di conteggio netto è nullo, sapendo di poter avere un falso negativo;
- che il valore vero del rateo di conteggio netto è inferiore al Limite di rivelabilità $n_0^\#$, e così si tiene conto anche dei falsi negativi.

I Limiti dell'intervallo di copertura per i conteggi netti, con una probabilità di copertura $1-\gamma$, sono definiti dalle espressioni

$$P(\tilde{n}_0 < n_0^<) = \int_0^{n_0^<} f(n_0) dn_0 = \frac{1}{u(n_0) \sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{n_0^<} e^{-\frac{(n_0 - \tilde{n}_0)^2}{2u^2(n_0)}} dn_0 = \frac{\gamma}{2}$$

$$P(\tilde{n}_0 > n_0^>) = \int_{n_0^>}^{+\infty} f(n_0) dn_0 = \frac{1}{u(n_0) \sqrt{2\pi}} \int_{n_0^>}^{+\infty} e^{-\frac{(n_0 - \tilde{n}_0)^2}{2u^2(n_0)}} dn_0 = \frac{\gamma}{2}$$

da cui si ottiene

$$n_0^< = n_0 - k_{1-\gamma/2} u(n_0)$$

$$n_0^> = n_0 + k_{1-\gamma/2} u(n_0)$$

o in maniera equivalente

$$n_0^{<,>} = n_0 \pm k_{1-\gamma/2} u(n_0)$$

Tali formule riguardano i conteggi del campione: la formulazione nei termini del misurando y è data da

$$y^* = \frac{n_0^*}{t} w = k \sqrt{\frac{2n_2}{t^2}} w = k \sqrt{\frac{2x_2}{t}} w$$

$$y^\# = \frac{n_0^\#}{t} w = \left(2k \sqrt{\frac{2n_2}{t^2}} + k^2 \frac{1}{t} \right) w$$

In questo caso il Limite di rivelabilità viene indicato come MAR (Minima Attività Rivelabile) o MCR (Minima Concentrazione Rivelabile).

Il metodo sarà applicabile se e solo se $y^\#$ risulta inferiore al valore di riferimento pertinente.

Per quanto riguarda i Limiti dell'intervallo di copertura per il misurando y , con una probabilità di copertura $1-\gamma$, si ottiene infine

$$y^< = y - k_{1-\gamma/2} u(y)$$

$$y^> = y + k_{1-\gamma/2} u(y)$$

oppure

$$y^{<,>} = y \pm k_{1-\gamma/2} u(y)$$

dove $u(y)$ è l'incertezza composta, che tiene conto di tutte le altre fonti di incertezza oltre all'incertezza dei conteggi netti.

Modello Bayesiano

Secondo il modello Bayesiano, in accordo con ISO 11929: 2010 "Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation - Fundamentals and application", la distribuzione del valore misurato y in funzione del valore vero è una gaussiana con il solo vincolo che il valore vero deve essere non negativo

$$f(y|\tilde{y} \geq 0) = \frac{1}{\tilde{u}(\tilde{y})\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(y-\tilde{y})^2}{2\tilde{u}^2(\tilde{y})}}$$

Errore di I tipo, ipotesi H_0 valida: il valore vero è nullo, $=0$.

Definiamo Soglia di decisione y^* il valore per cui è α la probabilità di errore di I tipo; dovrà valere la condizione

$$P(y > y^* | \tilde{y} = 0) = \int_{y^*}^{+\infty} f(y|\tilde{y} = 0) dy = \frac{1}{\tilde{u}(0)\sqrt{2\pi}} \int_{y^*}^{+\infty} e^{-\frac{y^2}{2\tilde{u}^2(0)}} dy = \alpha$$

Indicando con $\Phi(z)$ la funzione di distribuzione normale e con k_p il p -esimo quantile della distribuzione normale si ottiene

$$P(y > y^* | \tilde{y} = 0) = 1 - \Phi\left(\frac{y^*}{\tilde{u}(0)}\right) = \alpha$$

da cui la Soglia di decisione

$$y^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0)$$

Errore di II tipo, ipotesi H_0 sbagliata: il valore vero non è nullo, $=y^\#$.

Definiamo Limite di rivelabilità $y^\#$ il valore per cui è β la probabilità di errore di II tipo: dovrà valere la condizione

$$P(y < y^* | \tilde{y} = y^\#) = \int_{-\infty}^{y^*} f(y|\tilde{y} = y^\#) dy = \frac{1}{\tilde{u}(y^\#)\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{y^*} e^{-\frac{(y-y^\#)^2}{2\tilde{u}^2(y^\#)}} dy = \beta$$

da cui si ottiene la definizione, implicita, di Limite di rivelabilità

$$y^\# = y^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(y^\#)$$

I limiti così ottenuti sono limiti a priori, e non dipendono dal valore misurato. Si evidenzia inoltre che le definizioni di Soglia di decisione e di Limite di rivelabilità sono identiche a quelle del modello classico con la sostituzione $n_0=y$.

In particolare se il valore misurato y è inferiore alla Soglia di decisione y^* si può affermare:

- che il valore vero del misurando è nullo, sapendo di poter avere un falso negativo;
- che il valore vero del misurando è inferiore al Limite di rivelabilità $y^\#$, e si tiene conto anche dei falsi negativi.

Il metodo sarà applicabile se e solo se $y^\#$ risulta inferiore al valore di riferimento pertinente.

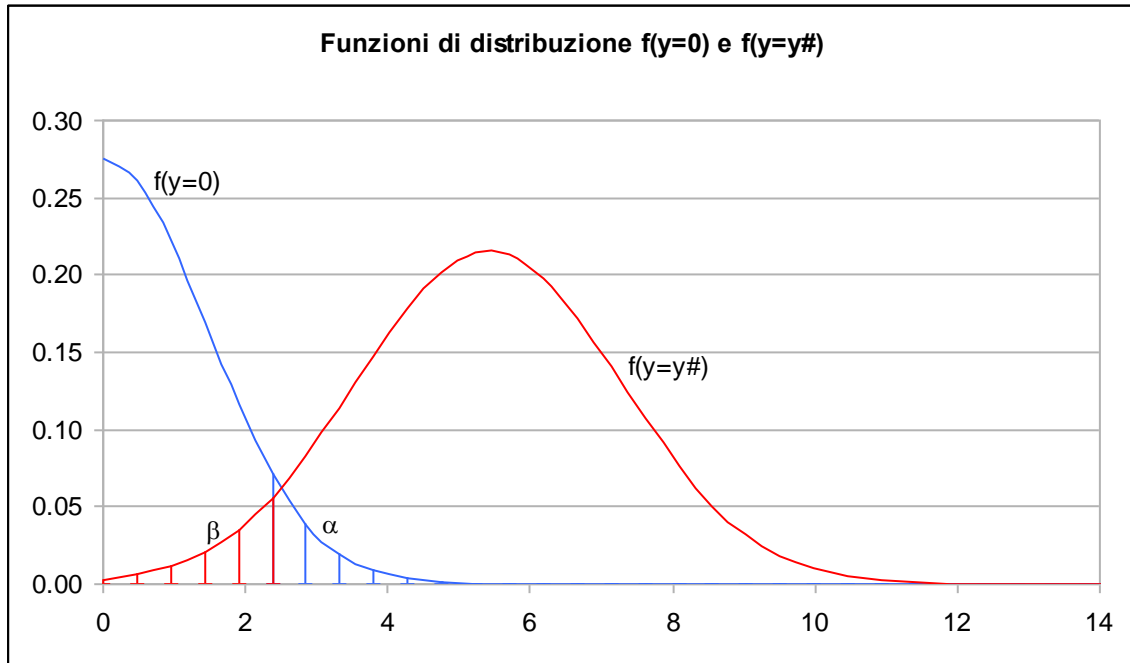


Figura 1.36 – Funzioni di distribuzione $f(y=0)$ e $f(y=y^\#)$

La distribuzione del valore vero in funzione del valore misurato y è invece una gaussiana troncata, dal momento che il valore vero può soltanto essere positivo o al più nullo

$$f(\tilde{y}|y) = \frac{\vartheta(\tilde{y})}{\omega(y)u(y)\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{(y-\tilde{y})^2}{2u^2(y)}}, \quad \vartheta(\tilde{y}) = 0 \text{ se } \tilde{y} < 0 \quad \vartheta(\tilde{y}) = 1 \text{ altrimenti}$$

Nell'espressione precedente si è assunto che lo scarto tipo del valore vero abbia la stessa forma dello scarto tipo del valore misurato; inoltre compare il fattore di normalizzazione $\omega(y)$ che tiene conto dell'asimmetria della distribuzione

$$\omega(y) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{\frac{y}{u(y)}} e^{-\frac{t^2}{2}} dt = \Phi\left(\frac{y}{u(y)}\right)$$

che è possibile approssimare a 1 se $y/u(y) > 4$.

Se l'effetto fisico investigato risulta presente, ovvero se $y > y^*$, la miglior stima del valore vero \hat{y} e la varianza corrispondente sono dati, rispettivamente, dai valori attesi

$$\hat{y} = \int_0^{+\infty} \tilde{y} f(\tilde{y}|y) d\tilde{y} = y + \frac{u(y)}{\omega(y)\sqrt{2\pi}} e^{-\frac{y^2}{2u^2(y)}}$$

$$u^2(\hat{y}) = \int_0^{+\infty} (\tilde{y} - \hat{y})^2 f(\tilde{y}|y) d\tilde{y} = u^2(y) - (\hat{y} - y)\hat{y}$$

E' importante notare che, per effetto dell'asimmetria della distribuzione, la miglior stima del valore vero \hat{y} è sempre maggiore del valore misurato y e la varianza della miglior stima del valore vero è sempre inferiore alla varianza del valore misurato y .

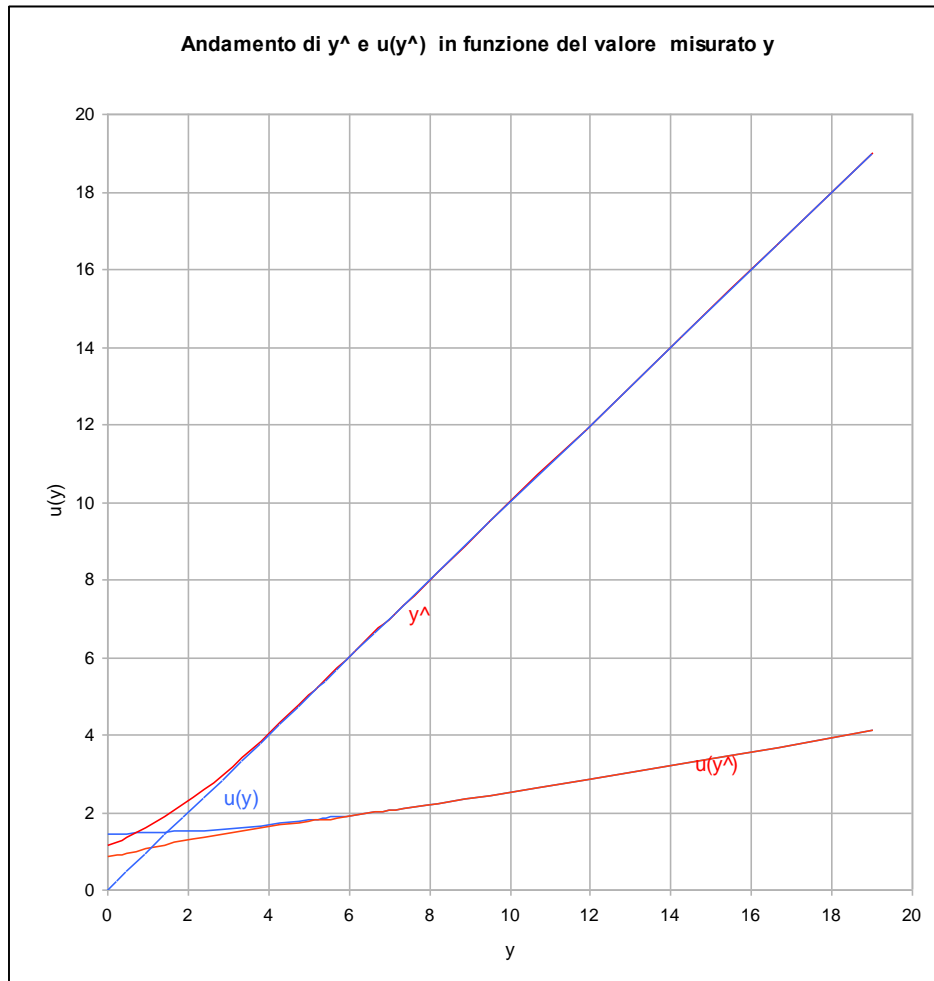


Figura 1.37 – Andamento della miglior stima del valore vero \tilde{y} e della sua incertezza $u(\tilde{y})$ in funzione del valore misurato y

I Limiti dell'intervallo di copertura con una probabilità di copertura $1-\gamma$ sono definiti dalle espressioni

$$P(\tilde{y} < y^<) = \int_0^{y^<} f(\tilde{y}|y) dy = \frac{1}{\omega(y)u(y)\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{y^<} e^{-\frac{(y-\tilde{y})^2}{2u^2(y)}} dy = \frac{\gamma}{2}$$

$$P(\tilde{y} > y^>) = \int_{y^>}^{+\infty} f(\tilde{y}|y) dy = \frac{1}{\omega(y)u(y)\sqrt{2\pi}} \int_{y^>}^{+\infty} e^{-\frac{(y-\tilde{y})^2}{2u^2(y)}} dy = \frac{\gamma}{2}$$

da cui si ottiene

$$y^< = y - k_p u(y), \quad p = \omega(y) \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

$$y^> = y + k_q u(y), \quad q = 1 - \omega(y) \frac{\gamma}{2}$$

Si può facilmente notare che, per effetto dell'asimmetria della distribuzione, in generale l'intervallo di copertura è asimmetrico rispetto al valore misurato, e risulta simmetrico solo se $y/u(y) > 4$, poiché in questo caso $k_p = k_q = k_{1-\gamma/2}$:

$$y^{<>} = y \pm k_{1-\gamma/2} u(y)$$

L'espressione precedente coincide con quella ottenuta con l'approccio classico.

Inoltre il Limite inferiore dell'intervallo di copertura è sempre maggiore di zero e il Limite superiore dell'intervallo di copertura è inferiore al Limite di rivelabilità se il valore misurato è inferiore alla Soglia di decisione.

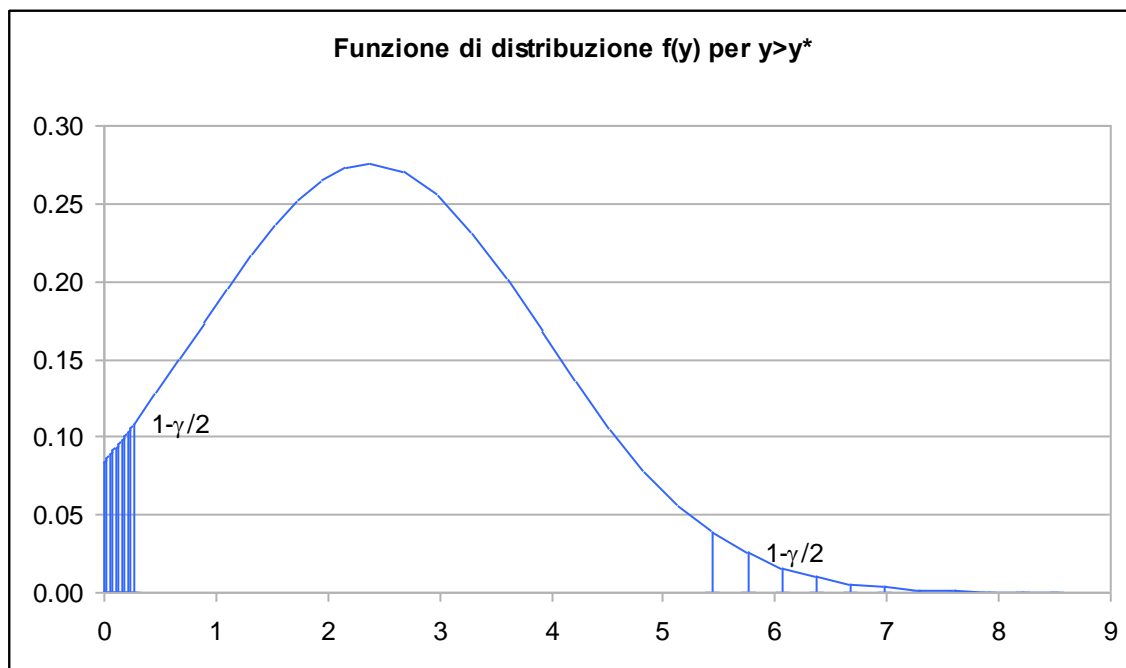


Figura 1.38 – Funzione di distribuzione $f(y)$ per $y > y^*$

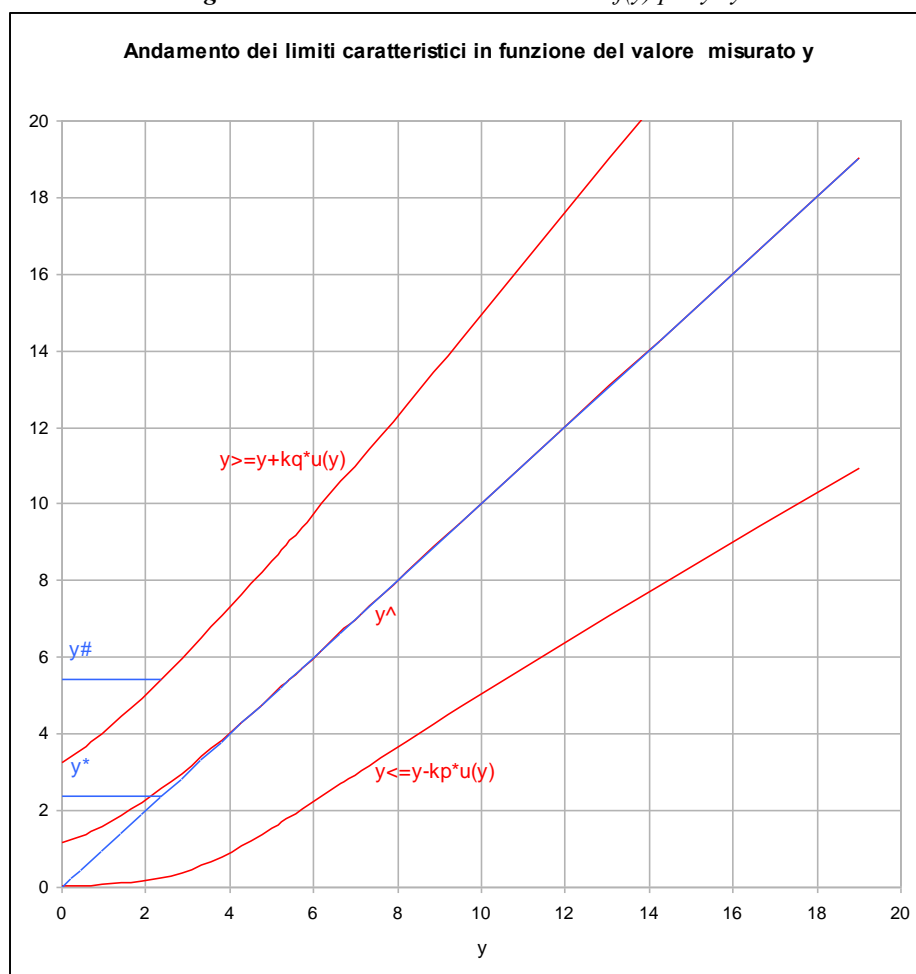


Figura 1.39 – Andamento dei limiti caratteristici in funzione del valore misurato y

In generale, come riportato nell'Appendice Calcolo delle incertezze, ci si può sempre ricondurre all'approssimazione:

$$u^2(y) = c_0 + y c_1 + y^2 c_2$$

è importante notare la dipendenza quadratica di questa espressione, a differenza del modello classico in cui la dipendenza è lineare.

Le definizioni di y^* e $y^\#$ assumono la forma

$$y^* = k_{1-\alpha} u(0) = k_{1-\alpha} \sqrt{c_0}$$

$$y^\# = y^* + k_{1-\beta} u(y^\#) = k_{1-\alpha} u(0) + k_{1-\beta} u(y^\#) = k_{1-\alpha} \sqrt{c_0} + k_{1-\beta} \sqrt{c_0 + y^\# c_1 + y^{\#2} c_2}$$

Assumiamo per semplicità $\alpha = \beta$

$$k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$$

ottenendo

$$y^* = k \sqrt{c_0}$$

$$y^\# = \frac{2k \sqrt{c_0} + k^2 c_1}{1 - k^2 c_2}$$

Se consideriamo il modello più semplice nel caso delle misure radiometriche, che si può scrivere come

$$y = \frac{x_1 - x_2}{x_3 x_4}$$

dove:

- y concentrazione di attività per unità di massa o di volume
- x_1 rateo di conteggio totale del campione, dato dal rapporto tra il numero di conteggi n_1 ed il tempo di misura t ;
- x_2 rateo di conteggio del fondo, dato dal rapporto tra il numero di conteggi n_2 ed il tempo di misura t ;
- x_3 quantità di campione;
- x_4 efficienza.

$$u^2(y) = \frac{2x_2}{t} w^2 + y \frac{w}{t} + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)$$

da cui si ottiene

$$y^* = k \sqrt{\frac{2x_2}{t}} w$$

$$y^\# = \frac{\left(2k \sqrt{\frac{2x_2}{t}} + k^2 \frac{1}{t_1} \right) w}{1 - k^2 u_{\text{rel}}^2(w)}$$

Se risulta trascurabile il secondo termine a denominatore di $y^\#$:

$$y^* = k \sqrt{\frac{2x_2}{t}} w$$

$$y^\# \cong \left(2k \sqrt{\frac{2x_2}{t}} + k^2 \frac{1}{t_1} \right) w$$

Tali espressioni coincidono con quelle ottenute con l'approccio classico, a cui è sempre possibile ricondursi se il denominatore nell'espressione di $y^\#$ non si discosta significativamente da 1; in caso contrario può essere utilizzato un semplice fattore correttivo F da applicare al Limite di rivelabilità calcolato con il modello classico per ottenere il Limite di rivelabilità del modello Bayesiano.

Tabella 1.24 – Fattore correttivo per ottenere il limite di rivelabilità del modello Bayesiano a partire da quello calcolato con il modello classico

| $u_{rel}(w)$ | F |
|--------------|--------|
| 1.0% | 1.0003 |
| 5.0% | 1.0068 |
| 10.0% | 1.0278 |
| 15.0% | 1.0648 |
| 20.0% | 1.1214 |
| 25.0% | 1.2035 |
| 30.0% | 1.3219 |

Appendice 4 - Elenco schede procedure

- MET_01 - Preparazione di matrici alimentari con e senza preconcentrazione
- MET_02 - Preparazione di campioni acquosi tramite evaporazione completa
- MET_03 - Preparazione di campioni acquosi tramite evaporazione parziale
- MET_04 - Prelievo e preparazione di campioni acquosi mediante resine a scambio ionico
- MET_05 - Preparazione di campioni solidi e acquosi per gelificazione
- MET_06 - Prelievo e preparazione del detrito minerale organico sedimentabile (DMOS) e di sedimenti
- MET_07 - Prelievo e preparazione di deposizioni umide e secche (fall-out)
- MET_08 - Preparazione di deposizioni umide e secche in presenza di ^{131}I
- MET_09 - Prelievo e preparazione di polveri totali sospese (PTS) in aria
- MET_10 - Prelievo e preparazione di radionuclidi in aria - Specifico per ^{131}I in fase gassosa
- MET_11 - Prelievo e preparazione di suolo
- MET_12 - Prelievo e preparazione di muschi
- MET_13 - Determinazione della concentrazione di attività di radionuclidi gamma emettitori in matrici alimentari e ambientali mediante spettrometria gamma ad alta risoluzione
- MET_14 - Determinazione della concentrazione di attività alfa e beta totale nelle polveri totali sospese tramite conteggio alfa totale e beta totale
- MET_15 - Determinazione della concentrazione di attività alfa e beta totale in matrici solide tramite conteggio alfa totale e beta totale
- MET_16 - Determinazione di ^{90}Sr nella dieta mista e negli alimenti solidi mediante estrazione e misura di ^{90}Y
- MET_17 - Determinazione di ^{90}Sr nel latte mediante estrazione e misura di ^{90}Y
- MET_18 - Determinazione di ^{90}Sr nelle acque mediante estrazione e misura di ^{90}Y
- MET_19 - Determinazione di ^{90}Sr in suoli e sedimenti mediante estrazione e misura di ^{90}Y
- MET_20 - Determinazione di ^{90}Sr nelle deposizioni mediante estrazione e misura di ^{90}Y
- MET_21 - Determinazione di ^{90}Sr nel latte mediante estrazione cromatografica e misura di ^{90}Sr
- MET_22 - Determinazione di ^{90}Sr nell'acqua mediante estrazione cromatografica e misura di ^{90}Sr
- MET_23 - Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio nelle acque mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_24 - Determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del plutonio nel suolo, DMOS e sedimenti mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_25 - Determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del plutonio nelle deposizioni umide e secche (fallout) mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_26 - Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio nelle acque mediante estrazione cromatografica e spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_27 - Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio nel suolo mediante estrazione cromatografica e spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_28 - Determinazione della concentrazione di attività alfa totale e beta totale nelle acque mediante scintillazione liquida
- MET_29 - Determinazione della concentrazione di attività di trizio nelle acque mediante scintillazione liquida
- MET_30 - Determinazione della massima concentrazione di trizio nelle acque potabili mediante scintillazione liquida (metodo di screening)
- MET_31 - Determinazione della concentrazione di attività di isotopi dell'uranio nelle acque mediante scintillazione liquida
- MET_32 - Determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori dell'uranio in acqua, mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_33 - Determinazione degli isotopi dell'uranio nelle acque mediante estrazione cromatografica e spettrometria alfa ad alta risoluzione
- MET_34 - Determinazione della concentrazione di attività di radio-226 nelle acque mediante scintillazione liquida
- MET_35 - Determinazione della concentrazione di attività di radio-226 in acque non saline mediante emanometria

MET_36 - Determinazione della concentrazione di attività di radon nelle acque mediante scintillazione liquida

MET_37 - Determinazione della concentrazione di attività di radon in acque non saline mediante emanometria

MET_38 - Determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del torio in acqua, mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione

MET_39 - Determinazione della concentrazione di attività del polonio-210 in acqua, mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione

MET_40 - Determinazione della concentrazione di attività di piombo-210 nelle acque mediante conteggio beta totale

MET_41 - Determinazione della concentrazione di attività di piombo-210 mediante separazione e conteggio beta totale di bismuto-210

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI MATRICI ALIMENTARI CON E SENZA PRECONCENTRAZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 01 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 3 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la preparazione di campioni di matrici alimentari e assimilabili, con e senza preconcentrazione. In particolare, ai fini dell'analisi gamma, la preconcentrazione è necessaria quando si debba migliorare il limite di rivelabilità: a titolo di esempio, l'analisi di un campione di circa 1 kg in geometria Marinelli da 1000 mL, per un tempo pari a 1000 minuti con un rivelatore HPGe con efficienza relativa del 30%, restituisce un limite di rivelabilità per il ^{137}Cs dell'ordine di 0,2 Bq/kg. Le matrici devono essere preliminarmente private di tutte le parti non edibili e di eventuali residui di terra; se necessario il campione deve essere reso omogeneo, sminuzzandolo in pezzi di 1-2 cm circa o frullandolo. Nel caso in cui si proceda alla preconcentrazione del campione occorre ridurre la massa ad esempio mediante essiccamento in stufa, seguito eventualmente da calcinazione allo scopo di migliorare ulteriormente il limite di rivelabilità. E' in genere necessario che la massa di campione fresco sia superiore a 2 kg per ottenere una quantità sufficiente di residuo essiccato o calcinato da sottoporre a prova.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

UNI 10136: 1992 – Determinazione di emettitori gamma in matrici agroalimentari e prodotti derivati

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a_i concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo (Bq/kg)
- c_i concentrazione per unità di volume del radionuclide i-esimo (Bq/L)
- ρ densità apparente dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg/dm^3)
- ρ_r densità apparente dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg/dm^3)
- M_f massa totale del campione fresco (kg)
- M_r massa totale del residuo (kg)
- m_r massa dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg)
- m massa dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg)
- v_r volume dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (L)
- v volume dell'aliquota di campione sottoposta a prova (L)
- v_n volume nominale del contenitore di misura (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Coltelli e forbici
- Teglie in acciaio inox
- Contenitore di misura
- Bilancia tecnica

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI MATRICI ALIMENTARI CON E SENZA PRECONCENTRAZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 01 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 3 | |

- Omogeneizzatore o mixer
- Stufa
- Muffola

7. Procedura operativa

7.1. Preparazione senza preconcentrazione

- Privare il campione delle parti non edibili e, se necessario, lavarlo con acqua corrente e sgocciolarlo come se fosse destinato al consumo. In particolare:
- privare il pesce di testa, coda, interiora e lisce (l'operazione è alquanto facilitata se il pesce è congelato);
- privare la carne di ossa e grasso in eccesso;
- privare frutta e verdura di buccia, semi, radici, gusci;
- privare le uova del guscio;
- omogeneizzare il campione tramite omogeneizzatore o mixer, ottenendo una polvere o un macinato, in funzione della natura del campione stesso (per campioni quali formaggi, carne e pesce essere sufficiente la riduzione in piccole parti da 1-2 cm tramite coltello o forbici). Se il campione è già omogeneo (ad esempio caffè, farina, confetture, miele, yogurt) introdurlo direttamente nel contenitore di misura;
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di campione pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v . Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v dell'aliquota sottoposta a prova con cilindri o beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m dell'aliquota sottoposta a prova e la densità apparente ρ come rapporto tra la massa m ed il volume v .

7.2 Preparazione con preconcentrazione

- Privare il campione delle parti non edibili e, se necessario, lavarlo con acqua corrente e sgocciolarlo come se fosse destinato al consumo;
- sminuzzare la parte edibile del campione in pezzi di 1-2 cm circa;
- determinare la massa totale M_f del campione fresco;
- pretrattare il campione tramite essiccazione e incenerimento;
- disporre il campione su teglie di acciaio inox in modo uniforme e con uno spessore dello strato di circa 1-2 cm;
- essiccare in stufa ventilata rimescolando periodicamente. L'essiccazione ha il solo scopo di ridurre il volume del campione eliminando l'acqua; dal momento che la massa essiccata non viene utilizzata per il calcolo della concentrazione di attività, i tempi di essiccazione e le temperature utilizzate non sono critiche (indicativamente a 80 °C per 12 – 36 ore). Va comunque evitata l'autocombustione del campione;
- per migliorare ulteriormente il limite di rivelabilità, incenerire il campione essiccato in muffola aumentando gradualmente la temperatura (ad esempio fino a circa 350 °C per almeno 5 ore);
- determinare la massa totale del residuo M_r ;
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di residuo pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v_r . Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova con cilindri o beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova e la densità apparente ρ_r come rapporto tra la massa m_r ed il volume v_r ;
- la massa m dell'aliquota di campione sottoposta a prova coincide con la massa totale del campione fresco M_f , o una sua frazione in funzione della massa di residuo m_r prelevata, secondo la relazione:

$$m = m_r \cdot M_f / M_r$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI MATRICI ALIMENTARI CON E SENZA PRECONCENTRAZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 01 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 3 | |

7.3 Preparazione di campioni disidratati da ricostituire (funghi secchi, latte in polvere etc.)

- Nel caso di prodotti concentrati o disidratati il Regolamento 733/2008 (modificato dal Regolamento 1409/2009) stabilisce che i livelli di riferimento per il radiocesio vanno riferiti al prodotto ricostituito, come pronto per il consumo, senza tuttavia specificare l'esatta procedura di reidratazione.
- I funghi secchi devono quindi essere reidratati, ponendoli per un'ora in un volume di acqua pari circa al doppio del loro volume; al termine di tale lasso di tempo i funghi vengono fatti sgocciolare per 30 minuti circa, pesati e quindi posti nel contenitore per l'analisi. Se si desidera eseguire la misura sul tal quale, occorre comunque riferire il risultato finale al peso del campione ricostituito, come pronto per il consumo.
- Per quanto riguarda il latte in polvere, il prodotto deve essere ricostituito seguendo le indicazioni del produttore.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di massa – o di volume – del radionuclide i-esimo a_i [Bq/kg] – o c_i [Bq/l] – riferita al campione fresco come pronto per il consumo.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI TRAMITE EVAPORAZIONE COMPLETA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 02 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 3 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la preparazione di campioni di acqua tramite evaporazione completa da sottoporre a misure di spettrometria gamma. Questa modalità di preparazione si applica per volumi da qualche litro a qualche decina di litri.

Inoltre viene descritta la metodica per la determinazione del ^{137}Cs in campioni di acqua di mare, utilizzabile per volumi di centinaia di litri.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

ISO 10703: 2007 Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- c_i concentrazione per unità di volume del radionuclide i-esimo (Bq/L)
- ρ_r densità apparente dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg/dm^3)
- M_r massa totale del residuo (kg)
- m_r massa dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg)
- v volume dell'aliquota di campione sottoposta a prova (L)
- v_r volume dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (L)
- v_n volume nominale del contenitore di misura (L)
- V volume totale del campione (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua di Grado 3 secondo ISO 3696
- Silice per cromatografia o altro materiale inerte
- Supporto AMP-SiO₂ (solo per ^{137}Cs nell'acqua di mare – vedi par. 5.2)

Nota:

per la preparazione del supporto AMP – SiO₂ seguire la seguente procedura:

- porre circa 240 g di gel di silice in una soluzione di 100 g di ammonio molibdato e 6 g di ammonio idrogeno fosfato in 400 mL di acqua deionizzata, agitando uniformemente;
- decantare per circa 2 ore e porre in stufa a 105 °C per un giorno;
- trasferire la polvere ottenuta in un Beaker contenente una soluzione di 10 g di ammonio nitrato in 300 ml di acido nitrico 3M, portare a 80 °C su piastra sotto agitazione e digerire per 3 ore a 80 °C;
- filtrare su telo di cotone in un contenitore da 2L e risciacquare il residuo con acqua deionizzata per rimuovere tutto l'AMP presente;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI TRAMITE EVAPORAZIONE COMPLETA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 02 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 3 | |

- *trasferire il residuo presente sul telo in un imbuto di Buchner, coprire con un altro telo e applicare il vuoto fino a secchezza;*
- *essiccare in stufa a 105 °C per un giorno ed eventualmente setacciare.*

Tutti i reagenti devono essere di grado analitico.

- Beaker
- Contenitore di misura
- Bilancia tecnica
- Piastra riscaldante con agitatore

7. Procedura operativa

7.1. Acque di superficie

- Determinare il volume totale del campione V;
- se il campione ha un residuo fisso inferiore a 100 mg/L oppure sono presenti solidi in sospensione aggiungere al campione una quantità di silice per cromatografia corrispondente al volume nominale v_n del contenitore di misura, allo scopo di ottenere un campione finale di volume pari a quello della geometria di analisi scelta;
- evaporare il campione a secco su piastra, sotto agitazione continua, in Beaker di capacità adeguata.
- determinare la massa totale del residuo M_r ;
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di residuo pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v_r . Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova con cilindri o Beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova e la densità apparente ρ_r come rapporto tra la massa m_r ed il volume v_r ;
- il volume v dell'aliquota di campione sottoposta a prova coincide con il volume totale del campione V, o una sua frazione in funzione della massa di residuo m_r prelevata, secondo la relazione $v = m_r \cdot V / M_r$.

Nel caso sia necessario eseguire la procedura di ritenzione dello iodio si rimanda alla scheda MET – 08.

7.2. Acqua di mare (determinazione di ^{137}Cs)

- Prelevare il campione (la presente metodica è valida per campioni pari a 100 L) e acidificarlo con HCl 37% fino a pH 2;
- determinare il volume totale del campione V;
- aggiungere 2 mL di una soluzione contenente 15 mg/mL di Cs^+ .
- portare il campione a pH 1 aggiungendo HCl 37%, aggiungere 33 g di AMP – SiO_2 , agitare per tre ore, lasciare decantare per due giorni;
- sifonare il surnatante, filtrare il precipitato di colore giallo con un imbuto Buchner e filtro a banda bianca e lavare con 500 mL di HNO_3 0.5 M;
- scartare la soluzione di lavaggio su cui si può eventualmente eseguire la determinazione di ^{90}Sr .
- sciogliere il precipitato con 500 mL di NaOH 5% e diluire a volume di un litro, introducendo il campione nel contenitore di misura. In questo modo si analizza il solo ^{137}Cs ;
- per l'analisi di spettrometria gamma è sufficiente far percolare il campione su una colonna contenente una resina a scambio ionico e poi procedere come descritto nella scheda MET-04.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI TRAMITE EVAPORAZIONE COMPLETA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 02 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 3 | |

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di volume del radionuclide i-esimo c_i [Bq/L].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI TRAMITE EVAPORAZIONE PARZIALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET – 03 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 2 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la preparazione di campioni di acqua tramite evaporazione parziale da sottoporre a misure di spettrometria gamma.

La presente modalità di preparazione si applica per volumi da qualche litro a qualche decina di litri.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

ISO 10703: 2007 Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- c_i concentrazione per unità di volume del radionuclide i -esimo (Bq(L))
- ρ densità apparente del campione evaporato (kg/dm^3)
- m massa del campione evaporato (kg)
- v volume del campione evaporato (L)
- v_n volume nominale del contenitore di misura (L)
- V volume totale del campione (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua di Grado 3 secondo ISO 3696
- Beaker
- Contenitore di misura
- Bilancia tecnica
- Piastra riscaldante con agitator

Nota:

Tutti i reagenti devono essere di grado analitico.

7. Procedura operativa

- Determinare il volume totale del campione V .
- Evaporare il campione su piastra, sotto agitazione continua, in Beaker di capacità adeguata sino al volume nominale v_n del contenitore di misura, aggiungendo eventualmente acqua.
- Introdurre nel contenitore di misura il campione evaporato determinandone il volume v . Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v del campione evaporato con cilindri o Beaker graduati e tarati.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI TRAMITE EVAPORAZIONE PARZIALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET – 03 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 2 | |

- Determinare la massa m del campione evaporato e la densità apparente ρ come rapporto tra la massa m ed il volume v .

Nota:

può essere necessario acidificare preventivamente il campione (ad esempio con HNO_3) per impedire la precipitazione di sali poco solubili (tipicamente carbonati) durante la preconcentrazione.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di volume del radionuclide i -esimo c_i [Bq/L].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI MEDIANTE RESINE A SCAMBIO IONICO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET – 04 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 4 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è il prelievo e la preparazione di campioni di acqua potabile di rete (e in generale di campioni senza solidi in sospensione) tramite arricchimento su resine a scambio ionico da sottoporre a misure di spettrometria gamma. La presente modalità di preparazione si applica per volumi da qualche decina di litri a qualche centinaia di litri. Vengono descritti i metodi di prelievo/pretrattamento a circuito aperto e chiuso. Il primo (circuito aperto senza dispositivo di prelievo in continuo) è adatto alla preconcentrazione di piccoli volumi d'acqua prelevati in modo istantaneo. Il secondo (circuito aperto con dispositivo di prelievo in continuo) è adatto al prelievo e trattamento in continuo di volumi di acqua in intervalli di tempo lunghi (tipicamente 1 mese). Il terzo (circuito chiuso) trova applicazione preferenziale al trattamento rapido (eventualmente "in situ") di elevati volumi d'acqua prelevati in modo istantaneo.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia, ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

Nessun riferimento

4. Simboli, definizioni e unità di misura

c_i concentrazione per unità di volume del radionuclide i-esimo (Bq/L)
 ρ densità apparente delle resine (kg/dm^3)
 m massa delle resine (kg)
 v volume delle resine (L)
 v_n volume nominale del contenitore di misura (L)
 V volume totale del campione (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua di grado 3 secondo ISO 3696
- Resine a scambio ionico a letto misto (ad esempio Amberlite MB6113) oppure resina cationica (ad esempio Purolite C100MBH) e resina anionica (ad esempio A200MBOH) separatamente
- Beaker
- Contenitore di misura
- Recipienti di materiale plastico di capacità adeguata
- Teglie in acciaio inox
- Tubi in materiale plastico e raccordi
- Pompa peristaltica
- Colonne cromatografiche dotate di setto poroso o cartucce industriali per il trattamento acque

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI MEDIANTE RESINE A SCAMBIO IONICO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET – 04 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 4 | |

- Bilancia tecnica

7. Procedura operativa

7.1. Circuito aperto (senza dispositivo per prelievo in continuo)

Nei sistemi a circuito aperto il passaggio dell'acqua avviene a basso flusso per gravità. Il sistema è composto da una colonna di capacità adeguata contenente la necessaria quantità di resina a scambio ionico ed eventualmente equipaggiata da un serbatoio per facilitare le operazioni di caricamento del campione.

- Impaccare ad umido la resina nella colonna evitando la formazione di bolle d'aria;
- caricare il campione d'acqua di volume (o massa) noto nella colonna o nel serbatoio;
- eluire con un flusso di circa 10-50 mL/min;
- passare al punto 5.4.

Nota:

per garantire una completa ritenzione dei cationi e degli anioni, il volume di resina impiegato dev'essere abbondantemente maggiore di quella stechiometricamente occorrente a captare i sali presenti. Se la resina è dotata di indicatore cromatico di saturazione (come ad esempio l'Amberlite MB 6113) al termine dell'eluizione circa 1/3 dovrebbe risultare non saturato.

Indicativamente per fissare 1g di sali occorrono 50 mL di resina Amberlite MB 6113, per cui, ad esempio per 10 L di acqua con residuo 0,1 g/L, 50 mL di resina sarebbero grossolanamente la quantità stechiometricamente necessaria e pertanto dovrebbero essere impiegati 75 mL di resina.

7.2. Circuito aperto (con dispositivo di prelievo in continuo)

- Assemblare il sistema di prelievo come da schema allegato (Figura 1);
- trasferire in un contenitore circa 1670 g (o la quantità necessaria a riempire la colonna di vetro tra il setto poroso inferiore ed il setto poroso superiore) di resina a scambio ionico Amberlite MB6113 (o equivalente);
- bagnare la resina con acqua distillata rimescolando fino all'assestamento del volume;
- trasferire la resina nella colonna cromatografica;
- chiudere la colonna con la testa serrando l'apposita flangia, appoggiando se possibile il diffusore a contatto della resina;
- aprire il rubinetto d'erogazione dell'acqua di rete collegato al serbatoio;
- avviare l'eluizione eliminando le bolle d'aria eventualmente formatesi;
- regolare il rubinetto d'eluizione in modo da ottenere un flusso inferiore a circa 5 mL/min;
- verificare il serbatoio di raccolta dell'eluato svuotandolo periodicamente ed annotare il volume o la massa d'acqua eliminata;
- verificare che non venga mai raggiunta la saturazione completa della resina, che contiene un indicatore cromatico che vira dal verde-blu all'arancione in caso di saturazione;
- passare al punto 7.4.

Nota:

la quantità di resina dipende dai volumi di acqua trattata e dal suo residuo fisso. Ad esempio, per l'acqua di Milano (residuo fisso 0,46 g/L c.a.) vengono normalmente impiegati circa 2700 mL di resina Amberlite MB6113 per 120 L di acqua (quantitativo mensile campionato).

7.3. Circuito chiuso

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI MEDIANTE RESINE A SCAMBIO IONICO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET – 04 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 4 | |

Nei sistemi a circuito chiuso il passaggio dell'acqua è garantito da una pompa peristaltica. Il sistema è composto da un solo recipiente di capacità adeguata raccordato alle colonne o cartucce contenenti le resine a scambio ionico.

- Prelevare un volume di resina pari al volume nominale v_n del contenitore di misura. Con 1 litro di resine a letto misto si possono trattare circa 100 litri di campione con conducibilità di 1000 $\mu\text{S}/\text{cm}$;
- introdurre la resina nelle colonne o cartucce, utilizzando eventualmente acqua;
- avviare il passaggio del campione attraverso il sistema di trattamento;
- nei sistemi a circuito chiuso avviare la pompa di ricircolo;
- attendere il termine del processo di arricchimento.
- Nei sistemi a circuito aperto si può assumere che la resa del processo sia pari al 100% sino al viraggio dell'indicatore cromatico di saturazione delle resine (ove presente). Il processo termina quando la frazione di resina non saturata risulta inferiore a $\frac{1}{4}$.
- Nei sistemi a circuito chiuso il processo termina quando il rapporto tra la conducibilità in uscita e la conducibilità iniziale è inferiore a 1%.

7.4. Preparazione della sorgente

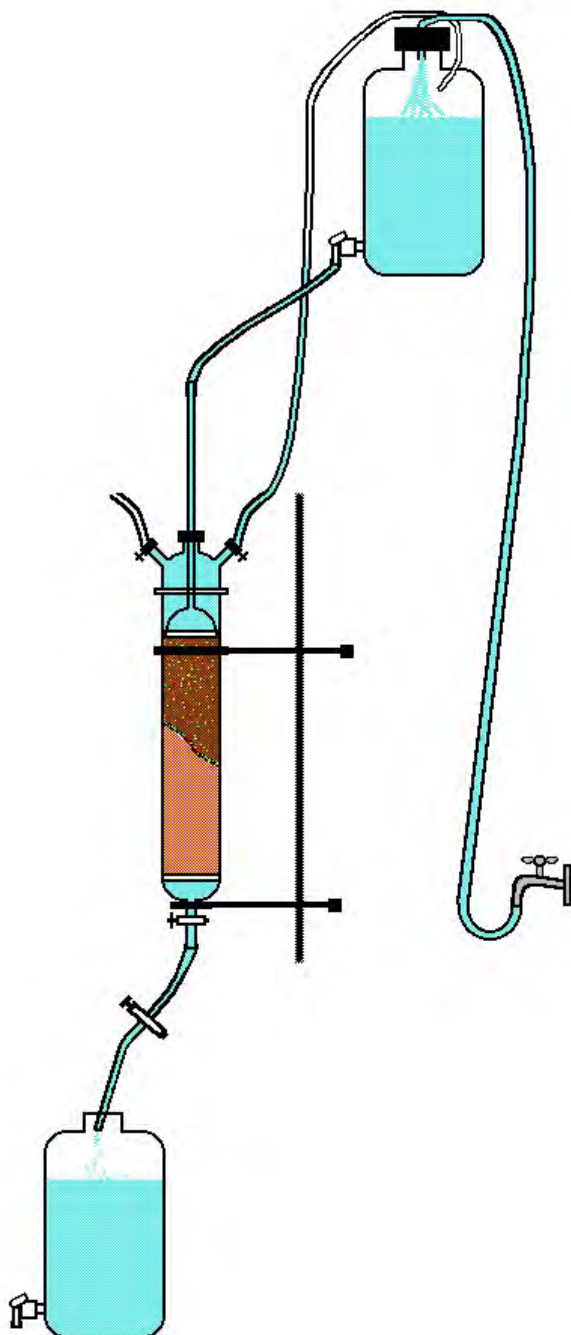
- Prelevare le resine dalle colonne o cartucce, utilizzando eventualmente acqua, ed eliminare l'eccesso d'acqua:
 - tramite essiccazione in stufa in teglie di acciaio inox a $(105 \pm 10)^\circ\text{C}$ per 24 ore;
 - tramite filtrazione sotto vuoto in imbuto Buchner;
- introdurre nel contenitore di misura le resine determinandone il volume v , aggiungendo eventualmente resina pulita, miscelando accuratamente, per raggiungere il volume nominale v_n del contenitore di misura. Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v delle resine con cilindri o Beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m delle resine e la densità apparente ρ come rapporto tra la massa m ed il volume v ;
- determinare il volume totale del campione V ;
- se sono eventualmente presenti solidi in sospensione filtrare il campione a $0,45 \mu\text{m}$.
- Il sistema di trattamento può essere a circuito aperto o a circuito chiuso.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di volume del radionuclide i -esimo c_i [Bq/L].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI CAMPIONI ACQUOSI MEDIANTE RESINE A SCAMBIO IONICO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET – 04 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 4 | |

Figura 1 – Dispositivo a circuito aperto per il prelievo in continuo



| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI SOLIDI E ACQUOSI PER GELIFICAZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 05 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 3 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del processo di gelificazione di campioni sia solidi che acquosi da sottoporre a spettrometria gamma al fine di costituire dei campioni omogenei in una specifica geometria. In particolar modo essa è applicabile a matrici solide essiccate il cui quantitativo risulta considerevolmente inferiore alla geometria di misura disponibile (es. 100 mL di matrice essiccata in geometria Marinelli da 1000 mL) oppure a matrici acquose in cui si debba fissare in maniera omogenea la fase solida presente in sospensione.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Umbria)

3. Riferimenti bibliografici

ISO 10703: 2007 Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a_i concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo (Bq/kg)
- c_i concentrazione per unità di volume del radionuclide i-esimo (Bq/L)
- m massa del campione (kg)
- v volume del campione (L)
- v_n volume nominale del contenitore di misura (L)

5. Principio del metodo

La tecnica si basa sull'aggiunta, nelle matrici secche, di un quantitativo prestabilito di agar solido (generalmente 1,5% m/v, o comunque secondo le specifiche del prodotto utilizzato) e di un volume d'acqua pari a quello della geometria di misura e di solo agar nelle matrici acquose. La soluzione ottenuta è quindi riscaldata sotto agitazione al fine di consentire lo scioglimento dell'agar e la distribuzione omogenea del materiale in sospensione. Raggiunto lo scioglimento, la soluzione, sempre sotto agitazione, è raffreddata rapidamente a temperatura prossima al punto di solidificazione dell'agar e quindi trasferita nel Beaker di misura.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Agar per batteriologia a basso contenuto di pigmenti e ceneri
- Acido benzoico
- Ancoretta magnetica
- Beaker in vetro
- Beuta
- Contenitore di misura (Beaker Marinelli o altro)
- Contenitore in vetro, cristallizzatore
- Vetro di orologio
- Bilancia tecnica

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI SOLIDI E ACQUOSI PER GELIFICAZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 05 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 3 | |

- Piastra riscaldante con agitatore, Sistema oscillante

7. Procedura operativa

7.1. Preparazione di matrici solide

- Pesare il campione precedentemente essiccato e polverizzato e trasferirlo in una beuta;
- introdurre l'ancoretta magnetica e aggiungere acqua distillata in volume pari alla geometria di misura prescelta (è possibile sospendere 5-100 g di materiale in 1000 mL di acqua). Nel caso si voglia conservare il campione aggiungere 5 g di acido benzoico;
- aggiungere circa 15 g di agar, o comunque secondo le specifiche del prodotto utilizzato.

7.2. Preparazione di matrici acquose

Trasferire il campione da gelificare, determinandone il volume v , in un Beaker di vetro ed aggiungere un quantitativo di agar pari all'1,5% m/v o comunque secondo le specifiche del prodotto utilizzato.

Nota:

nel caso si debba preconcentrare l'acqua per lenta evaporazione è possibile acidificare la matrice per impedire la precipitazione di sali insolubili. Tuttavia l'acidità della soluzione finale della soluzione finale non deve essere troppo elevata perché ciò impedirebbe la gelificazione (vedi paragrafo 8); il pH della soluzione finale dovrebbe essere inferiore a 2,2.

7.3. Gelificazione

- Scegliere un adeguato contenitore di misura, determinarne il volume v_n e porlo a raffreddare in congelatore;
- inserire l'ancoretta magnetica nel Beaker contenente la soluzione di cui ai punti 7.1 o 7.2;
- riscaldare la soluzione a temperatura superiore a 85°C (punto di fusione dell'agar) su piastra riscaldante attivando la funzione di agitazione ed eventualmente coprendo con un vetro di orologio, o altro, per evitare riduzione del volume del campione;
- attendere che l'agar sia completamente sciolto, quindi, sempre mantenendo l'agitazione costante, raffreddare la soluzione sino a 38-40 °C (punto di solidificazione dell'agar) utilizzando un sistema oscillante oppure la stessa piastra agitante. E' possibile accelerare il riscaldamento come il raffreddamento della soluzione allestendo un piccolo bagnomaria sopra la piastra agitante, immergendo il Beaker contenente la soluzione in un recipiente di vetro pieno di acqua calda o fredda a seconda dei casi;
- trasferire la soluzione nel contenitore di misura precedentemente raffreddato eventualmente utilizzando piccoli quantitativi di acqua distillata nel caso si debba aggiustare il volume finale del campione; posizionare il contenitore in congelatore per una decina di minuti per accelerare la solidificazione e limitare quanto più possibile la sedimentazione dei solidi in sospensione.

Nota:

occorrono circa 15 minuti per sciogliere completamente una soluzione da 500 mL a temperature intorno ai 90 °C.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di massa – o di volume – del radionuclide i -esimo a_i [Bq/kg] – o c_i [Bq/l] – riferita alla aliquota originaria di campione fresco sottoposta essiccazione o evaporazione.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI CAMPIONI SOLIDI E ACQUOSI PER GELIFICAZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 05 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 3 | |

9. Interferenze

La procedura non è applicabile a campioni risultanti da evaporazione di grossi quantitativi iniziali di acqua, per i quali siano stati impiegati elevati volumi di acido al fine della loro stabilizzazione.

L'acidità della soluzione finale del composto campione + agar non deve essere troppo elevata perché ciò impedirebbe la gelificazione; indicativamente sono accettabili valori di pH > 2,2.

Nota:

va valutata la capacità della procedura di trattenere lo iodio volatile nelle diverse matrici, in funzione anche della forma chimico fisica in cui è presente il radionuclide. In particolare, alcune verifiche su campioni di acque reflue contenenti ¹³¹I non hanno evidenziato perdite del radionuclide in oggetto.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DEL DETRITO MINERALE ORGANICO SEDIMENTABILE (DMOS) E SEDIMENTI | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 06 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 3 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione delle modalità di prelievo e preparazione del detrito minerale organico sedimentabile (DMOS) e sedimenti (lacustri e marini) da sottoporre a misure di spettrometria gamma.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 1995: Raccolta dei risultati dell'attività dei gruppi di lavoro delle Reti Nazionali. Roma maggio 1995

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a_i concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo riferita alla massa secca (Bq/kg)
- a_{if} concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo riferita alla massa fresca (Bq/kg)
- m_f massa dell'aliquota fresca (kg)
- m_s massa dell'aliquota essiccata (kg)
- m massa dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg)
- ρ densità apparente dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg/dm^3)
- r_{fs} rapporto massa fresca su massa secca
- v volume dell'aliquota di campione sottoposta a prova (L)
- v_n volume nominale del contenitore di misura (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Dispositivo di prelievo per DMOS (sacchetti di plastica, strisce in PVC, corda, galleggiante)
- Recipienti di capacità adeguata
- Sacchetti di plastica
- Contenitore di misura
- Dispositivi di protezione individuale (salvagente, casco e corda di lancio)
- Crogiolo di porcellana o vetrino da orologio
- Setaccio con maglie da 1 mm
- Bilancia tecnica
- Stufa ventilata
- Benna di piccole dimensioni per il prelievo dei sedimenti

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DEL DETRITO MINERALE ORGANICO SEDIMENTABILE (DMOS) E SEDIMENTI | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 06 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 3 | |

7. Procedura operativa

7.1. DMOS

Prelievo

- Localizzare i punti di prelievo nell'alveo principale del fiume in punti di facile accesso.
- effettuare il prelievo almeno ad 1-2 metri di profondità;
- effettuare il prelievo in corrispondenza del tratto superiore, mediano e inferiore, per corsi d'acqua minori è sufficiente eseguire un prelievo nella parte terminale del fiume. E' utile conoscere le caratteristiche morfologiche e idrologiche del corso d'acqua per la scelta dei punti e dei periodi di campionamento;
- il dispositivo di prelievo è costituito da due sacchetti di plastica inseriti uno dentro l'altro; su una faccia del sacchetto interno effettuare 3 tagli orizzontali, su una faccia del sacchetto esterno effettuare 3 tagli verticali; la lunghezza dei tagli è di circa 20 cm;
- all'interno dei due sacchetti inserire tre strisce in PVC con dimensioni 10 x 100 cm ripiegate a fisarmonica;
- comporre il dispositivo di prelievo legando insieme due sacchetti mediante una corda collegata a un galleggiante, utile anche per il recupero del campione;
- posizionare il dispositivo di prelievo in alveo (ed utilizzare un peso (ad esempio pietre, ciottoli) per evitare che la corrente trascini il campionatore);
- lasciare il campionatore / campionatori in alveo per un intervallo di tempo prestabilito e sufficiente a raccogliere una quantità di materiale dell'ordine di 1-2 kg (indicativamente 1-2 settimane); al termine del prelievo si può procedere con la fase di pretrattamento.

Pretrattamento

- Rimuovere tutti i residui vegetali ed eventuali corpi estranei e setacciare il campione tal quale a 1 mm, possibilmente sul luogo di prelievo;
- lasciar sedimentare il campione per almeno 12 ore in recipienti di capacità adeguata;
- eliminare l'acqua in eccesso tramite sedimentazioni successive. Per evitare la perdita di radionuclidi volatili quali lo iodio-131, il campione non viene essiccato;
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di campione pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v . Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v dell'aliquota sottoposta a prova con cilindri o Beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m dell'aliquota sottoposta a prova e la densità apparente ρ come rapporto tra la massa m ed il volume v .
- Determinare il rapporto massa fresca su massa secca r_{fs} :
 - prelevare un'aliquota di 10 g di campione disponendola in crogiolo di porcellana tarato o vetrino da orologio e determinarne la massa fresca m_f ;
 - essiccare in stufa ventilata a $(105 \pm 10)^\circ\text{C}$ fino a massa costante (da 24 a 48 ore in relazione all'umidità del campione);
 - determinare la massa secca m_s dell'aliquota;
 - calcolare il rapporto massa fresca su massa secca con la seguente formula:

$$r_{fs} = \frac{m_f}{m_s}$$

7.2. Sedimenti

Prelievo sedimenti

- Scegliere il punto di prelievo lontano da eventuali fonti di inquinamento, emissari o immissari e in zone con corrente a bassa turbolenza; per i sedimenti marini è meglio prediligere punti a turbolenza e

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DEL DETRITO MINERALE ORGANICO SEDIMENTABILE (DMOS) E SEDIMENTI | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 06 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 3 | |

- velocità delle acque ridotte;
- prelevare il sedimento utilizzando una benna di piccole dimensioni e inserirlo in appositi sacchetti o contenitori; prelevare almeno 1-2 kg di materiale.

Pretrattamento

Vedi pretrattamento DMOS.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo riferita al campione secco a_i [Bq/kg].

Vale la relazione: $a_i = a_{if} \cdot r_{fs}$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI DEPOSIZIONI UMIDE E SECCHIE (FALL-OUT) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 07 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 3 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione delle modalità di prelievo e preparazione di deposizioni umide e secche (fall-out) da sottoporre a misure di spettrometria gamma.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia, ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

ISO 10703: 2007 Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry

4. Simboli, definizioni e unità di misura

c_i concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo (Bq/m^2)
 M_r massa totale del residuo (kg)
 m_r massa dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg)
 s superficie dell'aliquota di campione sottoposta a prova (m^2)
 S superficie totale del campione (m^2)
 ρ_r densità apparente dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg/dm^3)
 v_r volume dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (L)
 v_n volume nominale del contenitore di misura (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti materiali e apparecchiature

- Acqua di Grado 3 secondo ISO 3696
- Recipienti di raccolta (vasche in acciaio inox o in plastica non porosa)
- Recipienti di capacità adeguata per la raccolta e lo stoccaggio del campione
- Recipienti per l'evaporazione (acciaio inox, vetro, teflon)
- Setaccio o griglia a maglie strette
- Beaker o cristallizzatore
- Contenitore di misura
- Piastra riscaldante
- Bilancia tecnica

7. Procedura operativa

7.1. Scelta dei punti di prelievo e prelievo del fall-out

- I punti di prelievo (possibilmente stazioni fisse) devono essere posizionati:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI DEPOSIZIONI UMIDE E SECCHIE (FALL-OUT) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 07 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 3 | |

- in spazi liberi, aperti, elevati (tetti, terrazze); l'imboccatura dei recipienti di raccolta deve essere posta ad almeno 2 m di altezza dal piano di campagna;
- in zone possibilmente prive di elevata polverosità e intenso traffico veicolare;
- se viene effettuato il prelievo del particolato atmosferico, posizionare i recipienti di raccolta del fall-out vicino al sistema di aspirazione;
- è opportuno registrare i dati meteorologici (piovosità, direzione e velocità del vento ecc.);
- per il prelievo utilizzare vasche di acciaio inox o recipienti in plastica non porosa; il numero e le dimensioni dei contenitori non sono vincolanti, purché l'area di raccolta abbia una superficie maggiore di 1 m²;
- versare sul fondo dei contenitori di raccolta acqua ad uso analitico, in modo da ottimizzare il prelievo di deposizioni secche;
- predisporre sulla bocca dei recipienti una griglia di protezione a maglie strette (2-3 cm) per evitare l'ingresso di corpi estranei (foglie, aghi di pino ecc.);
- verificare periodicamente che il contenuto dei recipienti non evapori completamente, eventualmente rabboccare con acqua ad uso analitico;
- in caso di precipitazioni molto abbondanti svuotare parzialmente i recipienti di raccolta durante il periodo di campionamento e raccogliere il campione in contenitori di stoccaggio;
- al termine del periodo di campionamento (tipicamente mensile) raccogliere il campione in recipienti di capacità adeguata, lavando accuratamente i recipienti di raccolta con acqua ad uso analitico;
- riunire tutte le deposizioni in recipienti per lo stoccaggio e procedere con le successive fasi di pretrattamento.

7.2. Pretrattamento

- Procedere alla filtrazione, se non effettuata in fase di prelievo, con un setaccio per eliminare materiali grossolani (foglie, etc.);
- concentrare per lenta evaporazione il campione in recipienti di acciaio inox o vetro, posti su piastra riscaldante o bagno a sabbia, avendo cura di non mandare completamente a secco il campione;
- raccogliere tutto il materiale aderente alle pareti del recipiente;
- trasferire il campione concentrato in un Beaker o cristallizzatore di vetro e mandarlo a secco per lenta evaporazione su piastra riscaldante. E' anche possibile trasferire il campione in un recipiente di teflon, riducendo il volume per lenta evaporazione in stufa a 105 °C e successivamente liofilizzarlo;
- determinare la massa totale del residuo M_r ;
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di residuo pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v_r . Se il contenitore di misura non è tarato, determinare preliminarmente il volume v_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova con cilindri o Beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova e la densità apparente ρ_r come rapporto tra la massa m_r ed il volume v_r ;
- nel caso in cui il contenitore di misura sia di dimensioni ridotte e l'aliquota di residuo sottoposta a prova molto piccola, è possibile non determinare la densità dell'aliquota di residuo, essendo ininfluenza ai fini dell'analisi. E' sufficiente introdurre l'aliquota di residuo nel contenitore di misura e procedere con la misura;
- la superficie s dell'aliquota di campione sottoposta a prova coincide con la superficie totale del campione S , o una sua frazione in funzione della massa di residuo m_r prelevata, secondo la relazione $s = m_r \cdot S / M_r$.

Nota:

è anche possibile dotare il laboratorio di evaporatori a riscaldamento indiretto per grandi volumi (attrezzatura per cucine di tipo industriale)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI DEPOSIZIONI UMIDE E SECICHE (FALL-OUT) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 07 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 3 | |

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo c_i [Bq/m^2].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI DEPOSIZIONI UMIDE E SECHE IN PRESENZA DI ¹³¹I | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 08 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 2 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la preparazione di campioni di deposizioni umide e secche (fall-out) con ritenzione dello iodio da sottoporre a misure di spettrometria gamma. Tale procedura è applicabile in caso di emergenza radiologica.

La presente modalità di preparazione si applica per volumi da qualche litro a qualche decina di litri.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia, ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

ISO 10703: 2007 Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry

4. Simboli e definizioni e unità di misura

- c_i concentrazione per unità di superficie del radionuclide i -esimo (Bq/m²)
- M_r massa totale del residuo (kg)
- m_r massa dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg)
- s superficie dell'aliquota di campione sottoposta a prova (m²)
- S superficie totale del campione (m²)
- ρ_r densità apparente dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (kg/dm³)
- v_r volume dell'aliquota di residuo sottoposta a prova (L)
- v_n volume nominale del contenitore di misura (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti materiali e apparecchiature

- Acqua di Grado 3 secondo ISO 3696
- Acido solforico concentrato (H₂SO₄ 95%, $\rho = 1,84$ g/mL)
- Acido nitrico concentrato (HNO₃ 69%, $\rho = 1,42$ g/mL)
- Soluzione di nitrato d'argento (AgNO₃ 3,2 g/L)
- Sciogliere 3,2 g di nitrato d'argento in acqua acidificata con 0,1 mL di acido nitrico e diluire fino a un volume totale di 1 l con acqua
- Soluzione di ioduro di potassio (KI 1,3 g/L)
- Sciogliere 1,3 g di ioduro di potassio (KI) in 1 L d'acqua
- Solfito di sodio (Na₂SO₃)
- Soluzione di perossido di idrogeno (H₂O₂, 100 vol, 30% m/m)
- Soluzione di carbonato di sodio (Na₂CO₃), soluzione satura a 20 °C
- Beaker
- Contenitore di misura

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PREPARAZIONE DI DEPOSIZIONI UMIDE E SECHE IN PRESENZA DI ¹³¹I | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 08 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 2 | |

- Piastra riscaldante con agitatore
- Bilancia tecnica
- Reagenti e apparecchiature descritte nella scheda MET – 07

Nota:

tutti i reagenti devono essere di grado analitico.

7. Procedura operativa

- Procedere come descritto nella scheda MET – 07 per le fasi di prelievo e pretrattamento del materiale;
- determinare il volume totale del campione V;
- per la ritenzione dello iodio aggiungere al campione, sotto agitazione, 10 mL di soluzione di ioduro di potassio, 0,1 g di solfito di sodio e 5 mL di acido solforico concentrato per litro di campione. Dopo 5 minuti di agitazione, aggiungere 10 mL di soluzione di nitrato d'argento e 10 mL di soluzione di perossido di idrogeno per litro. Aggiustare il pH a 9 aggiungendo una sufficiente quantità di soluzione satura di Na₂CO₃;
- evaporare il campione fino a secchezza. Le modalità operative sono descritte nella scheda MET – 02.
- determinare la massa totale del residuo M_r;
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di residuo pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v_r. Se il contenitore di misura non è tarato, determinare preliminarmente il volume v_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova con cilindri o Beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m_r dell'aliquota di residuo sottoposta a prova e la densità apparente ρ_r come rapporto tra la massa m_r ed il volume v_r;
- nel caso in cui il contenitore di misura sia di dimensioni ridotte e l'aliquota di residuo sottoposta a prova molto piccola, è possibile non determinare la densità dell'aliquota di residuo, essendo ininfluenza ai fini dell'analisi. E' sufficiente introdurre l'aliquota di residuo nel contenitore di misura e procedere con la misura;
- la superficie s dell'aliquota di campione sottoposta a prova coincide con la superficie totale del campione S, o una sua frazione in funzione della massa di residuo m_r prelevata, secondo la relazione $s = m_r \cdot S / M_r$.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo c_i [Bq/m²].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI ARIA - POLVERI TOTALI SOSPESE (PTS) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-09 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 2 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione delle modalità di prelievo e preparazione di particolato atmosferico raccolto su filtro da sottoporre a misure di spettrometria gamma. Il particolato atmosferico o PTS (polveri totali sospese) è costituito da materiale non gassoso in sospensione nell'aria. Le particelle sospese possono essere costituite da composti organici o inorganici di origine antropica, materiale organico proveniente da vegetali, materiale inorganico prodotto da agenti naturali e dall'erosione del suolo. Nelle aree urbane il particolato può avere origine da lavorazioni industriali, dagli impianti di riscaldamento, dall'usura dell'asfalto, degli pneumatici, dei freni e dalle emissioni di scarico degli autoveicoli.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia, ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 2000: "Sistema nazionale conoscitivo e dei controlli in campo ambientale. Guida tecnica sulle misure di radioattività ambientale derivanti dall'adeguamento dei relativi insiemi di dati" Centro Tematico Nazionale Agenti Fisici (CTN AGF) Doc. AGF-T-GTE-00-02

4. Simboli, definizioni e unità di misura

c_i concentrazione per unità di volume del radionuclide i-esimo (Bq/m^3)
 V volume di campione aspirato (m^3)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Filtri (in fibra di vetro, carta, acetato o nitrato di cellulosa)
- Contenitore di misura
- Stazione di prelievo

7. Procedura operativa

7.1. Prelievo

- Localizzare i punti di prelievo secondo i seguenti criteri:
 - la stazione di prelievo deve essere posta ad un'altezza di almeno 2 m dal suolo e preferibilmente in spazi aperti lontano da ostacoli ed edifici (tetti, giardini, terrazzi);
 - evitare aree ad elevato traffico e polverosità.
- Il sistema di aspirazione deve essere protetto dagli agenti atmosferici. E' inoltre utile predisporlo in

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI ARIA - POLVERI TOTALI SOSPESE (PTS) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-09 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 2 | |

prossimità del sistema per la raccolta della deposizione umida e secca (fallout) per avere le stesse condizioni di prelievo. E' opportuno registrare i dati meteorologici (piovosità, direzione e velocità del vento ecc.);

- i sistemi di aspirazione possono essere a medio-basso volume (portata di 30-140 litri/minuto) e ad alto volume (portata > 140 litri/minuto). I sistemi a medio-basso volume possono essere utilizzati per i prelievi routinari; i sistemi ad alto volume permettono di ottenere elevate sensibilità di misura e di campionare grandi volumi in breve tempo e possono essere utilizzati in caso di emergenze radiologiche;
- al termine del periodo di prelievo prelevare il filtro, annotare data e ora di inizio e fine prelievo, ed il volume aspirato V. Il filtro è già pronto per la fase di misura.

7.2. Pretrattamento

- Inserire il filtro nel contenitore di misura, avendo cura di non asportare durante la manipolazione il materiale aspirato;
- l'analisi radiometrica può essere eseguita sul campione giornaliero o su pacchetti di filtri relativi a periodi settimanali o mensili;
- è importante lasciar passare almeno un'ora tra l'ora di prelievo e l'ora di inizio misura per lasciar decadere i radionuclidi a vita breve;
- nel caso di filtri ottenuti mediante sistemi di aspirazione a medio-basso volume è sufficiente inserire il filtro nel contenitore di misura (le dimensioni sono in genere compatibili);
- nel caso di filtri ottenuti mediante sistemi di aspirazione ad alto volume è necessario ripiegare o ritagliare il filtro più volte in modo da introdurlo nel contenitore di misura.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di volume aspirato del radionuclide i-esimo c_i [Bq/m^3].

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI ARIA - SPECIFICO PER ¹³¹ I IN FASE GASSOSA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-10 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/3/2014 | |
| | | Pagina 1 di 2 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione delle modalità di prelievo ad alto volume di radionuclidi gassosi in aria tramite filtrazione su letto di carboni attivi. Vengono inoltre definite le modalità di pretrattamento del campione da sottoporre a spettrometria gamma.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 2000: "Sistema nazionale conoscitivo e dei controlli in campo ambientale. Guida tecnica sulle misure di radioattività ambientale derivanti dall'adeguamento dei relativi insiemi di dati" Centro Tematico Nazionale Agenti Fisici (CTN AGF) Doc. AGF-T-GTE-00-02

4. Simboli, definizioni e unità di misura

Valgono le definizioni elencate nella scheda MET-09

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Carbone attivo granulare (tipo NORIT RKJ 1) specifico per la captazione di radionuclidi gassosi e contenitore di prelievo
- Contenitore di misura
- Campionatore ad alto volume

7. Procedura operativa

7.1. Prelievo

- Utilizzare un filtro specifico per il campionamento di gas radioattivi in atmosfera costituito da due letti sovrapposti contenenti il carbone attivo;
- posizionare il filtro specifico sulla testa di prelievo del campionatore ad alto volume, inserendolo al di sotto del filtro utilizzato per il campionamento del particolato atmosferico;
- all'inizio del periodo di prelievo ciascun letto del contenitore è riempito di carbone attivo fresco; la frequenza di prelievo del campione dipende dalle esigenze del monitoraggio e può essere aumentata in caso di emergenza radiologica;
- annotare data e ora di inizio del prelievo.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI ARIA - SPECIFICO PER ¹³¹I IN FASE GASSOSA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-10 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/3/2014 | |
| | | Pagina 2 di 2 | |

7.2. Pretrattamento

- Al termine del periodo di prelievo annotare data e ora di fine del prelievo e il volume V di campione aspirato;
- travasare il carbone attivo presente in ciascuno letto in due contenitori di misura diversi e opportunamente contrassegnati;
- il dato di concentrazione viene ricavato dalla misura dello strato superiore. Lo strato inferiore funge da strato di controllo e non deve essere presente ¹³¹I in quantità misurabile. In caso contrario va riesaminato il sistema e tenuto conto dell'efficienza di trattenimento.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso come concentrazione per unità di volume aspirato del radionuclide i-esimo c_i [Bq/m³].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI SUOLO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 11 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 3 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione delle modalità di prelievo e preparazione di campioni di suolo da sottoporre a misure di spettrometria gamma. In particolare l'obiettivo è quello di separare la frazione di terra fine da sottoporre ad analisi, in quanto è questa la componente che trattiene in misura preponderante i radionuclidi (con l'ovvia eccezione di quelli naturalmente presenti).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia, ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

- USDA United States Department of Agriculture Agriculture Handbook, Natural Resources Conservation Service Number 436, Soil Taxonomy, Second Edition, 1999
- ISO 18589-2:2007: Measurement of radioactivity in the environment - Soil Guidance for the selection of the sampling strategy, sampling and pre-treatment of samples
- ISO 18589-3:2007: Measurement of radioactivity in the environment - Soil Measurement of gamma-emitting radionuclides

4. Simboli, definizioni e unità di misura

Terra fine: particelle con diametro inferiore a 2 mm (frazione passante a 2 mm)

Scheletro: particelle con diametro superiore a 2 mm (frazione non passante a 2 mm)

a_i concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo (Bq/kg)

c_i concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo (Bq/m²)

M_s massa totale del campione essiccato (kg)

M_{sk} massa totale dello scheletro (kg)

M_t massa totale della terra fine (kg)

m massa dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg)

ρ densità apparente dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg/dm³)

S superficie totale di prelievo (m²)

v volume dell'aliquota di campione sottoposta a prova (L)

v_n volume nominale del contenitore di misura (L)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Trivella o trincea o tubo spaccato a seconda del metodo di prelievo
- Mazza, falcetto, forbici, vanga, cazzuola, coltello
- Bindella, righello
- Sacchetti in plastica
- Pennarello, nastro adesivo

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI SUOLO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 11 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 3 | |

- Contenitore di misura
- Teglie (in acciaio inox se il campione deve essere essiccato in stufa)
- Mortaio e pestello
- Setaccio con maglie da 2 mm
- Bilancia tecnica
- Stufa ventilata

7. Procedura operativa

7.1. Prelievo

- Scegliere i punti di prelievo in un'area aperta, pianeggiante, indisturbata, con copertura del suolo erbosa, lontano da edifici, alberi, strade con elevato traffico, impluvi o zone di ristagno idrico;
- scegliere la modalità di prelievo più adeguata (trivella, sagoma o trincea, tubo spaccato);
- falciare erba e piccoli arbusti alla minima altezza possibile (non farlo nel caso di fallout recente); conservare le radici all'interno del campione per evitare di rimuovere parte del suolo;
- indipendentemente dalla modalità di prelievo scelta, trasferire i campioni in sacchetti di plastica, chiuderli bene ed identificare univocamente il campione.

7.2. Pretrattamento

- Rimuovere pietre, sassi e tutti i residui vegetali dal campione;
- disporre il campione su teglie di acciaio inox in modo uniforme e con uno spessore dello strato di circa 1-2 cm;
- essiccare fino a massa costante; l'essiccazione può essere effettuata all'aria o, accelerata, in stufa ventilata a (40 ± 5) °C (da 24 a 48 ore in relazione all'umidità del campione);
- determinare la massa totale M_{sk} dello scheletro;
- disgregare il campione con mortaio e pestello (per la disgregazione del campione possono essere utilizzati mezzi meccanici quali omogeneizzatori, mixer, mulini a palle, ecc...);
- setacciare il campione a 2 mm per separare la terra fine;
- essiccare fino a massa costante in stufa ventilata a (105 ± 10) °C (da 24 a 48 ore in relazione all'umidità del campione). Nel caso debbano essere eseguite misure di radionuclidi volatili, è preferibile essiccare a (40 ± 5) °C (da 24 a 48 ore in relazione all'umidità del campione);
- determinare la massa totale della terra fine M_t e del campione totale M_s (vale la relazione $M_s = M_t + M_{sk}$);
- introdurre nel contenitore di misura un'aliquota di terra fine pari al volume nominale v_n del contenitore determinandone il volume v . Se il contenitore di misura non è tarato determinare preliminarmente il volume v dell'aliquota sottoposta a prova con cilindri o beaker graduati e tarati;
- determinare la massa m dell'aliquota sottoposta a prova e la densità apparente ρ come rapporto tra la massa m ed il volume v .

Nota:

qualora si ritenesse utile ottenere una maggior omogeneità del campione, o comunque una granulometria più fine per esigenze analitiche specifiche (ad esempio misure alfa totale o beta totale), è preferibile effettuare sulla frazione fine la frantumazione totale in mulino a palle e setacciatura a 200 μm .

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI SUOLO | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 11 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 3 | |

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione deve essere espresso in una delle due modalità seguenti:

- concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo riferita al campione essiccato a_i [Bq/kg];
- concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo c_i [Bq/m²].

Tra le due modalità di espressione vale la relazione:

$$c_i = \frac{M_s - M_{sk}}{S} a_i = \frac{M_t}{S} a_i$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI MUSCHI | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 12 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 2 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione delle modalità di prelievo e preparazione di muschi da sottoporre a misure di spettrometria gamma. Vengono campionati muschi appartenenti a specie che formano tappeti (muschi pleurocarpi). La parte inferiore del tappeto è costituita da materiale proveniente dal muschio in decomposizione e poggia direttamente sul substrato minerale, mentre la parte superiore è formata da fusticini del muschio fittamente addensati. Le specie appartenenti ai generi Hypnum e Isoetecium soddisfano questi requisiti.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 1995: Raccolta dei risultati dell'attività dei gruppi di lavoro delle Reti Nazionali. Roma maggio 1995

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a_i concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo (Bq/kg)
- c_i concentrazione per unità di superficie del radionuclide i-esimo (Bq/m²)
- m massa dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg)
- ρ densità apparente dell'aliquota di campione sottoposta a prova (kg/dm³)
- S superficie totale di prelievo (m²)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Attrezzi per il prelievo (coltelli, palette ecc.)
- Sacchetti di carta o di plastica
- Contenitore di misura
- Forbici
- Righello
- Bilancia tecnica

7. Procedura operativa

7.1. Prelievo

- I siti di campionamento vanno scelti in base alle esigenze di monitoraggio, cercando di rappresentare il territorio di indagine nella sua totalità;
- sono preferibili i siti posti nelle vicinanze di stazioni meteorologiche dotate di pluviometro;
- per ogni sito vanno prelevati 15 campioni di muschio, di spessore non inferiore a 1 cm;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | PRELIEVO E PREPARAZIONE DI MUSCHI | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 12 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 2 | |

- vanno scelti i muschi che crescono su rocce o sassi e la superficie del campione deve essere di almeno 100 cm² e posta orizzontalmente;
- sono da evitare i muschi che crescono verticalmente o al riparo dalle precipitazioni atmosferiche;
- è meglio effettuare la raccolta con clima asciutto.

7.2. Pretrattamento

- Lasciare asciugare all'aria i campioni (potranno essere necessari anche più giorni);
- ritagliarli in forme geometriche di superficie nota (rotonde o quadrangolari). In questo modo l'incertezza sulla superficie totale campionata in un sito diventa trascurabile nel computo dell'incertezza globale sul risultato;
- successivamente i campioni vanno ripuliti, con l'aiuto di pinzette, da frammenti di terriccio, aghi di conifere e altre impurità, facendo attenzione a non rimuovere le parti inferiori del tappeto di muschio;
- stimare con l'aiuto di un righello la superficie delle porzioni che saranno misurate e sommarle per ottenere la superficie totale S;
- i campioni vanno quindi spezzettati in pezzi di circa 1 cm², senza perdere il materiale che si polverizza dalla parte inferiore secca del tappeto di muschio, rimescolati delicatamente a mano e sistemati in un beaker di Marinelli (i frammenti di materiale o il materiale polverizzato vanno possibilmente inframmezzati ai pezzetti di muschio);
- occorre comprimere il materiale per avvicinarsi il più possibile alla densità di taratura o effettuare le opportune correzioni.

8. Espressione dei risultati

Il risultato delle misure sul campione sono normalmente espressi come attività per unità di superficie del radionuclide i-esimo c_i [Bq/m²].

Se non è possibile stimare la superficie il risultato delle misure sul campione può essere espresso come concentrazione per unità di massa del radionuclide i-esimo riferita al campione secco a_i [Bq/kg].

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 8 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo del metodo è la determinazione qualitativa e quantitativa della concentrazione di radionuclidi gamma-emettitori in matrici alimentari e ambientali mediante spettrometria gamma ad alta risoluzione con rivelatori al germanio iperpuro (HPGe).

Il presente metodo si applica potenzialmente a tutti i radionuclidi caratterizzati da emissioni gamma di energia compresa nell'intervallo di funzionamento del rivelatore, indicativamente:

- da 50 keV a 2 MeV, per rivelatori di tipo p;
- da 5 keV a 2 MeV, per rivelatori di tipo n.

Il campo di prova adottato dal laboratorio potrà essere compreso in uno dei due intervalli precedenti in funzione delle tarature effettuate. Un elenco indicativo dei radionuclidi determinabili tramite il presente metodo è riportato nella tabella seguente (alcuni di essi potrebbero essere esclusi se l'energia delle emissioni gamma non dovesse essere compresa nel campo di prova adottato):

| | | | | | | |
|---------|--------|--------|--------|---------|--------|---------|
| Ac-228 | Ce-139 | Eu-155 | Kr-87 | Pb-212 | Se-75 | U-235 |
| Ag-108 | Ce-141 | Fe-59 | Kr-88 | Pb-214 | Sn-113 | W-187 |
| Ag-110m | Ce-143 | Ga-67 | La-140 | Pr-144 | Sr-85 | Xe-131m |
| Am-241 | Ce-144 | Gd-153 | Lu-177 | Ra-224 | Sr-91 | Xe-133m |
| Am-243 | Cl-38 | Hf-181 | Mn-54 | Ra-226 | Ta-182 | Xe-135 |
| Ar-41 | Co-56 | Hg-203 | Mn-56 | Rb-86 | Tb-160 | Xe-138 |
| As-76 | Co-57 | I-125 | Mo-99 | Rb-89 | Tc-99m | Y-88 |
| Au-198 | Co-58 | I-131 | Na-22 | Rh-106m | Te-131 | Y-91m |
| Ba-133 | Co-60 | I-132 | Na-24 | Rn-222 | Te-132 | Yb-175 |
| Ba-140 | Cr-51 | I-133 | Nb-94 | Ru-103 | Th-227 | Zn-65 |
| Be-7 | Cs-134 | I-134 | Nb-95 | Ru-106 | Th-228 | Zr-95 |
| Bi-207 | Cs-136 | I-135 | Nd-147 | Sb-122 | Th-229 | |
| Bi-212 | Cs-137 | In-111 | Np-237 | Sb-124 | Th-232 | |
| Bi-214 | Cs-138 | K-40 | Np-239 | Sb-125 | Th-234 | |
| Br-82 | Eu-152 | K-42 | Pa-234 | Sb-126 | Tl-201 | |
| Cd-109 | Eu-154 | Kr-85m | Pb-210 | Sc-46 | Tl-208 | |

Il presente metodo si applica a tutti le matrici che, dopo adeguati processi di trattamento, restituiscono campioni omogenei e per i quali sia disponibile una opportuna sorgente di taratura oppure fattori correttivi che tengano conto di eventuali differenze di densità e composizione chimica. Il metodo si applica in particolare a matrici alimentari ed ambientali, tra le quali sono inclusi anche i filtri (cellulosa, fibra di vetro, etc.) impiegati per il campionamento del particolato atmosferico e della contaminazione superficiale rimovibile.

In termini di attività il limite inferiore del campo di prova è indicativamente pari a 0,1 Bq per il cesio-137, assunto come radionuclide di riferimento (valore riferito ad un campione da 1 kg in contenitore di Marinelli da 1 L e ad un rivelatore HPGe con efficienza relativa del 30%), ma è variabile in funzione delle specifiche condizioni di misura (efficienza del rivelatore, quantità del campione, geometria di misura, durata dell'acquisizione, etc.). Il limite superiore del campo di prova si può considerare indicativamente pari a 20 kBq, corrispondente a un rateo di conteggio inferiore a 2000 s⁻¹, valore al di sotto del quale, secondo la norma ASTM D7282-06, sono trascurabili gli effetti di somma casuale. In termini di concentrazione di attività, ovvero di attività per unità di misura del campione (Bq/m³, Bq/m²,

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 8 | |

Bq/kg), i limiti del campo di prova dipendono dal tipo di matrice e dalla quantità analizzata, pertanto non possono essere stabiliti a priori.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Piemonte, ARPA Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- ASTM D7282-06 – Standard Practice for Set-up, Calibration, and Quality Control of Instruments Used for Radioactivity Measurements
- Sima O., “Photon attenuation for samples in Marinelli Beaker geometry: an analytical computation”, Health Physics, 62, (1992)

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| a | attività di un radionuclide gamma emettitore per unità di massa, volume o superficie (Bq/kg, Bq/L, Bq/m ³ , Bq/cm ² o Bq/m ²) |
| m | massa del campione analizzato (kg) |
| λ | probabilità di decadimento del radionuclide (s ⁻¹) |
| E | energia di emissione gamma (keV) |
| y | abbondanza di emissione del fotone gamma di energia E |
| C _N | conteggi netti del picco fotoelettrico di energia E |
| C _F | conteggi di fondo ad energia E |
| ϵ | efficienza di rivelazione per fotoni di energia E |
| T | durata della misura (s) – tempo live |
| t _c | durata della misura (s) – tempo real |
| t _w | tempo intercorso tra la data di inizio misura e la data di prelievo del campione (s) |
| u _{rip} | incertezza di ripetibilità, valore relativo |
| u(a) | incertezza composta sull'attività specifica (Bq/kg, Bq/L, Bq/m ³ , Bq/cm ² o Bq/m ²) |
| U(a) | incertezza estesa sull'attività specifica (Bq/kg, Bq/L, Bq/m ³ , Bq/cm ² o Bq/m ²) |
| a [*] | soglia di decisione (Bq/kg, Bq/L, Bq/m ³ , Bq/cm ² o Bq/m ²) |
| a [#] | limite di rivelabilità o minima attività rivelabile - MAR (Bq/kg, Bq/m ² , Bq/m ³ ...) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'interazione tra i fotoni gamma emessi dai radionuclidi presenti nei campioni da analizzare e il cristallo semiconduttore di germanio iperpuro.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 8 | |

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

I reagenti, i materiali e le apparecchiature necessarie per la preparazione dei campioni sono riportati nelle specifiche schede di preparazione (da MET-01 a MET-12). Si riportano di seguito i materiali necessari per l'esecuzione delle misure.

6.1. Sorgenti di taratura e materiali di riferimento

- Per la taratura in energia: sorgenti radioattive multi picco con emissioni gamma tali da ricoprire tutto l'intervallo di energie di interesse.
- Per la taratura in efficienza: sorgenti radioattive multi picco con emissioni gamma tali da ricoprire tutto l'intervallo di energie di interesse, con valori di attività certificati e riferibili a standard nazionali o internazionali. L'incertezza tipo (1 sigma) associata ad ogni riga di emissione certificata deve essere inferiore al 5%.
- Per i controlli di corretto funzionamento: materiali radioattivi con almeno 3 emissioni gamma distribuite sull'intervallo di energia di interesse e che diano garanzie di stabilità nel tempo (ad esempio una sorgente puntiforme di europio-152).

6.2. Materiali

Contenitori per i campioni da sottoporre a misura, in materiale preferibilmente plastico, di differenti capacità, in generale a simmetria cilindrica, ad esempio:

- Beaker di Marinelli (da 0,5, 1 o 2 dm³)
- Beaker cilindrici (di capacità da 0,1 a 0,25 dm³)
- Capsule di Petri

Per le misure in cui occorre garantire l'impermeabilità al radon-222 utilizzare contenitori a tenuta (ad esempio in acciaio, vetro, teflon).

Nota:

alcuni tipi di materiali, come il vetro, possono dare un contributo aggiuntivo al fondo.

6.3. Apparecchiature

Linee spettrometriche così composte:

- Rivelatore a semiconduttore (HPGe) raffreddato a circa 80 K
- Preamplificatore
- Pozzetto in piombo schermante
- Alimentatore per moduli NIM
- Generatore di alta tensione
- Amplificatore
- Convertitore analogico digitale (ADC)
- Memoria multicanale (MCB)

Per la strumentazione di recente realizzazione alcuni degli elementi citati possono essere integrati in un unico apparato.

Ai fini analitici, parte integrante del sistema di acquisizione ed elaborazione dati è costituita da un personal computer e dal software di emulazione e di gestione delle determinazioni radiometriche.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 8 | |

7. Procedura operativa

7.1. Tarature

Ogni linea spettrometrica deve essere tarata rispetto alle seguenti grandezze:

- energia della radiazione gamma rivelata;
- forma del picco (risoluzione – FWHM - ed asimmetria) in funzione dell'energia;
- efficienza di rivelazione in condizioni geometriche (dimensione e geometria della sorgente e disposizione relativa sorgente-rivelatore) e di densità definite.

Per tutte queste operazioni utilizzare sorgenti multigamma che contengano, indicativamente, almeno 5 picchi di emissione distribuiti sull'intero intervallo di energia.

Taratura in energia e forma del picco

- Acquisire uno spettro della sorgente di taratura per un tempo sufficiente a garantire che l'area netta di ogni picco di interesse sia maggiore di 10000 conteggi;
- impostare amplificatore e ADC in modo tale da comprendere tutto l'intervallo di energia di interesse; ad esempio, se si utilizza un analizzatore multicanale a 8192 canali e l'intervallo energetico arriva fino a 2 MeV, ogni canale corrisponde indicativamente a 0,25 keV.

La taratura in energia e forma del picco è preliminare a qualunque utilizzo della catena spettrometrica e deve essere verificata periodicamente attraverso controlli di corretto funzionamento e l'uso di carte di controllo; in caso di necessità (shift dei picchi – cadute di tensione), si procede ad una nuova taratura oppure all'eventuale riposizionamento dei picchi e ad una verifica della taratura.

Taratura in efficienza

La taratura in efficienza del rivelatore è necessaria all'analisi quantitativa dei campioni. Essa deve essere effettuata per le condizioni di misura necessarie (geometria, densità, etc.) e ripetuta ogni qualvolta l'esito dei controlli di qualità evidenzia variazioni nella risposta in efficienza del rivelatore (ad esempio a seguito di interventi di riparazione o manutenzione).

Acquisire uno spettro della sorgente di taratura certificata per un tempo sufficiente a garantire che i picchi di emissione gamma di interesse abbiano aree nette pari almeno a 10000 conteggi.

Fare riferimento ai software di analisi e costruire la curva di taratura in efficienza.

La taratura viene verificata periodicamente attraverso controlli di corretto funzionamento e l'uso di carte di controllo; la taratura in efficienza è valida fino a quando l'esito dei controlli soddisfa i criteri di accettabilità (vedi ad esempio norma ASTM D7282-06). Eventuali anomalie devono essere attentamente approfondite allo scopo di definire le contromisure necessarie (eventuale ritaratura o intervento di manutenzione straordinaria).

In caso di sostituzione di un elemento della catena elettronica deve essere effettuato un controllo di qualità al fine di verificare che non sia intervenuta nessuna variazione significativa.

7.2. Misure di fondo ambientale e/o bianco

E' necessario acquisire preliminarmente spettri di fondo che devono essere utilizzati per la sottrazione del fondo ambientale e/o del bianco (inteso come contributo al fondo della eventuale matrice di supporto).

Se i campioni non richiedono una matrice di supporto la misura di fondo viene eseguita a pozzetto vuoto, in caso contrario (es. acqua potabile filtrata su resina, particolato atmosferico aspirato su filtro) si eseguono misure con il supporto di campionamento pulito, nelle medesime condizioni geometriche del campione.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 8 | |

La durata dell'acquisizione degli spettri di fondo/bianco non deve essere inferiore a quella prevista per il campione.

La misura deve essere ripetuta con frequenza adeguata alle esigenze del laboratorio (indicativamente almeno trimestrale); si deve comunque avere cura di ricostituire il campione di bianco e di ripetere la misura ogni qualvolta viene sostituito il lotto del materiale di supporto in uso.

La misura del fondo/bianco consente anche di individuare eventuali contaminazioni del sistema di misura.

7.3. Preparazione dei campioni

Per il pretrattamento e la predisposizione dei campioni per la misura (inclusa la scelta del contenitore) fare riferimento alle specifiche procedure (da MET-01 a MET-12).

7.4. Esecuzione della misura

La misura può essere effettuata quando sono disponibili:

- taratura in energia;
- taratura in efficienza;
- spettro di fondo/bianco relativo alla geometria ed al substrato di campionamento utilizzato.

Nota:

Se il campione finale non è sufficiente per raggiungere la geometria stabilita per l'analisi gamma, è possibile applicare al risultato dell'analisi correzioni numeriche o, in alternativa, ricondursi al volume desiderato aggiungendo un materiale inerte (ad esempio gel di silice) o gelificando (vedi MET-05). Valutare la compatibilità del procedimento scelto con le eventuali ulteriori analisi radiochimiche da effettuarsi sul campione.

Valutare anche la disponibilità di curve di taratura adeguate in funzione della densità del campione, e in alternativa applicare fattori di correzione numerica o riportarsi sperimentalmente alla densità desiderata (ad esempio inumidendo il campione nel caso di campioni polverosi con densità inferiore ad 1).

L'esecuzione della misura consiste nell'introdurre il contenitore all'interno del pozzetto di misura, inserendo, attraverso il software di gestione della catena strumentale, i seguenti dati:

- identificativo unico del campione;
- taratura in efficienza;
- indicazione del fondo/bianco da sottrarre;
- massa del campione (o volume o superficie);
- data di riferimento a cui riportare le concentrazioni misurate;
- libreria di analisi (definita in funzione dei radionuclidi da determinare);
- tempo di conteggio.

I tempi di conteggio dipendono dai limiti di rivelabilità richiesti, dall'aliquota di campione sottoposta a prova, dalla matrice e dalle apparecchiature utilizzate.

La libreria di analisi deve essere costruita con particolare attenzione e deve comprendere, oltre ai radionuclidi selezionati in base alle esigenze della specifica analisi, anche i radionuclidi potenzialmente interferenti. Nel caso di radionuclidi con più emissioni gamma selezionare, indicativamente, le emissioni principali.

Al termine dell'acquisizione è necessario memorizzare lo spettro ottenuto e provvedere alla successiva elaborazione tramite software tenendo conto delle correzioni impostate, delle possibili interferenze spettrali e dell'eventuale contributo del fondo strumentale.

Verificare che la posizione dei picchi di riferimento (ad esempio il potassio-40) rientri all'interno della finestra di identificazione del software di analisi.

7.5. Analisi quantitativa dello spettro

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 8 | |

L'analisi quantitativa dello spettro di emissione gamma viene gestita da un opportuno software di analisi e prevede le seguenti fasi:

- individuazione dei picchi di emissione gamma la cui area netta (una volta effettuata la sottrazione del fondo geometrico) soddisfi la soglia statistica predefinita;
- sottrazione (previa normalizzazione della durata delle misure) del fondo/bianco;
- attribuzione delle righe gamma individuate ai radionuclidi presenti nella libreria di analisi, correzione per efficienza e calcolo delle rispettive attività e delle incertezze di misura (secondo gli algoritmi propri del software di analisi), applicando le eventuali correzioni per autoassorbimento e/o somma per coincidenza;
- calcolo del limite di rivelabilità per i radionuclidi presenti nella libreria di analisi;
- compilazione di un elenco delle righe di emissione gamma non identificate, in quanto non attribuibili ad alcuno dei radionuclidi presenti nella libreria di analisi;
- produzione del report di analisi.

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolo dell'attività specifica del campione

La concentrazione di attività a di ciascun radionuclide identificato nel campione, riferita alla data di prelievo del campione si calcola utilizzando la seguente formula:

$$a = \frac{C_N \cdot \lambda t_c}{m \cdot \varepsilon \cdot y \cdot T \cdot (1 - e^{-\lambda t_c})} \cdot e^{\lambda t_w}$$

In funzione della tipologia di matrice, il risultato può essere espresso in termini di attività per unità di massa, volume o superficie (Bq/kg, Bq/L, Bq/m³, Bq/cm² o Bq/m²), sostituendo alla massa m il volume o la superficie alla quale riferire l'attività misurata.

8.2. Incertezza associata alla concentrazione di attività del campione

All'incertezza di misura possono contribuire le seguenti componenti:

- incertezza statistica di conteggio;
- incertezza dei dati nucleari in libreria;
- incertezza dovuta alla taratura in efficienza;
- incertezza sulla quantità di campione;
- incertezza dovuta alla correzione per autoassorbimento (ove attivata la relativa correzione);
- incertezza dovuta alla correzione per somma per coincidenza (ove attivata la relativa correzione).

All'incertezza possono contribuire ulteriori componenti, che tengano conto di ogni altra fonte di incertezza non ricompresa tra i contributi sopra citati (ad esempio incertezza di campionamento, incertezza dovuta al riempimento del contenitore di analisi, contributo allo scarto tipo di ripetibilità non spiegato dall'incertezza statistica di conteggio o contributo dovuto alle prestazioni strumentali).

Sono in generale considerati trascurabili i contributi dovuti alle misure dei tempi di acquisizione; nel caso in cui non lo fossero possono essere trattati come contributi addizionali.

I contributi sono sommati in quadratura per ottenere l'incertezza composta $u(a)$, che può essere calcolata, per esempio, con la seguente formula:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 8 | |

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(C_N)}{C_N}\right)^2 + \left(\frac{u(y)}{y}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza del metodo è espressa in termini di incertezza estesa U(a) calcolata utilizzando il fattore di copertura k=2 che corrisponde, nell'ipotesi di distribuzione normale, ad un livello di copertura pari circa al 95%.

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

9. Limiti caratteristici

La soglia di decisione a^* si calcola come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_F} \cdot \lambda t_c}{m \cdot \varepsilon \cdot y \cdot T \cdot (1 - e^{-\lambda t_c})} \cdot e^{\lambda t_w}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), si esprime per convenzione assumendo α (errore di prima specie) = β (errore di seconda specie) = 0,05 ed è riferito alla data di prelievo del campione. Viene calcolato per ogni campione e per ogni radionuclide dal software di analisi. In funzione del software ci sono diversi approcci possibili. Ne esemplifichiamo due:

Modello classico (Currie):

$$a^\# = \frac{(4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71) \cdot \lambda t_c}{m \cdot \varepsilon \cdot y \cdot T \cdot (1 - e^{-\lambda t_c})} \cdot e^{\lambda t_w}$$

Modello Bayesiano (ISO 11929:2010):

$$a^\# = \frac{(4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71) \cdot \lambda t_c}{m \cdot \varepsilon \cdot y \cdot T \cdot (1 - e^{-\lambda t_c})} \cdot e^{\lambda t_w} \cdot \frac{1}{1 - 2,71 \cdot \sqrt{\left[\left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(C_N)}{C_N}\right)^2 + \left(\frac{u(y)}{y}\right)^2 + u_{rip}^2\right]}}$$

10. Controllo qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità, che deve comprendere almeno:

- verifica periodica della taratura in energia e della forma del picco;
- verifica periodica dell'efficienza;
- verifica periodica del metodo attraverso uso di MRC, materiali marcati, oppure partecipazione a confronti interlaboratorio.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI RADIONUCLIDI GAMMA EMETTITORI IN MATRICI ALIMENTARI E AMBIENTALI MEDIANTE SPETTROMETRIA GAMMA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 13 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 8 | |

11. Interferenze

Due (o più) radionuclidi danno origine a fenomeni di interferenza quando hanno righe di emissione gamma con energie così simili da non essere sperimentalmente distinguibili. Quando almeno uno dei due radionuclidi ha altre righe di emissione gamma visibili nello spettro, l'interferenza è risolvibile ed è possibile stimare il contributo di ogni radionuclide al picco prodotto dall'interferenza. In caso contrario l'interferenza non è risolvibile ed i radionuclidi che la producono non possono essere quantificati.

Un'ulteriore fonte di interferenza è data dal contributo Compton delle emissioni gamma a energia più elevata, che provoca un innalzamento del fondo geometrico e di conseguenza un peggioramento del limite di rivelabilità per i radionuclidi con emissioni gamma ad energia inferiore.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE NELLE POLVERI TOTALI SOSPESE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 14 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione della modalità di preparazione e misura di particolato atmosferico (polveri totali sospese) raccolto su filtro, da sottoporre a conteggio alfa totale e beta totale. E' applicabile a filtri ottenuti mediante sistemi di aspirazione a medio-basso volume e ad alto volume.

La misura consente la rivelazione di livelli anomali di radioattività in aria, anche se non permette l'identificazione dei singoli radionuclidi alfa o beta emettitori.

2. Classificazione

Metodo CTN – AGF AB 01

3. Riferimenti bibliografici

ANPA (Agenzia Nazionale Protezione dell'Ambiente), 2000: "Sistema nazionale conoscitivo e dei controlli in campo ambientale. Guida tecnica sulle misure di radioattività ambientale derivanti dall'adeguamento dei relativi insiemi di dati" Centro Tematico Nazionale Agenti Fisici (CTN AGF) Doc. AGF-T-GTE-00-02

4. Simboli, definizioni e unità di misura

Particolato atmosferico o PTS (polveri totali sospese): è costituito da materiale non gassoso in sospensione nell'aria. Le particelle sospese possono essere costituite da composti organici o inorganici di origine antropica, materiale organico proveniente da vegetali, materiale inorganico prodotto da agenti naturali e dall'erosione del suolo. Nelle aree urbane il particolato può avere origine da lavorazioni industriali, dagli impianti di riscaldamento, dall'usura dell'asfalto, degli pneumatici, dei freni e dalle emissioni di scarico degli autoveicoli.

PM₁₀: particelle con diametro aerodinamico compreso tra i 2.5 e i 10 µm.

PM_{2.5}: particelle con diametro aerodinamico inferiore a 2.5 µm.

E' possibile misurare il campione di PTS o di solo PM₁₀ o PM_{2.5} cambiando le teste di prelievo.

Interferenza o misclassificazione α : frazione dei conteggi prodotti da particelle alfa che sono registrati erroneamente nel canale di conteggio beta quando si misura un emettitore alfa puro;

Interferenza o misclassificazione β : frazione dei conteggi prodotti da particelle beta che sono registrati erroneamente nel canale di conteggio alfa quando si misura un emettitore beta puro.

| | |
|---------------------|---------------------------------------------------------------------|
| $C_{S\alpha}$ | numero dei conteggi lordi della sorgente di taratura alfa |
| $C_{S\beta}$ | numero dei conteggi lordi della sorgente di taratura beta |
| $C_{L\alpha}$ | numero dei conteggi lordi del campione nel canale di conteggio alfa |
| $C_{L\beta}$ | numero dei conteggi lordi del campione nel canale di conteggio beta |
| $C_{F\alpha}$ | numero dei conteggi di bianco nel canale di conteggio alfa |
| $C_{F\beta}$ | numero dei conteggi di bianco nel canale di conteggio beta |
| A_{α} | attività dello standard di taratura alfa (Bq) |
| A_{β} | attività dello standard di taratura beta (Bq) |
| t | durata della misura (s) |
| ϵ_{α} | efficienza di rivelazione alfa |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE NELLE POLVERI TOTALI SOSPESE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 14 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

| | |
|--------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------|
| ε_{β} | efficienza di rivelazione beta |
| $C_{\alpha \rightarrow \beta}$ | numero di conteggi beta misurati quando viene conteggiato uno standard di taratura alfa emettitore |
| C_{α} | numero di conteggi alfa quando viene conteggiato uno standard di taratura alfa emettitore |
| τ | parametro di interferenza o misclassificazione |
| $C_{N\alpha}$ | numero dei conteggi netti del campione nel canale di conteggio alfa |
| $C_{N\beta}$ | numero dei conteggi netti del campione nel canale di conteggio beta |
| V | volume di campione aspirato (m^3) |
| c_{α} | concentrazione di attività alfa totale (Bq/m^3) |
| c_{β} | concentrazione di attività beta totale (Bq/m^3) |
| $u(c_{\alpha})$ | incertezza tipo composta della concentrazione di attività alfa totale (Bq/m^3) |
| $u(c_{\beta})$ | incertezza tipo composta della concentrazione di attività beta totale (Bq/m^3) |
| $U(c_{\alpha})$ | incertezza estesa della concentrazione di attività alfa totale (Bq/m^3) |
| $U(c_{\beta})$ | incertezza estesa della concentrazione di attività beta totale (Bq/m^3) |
| k | fattore di copertura |
| c^* | soglia di decisione (Bq/m^3) |
| $c^{\#}$ | limite di rivelabilità (Bq/m^3) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'aspirazione del particolato atmosferico mediante una pompa, facendolo depositare su un filtro di vari materiali (fibra di vetro, carta, acetato o nitrato di cellulosa) da prelevare giornalmente. Il metodo non prevede un pretrattamento particolare, in quanto il filtro viene messo a contare in un contatore proporzionale a flusso di gas o in un contatore solido a scintillazione con possibilità di discriminazione alfa/beta.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Filtri di vari materiali (fibra di vetro, carta, acetato o nitrato di cellulosa) di diametro compatibile con quello del rivelatore, scelti in base all'esperienza del laboratorio
- Sorgenti di taratura certificate di alfa emettitori e beta emettitori
- Stazione di prelievo per l'aspirazione del particolato atmosferico
- Contatore proporzionale a flusso di gas o contatore solido a scintillazione con possibilità di discriminazione alfa/beta

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

Per il prelievo e pretrattamento del campione si rimanda alla scheda MET-09; in generale il conteggio alfa totale e beta totale viene eseguito sullo stesso filtro sul quale è stata effettuata la misura di spettrometria gamma.

All'atto del prelievo del filtro determinare il volume V di campione aspirato; se il filtro ha dimensioni maggiori rispetto a quelle del rivelatore è opportuno ritagiarlo fino a una dimensione adeguata al rivelatore stesso; per la fase di misura è sufficiente introdurre il filtro sul piattello portacampione e procedere con il conteggio. Prima del conteggio alfa totale e beta totale è necessario aspettare almeno 120 ore dal momento del prelievo, per fare decadere la radioattività naturale a breve emivita.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE NELLE POLVERI TOTALI SOSPESE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 14 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

7.2. Misura radiometrica

Le attività alfa e beta totali per unità di volume sono determinate contando i campioni per un idoneo tempo di misura. Le stesse condizioni di misura e la stessa strumentazione devono essere utilizzate per la misura di campione, bianco e sorgenti di taratura. Il tempo di conteggio da utilizzare dipende dai ratei di conteggio di campione e fondo e dalla sensibilità di misura che si desidera ottenere.

I conteggi lordi alfa e beta, rispettivamente $C_{L\alpha}$ e $C_{L\beta}$, devono essere entrambi corretti per il contributo del bianco; il conteggio lordo beta devono essere corretti per il parametro di interferenza o misclassificazione alfa-beta.

7.3. Preparazione e misura del bianco

Effettuare una misura di bianco utilizzando filtri puliti; è opportuno impostare un tempo di misura uguale al tempo di conteggio dei campioni, determinando conteggio di bianco $C_{F\alpha}$ e $C_{F\beta}$ nelle finestre alfa e beta rispettivamente.

Nota:

per applicare le formule riportate nei paragrafi successivi la durata delle misure del campione di fondo deve essere uguale alla durata delle misure dei campioni dalle quali il fondo deve essere sottratto.

7.4. Preparazione della sorgente di taratura

Per effettuare la taratura sono necessarie una sorgente di taratura alfa e una sorgente di taratura beta.

Le sorgenti di taratura vanno scelte in base ai radionuclidi che si presume siano presenti in maggior quantità nel particolato.

Per la taratura alfa si possono utilizzare sorgenti di ^{241}Am , ^{243}Am o uranio. La presenza di fotoni gamma a bassa energia non comporta un'apprezzabile distorsione del valore dell'efficienza alfa. La differente energia delle particelle alfa tra i radionuclidi indicati può invece generare valori di efficienza leggermente diversi. Se si utilizza uranio, che ha energia alfa inferiore rispetto ai transuranici, si tende a sovrastimare l'attività di questi ultimi.

Per la taratura beta si può utilizzare una sorgente di $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$, correggendo eventualmente per il decadimento radioattivo. Si può fare anche uso di preparati di KCl, sfruttando le emissioni beta del ^{40}K ; in questi casi può essere opportuno verificare il contributo all'efficienza dovuto ai raggi gamma ad alta energia del ^{40}K .

L'efficienza di conteggio e l'incertezza associata vengono determinate usando una sorgente di taratura costituita da un filtro tracciato con una sorgente di riferimento, preparata da istituti di metrologia o dal laboratorio stesso. La preparazione delle sorgenti può essere difficoltosa, in quanto prevede la distribuzione uniforme della sorgente liquida sul filtro con una pipetta. Il filtro deve asciugare senza piegarsi o accartocciarsi. L'alternativa più comoda è l'acquisto di filtri tracciati con sorgenti certificate a cura di istituti di metrologia.

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura dell'efficienza di rivelazione

Sottoporre a misura la sorgente certificata di attività nota A_α e incertezza $u(A_\alpha)$ per un tempo di conteggio adeguato in modo da ottenere almeno 10^4 conteggi.

Calcolare il valore dell'efficienza di rivelazione alfa ϵ_α :

$$\epsilon_\alpha = \frac{(C_{S\alpha} - C_{F\alpha})}{t \cdot A_\alpha}$$

Stimare l'incertezza tipo $u(\epsilon_\alpha)$ associata ad ϵ_α :

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE NELLE POLVERI TOTALI SOSPESE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 14 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

$$u(\varepsilon_\alpha) = \varepsilon_\alpha \cdot \sqrt{\left(\frac{\sqrt{C_{S_\alpha}^2 + C_{F_\alpha}^2}}{C_{S_\alpha} - C_{F_\alpha}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_\alpha)}{A_\alpha}\right)^2}$$

Sottoporre a misura la sorgente certificata di attività nota A_β e incertezza $u(A_\beta)$ per un tempo di conteggio adeguato in modo da ottenere almeno 10^4 conteggi.

Calcolare il valore dell'efficienza di rivelazione beta ε_β :

$$\varepsilon_\beta = \frac{(C_{S_\beta} - C_{F_\beta})}{t \cdot A_\beta}$$

Stimare l'incertezza tipo $u(\varepsilon_\beta)$ associata ad ε_β :

$$u(\varepsilon_\beta) = \varepsilon_\beta \cdot \sqrt{\left(\frac{\sqrt{C_{S_\beta}^2 + C_{F_\beta}^2}}{C_{S_\beta} - C_{F_\beta}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_\beta)}{A_\beta}\right)^2}$$

Nota:

in entrambe le espressioni sull'incertezza associata all'efficienza si assume che il contributo dell'incertezza associata alla durata della misura t sia trascurabile.

Calcolare il parametro di interferenza o misclassificazione alfa – beta, τ , secondo la seguente equazione:

$$\tau = \frac{C_{\alpha \rightarrow \beta}}{C_\alpha}$$

8.2. Concentrazione di attività del campione e incertezza composta ed estesa

L'attività alfa totale per unità di volume, c_α , si calcola secondo la seguente equazione:

$$c_\alpha = \frac{C_{N\alpha}}{\varepsilon_\alpha \cdot t \cdot V}$$

Stimare l'incertezza composta $u(c_\alpha)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(c_\alpha) = c_\alpha \cdot \sqrt{\left(\frac{u(C_{N\alpha})}{C_{N\alpha}}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon_\alpha)}{\varepsilon_\alpha}\right)^2 + \left(\frac{u(V)}{V}\right)^2}$$

L'incertezza estesa $U(c_\alpha)$ (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(c_\alpha) = k \cdot u(c_\alpha)$$

L'attività beta totale per unità di volume, c_β , si calcola secondo la seguente equazione:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE NELLE POLVERI TOTALI SOSPESE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 14 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

$$c_{\beta} = \frac{C_{N\beta} - \tau \cdot C_{N\alpha}}{\varepsilon_{\beta} \cdot t \cdot V}$$

Stimare l'incertezza composta $u(c_{\beta})$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(c_{\beta}) = c_{\beta} \cdot \sqrt{\left(\frac{u(C_{N\beta})}{(C_{N\beta} - \tau \cdot C_{N\alpha})}\right)^2 + \left(\frac{C_{N\alpha} \cdot u(\tau)}{C_{N\beta} - \tau \cdot C_{N\alpha}}\right)^2 + \left(\frac{\tau \cdot u(C_{N\alpha})}{C_{N\beta} - \tau \cdot C_{N\alpha}}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon_{\beta})}{\varepsilon_{\beta}}\right)^2 + \left(\frac{u(V)}{V}\right)^2}$$

L'incertezza relativa di τ , $u(\tau)$, si calcola secondo la seguente equazione:

$$u(\tau) = \sqrt{u(C_{\alpha \rightarrow \beta}) + u(C_{\alpha})}$$

L'incertezza estesa $U(c_{\beta})$ (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(c_{\beta}) = k \cdot u(c_{\beta})$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione per la concentrazione alfa totale, c_{α}^* si esprime come segue:

$$c_{\alpha}^* = \frac{2.33 \cdot \sqrt{C_{F\alpha}}}{\varepsilon_{\alpha} \cdot t \cdot V}$$

La soglia di decisione per la concentrazione beta totale, c_{β}^* si esprime – in forma approssimata – come segue:

$$c_{\beta}^* \cong \frac{2.33 \cdot \sqrt{C_{F\beta}} + \tau \cdot C_{N\alpha}}{\varepsilon_{\beta} \cdot t \cdot V}$$

Nota:

l'espressione non approssimata della soglia di decisione per la concentrazione beta totale è riportata in MET-15.

Il limite di rivelabilità $c_{\alpha}^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), si esprime come segue:

$$c_{\alpha}^{\#} = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_{F\alpha}} + 2,71}{\varepsilon_{\alpha} \cdot t \cdot V}$$

Il limite di rivelabilità $c_{\beta}^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), si esprime – in forma approssimata – come segue:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE NELLE POLVERI TOTALI SOSPESE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 14 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

$$c_{\beta}^{\#} \cong \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_{F\beta}} + 2,71 + \tau \cdot C_{N\alpha}}{\varepsilon_{\beta} \cdot t \cdot V}$$

Nota:

l'espressione non approssimata del limite di rivelabilità per la concentrazione beta totale è riportata in MET-15.

10. Controllo di qualità del metodo

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE IN MATRICI SOLIDE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 15 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione di un metodo di stima dell'attività alfa totale e beta totale in campioni di suolo. La norma di riferimento (ISO 18589-6: 2009) descrive le modalità di preparazione per campioni di suolo, ma può essere estesa a matrici con caratteristiche simili, quali sedimenti, DMOS, fanghi. L'utilità di questa procedura è duplice: permette di fare uno screening su un elevato numero di campioni e di indirizzare le successive analisi di approfondimento sui campioni con maggiore attività, individuando le metodiche più adatte.

2. Classificazione

Metodo normato

3. Riferimenti bibliografici

ISO 18589-6 (2009) Measurement of gross alpha and gross beta activities

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| m | massa del campione sottoposto a prova (kg) |
| A_{α} | attività dello standard di taratura alfa emettitore (Bq) |
| A_{β} | attività dello standard di taratura beta emettitore (Bq) |
| t_g | durata della misura del campione (s) |
| t_0 | durata della misura del fondo (s) |
| $t_{s\alpha}$ | durata della misura dello standard di taratura alfa emettitore (s) |
| $t_{s\beta}$ | durata della misura dello standard di taratura beta emettitore (s) |
| $r_{g\alpha}$ | rateo di conteggio lordo nella finestra α (s^{-1}) |
| $r_{g\beta}$ | rateo di conteggio lordo nella finestra β (s^{-1}) |
| $r_{0\alpha}$ | rateo di conteggio del fondo nella finestra α (s^{-1}) |
| $r_{0\beta}$ | rateo di conteggio del fondo nella finestra β (s^{-1}) |
| $r_{s\alpha}$ | rateo di conteggio dello standard di taratura alfa emettitore (s^{-1}) |
| $r_{s\beta}$ | rateo di conteggio dello standard di taratura beta emettitore (s^{-1}) |
| $r_{s\alpha \rightarrow \beta}$ | rateo di conteggio beta misurato quando viene conteggiato uno standard di taratura alfa emettitore (s^{-1}) |
| c_{α} | concentrazione di attività alfa totale (Bq/kg) |
| c_{β} | concentrazione di attività beta totale (Bq/kg) |
| ϵ_{α} | efficienza di rivelazione alfa |
| ϵ_{β} | efficienza di rivelazione beta |
| τ | parametro di interferenza |
| u | incertezza tipo composta |
| c^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $c^{\#}$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |
| terra fine: | particelle con diametro inferiore a 2 mm (frazione passante a 2 mm) |
| scheletro: | particelle con diametro superiore a 2 mm (frazione non passante a 2 mm) |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE IN MATRICI SOLIDE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 15 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- macinazione del campione (suolo, DMOS, fango, sedimento) fino a una granulometria di 200 µm e deposizione di un'aliquota su un piattello portacampione, sul quale viene distribuita nel modo più uniforme e sottile possibile e fissata mediante un apposito agente fissante;
- l'attività alfa totale e beta totale sono determinate utilizzando un contatore proporzionale a flusso di gas o un contatore solido a scintillazione.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

Tutti i reagenti sono di grado analitico e devono essere conservati a temperatura ambiente; i reagenti da utilizzare sono i seguenti:

- Solvente per sgrassare i piattelli
- Agente fissante (ad esempio in commercio si trova il nitrato di cellulosa Parlodion[®], diluizione 10 g/L in acetone)
- Piattelli portacampione in acciaio inox, con diametro adatto allo strumento di misura
- Mixer o mortaio o mulino a palle
- Bilancia analitica
- Contatore proporzionale a flusso di gas o contatore solido a scintillazione, dotati di un circuito per la discriminazione alfa/beta

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

Per ottenere l'aliquota di campione da sottoporre a prova seguire i seguenti passaggi:

- pretrattare il campione come descritto nella scheda MET-11, fino a separare la terra fine dallo scheletro;
- prelevare un'aliquota di terra fine e macinarla finemente (con mixer, mortaio o mulino a palle), fino a ottenere una polvere con granulometria 200 µm. Se si utilizza un mulino a palle, regolare numero di giri e tempo di macinazione fino ad ottenere la granulometria desiderata;
- omogeneizzare la polvere ottenuta;
- sgrassare il piattello portacampione con un solvente;
- depositare uniformemente sul piattello una massa nota m dell'aliquota di prova setacciata a 200 µm, in modo da ottenere uno strato il più possibile sottile, con un deposito superficiale inferiore a 20 mg/cm²; la massa depositata sul piattello deve rientrare nell'intervallo della curva di taratura;
- posizionare il piattello portacampione su una superficie orizzontale;
- rivestire con un agente fissante il campione depositato sul piattello portacampione, lasciandolo poi evaporare a temperatura ambiente, in modo da fissare in modo permanente il campione al piattello.

Utilizzare la stessa quantità di agente fissante usata per la preparazione delle sorgenti di taratura.

Il campione preparato deve essere opportunamente riposto prima della misura, per evitarne la contaminazione. E' inoltre importante considerare che fenomeni di autoassorbimento, dipendenti dalla matrice e dallo spessore dello strato depositato, possono provocare una sottostima dell'attività, in particolare dell'alfa totale; per questo motivo è opportuno preparare piattelli con spessore il più possibile uniforme e costante.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE IN MATRICI SOLIDE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 15 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

7.2. Misura radiometrica

Le attività alfa e beta totali per unità di massa sono determinate contando i campioni per un idoneo tempo di misura. Le stesse condizioni di misura e la stessa strumentazione devono essere utilizzate per la misura di campione, fondo e sorgenti di taratura. Il tempo di conteggio da utilizzare dipende dai ratei di conteggio di campione e fondo e dalla sensibilità di misura che si desidera ottenere.

I ratei lordi di conteggio nelle finestre alfa e beta, rispettivamente $r_{g\alpha}$ e $r_{g\beta}$, devono essere entrambi corretti per il contributo del fondo, mentre il rateo di conteggio lordo nella finestra beta, $r_{g\beta}$, deve essere corretto per il parametro di interferenza alfa-beta.

7.3. Preparazione e misura del fondo

Utilizzare un piattello portacampione opportunamente sgrassato per determinare i ratei conteggio di fondo $r_{0\alpha}$ e $r_{0\beta}$ nelle finestre alfa e beta rispettivamente.

7.4. Taratura

L'efficienza di conteggio e l'incertezza associata vengono determinate usando una sorgente di taratura costituita da un suolo tracciato con una sorgente di riferimento, preparata da istituti di metrologia o dal laboratorio stesso. Nel secondo caso è opportuno utilizzare lo stesso suolo usato per le analisi, opportunamente omogeneizzato e tracciato separatamente con sorgenti di riferimento alfa e beta, in misura sufficiente a garantire che la radioattività, sia artificiale che naturale, già presente nel campione di suolo rappresenti meno del 2% dell'attività totale nel suolo di riferimento.

Le soluzioni di riferimento normalmente utilizzate per i radionuclidi artificiali alfa emettitori sono ^{241}Am e ^{239}Pu (in quest'ultimo caso bisogna tenere in considerazione la presenza di impurità di ^{241}Pu). Le soluzioni usate per i beta emettitori in genere sono $^{90}\text{Sr} + ^{90}\text{Y}$. Come radionuclidi naturali si possono usare U_{nat} e ^{40}K .

La sorgente di taratura deve essere conservata nell'essiccatore a causa della natura igroscopica del suolo. E' inoltre consigliabile scegliere opportune finestre alfa e beta in modo da minimizzare la misclassificazione beta – alfa; in questo modo è sufficiente considerare solo il parametro di interferenza alfa – beta. Diversamente, sarà necessario considerare entrambi i parametri di interferenza (alfa – beta e beta – alfa).

Essendo molto difficile preparare un campione avente caratteristiche identiche a quelle della sorgente di taratura, per evitare differenze di autoassorbimento tra campione e sorgente è utile costruire una curva di taratura massa del campione vs efficienza di conteggio.

Preparazione della sorgente di taratura

- Depositare sul piattello portacampione un sottile strato di suolo tracciato, seguendo la procedura descritta per il pretrattamento del campione;
- selezionare l'ampiezza delle finestre alfa e beta;
- selezionare i tempi di conteggio $t_{s\alpha}$ e $t_{s\beta}$ in modo da avere almeno 10^4 conteggi nelle finestre alfa e beta rispettivamente;
- determinare il rateo di conteggio della sorgente di taratura nella rispettiva finestra;
- nel caso di conteggio di una sorgente di taratura beta, verificare che il rateo di conteggio alfa sia zero o compatibile con il rateo di conteggio di fondo.

Nel caso di conteggio di una sorgente di taratura alfa, calcolare τ , fattore di correzione per l'interferenza o misclassificazione alfa – beta, secondo la seguente equazione:

$$\tau = \frac{r_{S\alpha \rightarrow \beta}}{r_{S\alpha}}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE IN MATRICI SOLIDE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 15 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

dove $r_{s\alpha \rightarrow \beta}$ rappresenta il rateo di conteggio nella finestra beta quando viene misurata una sorgente di taratura costituita da un alfa emettitore.

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura dell'efficienza di rivelazione

Calcolare l'efficienza di conteggio alfa ε_α dividendo il rispettivo rateo di conteggio per l'attività della sorgente di taratura, secondo la seguente equazione:

$$\varepsilon_\alpha = \frac{r_{s\alpha} - r_{0\alpha}}{A_\alpha}$$

L'incertezza relativa di ε_α si calcola secondo la seguente equazione:

$$u_{\text{rel}}^2[\varepsilon_\alpha(m)] = u_{\text{rel}}^2(r_{s\alpha} - r_{0\alpha}) + u_{\text{rel}}^2(A_\alpha) = \frac{\left(\frac{r_{s\alpha}}{t_{s\alpha}} + \frac{r_{0\alpha}}{t_0}\right)}{(r_{s\alpha} - r_{0\alpha})^2} + u_{\text{rel}}^2(A_\alpha)$$

$u_{\text{rel}}^2(A_\alpha)$ include tutte le fonti di incertezza legate alla sorgente di taratura (incertezza della soluzione di riferimento e incertezza legata alla preparazione della sorgente di taratura).

Calcolare l'efficienza di conteggio alfa ε_β dividendo il rispettivo rateo di conteggio per l'attività della sorgente di taratura, secondo la seguente equazione:

$$\varepsilon_\beta = \frac{r_{s\beta} - r_{0\beta}}{A_\beta}$$

L'incertezza relativa di ε_β si calcola secondo la seguente equazione:

$$u_{\text{rel}}^2[\varepsilon_\beta(m)] = u_{\text{rel}}^2(r_{s\beta} - r_{0\beta}) + u_{\text{rel}}^2(A_\beta) = \frac{\left(\frac{r_{s\beta}}{t_{s\beta}} + \frac{r_{0\beta}}{t_0}\right)}{(r_{s\beta} - r_{0\beta})^2} + u_{\text{rel}}^2(A_\beta)$$

$u_{\text{rel}}^2(A_\beta)$ include tutte le fonti di incertezza legate alla sorgente di taratura (incertezza della soluzione di riferimento e incertezza legata alla preparazione della sorgente di taratura).

8.2. Attività massica del campione e incertezza composta ed estesa

L'attività alfa totale per unità di massa, c_α , si calcola secondo la seguente equazione:

$$c_\alpha = \frac{(r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{m \cdot \varepsilon_\alpha(m)} = (r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) \cdot w$$

dove

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE IN MATRICI SOLIDE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 15 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

$$w = \frac{1}{m \cdot \varepsilon_{\alpha}(m)}$$

Stimare l'incertezza composta $u(c_{\alpha})$ secondo la seguente equazione:

$$u(c_{\alpha}) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_{g\alpha}) + u^2(r_{0\alpha})] + c_{\alpha}^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_{g\alpha}}{t_g} + \frac{r_{0\alpha}}{t_0} \right) + c_{\alpha}^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la seguente equazione :

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2[\varepsilon_{\alpha}(m)] + u_{rel}^2(m)$$

L'attività beta totale per unità di massa, c_{β} , si calcola secondo la seguente equazione:

$$c_{\beta} = \frac{r_{g\beta} - r_{0\beta} - \tau \cdot (r_{g\alpha} - r_{0\alpha})}{m \cdot \varepsilon_{\beta}(m)} = [r_{g\beta} - r_{0\beta} - \tau \cdot (r_{g\alpha} - r_{0\alpha})] \cdot w$$

Stimare l'incertezza composta $u(c_{\beta})$ secondo la seguente equazione:

$$u(c_{\beta}) = \sqrt{w^2 \cdot \left[\left(\frac{r_{g\beta}}{t_g} + \frac{r_{0\beta}}{t_0} \right) + T(\tau) \right] + c_{\beta}^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove:

$$T(\tau) = (r_{g\alpha} - r_{0\alpha})^2 \cdot u^2(\tau) + \tau^2 \cdot \left(\frac{r_{g\alpha}}{t_g} + \frac{r_{0\alpha}}{t_0} \right)$$

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la seguente equazione:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2[\varepsilon_{\beta}(m)] + u_{rel}^2(m)$$

L'incertezza relativa di τ si calcola secondo la seguente equazione:

$$u(\tau) = \sqrt{\frac{\tau \cdot (\tau + 1)}{(r_{s\alpha} \cdot t_{s\alpha})}}$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello Bayesiano (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA E BETA TOTALE IN MATRICI SOLIDE TRAMITE CONTEGGIO ALFA TOTALE E BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 15 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

La soglia di decisione dell'attività alfa totale per unità di massa, c_{α}^* , si ottiene secondo l'equazione:

$$c_{\alpha}^* = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{\frac{r_{0\alpha}}{t_g} + \frac{r_{0\alpha}}{t_0}}$$

in genere si pone $k_{1-\alpha} = 1.65$.

La soglia di decisione dell'attività beta totale per unità di massa, c_{β}^* , si ottiene secondo l'equazione:

$$c_{\beta}^* = k_{1-\alpha} \cdot w \cdot \sqrt{\frac{\tau \cdot (r_{g\alpha} - r_{0\alpha}) + r_{0\beta}}{t_g} + \frac{r_{0\beta}}{t_0} + T(\tau)}$$

in genere si pone $k_{1-\alpha} = 1.65$.

Il limite di rivelabilità dell'attività alfa totale per unità di massa, $c_{\alpha}^{\#}$, si ottiene secondo l'equazione:

$$c_{\alpha}^{\#} = \frac{2c_{\alpha}^* + (k^2 \cdot w)/t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove $k = k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1.65$.

Il limite di rivelabilità dell'attività beta totale per unità di massa, $c_{\beta}^{\#}$, si ottiene secondo l'equazione:

$$c_{\beta}^{\#} = \frac{2c_{\beta}^* + (k^2 \cdot w)/t_g}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove $k = k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1.65$.

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 8 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nella dieta mista e negli alimenti solidi. Essa si applica nei casi in cui si ritenga accettabile ottenere il risultato analitico almeno tre settimane dopo la data di inizio del procedimento analitico.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

C. Osimani, V. Aspesi: Metodologie di misura per analisi di contaminazione da stronzio 89-90. ENEL (1987)

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- Q_{Sr} quantità totale del carrier di stronzio addizionato (mL)
- C_{Sr} concentrazione del carrier di stronzio (in ppm o µg/mL)
- Q_{tot} quantità della soluzione del residuo (mL)
- Q_{prel} quantità del prelievo effettuato (mL)
- Q_{dil} quantità a cui è stato diluito il prelievo (mL)
- Q_Y quantità totale del carrier di ittrio addizionato (mL)
- C_Y concentrazione del carrier di ittrio (in ppm o µg/mL)
- P_{oss} quantità dell'ossido di ittrio pesata dopo la calcinazione (mg)
- R_{Sr} resa chimica di estrazione per stronzio
- AA concentrazione di stronzio determinata per assorbimento atomico (in ppm o µg/mL)
- R_Y resa chimica di estrazione per ittrio
- ε efficienza di conteggio
- C_{LS} numero di conteggi lordi della sorgente di taratura
- C_F numero di conteggi di fondo
- a_S attività per unità di massa dello standard di ⁹⁰Sr alla data di misura (Bq/g)
- m_S massa della soluzione standard usata per la taratura (g)
- t tempo di conteggio della sorgente di taratura, del fondo e del campione (s)
- a attività di ⁹⁰Sr per unità di massa riferito alla data di prelievo (Bq/kg)
- C_L numero di conteggi lordi del campione
- m massa del campione analizzato (kg)
- λ_Y costante di decadimento di ⁹⁰Y (s⁻¹)
- λ_{Sr} costante di decadimento di ⁹⁰Sr (s⁻¹)
- T₁ intervallo di tempo tra la data di prelievo del campione e la data di separazione (s)
- T₂ intervallo di tempo tra la data di separazione e la data di inizio misura (s)
- u_{rip} incertezza di ripetibilità del metodo, espressa come valore relativo
- a* soglia di decisione (Bq/kg)
- a# limite di rivelabilità (Bq/kg)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 8 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'estrazione di ⁹⁰Y in condizioni di equilibrio secolare con ⁹⁰Sr e la sua misura tramite contatore beta a basso fondo.

In particolare gli stadi analitici previsti sono:

- incenerimento del campione
- eliminazione degli interferenti radiometrici (²¹⁰Pb e ²¹⁰Bi)
- estrazione mediante acido etil-esil ortofosforico (HDEHP) di ⁹⁰Y e degli interferenti con simile comportamento chimico
- crescita fino all'equilibrio secolare di ⁹⁰Y da ⁹⁰Sr e sua estrazione mediante HDEHP
- precipitazione di ⁹⁰Y come ossalato e conteggio mediante contatore beta a basso fondo

Vengono utilizzati come carrier stronzio e ittrio stabili.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Acido cloridrico 6 M
- Acido cloridrico 0,5 M
- Acido cloridrico 0,1 M
- Acido fluoridrico (48%)
- Acido nitrico 3 M
- Acido nitrico 8 M
- Acido ossalico
- Acido ossalico (8%)
- Ammonio idrossido 8 M
- Ammonio idrossido (15%)
- Metanolo
- Stronzio nitrato anidro
- Piombo carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Bismuto carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Stronzio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Tellurio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), concentrata, 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), diluita 1.000 ppm
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 5%
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 20%
- Soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr in HCl 0,1 M (10 - 100 Bq/g)
- Sodio acetato
- Sodio solfuro
- Toluene
- Contenitore in porcellana o acciaio
- Crogiolo in platino
- Beaker in vetro
- Beuta da 500 mL
- Beuta da vuoto
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri, diametro 45 mm (tipo banda blu)
- Filtri in nitrato di cellulosa (porosità 0,8 µm)
- Imbuto filtrante

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 8 | |

- Imbuti separatori da 500 mL
- Matracci tarati da 50 e 200 mL
- Bilancia analitica
- Bilancia tecnica
- Centrifuga
- Contatore beta a basso fondo
- Micropipetta da 1 mL
- Micropipetta da 0,1 mL
- Muffola
- pHmetro
- Piastra riscaldante-agitante
- Spettrofotometro per assorbimento atomico (lampada stronzio) e bruciatore N₂O-acetilene ((o sistema equivalente per la misura della concentrazione di stronzio – ad esempio ICP-MS)
- Stufa

Note:

tutti i reagenti, salvo diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente. L'acqua ossigenata 120 volumi va conservata in frigorifero. Lo stronzio nitrato anidro va conservato in essiccatore

in luogo delle soluzioni standard di carrier possono essere utilizzate soluzioni preparate dal laboratorio a partire da reagenti solidi.

7. Procedura operativa

7.1. Separazione di ⁹⁰Sr

- Trasferire in un contenitore di porcellana o acciaio il campione essiccato e macinato di cui è stato annotato il peso esatto m;
- incenerire il campione a 550°C (innalzando gradualmente la temperatura) sino ad ottenere ceneri bianche;
- trasferire tutte le ceneri (60 g circa) in una beuta da 500 mL ed aggiungere con cautela 250 mL di HNO₃ 8M e 1,5 mL di HF;
- aggiungere lo stronzio carrier ed annotarne la massa esatta Q_{Sr} ;
- aggiungere 1 mL di tellurio carrier (10.000 ppm);
- bollire sotto vigorosa agitazione per 30 minuti circa;
- lasciar raffreddare il campione e separare la parte liquida mediante centrifugazione;
- trasferire la parte solida nella beuta e ripetere la procedura di attacco acido sopra descritta;
- separare la parte liquida per centrifugazione ed unirla a quella precedentemente ottenuta, scartare la frazione solida;
- filtrare sotto vuoto la frazione liquida su filtro in nitrato di cellulosa;
- aggiungere al filtrato acido ossalico in quantità pari alle ceneri analizzate, 7 g di sodio acetato, agitando su piastra per 10 minuti;
- aggiungere la soluzione di ammonio idrossido fino a pH 4,5;
- lasciar raffreddare e filtrare il precipitato su filtro in carta banda blu;
- asciugare il precipitato in stufa (100°C) per circa 1 ora;
- trasferire il precipitato in un Beaker, aggiungere 10 mL di acqua ossigenata 120 volumi, qualche goccia di HNO₃ 8M e scaldare fino a distruzione degli ossalati (soluzione limpida);

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 8 | |

- evaporare a secchezza;
- sciogliere il residuo con 30 mL di HCl 0,5 M, ed aggiungere 120 mL di acqua distillata, 1 mL di piombo carrier e 2 mL di bismuto carrier;
- aggiungere, sotto agitazione, 50 mg circa di sodio solfuro sciolto in alcuni mL di acqua distillata. Si osserva la formazione di un precipitato scuro;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa (0,8 µm) e controllare che il pH del campione sia 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti).

Note:

annotare sia il peso secco che il peso fresco. Nel caso delle analisi di dieta mista invece oltre al peso vanno riportati il numero di pasti completi campionati (1 pasto completo corrisponde a circa 1 kg di peso fresco e 0,4 kg di peso secco).

la quantità di stronzio aggiunta deve essere ampiamente superiore (2 ordini di grandezza circa) a quella eventualmente presente nel campione. Nel caso dei formaggi, indicativamente, aggiungere 1g di SrNO₃ per 1 kg di peso fresco. Nel caso della dieta mista la quantità necessaria di stronzio è inferiore (circa 0,2 g di SrNO₃ per 1 kg di peso fresco o per pasto).

nel caso di una abbondante precipitazione di ossalati può essere più comodo distruggerli per via termica (2 ore in muffola a 750 °C). I carbonati ottenuti vengono cautamente trattati con HNO₃ 3M fino a completa dissoluzione. La soluzione viene evaporata a secchezza procedendo come sopra descritto.

7.2. Separazione di ⁹⁰Y

- Trasferire il campione in imbuto separatore, aggiungere 0,1 mL di soluzione di ittrio carrier diluita (1.000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP (soluzione in toluene, 20% v/v) ed agitare per qualche minuto;
- trasferire la fase acquosa sottostante, contenente lo stronzio, in un altro imbuto separatore e aggiungere 0,1 mL di soluzione di ittrio carrier (1.000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;
- annotare data e ora della separazione di ⁹⁰Sr ed inizio crescita di ⁹⁰Y;
- trasferire la fase acquosa sottostante in un matraccio tarato di volume Q_{tot} (indicativamente da 200 mL), aggiungere 1 mL di soluzione di ittrio carrier (10.000 ppm) e portare il campione a volume (con HCl 0,1 M);
- prelevare una quantità nota di soluzione Q_{prel} da diluire al volume Q_{dil} con HCl 0,1 M per la determinazione della resa chimica dello stronzio tramite spettrometria di assorbimento atomico;
- trasferire la soluzione in un bicchiere, aggiungere 1 mL (Q_Y in mL) di soluzione concentrata di ittrio carrier di concentrazione C_Y (in ppm o µg/L), annotando la quantità aggiunta per la determinazione della resa di estrazione dell'ittrio;
- riprendere dopo due settimane la soluzione e controllare che il valore del pH sia uguale ad 1 in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti);
- trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP (soluzione in toluene 5% v/v), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione dell' ittrio (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0,1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3 M agitando per qualche minuto;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 8 | |

- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2,5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione dell' ittrio;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino, in muffola per 5 ore a 900°C. Lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

Nota:

prelievo e diluizione della soluzione cloridrica per la misura tramite spettrofotometria di assorbimento atomico vanno effettuate in modo da ottenere una concentrazione di stronzio che cada nell'intervallo di taratura dello strumento. Indicativamente, se vengono aggiunti 1000 mg di stronzio nitrato e il campione viene diluito a 200 mL, si preleveranno 0,2 mL da diluirsi a 100 mL

7.3. Misura radiometrica

Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo. Ogni campione è sottoposto ad una serie di almeno 3 misure consecutive, ciascuna della durata di 8 ore (28.800 s).

7.4. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo a basso contenuto di ceneri e misurarlo con la stessa procedura della misura radiometrica.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese).

7.5. Preparazione e misura della sorgente di taratura

- Trasferire in un matraccio da 150 mL un quantitativo noto di soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr (all'equilibrio secolare con ⁹⁰Y) corrispondente a circa 10 Bq di attività;
- aggiungere 1 mL di soluzione carrier di Sr²⁺ e 1 mL di soluzione carrier di Y³⁺;
- portare a volume con HCl 0,1 M. Trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0.1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2.5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 8 | |

- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, 5 ore a 900°C), lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolo della resa chimica in stronzio

Determinare la resa chimica dello stronzio (riportata a 1) tramite spettroscopia di assorbimento atomico (fiamma acetilene/N₂O) (o metodo equivalente) su una aliquota prelevata. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_{Sr} = \frac{AA \cdot Q_{dil} \cdot Q_{tot}}{Q_{Sr} \cdot C_{Sr} \cdot Q_{pr}}$$

L'incertezza sulla resa chimica in stronzio può essere stimata sulla base dell'incertezza nominale (stimata dal fornitore) delle misure in assorbimento atomico.

8.2. Calcolo della resa chimica in ittrio

Determinare la resa chimica (riportata a 1) dell'ittrio per via gravimetrica pesando l'ossido di ittrio ottenuto dalla calcinazione a 900°C del precipitato di ittrio ossalato. Calcolare la resa attraverso la seguente formula (2):

$$R_Y = \frac{P_{oss} \cdot 785,83}{Q_Y \cdot C_Y}$$

L'incertezza sulla resa chimica in ittrio è stimata sulla base dell'esperienza di laboratorio.

8.3. Taratura in efficienza - calcolo dell'efficienza di conteggio

Utilizzando i conteggi ricavati dalla misura della sorgente di taratura calcolare l'efficienza ε di conteggio con l'equazione (3):

$$\varepsilon = \frac{C_{LS} - C_F}{a_S \cdot m_S \cdot t \cdot R_Y}$$

Nota:

Si assume che tutte le misure (dello standard di taratura in efficienza, di fondo e del campione) abbiano la stessa durata t.

L'incertezza associata all'efficienza di conteggio u(ε) è calcolata attraverso la seguente formula (si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sul tempo):

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 8 | |

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \cdot \sqrt{\frac{C_{LS} + C_F}{(C_{LS} - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2}$$

8.4. Calcolo dell'attività massica del campione

Calcolare l'attività massica a nel campione riferita alla data di prelievo, secondo la formula:

$$a = \frac{(C_L - C_F)}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento λ e su tutti i tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} (espresso come valore relativo) legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(R_{Sr})}{R_{Sr}}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi Manuale).

La soglia di decisione a^* riferita alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_F}}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), è riferito alla data di prelievo del campione e si esprime come segue:

$$a^\# = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLA DIETA MISTA E NEGLI ALIMENTI SOLIDI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 16 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 8 | |

modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

11. Interferenze

In presenza di elevate quantità di radionuclidi delle serie naturali, la separazione radiochimica può non essere completa, il fenomeno può essere evidenziato mediante la valutazione del tempo di dimezzamento e, se possibile mediante analisi visuale dello spettro.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 7 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nel latte.

Essa si applica nei casi in cui si ritenga accettabile ottenere il risultato analitico almeno tre settimane dopo la data di inizio del procedimento analitico.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia).

3. Riferimenti bibliografici

C. Osimani, V. Aspesi: Metodologie di misura per analisi di contaminazione da stronzio 89-90. ENEL (1987)

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|
| Q_{Sr} | quantità totale del carrier di stronzio addizionato (mL) |
| C_{Sr} | concentrazione del carrier di stronzio (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| Q_{tot} | quantità della soluzione del residuo (mL) |
| Q_{prel} | quantità del prelievo effettuato (mL) |
| Q_{dil} | quantità a cui è stato diluito il prelievo (mL) |
| Q_Y | quantità totale del carrier di ittrio addizionato (mL) |
| C_Y | concentrazione del carrier di ittrio (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| P_{oss} | quantità dell'ossido di ittrio pesata dopo la calcinazione (mg) |
| R_{Sr} | resa chimica di estrazione per stronzio |
| AA | concentrazione di stronzio determinata per assorbimento atomico (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| R_Y | resa chimica di estrazione per ittrio |
| ϵ | efficienza di conteggio |
| C_{LS} | numero di conteggi lordi della sorgente di taratura |
| C_F | numero di conteggi di fondo |
| a_S | attività per unità di massa dello standard di ⁹⁰ Sr alla data di misura (Bq/g) |
| m_S | massa della soluzione standard usata per la taratura (g) |
| t | tempo di conteggio della sorgente di taratura, del fondo e del campione (s) |
| a | attività di ⁹⁰ Sr per unità di massa riferito alla data di prelievo (Bq/kg) |
| C_L | numero di conteggi lordi del campione |
| m | massa del campione analizzato (kg) |
| λ_Y | costante di decadimento di ⁹⁰ Y (s^{-1}) |
| λ_{Sr} | costante di decadimento di ⁹⁰ Sr (s^{-1}) |
| T_1 | intervallo di tempo tra la data di prelievo del campione e la data di separazione (s) |
| T_2 | intervallo di tempo tra la data di separazione e la data di inizio misura (s) |
| u_{rip}^* | incertezza di ripetibilità del metodo, espressa come valore relativo |
| a^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 7 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'estrazione di ⁹⁰Y in condizioni di equilibrio secolare con ⁹⁰Sr e la sua misura tramite contatore beta a basso fondo.

In particolare gli stadi analitici previsti sono:

- estrazione dei cationi dal latte mediante resina a scambio ionico;
 - crescita fino all'equilibrio secolare di ⁹⁰Y dallo ⁹⁰Sr e sua estrazione mediante acido etil-esil ortofosforico (HDEHP);
 - precipitazione di ⁹⁰Y come ossalato e conteggio mediante contatore beta a basso fondo;
- Vengono utilizzati come carrier stronzio e ittrio stabili.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acido citrico
- Acido cloridrico 0.1M
- Acido cloridrico concentrato (37%, 12M)
- Acido nitrico 3 M
- Acido nitrico concentrato (68%, 15M)
- Acido ossalico soluzione 8% in acqua
- Ammonio idrossido 15%
- Ammonio idrossido concentrato (30%, 15 M)
- Metanolo
- Resina cationica tipo Dowex 50 W- X8 (100-200 mesh)
- Sodio idrossido 3 M
- Soluzione di acido etil-esil ortofosforico (HDEHP) 5% in toluene
- Soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr in HCl 0,1 M (10 - 100 Bq/g)
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Stronzio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Toluene
- Beaker in vetro
- Colonna di vetro per cromatografia di estrazione diametro 80 mm circa
- Crogiolo in platino 10 mL
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri (tipo banda blu) diametro 47 mm
- Imbuti separatori da 1000 mL
- Imbuto filtrante
- Matraccio tarato da 200 mL
- Matraccio tarato da 20 mL
- Setaccio (maglia 75 micron - 200 mesh)
- Bilancia tecnica
- Bilancia analitica
- Contatore beta totale a basso fondo
- Micropipetta da 1 mL
- Micropipetta da 0,5 mL
- Muffola
- pHmetro
- Piastra riscaldante-agitante
- Spettrofotometro per assorbimento atomico (lampada stronzio) e bruciatore N₂O-acetilene (o sistema equivalente per la misura della concentrazione di stronzio – ad esempio ICP-MS)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 7 | |

- Stufa

Nota:

in luogo delle soluzioni standard di carrier possono essere utilizzate soluzioni preparate dal laboratorio a partire da reagenti solidi.

7. Procedura operativa

7.1. Preparazione-rigenerazione della resina

- Trasferire in una colonna cromatografica con setto poroso 1 L di resina bagnata con acqua;
- eluire lentamente con una soluzione di NaOH 3 M sino ad ottenere un eluato basico (1 L circa) e successivamente lavare con acqua fino a neutralità (3 L c.a.).

La stessa procedura, preceduta da lavaggio con HNO₃ 3M, viene impiegata per la rigenerazione della resina dopo l'uso.

7.2. Pretrattamento del campione

- Trasferire un campione di 2 L circa di latte in un bicchiere da 5 L, annotare la massa *m* ed aggiungere 10 g circa di acido citrico fino a pH 5 (controllare con cartina indicatrice) e 1 mL della una soluzione di stronzio carrier. Annotare la quantità *Q_{Sr}* di stronzio addizionata e la sua concentrazione *C_{Sr}* (in ppm o µg/L);
- dopo 15 minuti di agitazione aggiungere 180 mL di resina e mantenere in agitazione per 2 ore.
- aggiungere la soluzione di NH₄OH fino a reazione basica;
- filtrare su setaccio e lavare la resina con 1 L di acqua calda (50°C). Ripetere l'operazione fino a completa eliminazione del grasso presente;
- trasferire la resina in una colonna di vetro con setto poroso ed eluire lentamente prima con 300 mL di HNO₃ 3M e successivamente con 150 mL di acqua (40 minuti circa);
- raccogliere l'eluato in un bicchiere da 500 mL e portare a secco lentamente (15 ore circa) su piastra riscaldante a 125 °C;
- accantonare il campione per almeno due settimane (tempo minimo per il raggiungimento delle condizioni di equilibrio secolare).

Nota:

nel caso in cui si desideri migliorare la sensibilità della metodica oppure ottenere campioni medi maggiormente rappresentativi, queste fasi della procedura di pretrattamento possono essere ripetute su differenti aliquote (ad esempio su 3 aliquote, corrispondenti a 6 litri di latte), provvedendo quindi a riunire tutto l'eluato raccolto. Alternativamente il pretrattamento può essere effettuato su una maggior quantità di campione aumentando proporzionalmente la quantità dei reagenti.

7.3. Separazione di ⁹⁰Y del campione

- Riprendere il residuo con 100 mL di HCl 0,1 M, trasferire in matraccio da 200 mL, portare a volume (*Q_{tot}* in mL) e prelevare 1 mL (*Q_{prel}* in mL) da portare a 20 mL (*Q_{dil}* in mL) per la determinazione della resa di stronzio;
- trasferire la soluzione in un bicchiere, aggiungere 1 mL (*Q_Y* in mL) di soluzione di ittrio carrier di concentrazione *C_Y* (in ppm o µg/L), annotando la quantità aggiunta, e controllare che il valore del pH sia uguale ad 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti);
- trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 7 | |

- annotare data ed ora della separazione dell'ittrio.

Note:

nel caso in cui la determinazione analitica venga effettuata su 3 aliquote di latte da due litri ciascuna, trasferire 0.5 mL di soluzione e portarla a 20 mL per la determinazione della resa di stronzio;

conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr.

- Lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0,1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2,5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro a basso contenuto di ceneri;
- lavare il filtro con metanolo ed essiccarlo;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta, incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, 5 ore a 900°C) e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

7.4. Misura del campione

Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo. Ogni campione è sottoposto ad una serie di almeno 3 misure consecutive, ciascuna della durata di 8 ore (28.800 s).

7.5. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo a basso contenuto di ceneri e misurarlo con la stessa procedura della misura radiometrica.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese).

7.6. Preparazione e misura della sorgente di taratura

- Trasferire in un matraccio da 150 mL un quantità nota di soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr (all'equilibrio secolare con ⁹⁰Y) corrispondente ad una attività di circa 10 Bq;
- aggiungere 1 mL di soluzione carrier di Sr²⁺ e 1 mL di soluzione carrier di Y³⁺;
- portare a volume con HCl 0,1 M. Trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante;
- annotare data ed ora della separazione dell'ittrio;
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0,1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2,5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 7 | |

- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro a basso contenuto di ceneri;
- lavare il filtro con metanolo ed essiccarlo;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta, incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, 5 ore a 900°C) e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg);
- il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo.

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolo della resa chimica in stronzio

Determinare la resa chimica dello stronzio (riportata a 1) tramite spettroscopia di assorbimento atomico (fiamma acetilene/N₂O) (o metodo equivalente) su una aliquota prelevata. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_{Sr} = \frac{AA \cdot Q_{dil} \cdot Q_{tot}}{Q_{Sr} \cdot C_{Sr} \cdot Q_{pr}}$$

L'incertezza sulla resa chimica in stronzio può essere stimata sulla base dell'incertezza nominale (stimata dal fornitore) delle misure in assorbimento atomico.

8.2. Calcolo della resa chimica in ittrio

Determinare la resa chimica (riportata a 1) dell'ittrio per via gravimetrica pesando l'ossido di ittrio ottenuto dalla calcinazione a 900°C del precipitato di ittrio ossalato. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_Y = \frac{P_{oss} \cdot 785,83}{Q_Y \cdot C_Y}$$

L'incertezza sulla resa chimica in ittrio è stimata sulla base dell'esperienza di laboratorio.

8.3. Taratura in efficienza - calcolo dell'efficienza di conteggio

Utilizzando i conteggi ricavati dalla misura della sorgente di taratura calcolare l'efficienza ϵ di conteggio con l'equazione:

$$\epsilon = \frac{C_{LS} - C_F}{a_S \cdot m_S \cdot t \cdot R_Y}$$

Nota:

si assume che tutte le misure (dello standard di taratura in efficienza, di fondo e del campione) abbiano la stessa durata t.

L'incertezza associata all'efficienza di conteggio $u(\epsilon)$ è calcolata attraverso la seguente formula (si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sul tempo):

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 7 | |

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \cdot \sqrt{\frac{C_{LS} + C_F}{(C_{LS} - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2}$$

8.4. Calcolo dell'attività massica del campione

Calcolare l'attività massica a nel campione riferita alla data di prelievo, secondo la formula:

$$a = \frac{(C_L - C_F)}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento λ e su tutti i tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} (espresso come valore relativo) legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(R_{Sr})}{R_{Sr}}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi Manuale).

La soglia di decisione a^* riferita alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_F}}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), è riferito alla data di prelievo del campione e si esprime come segue:

$$a^\# = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 17 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 7 | |

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

11. Interferenze

Radionuclidi beta emettitori complessabili con HDEHP (es. ²¹⁰Bi).

In presenza di elevate quantità di radionuclidi delle serie naturali, la separazione radiochimica può non essere completa, il fenomeno può essere evidenziato mediante confronto del tempo di dimezzamento sperimentale con quello teorico di ⁹⁰Y.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 7 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nelle acque. Essa si applica nei casi in cui si ritenga accettabile ottenere il risultato analitico almeno tre settimane dopo la data di inizio del procedimento analitico.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

C. Osimani, V. Aspesi: Metodologie di misura per analisi di contaminazione da stronzio 89-90. ENEL (1987)

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------|
| Q_{Sr} | quantità totale del carrier di stronzio addizionato (mL) |
| C_{Sr} | concentrazione del carrier di stronzio (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| Q_{tot} | quantità della soluzione del residuo (mL) |
| Q_{prel} | quantità del prelievo effettuato (mL) |
| Q_{dil} | quantità a cui è stato diluito il prelievo (mL) |
| Q_Y | quantità totale del carrier di ittrio addizionato (mL) |
| C_Y | concentrazione del carrier di ittrio (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| P_{oss} | quantità dell'ossido di ittrio pesata dopo la calcinazione (mg) |
| R_{Sr} | resa chimica di estrazione per stronzio |
| AA | concentrazione di stronzio determinata per assorbimento atomico (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| R_Y | resa chimica di estrazione per ittrio |
| ε | efficienza di conteggio |
| C_{LS} | numero di conteggi lordi della sorgente di taratura |
| C_F | numero di conteggi di fondo |
| a_S | attività per unità di massa dello standard di ⁹⁰ Sr alla data di misura (Bq/g) |
| m_S | massa della soluzione standard usata per la taratura (g) |
| t | tempo di conteggio della sorgente di taratura, del fondo e del campione (s) |
| a | attività di ⁹⁰ Sr per unità di massa riferito alla data di prelievo (Bq/kg) |
| C_L | numero di conteggi lordi del campione |
| m | massa del campione analizzato (kg) |
| λ_Y | costante di decadimento di ⁹⁰ Y (s^{-1}) |
| λ_{Sr} | costante di decadimento di ⁹⁰ Sr (s^{-1}) |
| T_1 | intervallo di tempo tra la data di prelievo del campione e la data di separazione (s) |
| T_2 | intervallo di tempo tra la data di separazione e la data di inizio misura (s) |
| u_{rip}^* | incertezza di ripetibilità del metodo, espressa come valore relativo |
| a^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 7 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'estrazione di ⁹⁰Y in condizioni di equilibrio secolare con ⁹⁰Sr e la sua misura tramite contatore beta a basso fondo.

In particolare gli stadi analitici previsti sono:

- eliminazione degli interferenti radiometrici (²¹⁰Pb e ²¹⁰Bi) per precipitazione dei solfuri;
- estrazione mediante acido etil-esil ortofosforico (HDEHP) dell'ittrio e degli interferenti con simile comportamento chimico;
- crescita fino all'equilibrio secolare di ⁹⁰Y da ⁹⁰Sr e sua estrazione mediante HDEHP;
- precipitazione di ⁹⁰Y come ossalato e conteggio mediante contatore beta a basso fondo.

Vengono utilizzati come carrier stronzio e ittrio stabili.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Acido cloridrico 0,5 M
- Acido cloridrico 0,1 M
- Acido cloridrico 6 M
- Acido nitrico 3 M
- Acido ossalico
- Acido ossalico soluzione 8% in acqua
- Acido nitrico concentrato (65%)
- Acido nitrico 8 M
- Ammonio idrossido 8 M
- Ammonio idrossido (15%)
- Metanolo
- Piombo carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Bismuto carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Tellurio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), concentrata, 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), diluita 1.000 ppm
- Stronzio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Sodio acetato
- Sodio solfuro
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 5%
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 20%
- Soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr in HCl 0,1 M (10 - 100 Bq/g)
- Toluene
- Beaker in vetro
- Beuta da 500 mL
- Beuta da vuoto
- Crogiolo in platino
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri, diametro 45 mm (tipo banda blu)
- Filtri in nitrato di cellulosa (porosità 0,8 µm)
- Imbuti filtranti
- Imbuti separatori da 500 mL
- Matracci tarati da 50 e 200 mL
- Bilancia tecnica

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 7 | |

- Bilancia analitica
- Contatore beta totale a basso fondo
- Micropipetta da 1 mL
- Micropipetta da 0.5 mL
- Muffola
- pHmetro
- Piastra riscaldante-agitante
- Spettrofotometro per assorbimento atomico (lampada stronzio) e bruciatore N₂O-acetilene (o sistema equivalente per la misura della concentrazione di stronzio – ad esempio ICP-MS)
- Stufa

Note:

tutti i reagenti, salvo diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente. L'acqua ossigenata 120 volumi va conservata in frigorifero. Lo stronzio nitrato anidro va conservato in essiccatore;

in luogo delle soluzioni standard di carrier possono essere utilizzate soluzioni preparate dal laboratorio a partire da reagenti solidi.

7. Procedura operativa

7.1. Separazione di ⁹⁰Sr

- Trasferire una quantità nota di campione (circa 4 L) in un beaker. Aggiungere circa 100 mL di HNO₃ concentrato;
- aggiungere 1 mL della soluzione di stronzio carrier. Annotare la quantità Q_{Sr} di stronzio addizionata e la sua concentrazione C_{Sr} (in ppm o µg/L);
- aggiungere 1 mL di tellurio carrier (10000 ppm);
- evaporare il campione fino a circa 300 mL;
- aggiungere al campione 10 g di acido ossalico, 2 g di sodio acetato, agitando su piastra per 10 minuti;
- aggiungere la soluzione di ammonio idrossido fino a pH 4,5;
- lasciar raffreddare e filtrare il precipitato su filtro in carta (banda blu);
- asciugare il precipitato in stufa (100°C) per circa 1 ora;
- trasferire il precipitato in un beaker, aggiungere 10 mL di acqua ossigenata 120 volumi, qualche goccia di HNO₃ 8M e scaldare fino a distruzione degli ossalati (soluzione limpida);
- evaporare a secchezza;
- sciogliere il residuo con 30 mL di HCl 0,5 M, ed aggiungere 120 mL di acqua distillata, 1 mL di piombo carrier e 2 mL di bismuto carrier;
- aggiungere, sotto agitazione, 50 mg circa di sodio solfuro sciolto in alcuni mL di acqua distillata. Si osserva la formazione di un precipitato scuro;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa 0,8 µm e controllare che il pH del campione sia 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti).

7.2. Separazione di ⁹⁰Y nel campione

- Trasferire il campione in imbuto separatore, aggiungere 0.1 mL di soluzione diluita di ittrio carrier (1.000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 7 | |

- trasferire la fase acquosa sottostante, contenente lo stronzio, in un altro imbuto separatore e aggiungere 0.1 mL di soluzione di ittrio carrier (1000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;
- annotare data e ora della separazione di ⁹⁰Sr ed inizio crescita di ⁹⁰Y;
- trasferire la fase acquosa sottostante in un matraccio da 200 mL e portare il campione a volume (Q_{tot} in mL) con HCl 0.1 M;
- prelevare 0,2 mL di soluzione (Q_{prel} in mL) da portare a 50 mL (Q_{dil} in mL) per la determinazione della resa chimica dello stronzio tramite spettrometria di assorbimento atomico;
- trasferire la soluzione in un bicchiere, aggiungere 1 mL (Q_Y in mL) di soluzione concentrata di ittrio carrier di concentrazione C_Y (in ppm o $\mu\text{g/L}$), annotando la quantità aggiunta per la determinazione della resa di estrazione dell'ittrio, e controllare che il valore del pH sia uguale ad 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH_4OH diluiti);
- conservare la soluzione per almeno due settimane per la crescita di ⁹⁰Y fino al raggiungimento dell'equilibrio secolare;
- trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0.1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO_3 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2.5 mediante gocciolamento di NH_4OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro a basso contenuto di ceneri. Lavare il filtro con metanolo ed essiccarlo;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, per 5 ore a 900°C), lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

7.3. Misura radiometrica

Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo. Ogni campione è sottoposto ad una serie di almeno 3 misure consecutive, ciascuna della durata di 8 ore (28.800 s).

7.4. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo a basso contenuto di ceneri e misurarlo con la stessa procedura della misura radiometrica.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 7 | |

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese).

7.5. Preparazione e misura della sorgente di taratura

- Trasferire in un matraccio da 150 mL un quantitativo noto di soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr (all'equilibrio secolare con ⁹⁰Y) corrispondente a circa 10 Bq di attività;
- aggiungere 1 mL di soluzione carrier di Sr²⁺ e 1 mL di soluzione carrier di Y³⁺;
- portare a volume con HCl 0,1 M. Trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0,1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2,5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, 5 ore a 900°C), lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolo della resa chimica in stronzio

Determinare la resa chimica dello stronzio (riportata a 1) tramite spettroscopia di assorbimento atomico (fiamma acetilene/N₂O) (o metodo equivalente) su una aliquota prelevata. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_{Sr} = \frac{AA \cdot Q_{dil} \cdot Q_{tot}}{Q_{Sr} \cdot C_{Sr} \cdot Q_{pr}}$$

L'incertezza sulla resa chimica in stronzio può essere stimata sulla base dell'incertezza nominale (stimata dal fornitore) delle misure in assorbimento atomico.

8.2. Calcolo della resa chimica in ittrio

Determinare la resa chimica (riportata a 1) dell'ittrio per via gravimetrica pesando l'ossido di ittrio ottenuto dalla calcinazione a 900°C del precipitato di ittrio ossalato. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 7 | |

$$R_Y = \frac{P_{oss} \cdot 785,83}{Q_Y \cdot C_Y}$$

L'incertezza sulla resa chimica in ittrio è stimata sulla base dell'esperienza di laboratorio.

8.3. Taratura in efficienza - calcolo dell'efficienza di conteggio

Utilizzando i conteggi ricavati dalla misura della sorgente di taratura calcolare l'efficienza ε di conteggio con l'equazione (3):

$$\varepsilon = \frac{C_{LS} - C_F}{a_S \cdot m_S \cdot t \cdot R_Y}$$

Nota:

si assume che tutte le misure (dello standard di taratura in efficienza, di fondo e del campione) abbiano la stessa durata t.

L'incertezza associata all'efficienza di conteggio $u(\varepsilon)$ è calcolata attraverso la seguente formula (si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sul tempo):

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \cdot \sqrt{\frac{C_{LS} + C_F}{(C_{LS} - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2}$$

8.4. Calcolo dell'attività massica del campione

Calcolare l'attività massica a nel campione riferita alla data di prelievo, secondo la formula:

$$a = \frac{(C_L - C_F)}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento λ e su tutti i tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} (espresso come valore relativo) legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(R_{Sr})}{R_{Sr}}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 18 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 7 | |

riporta nel seguito quello del Currie (vedi Manuale).

La soglia di decisione a^* riferita alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_F}}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y \cdot t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), è riferito alla data di prelievo del campione e si esprime come segue:

$$a^\# = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y \cdot t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

11. Interferenze

Radionuclidi beta emettitori complessabili con HDEHP (es. ²¹⁰Bi).

In presenza di elevate quantità di radionuclidi delle serie naturali, la separazione radiochimica può non essere completa, il fenomeno può essere evidenziato mediante la valutazione del tempo di dimezzamento e, se possibile mediante analisi visuale dello spettro.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰ Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰ Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 8 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nei suoli e matrici assimilabili (fanghi, DMOS ecc.), anche quando sia richiesta la determinazione sequenziale degli isotopi alfa emettitori del plutonio (²³⁸Pu, ²³⁹Pu e ²⁴⁰Pu).

Essa si applica nei casi in cui si ritenga accettabile ottenere il risultato analitico almeno tre settimane dopo la data di inizio del procedimento analitico.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

C. Osimani, V. Aspesi: Metodologie di misura per analisi di contaminazione da stronzio 89-90. ENEL (1987)

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|----------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Q_{Sr} | quantità totale del carrier di stronzio addizionato (mL) |
| C_{Sr} | concentrazione del carrier di stronzio (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| Q_{tot} | quantità della soluzione del residuo (mL) |
| Q_{pr} | quantità del prelievo effettuato (mL) |
| Q_{dil} | quantità a cui è stato diluito il prelievo (mL) |
| Q_Y | quantità totale del carrier di ittrio addizionato (mL) |
| C_Y | concentrazione del carrier di ittrio (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| P_{oss} | quantità dell'ossido di ittrio pesata dopo la calcinazione (mg) |
| R_{Sr} | resa chimica di estrazione per stronzio |
| AA | concentrazione di stronzio determinata per assorbimento atomico (in ppm o $\mu\text{g/mL}$) |
| R_Y | resa chimica di estrazione per ittrio |
| ϵ | efficienza di conteggio |
| C_{LS} | numero di conteggi lordi della sorgente di taratura |
| C_F | numero di conteggi di fondo |
| a_s | attività per unità di massa dello standard di ⁹⁰ Sr alla data di misura (Bq/g) |
| m_s | massa della soluzione standard usata per la taratura (g) |
| t | tempo di conteggio della sorgente di taratura, del fondo e del campione (s) |
| a | attività di ⁹⁰ Sr per unità di massa riferito alla data di prelievo (Bq/kg) |
| s | attività di ⁹⁰ Sr per unità di superficie riferito alla data di prelievo (Bq/m ²) |
| C_L | numero di conteggi lordi del campione |
| m | massa dell'aliquota di campione analizzato (kg) |
| M_s | massa totale del campione essiccato |
| M_{sk} | massa totale dello scheletro |
| M_t | massa totale della terra fine |
| S | superficie totale di prelievo |
| λ_Y | costante di decadimento di ⁹⁰ Y (s ⁻¹) |
| λ_{Sr} | costante di decadimento di ⁹⁰ Sr (s ⁻¹) |
| T_1 | intervallo di tempo tra la data di prelievo del campione e la data di separazione (s) |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 8 | |

| | |
|-----------|-------------------------------------------------------------------------------|
| T_2 | intervallo di tempo tra la data di separazione e la data di inizio misura (s) |
| u_{rip} | incertezza di ripetibilità del metodo, espressa come valore relativo |
| a | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^{\#}$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'estrazione di ⁹⁰Y in condizioni di equilibrio secolare con ⁹⁰Sr e la sua misura tramite contatore beta a basso fondo dopo la separazione degli isotopi del plutonio mediante cromatografia ionica.

In particolare gli stadi analitici previsti sono:

- estrazione dei cationi dalla matrice tramite attacco acido con acido nitrico e acido fluoridrico;
- separazione mediante cromatografia ionica su resina anionica;
- precipitazione dell'ossalato di stronzio e degli altri ossalati alcalino-terrosi;
- estrazione mediante HDEHP di ⁹⁰Y e degli interferenti con simile comportamento chimico;
- crescita fino all'equilibrio secolare di ⁹⁰Y da ⁹⁰Sr e sua estrazione mediante acido bis (2-etil esil) ortofosforico (HDEHP);
- precipitazione dell'ittrio come ossalato e conteggio mediante contatore beta a basso fondo.

Vengono utilizzati come carrier stronzio e ittrio stabili.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Acido cloridrico 10 M
- Acido cloridrico 0,5 M
- Acido cloridrico 0,1 M
- Acido fluoridrico (48%)
- Acido iodidrico non stabilizzato (67%)
- Acido nitrico 8 M
- Acido nitrico 3 M
- Acido ossalico
- Acido ossalico soluzione 8% in acqua
- Ammonio idrossido (15%)
- Idrossilammina cloridrato, soluzione in acqua (1M)
- Metanolo
- Sodio acetato
- Sodio nitrito
- Sodio solfuro
- Stronzio nitrato
- Piombo carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Bismuto carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Tellurio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), concentrata, 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), diluita 1.000 ppm
- Stronzio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Resina anionica Dowex 1X8 (50-100 mesh)
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 5%
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 20%

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 8 | |

- Campione certificato di ²⁴²Pu (soluzione in HNO₃ 2M) con incertezza globale relativa non superiore al al 2% da diluirsi a 0.3 Bq/g con HNO₃ 2M
- Soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr in HCl 0,1 M (10 - 100 Bq/g)
- Toluene
- Beaker in vetro
- Beuta da 500 mL
- Beuta da vuoto
- Capsula in porcellana da 200mL c.a.
- Colonna di vetro per cromatografia di estrazione (diametro = 1 cm)
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri, diametro 45 mm (tipo banda blu)
- Filtri in nitrato di cellulosa (porosità 0,8 µm)
- Imbutto filtrante
- Imbuti separatori da 500 mL
- Matracci tarati da 50 e 200 mL
- Bilancia tecnica
- Bilancia analitica
- Centrifuga
- Contatore beta totale a basso fondo
- Micropipetta da 1 mL
- Micropipetta da 0.5 mL
- Muffola
- pHmetro
- Piastra riscaldante-agitante
- Spettrofotometro per assorbimento atomico (lampada stronzio) e bruciatore N₂O-acetilene (o sistema equivalente per la misura della concentrazione di stronzio – ad esempio ICP-MS)
- Stufa

Nota:

l'acido iodidrico non stabilizzato, il sodio solfuro e l'acqua ossigenata 120 volumi devono essere conservati ben chiusi in frigorifero.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Trasferire in una capsula di porcellana una aliquota (indicativamente 0,1 kg) di suolo essiccato, macinato e setacciato a 2mm;
- calcinare in muffola a 500°C per 5 ore;
- trasferire in una beuta da 500 mL ed aggiungere con cautela 250 mL di HNO₃ 8M e 1,5 mL di HF;
- aggiungere circa 1000 mg di stronzio nitrato carrier ed annotarne la massa esatta Q_{Sr};
- aggiungere 1 mL di tellurio carrier (1.000 ppm) – ed eventualmente (vedi nota) - lo standard interno di ²⁴²Pu (0,3 Bq circa);
- bollire sotto vigorosa agitazione per 30 minuti circa;
- lasciar raffreddare il campione e separare la parte liquida mediante centrifugazione;
- trasferire la parte solida nella beuta e ripetere la procedura di attacco acido sopra descritta;
- separare la parte liquida per centrifugazione ed unirli a quella precedentemente ottenuta e scartare la frazione solida.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 8 | |

Nota:

se non deve essere effettuata la determinazione degli isotopi del plutonio non aggiungere lo standard interno di ²⁴²Pu e procedere direttamente alla separazione di ⁹⁰Sr dagli isotopi del plutonio.

7.2. Separazione di ⁹⁰Sr dagli isotopi del plutonio

- Far evaporare il campione su piastra riscaldante fino a circa 200 mL;
- aggiungere 6,6 mL di idrossilammina 1M e 9 g di sodio nitrito. Far evaporare l'eccesso di sodio nitrito su piastra riscaldante fino a che non si sviluppano più vapori bruni;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa (0,8 µm);
- eluire il filtrato su una colonna (diam. 10 mm) di Dowex 1X8 50-100 mesh (10-15 mL) precedentemente condizionata con HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente in un Beaker;
- lavare la colonna con 50 mL di HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente nello stesso Beaker. Questo eluato (Soluzione A) verrà utilizzato per la determinazione di ⁹⁰Sr;
- lavare la colonna con 60 mL di HCl 10 M e scartare l'effluente;
- eluire il plutonio con 100 mL di HCl 10 M + 1 mL di HI. Questo effluente (soluzione B) verrà utilizzato per la determinazione degli isotopi del plutonio.

7.3. Separazione di ⁹⁰Y

- Aggiungere alla soluzione A 70 g di acido ossalico, 7 g di sodio acetato, agitando su piastra per 10 minuti;
- aggiungere la soluzione di ammonio idrossido 15% fino a pH 4,5;
- lasciar raffreddare e filtrare il precipitato su filtro in carta banda blu;
- asciugare il precipitato in stufa (100°C) per circa 1 ora;
- trasferire il precipitato in un Beaker, aggiungere 10 mL di acqua ossigenata 120 volumi, qualche goccia di HNO₃ 8M e scaldare fino a distruzione degli ossalati (soluzione limpida);
- evaporare a secchezza;
- sciogliere il residuo con 30 mL di HCl 0,5 M, ed aggiungere 120 mL di acqua distillata, 1 mL di piombo carrier e 2 mL di bismuto carrier;
- aggiungere, sotto agitazione, 50 mg circa di sodio solfuro sciolto in alcuni mL di acqua distillata. Si osserva la formazione di un precipitato scuro;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa 0,8 µm e controllare che il pH del campione sia 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti);
- trasferire il campione in imbuto separatore, aggiungere 0.1 mL di soluzione di ittrio carrier (1000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;
- trasferire la fase acquosa sottostante, contenente lo stronzio, in un altro imbuto separatore e aggiungere 0.1 mL di soluzione di ittrio carrier (1000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;
- annotare data e ora della separazione di ⁹⁰Sr ed inizio crescita di ⁹⁰Y;
- trasferire la fase acquosa sottostante in un matraccio da 200 mL e portare il campione a volume (Q_{tot} in mL) con HCl 0.1 M;
- prelevare 0,2 mL (Q_{prel} in mL) di soluzione da portare a 100 mL (Q_{dil} in mL) per la determinazione della resa chimica dello stronzio tramite spettrometria di assorbimento atomico;
- aggiungere al campione 1 mL (Q_Y in mL) di soluzione concentrata di ittrio carrier di concentrazione C_Y (in ppm o µg/L), annotando la quantità aggiunta per la determinazione della resa di estrazione dell'ittrio;
- conservare la soluzione per almeno due settimane per la crescita di ⁹⁰Y ed il raggiungimento dell'equilibrio secolare;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 8 | |

- riprendere dopo due settimane la soluzione e controllare che il valore del pH sia uguale ad 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti);
- trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0.1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto. riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2.5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio.
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino, in muffola per 5 ore a 900°C. Lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

7.4. Misura radiometrica

Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo. Ogni campione è sottoposto ad una serie di almeno 3 misure consecutive, ciascuna della durata di 8 ore (28.800 s).

7.5. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo a basso contenuto di ceneri e misurarlo con la stessa procedura della misura radiometrica.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese).

7.6. Preparazione e misura della sorgente di taratura

- Trasferire in un matraccio da 150 mL un quantitativo noto di soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr (all'equilibrio secolare con ⁹⁰Y) corrispondente a circa 10 Bq di attività;
- aggiungere 1 mL di soluzione carrier di Sr²⁺ e 1 mL di soluzione carrier di Y³⁺;
- portare a volume con HCl 0,1 M. Trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0.1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2.5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 8 | |

- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, 5 ore a 900°C), lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolo della resa chimica in stronzio

Determinare la resa chimica dello stronzio (riportata a 1) tramite spettroscopia di assorbimento atomico (fiamma acetilene/N₂O) (o metodo equivalente) su una aliquota prelevata. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_{Sr} = \frac{AA \cdot Q_{dil} \cdot Q_{tot}}{Q_{Sr} \cdot C_{Sr} \cdot Q_{pr}}$$

L'incertezza sulla resa chimica in stronzio può essere stimata sulla base dell'incertezza nominale (stimata dal fornitore) delle misure in assorbimento atomico.

8.2. Calcolo della resa chimica in ittrio

Determinare la resa chimica (riportata a 1) dell'ittrio per via gravimetrica pesando l'ossido di ittrio ottenuto dalla calcinazione a 900°C del precipitato di ittrio ossalato. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_Y = \frac{P_{oss} \cdot 785,83}{Q_Y \cdot C_Y}$$

L'incertezza sulla resa chimica in ittrio è stimata sulla base dell'esperienza di laboratorio.

8.3. Taratura in efficienza - calcolo dell'efficienza di conteggio

Utilizzando i conteggi ricavati dalla misura della sorgente di taratura calcolare l'efficienza ε di conteggio con l'equazione:

$$\varepsilon = \frac{C_{LS} - C_F}{a_s \cdot m_s \cdot t \cdot R_Y}$$

Nota:

si assume che tutte le misure (dello standard di taratura in efficienza, di fondo e del campione) abbiano la stessa durata t.

L'incertezza associata all'efficienza di conteggio $u(\varepsilon)$ è calcolata attraverso la seguente formula (si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sul tempo):

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 8 | |

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \cdot \sqrt{\frac{C_{LS} + C_F}{(C_{LS} - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2}$$

8.4. Calcolo dell'attività massica del campione

Calcolare l'attività massica a nel campione riferita alla data di prelievo, secondo la formula:

$$a = \frac{(C_L - C_F)}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento λ e su tutti i tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} (espresso come valore relativo) legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(R_{Sr})}{R_{Sr}}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

8.5. Calcolo dell'attività per unità di superficie

Calcolare l'attività riferita all'unità di superficie di ⁹⁰Sr s_i [Bq/m²], utilizzando la seguente formula che tiene conto della massa totale del campione setacciato a 2 mm (M_S), dello scheletro del campione e della superficie totale di prelievo.

$$c = \frac{M_s - M_{sk}}{S} a = \frac{M_t}{S} a$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi Manuale).

La soglia di decisione a^* riferita alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_F}}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), è riferito alla data di prelievo del campione e si esprime come segue:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr IN SUOLI E SEDIMENTI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 19 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 8 | |

$$a^{\#} = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71}{m \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y \cdot t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} \cdot T_1} \cdot e^{\lambda_Y \cdot T_2}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

11. Interferenze

Radionuclidi beta emettitori complessabili con HDEHP (es. ²¹⁰Bi).

In presenza di elevate quantità di radionuclidi delle serie naturali, la separazione radiochimica può non essere completa, il fenomeno può essere evidenziato mediante confronto del tempo di dimezzamento sperimentale con quello teorico di ⁹⁰Y.

L'eventuale incompleta solubilizzazione del campione non viene compensata dalla resa chimica effettuata mediante la misura del carrier, che viene aggiunto a solubilizzazione avvenuta. Questo potrebbe portare a sottostimare l'attività del ⁹⁰Sr presente.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 7 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nelle deposizioni atmosferiche umide e secche (fallout). Essa si applica nei casi in cui si ritenga accettabile ottenere il risultato analitico almeno tre settimane dopo la data di inizio del procedimento analitico.

2. Classificazione

Metodo normato (modificato)

3. Riferimenti bibliografici

C. Osimani, V. Aspesi: Metodologie di misura per analisi di contaminazione da stronzio 89-90. ENEL (1987)

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- S superficie delle vasche di raccolta delle deposizioni (m²)
Q_{Sr} quantità totale del carrier di stronzio addizionato (mL)
C_{Sr} concentrazione del carrier di stronzio (in ppm o µg/mL)
Q_{tot} quantità della soluzione del residuo (mL)
Q_{prel} quantità del prelievo effettuato (mL)
Q_{dil} quantità a cui è stato diluito il prelievo (mL)
Q_Y quantità totale del carrier di ittrio addizionato (mL)
C_Y concentrazione del carrier di ittrio (in ppm o µg/mL)
P_{oss} quantità dell'ossido di ittrio pesata dopo la calcinazione (mg)
R_{Sr} resa chimica di estrazione per stronzio
AA concentrazione di stronzio determinata per assorbimento atomico (in ppm o µg/mL)
R_Y resa chimica di estrazione per ittrio
ε efficienza di conteggio
C_{LS} numero di conteggi lordi della sorgente di taratura
C_F numero di conteggi di fondo
a_S attività per unità di massa dello standard di ⁹⁰Sr alla data di misura (Bq/g)
m_S massa della soluzione standard usata per la taratura (g)
t tempo di conteggio della sorgente di taratura, del fondo e del campione (s)
c attività di ⁹⁰Sr per unità di superficie riferito alla data di prelievo (Bq/m²)
C_L numero di conteggi lordi del campione
λ_Y costante di decadimento di ⁹⁰Y (s⁻¹)
λ_{Sr} costante di decadimento di ⁹⁰Sr (s⁻¹)
T₁ intervallo di tempo tra la data di prelievo del campione e la data di separazione (s)
T₂ intervallo di tempo tra la data di separazione e la data di inizio misura (s)
u_{rip} incertezza di ripetibilità del metodo, espressa come valore relativo
c* soglia di decisione (Bq/m²)
c# limite di rivelabilità (Bq/m²)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 7 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'estrazione di ⁹⁰Y in condizioni di equilibrio secolare con ⁹⁰Sr e la sua misura tramite contatore beta a basso fondo (scintillatori plastici in anticoincidenza).

In particolare gli stadi analitici previsti sono:

- estrazione dei cationi dalla matrice tramite attacco acido con acido nitrico 8 M e acido fluoridrico;
- precipitazione dell'ossalato di stronzio e degli altri ossalati alcalino-terrosi;
- estrazione mediante HDEHP di ⁹⁰Y e degli interferenti con simile comportamento chimico;
- crescita fino all'equilibrio secolare di ⁹⁰Y da ⁹⁰Sr e sua estrazione mediante acido etil-esil ortofosforico (HDEHP);

Vengono utilizzati come carrier stronzio e ittrio stabili.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Acido cloridrico 0.5M
- Acido cloridrico 0.1M
- Acido nitrico 8 M
- Acido nitrico 3 M
- Acido fluoridrico(48%)
- Acido ossalico
- Acido ossalico soluzione 8% in acqua
- Ammonio idrossido(15%)
- Ammonio idrossido 8M
- Metanolo
- Bismuto carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Ittrio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), diluita 1.000 ppm
- Piombo carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Stronzio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Tellurio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 5%
- Soluzione di acido bis (2-etilesil) ortofosforico (HDEHP) 20%
- Soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr in HCl 0,1 M (10 - 100 Bq/g)
- Sodio acetato
- Sodio solfuro
- Toluene
- Beuta da 300 mL
- Beuta da vuoto
- Crogiolo
- Crogiolo in platino
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri, diametro 45 mm (tipo banda blu)
- Filtri in nitrato di cellulosa (porosità 0,8 µm)
- Imbuti separatori da 500 mL
- Imbuti filtrante
- Matracci tarati da 50 e 200 mL
- Bilancia tecnica

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 7 | |

- Bilancia analitica
- Centrifuga
- Contatore beta totale a basso fondo
- Micropipetta da 1 mL
- Micropipetta da 0.5 mL
- Muffola
- pHmetro
- Piastra riscaldante-agitante
- Spettrofotometro per assorbimento atomico (lampada stronzio) e bruciatore N₂O-acetilene (o sistema equivalente per la misura della concentrazione di stronzio – ad esempio ICP-MS)
- Stufa

7. Procedura

7.1. Separazione di ⁹⁰Sr

- Trasferire in un crogiolo il residuo secco derivante dall'evaporazione delle deposizioni raccolte (vedi MET-07);
- calcinare in muffola a 500°C per 5 ore;
- trasferire in una beuta da 300 mL ed aggiungere con cautela 150 mL di HNO₃ 8M e 1 mL di HF;
- aggiungere 1 mL della soluzione di stronzio carrier. Annotare la quantità Q_{Sr} di stronzio addizionata e la sua concentrazione C_{Sr} (in ppm o µg/L);
- aggiungere 1 mL di tellurio carrier (10.000 ppm);
- bollire sotto vigorosa agitazione per 30 minuti circa;
- lasciar raffreddare il campione e separare la parte liquida mediante centrifugazione;
- trasferire la parte solida nella beuta e ripetere la procedura di attacco acido sopra descritta;
- separare la parte liquida per centrifugazione ed unirla a quella precedentemente ottenuta, scartare la frazione solida;
- filtrare sotto vuoto la frazione liquida su filtro banda blu;
- aggiungere al filtrato 20 g di acido ossalico, 3 g di sodio acetato, agitando su piastra per 10 minuti;
- aggiungere la soluzione di ammonio idrossido fino a pH 4,5;
- lasciar raffreddare e filtrare il precipitato su filtro in carta banda blu. Lavare bene il precipitato con acqua;
- asciugare il precipitato in stufa (100°C) per circa 1 ora;
- trasferire il precipitato in un beaker, aggiungere 10 mL di acqua ossigenata 120 volumi, qualche goccia di HNO₃ 8M e scaldare fino a distruzione degli ossalati (soluzione limpida);
- evaporare a secchezza;
- sciogliere il residuo con 30 mL di HCl 0,5 M, ed aggiungere 120 mL di acqua distillata, 1 mL di piombo carrier e 2 mL di bismuto carrier;
- aggiungere, sotto agitazione, 50 mg circa di sodio solfuro sciolto in alcuni mL di acqua distillata. Si osserva la formazione di un precipitato scuro;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa 0,8 µm e controllare che il pH del campione sia 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH₄OH diluiti).

7.2. Separazione di ⁹⁰Y

- Trasferire il campione in imbuto separatore, aggiungere 0.1 mL di soluzione diluita di ittrio carrier (1.000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 7 | |

- trasferire la fase acquosa sottostante, contenente lo stronzio, in un altro imbuto separatore e aggiungere 0.1 mL di soluzione di ittrio carrier (1000 ppm), 150 mL di soluzione di HDEHP al 20% ed agitare per qualche minuto;
- annotare data e ora della separazione di ⁹⁰Sr ed inizio crescita di ⁹⁰Y;
- trasferire la fase acquosa sottostante in un matraccio da 200 mL e portare il campione a volume (Q_{tot} in mL) con HCl 0.1 M;
- prelevare 1 mL di soluzione (Q_{prel} in mL) da portare a 25 mL (Q_{dil} in mL) per la determinazione della resa chimica dello stronzio tramite spettrometria di assorbimento atomico;
- aggiungere 1 mL (Q_Y in mL) di soluzione concentrata di ittrio carrier di concentrazione C_Y (in ppm o $\mu\text{g/L}$), annotando la quantità aggiunta per la determinazione della resa di estrazione dell'ittrio, e controllare che il valore del pH sia uguale ad 1 (in caso contrario correggere con HCl o NH_4OH diluiti);
- trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0.1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO_3 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2.5 mediante gocciolamento di NH_4OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in crogiolo di platino (muffola, per 5 ore a 900°C). Lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

7.3. Misura radiometrica

Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo. Ogni campione è sottoposto ad una serie di almeno 3 misure consecutive, ciascuna della durata di 8 ore (28.800 s).

7.4. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo a basso contenuto di ceneri e misurarlo con la stessa procedura della misura radiometrica.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese).

7.5. Preparazione e misura della sorgente di taratura

- Trasferire in un matraccio da 150 mL un quantitativo noto di soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr (all'equilibrio secolare con ⁹⁰Y) corrispondente a circa 10 Bq di attività;
- aggiungere 1 mL di soluzione carrier di Sr^{2+} e 1 mL di soluzione carrier di Y^{3+} ;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 7 | |

- portare a volume con HCl 0,1 M. Trasferire la soluzione in imbuto separatore, aggiungere 200 mL di soluzione di HDEHP in toluene (5%), agitare per qualche minuto e scartare la fase acquosa sottostante. Annotare data ed ora della separazione di ⁹⁰Y (conservare la fase acquosa per l'eventuale determinazione di ⁸⁹Sr);
- lavare due volte la fase organica con 200 mL di HCl 0.1 M, agitare per qualche minuto ed eliminare dopo ogni lavaggio la fase acquosa sottostante;
- estrarre due volte la fase organica con 150 mL di HNO₃ 3M agitando per qualche minuto;
- riunire le fasi acquose in un bicchiere da 600 mL, aggiungere 50 mL di soluzione di acido ossalico all'8% e portare il pH a 2.5 mediante gocciolamento di NH₄OH 15%. Annotare data ed ora della precipitazione di ⁹⁰Y;
- riscaldare ad ebollizione incipiente fino a completa precipitazione dell'ossalato di ittrio;
- lasciar raffreddare fino a temperatura ambiente, filtrare sottovuoto con filtro banda blu 45 mm (a basso contenuto di ceneri), lavare il filtro con metanolo e lasciarlo asciugare;
- trasferire il filtro contenente il precipitato sul piattello del contatore beta a basso fondo per il conteggio;
- al termine del conteggio beta incenerire il filtro in capsula di platino (muffola, 5 ore a 900°C), lasciar raffreddare e pesare l'ossido di ittrio per la determinazione della resa. Annotare il peso P_{oss} (in mg).

8. Espressione dei risultati

8.1. Calcolo della resa chimica in stronzio

Determinare la resa chimica dello stronzio (riportata a 1) tramite spettroscopia di assorbimento atomico (fiamma acetilene/N₂O) (o metodo equivalente) su una aliquota prelevata. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_{Sr} = \frac{AA \cdot Q_{dil} \cdot Q_{tot}}{Q_{Sr} \cdot C_{Sr} \cdot Q_{pr}}$$

L'incertezza sulla resa chimica in stronzio può essere stimata sulla base dell'incertezza nominale (stimata dal fornitore) delle misure in assorbimento atomico.

8.2. Calcolo della resa chimica in ittrio

Determinare la resa chimica (riportata a 1) dell'ittrio per via gravimetrica pesando l'ossido di ittrio ottenuto dalla calcinazione a 900°C del precipitato di ittrio ossalato. Calcolare la resa attraverso la seguente formula:

$$R_Y = \frac{P_{oss} \cdot 785,83}{Q_Y \cdot C_Y}$$

L'incertezza sulla resa chimica in ittrio è stimata sulla base dell'esperienza di laboratorio.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 7 | |

8.3. Taratura in efficienza - calcolo dell'efficienza di conteggio

Utilizzando i conteggi ricavati dalla misura della sorgente di taratura calcolare l'efficienza ε di conteggio con l'equazione:

$$\varepsilon = \frac{C_{LS} - C_F}{a_S \cdot m_S \cdot t \cdot R_Y}$$

Nota

Si assume che tutte le misure (dello standard di taratura in efficienza, di fondo e del campione) abbiano la stessa durata t .

L'incertezza associata all'efficienza di conteggio $u(\varepsilon)$ è calcolata attraverso la seguente formula (4) (si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sul tempo):

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \cdot \sqrt{\frac{C_{LS} + C_F}{(C_{LS} - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2}$$

8.4. Calcolo dell'attività per unità di superficie

Calcolare l'attività per unità di superficie c nel campione riferita alla data di prelievo, secondo la formula (5):

$$c = \frac{(C_L - C_F)}{S \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento λ e su tutti i tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} (espresso come valore relativo) legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(c) = c \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(S)}{S}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon)}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u(R_{Sr})}{R_{Sr}}\right)^2 + \left(\frac{u(R_Y)}{R_Y}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue (7):

$$U(c) = 2 \cdot u(c)$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi Manuale).

La soglia di decisione c^* riferita alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$c^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_F}}{S \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} T_1} \cdot e^{\lambda_Y T_2}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLO ⁹⁰Sr NELLE DEPOSIZIONI MEDIANTE ESTRAZIONE E MISURA DI ⁹⁰Y | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 20 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 7 | |

Il limite di rivelabilità $c^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), è riferito alla data di prelievo del campione e si esprime come segue:

$$c^{\#} = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71}{S \cdot \varepsilon \cdot R_{Sr} \cdot R_Y} \cdot \frac{\lambda_Y}{(1 - e^{-\lambda_Y \cdot t})} \cdot e^{\lambda_{Sr} \cdot T_1} \cdot e^{\lambda_Y \cdot T_2}$$

10. Controllo qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

11. Interferenze

Radionuclidi beta emettitori complessabili con HDEHP (es. ²¹⁰Bi).

In presenza di elevate quantità di radionuclidi delle serie naturali, la separazione radiochimica può non essere completa, il fenomeno può essere evidenziato mediante confronto del tempo di dimezzamento sperimentale con quello teorico di ⁹⁰Y.

L'eventuale incompleta solubilizzazione del campione non viene compensata dalla resa chimica effettuata mediante la misura del carrier, che viene aggiunto a solubilizzazione avvenuta. Questo potrebbe portare a sottostimare l'attività del ⁹⁰Sr presente.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 8 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo consente la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nel latte. Con questo metodo è possibile la determinazione di ⁸⁹Sr eventualmente presente. La fase di separazione richiede circa 1 ora per una decina di campioni trattati contemporaneamente. Il metodo ricalca sostanzialmente il metodo di separazione proposto in ASTM D5811-08 e in Annex E di ISO 13160: 2012.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

- ASTM D5811-08 Standard Test Method for Strontium-90 in Water
- ISO 13160: 2012 Strontium 90 and strontium 89 – Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting
- Eichrom Technologies, Inc. SRW01 rev. 1.4 Sr-89, Sr-90 in Water
- HASL-300, 28th Edition February 1997, Sr-02-RC, Vol. II Rev. 0

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|----------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c_A | attività per unità di volume di ⁹⁰ Sr alla data di prelievo (Bq/L) |
| r_g | rateo di conteggio lordo del campione (s^{-1}) |
| r_0 | rateo di conteggio di fondo per il campione (s^{-1}) |
| A_s | attività sorgente di taratura di ⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y alla data di misura (Bq) |
| r_{gs} | rateo di conteggio lordo della sorgente di taratura (s^{-1}) |
| r_{0s} | rateo di conteggio di fondo per la sorgente di taratura (s^{-1}) |
| V | volume del campione analizzato (L) |
| λ_{Sr} | costante di decadimento di ⁹⁰ Sr (s^{-1}) |
| λ_Y | costante di decadimento di ⁹⁰ Y (s^{-1}) |
| t_g | durata della misura del campione (s) |
| t_0 | durata della misura del fondo (s) |
| T | intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la separazione di Sr (s) |
| T_m | intervallo di tempo intercorso tra la separazione di Sr e la misura (s) |
| u_{rip} | scarto tipo di ripetibilità relativo del metodo |
| $R_{c,Sr}$ | resa chimica di estrazione di Sr |
| m_c | massa di Sr(NO ₃) ₂ aggiunta |
| m_t | lordo del piattello |
| m_b | massa del residuo del bianco |
| ε_{Sr+Y} | efficienza di rivelazione per ⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y |
| k_ε | rapporto tra l'efficienza di rivelazione per ⁹⁰ Y e l'efficienza di rivelazione per ⁹⁰ Sr |
| α | probabilità per l'errore di I tipo (generalmente $\alpha=0,05$) |
| β | probabilità per l'errore di II tipo (generalmente $\beta=0,05$) |
| γ | probabilità complementare alla probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$) |
| c_A^* | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_A^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| Φ | funzione di distribuzione della distribuzione normale |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 8 | |

| | |
|--------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| k_p | p-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_p)=p$; |
| $k=k_{0,95}$ | 1,645; 0,95-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,95})=0,95$ |
| $k_{0,975}$ | 1,96; 0,975-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,975})=0,95$ |
| $u(y)$ | incertezza tipo di y |

5. Principio del metodo

La tecnica di prova consiste nella separazione radiochimica attraverso estrazione cromatografica dello Stronzio con resine chelanti contenenti una soluzione in alcole n-ottilico di 4,4'(5')-bis(t-butyl-cyclohexano)-18-crown-6 su supporto polimerico inerte e la successiva determinazione analitica con contatore proporzionale a flusso di gas.

Il metodo viene attualmente applicato per la determinazione dello ⁹⁰Sr attraverso la lettura diretta dello ⁹⁰Sr corretta per la crescita di ⁹⁰Y. La determinazione di ⁹⁰Sr può avvenire in maniera del tutto analoga attraverso la separazione di ⁹⁰Y all'equilibrio e la successiva lettura del decadimento di ⁹⁰Y: combinando le due determinazioni è possibile determinare l'eventuale presenza di ⁸⁹Sr.

6. Reagenti, materiale e apparecchiature

- Acqua da laboratorio conforme alla Qualità 3 della UNI EN ISO 3696: 1996 (Acqua)
- Acetone
- Acido cloridrico concentrato (HCl 37%)
- Acido nitrico concentrato (HNO₃ 70%)
- Acido nitrico 8 M (HNO₃ 8 M). Aggiungere 510 mL di HNO₃ 70% a 400 mL di acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Acido nitrico 3 M – Acido ossalico 0,05M (HNO₃ 3M – Acido ossalico 0,05M). Aggiungere 191 mL di HNO₃ 70% e 6,3 g di Acido ossalico biidrato a 800 mL di acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Acido nitrico 0,05M (HNO₃ 0,05 M). Aggiungere 3,2 mL di HNO₃ 70% a 900 mL di Acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Stronzio carrier 5 mg/mL (Sr(NO₃)₂ 12,1 mg/mL). Sciogliere 12,1 g di Stronzio nitrato (Sr(NO₃)₂) in Acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Sr Resin – colonne o cartucce preimpaccate contenenti una soluzione in alcole n-ottilico di 4,4'(5')-bis (t-butyl-cyclohexano)-18-crown-6 su supporto polimerico inerte. Il prodotto è fornito da Eichrom Technologies, Inc
- Cilindri graduati di diverse capacità
- Becher in vetro di diverse capacità
- Capsule di porcellana di diverse capacità
- Pipette graduate
- Supporto per colonne cromatografiche o – in alternativa – scatola a vuoto con pompa da vuoto e relativi accessori (puntali esterni gialli, puntali interni bianchi, tappi) per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Serbatoi da 25 mL per colonne cromatografiche o da 20 mL per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Tubi da centrifuga in materiale plastico da 50 mL
- Piattelli in acciaio inox di diametro compatibile con il sistema di misura (diametro 60 mm, altezza 8 mm)
- Bilancia analitica

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 8 | |

- Centrifuga
- Piastra riscaldante
- Muffola
- Contatore proporzionale a flusso di gas a basso fondo, dotato di 10 rivelatori di misura ed 1 rivelatore di guardia

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Prelevare un'aliquota di campione – secondo l'attività stimata del campione ed i limiti di rivelabilità richiesti e porlo in una capsula di porcellana di capacità adeguata; sia V il volume dell'aliquota.

Nota:

il volume del campione varia generalmente tra 0,5 L e 1 L; in tal modo il quantitativo di Ca non dovrebbe superare 1 g.

- Calcinare l'aliquota di campione in muffola a circa 700 °C per almeno 12 ore;
- trasferire l'aliquota di campione calcinata in un becher di vetro di capacità adeguata;
- aggiungere 1 mL di Sr(NO₃)₂ 12,1 mg/ML.

Nota:

data l'igroscopicità di Sr(NO₃)₂ è necessario standardizzare la concentrazione della soluzione portando a secco su piastra almeno 3 aliquote da 1 mL di Sr(NO₃)₂ 12,1 mg/mL. La media m_c e lo scarto tipo u(m_c) delle masse nette dei residui secchi devono essere utilizzati come dati di ingresso per il calcolo della resa chimica.

- Aggiungere 30 mL di HNO₃ 70% e 10 mL di HCl 37%;
- far bollire, coperto, su piastra per almeno 3 ore;
- portare il volume a circa 50 mL con Acqua e centrifugare in tubo da centrifuga da 50 mL;
- trasferire il surnatante in un becher di vetro univocamente identificato;
- trasferire il residuo in un altro becher di vetro;
- ripetere le operazioni precedenti sul residuo per 2 volte;
- portare a secco su piastra la soluzione ottenuta e sciogliere il residuo con 5 ml di HNO₃ 70%;
- ripetere l'operazione precedente per 2 volte;
- sciogliere il residuo ottenuto con 10 mL di HNO₃ 8 M.

Nota:

se si osserva particolato in sospensione centrifugare la soluzione e scartare il precipitato.

Procedere alla preparazione di Sr Resin.

7.2. Preparazione Sr Resin

Le modalità operative sono le stesse nell'utilizzo sia delle colonne Sr sia delle cartucce Sr con scatola a vuoto, ad eccezione della fase preliminare.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 8 | |

Utilizzo delle colonne Sr Resin

- Per ogni campione posizionare una colonna Sr nell'apposito supporto;
- posizionare un becher vuoto sotto ogni colonna;
- rimuovere i tappi inferiore e superiore da ogni colonna ed attendere che la colonna vada a secco;
- posizionare su ogni colonna un serbatoio da 25 mL;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M per condizionare la colonna Sr Resin;
- attendere sempre che la colonna vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Utilizzo delle cartucce Sr Resin con scatola a vuoto

- Posizionare il supporto per i tubi da centrifuga all'interno della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un tubo da centrifuga vuoto nel supporto;
- posizionare il coperchio della scatola a vuoto in modo che assicuri una buona tenuta;
- per ogni foro non utilizzato del coperchio della scatola a vuoto posizionare uno degli appositi tappi;
- Per ogni campione posizionare un puntale esterno giallo in uno dei fori presenti sul coperchio della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un puntale interno bianco all'interno del puntale esterno giallo;
- per ogni campione posizionare una cartuccia Sr Resin sul puntale interno bianco;
- posizionare su ogni cartuccia un serbatoio da 20 mL;
- collegare la pompa da vuoto al misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M per condizionare la cartuccia Sr Resin;
- accendere la pompa da vuoto;
- aumentare gradualmente la pressione sino a raggiungere un flusso di circa 1 mL/min con l'aiuto di un cronometro operando sulla valvola del misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto o direttamente sulla pompa da vuoto.

Nota:

per le soluzioni di lavaggio è possibile aumentare il flusso sino a 3 mL/min.

Attendere sempre che la cartuccia vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

7.3. Separazione di ⁹⁰Sr

- Trasferire la soluzione ottenuta dopo il pretrattamento in Sr Resin ed attendere che vada a secco;
- lavare il becher contenente il campione con 5 mL di HNO₃ 8 M e trasferire il lavaggio in Sr Resin ed attendere che Sr Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M ed attendere che Sr Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M – Acido ossalico 0,05 M ed attendere che Sr Resin vada a secco.

Nota:

HNO₃ 3 M – Acido ossalico 0,05 M è utilizzato per rimuovere Plutonio, Nettunio e Cerio.

- Aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M ed attendere che Sr Resin vada a secco.

Nota:

HNO₃ 8 M è utilizzato per rimuovere ogni residuo di Acido ossalico, Potassio e Bario.

- Annotare data e ora della separazione di ⁹⁰Sr;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 8 | |

- porre un contenitore pulito ed univocamente identificato sotto Sr Resin. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce Sr Resin con la scatola a vuoto è necessario spegnere la pompa da vuoto, sollevare il coperchio e sostituire il tubo da centrifuga;
- eluire ⁹⁰Sr con 10 mL di HNO₃ 0,05 M. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce Sr Resin con la scatola a vuoto è necessario accendere la pompa da vuota e aumentare gradualmente la pressione per regolare il flusso;
- procedere con la preparazione dei piattelli.

7.4. Preparazione dei piattelli

- Sgrassare con acetone ed identificare in modo univoco un piattello di acciaio inox;
- sottoporre il piattello alla misura di fondo;
- pesare il piattello per determinarne la tara;
- trasferire la soluzione ottenuta dalla separazione direttamente nel piattello;
- portare a secco su piastra;
- lavare il contenitore contenente la soluzione con 5 mL di HNO₃ 0,05M, trasferire il lavaggio nel piattello e portare a secco. Far raffreddare;
- porre i piattelli in essiccatore ed attendere almeno 1 ora;
- pesare i piattelli per determinarne il lordo;
- procedere con la determinazione analitica.

Nota:

la durata della misura di fondo varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

7.5. Misura radiometrica

Il campione è sottoposto a conteggio mediante contatore proporzionale a flusso di gas. La durata dell'acquisizione è funzione dell'attività stimata del campione e dei limiti di rivelabilità richiesti.

Nota:

la durata della misura varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

7.6. Preparazione e misura del bianco

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un campione di bianco costituito da un'aliquota di Acqua. Il bianco è utile per verificare l'assenza di contaminazione della vetreria, degli apparati e dei reagenti utilizzati. La massa del residuo del bianco m_b deve essere utilizzata per il calcolo della resa chimica. Il bianco può essere utilizzato – in alternativa al fondo strumentale – come sottrazione al segnale del campione e per la determinazione dei limiti caratteristici.

7.7. Taratura

La taratura in efficienza deve essere effettuata con una sorgente certificata di ⁹⁰Sr all'equilibrio con ⁹⁰Y. L'efficienza per ⁹⁰Sr+⁹⁰Y è data dall'espressione:

$$\epsilon_{Sr+Y} = \frac{r_{gs} - r_{0s}}{A_s}, \quad u_{rel}^2(\epsilon_{Sr+Y}) = \left(\frac{r_{gs}}{t_{gs}} + \frac{r_{0s}}{t_{0s}} \right) \frac{1}{(r_{gs} - r_{0s})^2} + u_{rel}^2(A_s)$$

Il rapporto k_ϵ tra l'efficienza per ⁹⁰Y e l'efficienza per ⁹⁰Sr può essere determinato sperimentalmente o essere dedotto da dati di letteratura. Per contatori proporzionali a flusso di gas un valore tipico è:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 8 | |

$$k_{\varepsilon} = \frac{\varepsilon_Y}{\varepsilon_{Sr}} \cong 1,25$$

8. Espressione dei risultati

Le misure con contatori proporzionali a flusso di gas sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività per unità di volume del campione ed incertezza composta

Nel seguito sono riportate le formule per il calcolo dell'attività per unità di volume c_A di ⁹⁰Sr a partire da una sola misura effettuata subito dopo la separazione di Sr: è però utile effettuare misure ripetute al fine di seguire la crescita di ⁹⁰Y per identificare la presenza di eventuali interferenti radiometrici. Nel caso di misure ripetute è necessario considerare la media delle singole determinazioni.

L'attività per unità di volume c_A di ⁹⁰Sr, riferita alla data di prelievo del campione, è data da:

$$c_A = (r_g - r_0) \cdot \frac{1}{V \cdot 2 \cdot f(T_m) \cdot \varepsilon_{Sr+Y} \cdot R_{c,Sr}} \cdot e^{\lambda_{Sr} T} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove:

$$w = \frac{1}{V \cdot 2 \cdot f(T_m) \cdot \varepsilon_{Sr+Y} \cdot R_{c,Sr}} \cdot e^{\lambda_{Sr} T}$$

Nota:

il fattore 2 a denominatore tiene conto del fatto che all'equilibrio l'attività di ⁹⁰Sr+⁹⁰Y è il doppio dell'attività di ⁹⁰Sr.

Il fattore di crescita di ⁹⁰Y $f(T_m)$ è dato da:

$$f(T_m) = 1 - \frac{k_{\varepsilon}}{1 + k_{\varepsilon}} e^{-\lambda_Y T_m} \frac{1 - e^{-\lambda_Y t_g}}{\lambda_Y t_g}$$

La resa chimica di estrazione di Sr è data da:

$$R_{c,Sr} = \frac{m_1 - m_t - m_b}{m_c}, \quad u_{rel}^2(R_{c,Sr}) = u_{rel}^2(m_c) + \frac{u^2(m_1) + u^2(m_t) + u^2(m_b)}{(m_1 - m_t)^2}$$

Nota:

la resa chimica $R_{c,Sr}$ può essere determinata con modalità diverse dal metodo gravimetrico proposto, ad esempio per via radiometrica utilizzando ⁸⁵Sr come tracciante o tramite determinazioni in assorbimento atomico o spettrometria di massa.

L'incertezza composta è data da:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 8 | |

$$u(c_A) = \sqrt{(u^2(r_g) + u^2(r_0)) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\epsilon_{Sr+Y}) + u_{rel}^2(R_{c,Sr}) + u_{rip}^2$$

Nella formula precedente si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento e sui tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo, da determinarsi a cura del laboratorio.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello di ISO 11929: 2010 (vedi Manuale Paragrafo 1.5.5. – Limiti caratteristici). La soglia di decisione è data da:

$$c_A^* = k \cdot w \cdot \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}$$

generalmente $\alpha=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{0,95}=k=1,645$.

Il limite di rivelabilità è dato da:

$$c_A^\# = \frac{2 \cdot c_A^* + k^2 \frac{w}{t_g}}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

con $\alpha=\beta=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{1-\beta}=k_{0,95}=k=1,645$.

I limiti dell'intervallo di copertura sono dati da:

$$c_A^< = c_A - k_p u(c_A), \quad p = \omega(c_A) \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

$$c_A^> = c_A + k_q u(c_A), \quad q = 1 - \omega(c_A) \frac{\gamma}{2}$$

dove

$$\omega(c_A) = \Phi(c_A / u(c_A))$$

Se $c_A/u(c_A) > 4$ allora $\omega(c_A)=1$ e le espressioni precedenti si semplificano in:

$$c_A^{<>} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} u(c_A)$$

generalmente $\gamma=0,05$ e $k_{1-\gamma/2}=k_{0,975}=1,96$.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NEL LATTE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-21 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 8 | |

10. Controllo di qualità

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un materiale di riferimento certificato o un campione di controllo costituito da una matrice, con caratteristiche simili ai campioni trattati, contenente una quantità nota di standard di ⁹⁰Sr. Utilizzare l'errore normalizzato per la valutazione del campione di controllo e adottare una carta di controllo per il controllo del metodo.

11. Interferenze

La presenza di grandi quantità di Calcio – superiori ad 1 g per aliquota – può causare interferenze.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 8 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo consente la determinazione della concentrazione di ⁹⁰Sr nell'acqua. Con questo metodo è possibile la determinazione di ⁸⁹Sr eventualmente presente. La fase di separazione richiede circa 1 ora per una decina di campioni trattati contemporaneamente. Il metodo ricalca sostanzialmente il metodo di separazione proposto in ASTM D5811-08 e in Annex E di ISO 13160: 2012.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

- ASTM D5811-08 Standard Test Method for Strontium-90 in Water
- ISO 13160: 2012 Strontium 90 and strontium 89 – Test methods using liquid scintillation counting or proportional counting
- Eichrom Technologies, Inc. SRW01 rev. 1.4 Sr-89, Sr-90 in Water

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|-------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c_A | attività per unità di volume di ⁹⁰ Sr alla data di prelievo (Bq/L) |
| r_g | rateo di conteggio lordo del campione (s^{-1}) |
| r_0 | rateo di conteggio di fondo per il campione (s^{-1}) |
| A_s | attività sorgente di taratura di ⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y alla data di misura (Bq) |
| r_{gs} | rateo di conteggio lordo della sorgente di taratura (s^{-1}) |
| r_{0s} | rateo di conteggio di fondo per la sorgente di taratura (s^{-1}) |
| V | volume del campione analizzato (L) |
| λ_{Sr} | costante di decadimento di ⁹⁰ Sr (s^{-1}) |
| λ_Y | costante di decadimento di ⁹⁰ Y (s^{-1}) |
| t_g | durata della misura del campione (s) |
| t_0 | durata della misura del fondo (s) |
| T | intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la separazione di Sr (s) |
| T_m | intervallo di tempo intercorso tra la separazione di Sr e la misura (s) |
| u_{rip} | scarto tipo di ripetibilità relativo del metodo |
| $R_{c,Sr}$ | resa chimica di estrazione di Sr |
| m_c | massa di Sr(NO ₃) ₂ aggiunta |
| m_t | tara del piattello |
| m_l | lordo del piattello |
| m_b | massa del residuo del bianco |
| ϵ_{Sr+Y} | efficienza di rivelazione per ⁹⁰ Sr+ ⁹⁰ Y |
| k_ϵ | rapporto tra l'efficienza di rivelazione per ⁹⁰ Y e l'efficienza di rivelazione per ⁹⁰ Sr |
| α | probabilità per l'errore di I tipo (generalmente $\alpha=0,05$) |
| β | probabilità per l'errore di II tipo (generalmente $\beta=0,05$) |
| γ | probabilità complementare alla probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$) |
| c_A^* | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_A^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| Φ | funzione di distribuzione della distribuzione normale |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 8 | |

| | |
|--------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| k_p | p-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_p)=p$ |
| $k=k_{0,95}$ | 1,645; 0,95-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,95})=0,95$ |
| $k_{0,975}$ | 1,96; 0,975-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,975})=0,95$ |
| $u(y)$ | incertezza tipo di y. |

5. Principio del metodo

La tecnica di prova consiste nella separazione radiochimica attraverso estrazione cromatografica dello Stronzio con resine chelanti contenenti una soluzione in alcole n-ottilico di 4,4'(5')-bis(t-butyl-cyclohexano)-18-crown-6 su supporto polimerico inerte e la successiva determinazione analitica con contatore proporzionale a flusso di gas.

Il metodo viene attualmente applicato per la determinazione dello ⁹⁰Sr attraverso la lettura diretta dello ⁹⁰Sr corretta per la crescita di ⁹⁰Y. La determinazione di ⁹⁰Sr può avvenire in maniera del tutto analoga attraverso la separazione di ⁹⁰Y all'equilibrio e la successiva lettura del decadimento di ⁹⁰Y: combinando le due determinazioni è possibile determinare l'eventuale presenza di ⁸⁹Sr.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua da laboratorio conforme alla Qualità 3 della UNI EN ISO 3696: 1996 (Acqua)
- Acetone
- Acido nitrico concentrato (HNO₃ 70%)
- Acido nitrico 8 M (HNO₃ 8 M). Aggiungere 510 mL di HNO₃ 70% a 400 mL di Acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Acido nitrico 3 M – Acido ossalico 0,05M (HNO₃ 3M – Acido ossalico 0,05M). Aggiungere 191 mL di HNO₃ 70% e 6,3 g di Acido ossalico biidrato a 800 mL di acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Acido nitrico 0,05M (HNO₃ 0,05M). Aggiungere 3,2 mL di HNO₃ 70% a 900 mL di Acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Stronzio carrier 5 mg/mL (Sr(NO₃)₂ 12,1 mg/mL). Sciogliere 12,1 g di Stronzio nitrato (Sr(NO₃)₂) in Acqua e diluire ad 1 L con Acqua
- Sr Resin – colonne o cartucce preimpaccate contenenti una soluzione in alcole n-ottilico di 4,4'(5')-bis (t-butyl-cyclohexano)-18-crown-6 su supporto polimerico inerte. Il prodotto è fornito da Eichrom Technologies, Inc.
- Cilindri graduati di diverse capacità
- Becher in vetro di diverse capacità
- Pipette graduate
- Supporto per colonne cromatografiche o – in alternativa – scatola a vuoto con pompa da vuoto e relativi accessori (puntali esterni gialli, puntali interni bianchi, tappi) per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Serbatoi da 25 ml per colonne cromatografiche o da 20 ml per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Tubi da centrifuga in materiale plastico da 50 mL
- Piattelli in acciaio inox di diametro compatibile con il sistema di misura (diametro 60 mm, altezza 8 mm)
- Bilancia analitica
- Centrifuga
- Piastra riscaldante

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 8 | |

- Contatore proporzionale a flusso di gas a basso fondo, dotato di 10 rivelatori di misura ed 1 rivelatore di guardia

Nota:

Tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Filtrare il campione a 0,45 µm ed acidificarlo a pH 2 con HNO₃ 70%.

Nota:

tale condizionamento deve essere effettuato all'atto del campionamento o non appena possibile.

- Prelevare un'aliquota di campione – secondo l'attività stimata del campione ed i limiti di rivelabilità richiesti e porlo in un becher di capacità adeguata; sia V il volume dell'aliquota.

Nota:

il volume del campione varia generalmente tra 10 mL e 1 L.

- Aggiungere 1 mL di Sr(NO₃)₂ 12,1 mg/mL.

Nota:

data l'igroscopicità di Sr(NO₃)₂ è necessario standardizzare la concentrazione della soluzione portando a secco su piastra almeno 3 aliquote da 1 mL di Sr(NO₃)₂ 12,1 mg/mL. La media m_c e lo scarto tipo $u(m_c)$ delle masse nette dei residui secchi devono essere utilizzati come dati di ingresso per il calcolo della resa chimica.

- Portare a secco su piastra e sciogliere il residuo con 5 ml di HNO₃ 70%.

Nota:

se durante l'evaporazione si osserva la formazione di particolato in sospensione è necessario procedere alla concentrazione di Sr con resine cationiche ed operare sull'eluato.

- Ripetere le operazioni precedenti per 2 volte;
- Sciogliere il residuo ottenuto con 10 mL di HNO₃ 8 M;
- Procedere alla preparazione di Sr Resin.

7.2. Preparazione Sr Resin

Le modalità operative sono le stesse nell'utilizzo sia delle colonne Sr sia delle cartucce Sr con scatola a vuoto, ad eccezione della fase preliminare.

Utilizzo delle colonne Sr Resin

- Per ogni campione posizionare una colonna Sr nell'apposito supporto;
- posizionare un becher vuoto sotto ogni colonna;
- rimuovere i tappi inferiore e superiore da ogni colonna ed attendere che la colonna vada a secco;
- posizionare su ogni colonna un serbatoio da 25 mL;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M per condizionare la colonna Sr Resin;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 8 | |

- attendere sempre che la colonna vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Utilizzo delle cartucce Sr Resin con scatola a vuoto

- Posizionare il supporto per i tubi da centrifuga all'interno della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un tubo da centrifuga vuoto nel supporto;
- posizionare il coperchio della scatola a vuoto in modo che assicuri una buona tenuta;
- per ogni foro non utilizzato del coperchio della scatola a vuoto posizionare uno degli appositi tappi;
- Per ogni campione posizionare un puntale esterno giallo in uno dei fori presenti sul coperchio della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un puntale interno bianco all'interno del puntale esterno giallo;
- per ogni campione posizionare una cartuccia Sr Resin sul puntale interno bianco;
- posizionare su ogni cartuccia un serbatoio da 20 mL;
- collegare la pompa da vuoto al misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M per condizionare la cartuccia Sr Resin;
- accendere la pompa da vuoto;
- aumentare gradualmente la pressione sino a raggiungere un flusso di circa 1 mL/min con l'aiuto di un cronometro operando sulla valvola del misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto o direttamente sulla pompa da vuoto.

Nota:
per le soluzioni di lavaggio è possibile aumentare il flusso sino a 3 mL/min.

7.3. Separazione di ⁹⁰Sr

- Trasferire la soluzione ottenuta dopo il pretrattamento in Sr Resin ed attendere che vada a secco;
- lavare il becher contenente il campione con 5 mL di HNO₃ 8 M e trasferire il lavaggio in Sr Resin ed attendere che Sr Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M ed attendere che Sr Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M – Acido ossalico 0,05 M ed attendere che Sr Resin vada a secco.

Nota:
HNO₃ 3 M – Acido ossalico 0,05 M è utilizzato per rimuovere Plutonio, Nettunio e Cerio.

- Aggiungere 5 mL di HNO₃ 8 M ed attendere che Sr Resin vada a secco.

Nota:
HNO₃ 8 M è utilizzato per rimuovere ogni residuo di Acido ossalico, Potassio e Bario.

- Annotare data e ora della separazione di ⁹⁰Sr;
- porre un contenitore pulito ed univocamente identificato sotto Sr Resin. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce Sr Resin con la scatola a vuoto è necessario spegnere la pompa da vuoto, sollevare il coperchio e sostituire il tubo da centrifuga;
- eluire ⁹⁰Sr con 10 mL di HNO₃ 0,05 M. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce Sr Resin con la scatola a vuoto è necessario accendere la pompa da vuota e aumentare gradualmente la pressione per regolare il flusso;
- procedere con la preparazione dei piattelli.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 8 | |

7.4. Preparazione dei piattelli

- Sgrassare con acetone ed identificare in modo univoco un piattello di acciaio inox;
- sottoporre il piattello alla misura di fondo;
- pesare il piattello per determinarne la tara;
- trasferire la soluzione ottenuta dalla separazione direttamente nel piattello;
- portare a secco su piastra;
- lavare il contenitore contenente la soluzione con 5 mL di HNO₃ 0,05M, trasferire il lavaggio nel piattello e portare a secco. Far raffreddare;
- porre i piattelli in essiccatore ed attendere almeno 1 ora;
- pesare i piattelli per determinarne il lordo;
- procedere con la determinazione analitica.

Nota:

la durata della misura di fondo varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

7.5. Misura radiometrica

Il campione è sottoposto a conteggio mediante contatore proporzionale a flusso di gas. La durata dell'acquisizione è funzione dell'attività stimata del campione e dei limiti di rivelabilità richiesti.

Nota:

la durata della misura varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

7.6. Preparazione e misura del bianco

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un campione di bianco costituito da un'aliquota di Acqua. Il bianco è utile per verificare l'assenza di contaminazione della vetreria, degli apparati e dei reagenti utilizzati. La massa del residuo del bianco m_b deve essere utilizzata per il calcolo della resa chimica. Il bianco può essere utilizzato – in alternativa al fondo strumentale – come sottrazione al segnale del campione e per la determinazione dei limiti caratteristici.

7.7. Taratura

La taratura in efficienza deve essere effettuata con una sorgente certificata di ⁹⁰Sr all'equilibrio con ⁹⁰Y. L'efficienza per ⁹⁰Sr+⁹⁰Y è data dall'espressione:

$$\epsilon_{Sr+Y} = \frac{r_{gs} - r_{0s}}{A_s}, \quad u_{rel}^2(\epsilon_{Sr+Y}) = \left(\frac{r_{gs}}{t_{gs}} + \frac{r_{0s}}{t_{0s}} \right) \frac{1}{(r_{gs} - r_{0s})^2} + u_{rel}^2(A_s)$$

Il rapporto k_ϵ tra l'efficienza per ⁹⁰Y e l'efficienza per ⁹⁰Sr può essere determinato sperimentalmente o essere dedotto da dati di letteratura. Per contatori proporzionali a flusso di gas un valore tipico è:

$$k_\epsilon = \frac{\epsilon_Y}{\epsilon_{Sr}} \cong 1,25$$

8. Espressione dei risultati

Le misure con contatori proporzionali a flusso di gas sono normalmente gestite da appositi software di

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 8 | |

analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati. Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività per unità di volume del campione ed incertezza composta

Nel seguito sono riportate le formule per il calcolo dell'attività per unità di volume c_A di ⁹⁰Sr a partire da una sola misura effettuata subito dopo la separazione di Sr: è però utile effettuare misure ripetute al fine di seguire la crescita di ⁹⁰Y per identificare la presenza di eventuali interferenti radiometrici. Nel caso di misure ripetute è necessario considerare la media delle singole determinazioni.

L'attività per unità di volume c_A di ⁹⁰Sr, riferita alla data di prelievo del campione, è data da:

$$c_A = (r_g - r_0) \cdot \frac{1}{V \cdot 2 \cdot f(T_m) \cdot \epsilon_{Sr+Y} \cdot R_{c,Sr}} \cdot e^{\lambda_{Sr} T} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove:

$$w = \frac{1}{V \cdot 2 \cdot f(T_m) \cdot \epsilon_{Sr+Y} \cdot R_{c,Sr}} \cdot e^{\lambda_{Sr} T}$$

Nota:

il fattore 2 a denominatore tiene conto del fatto che all'equilibrio l'attività di ⁹⁰Sr+⁹⁰Y è il doppio dell'attività di ⁹⁰Sr.

Il fattore di crescita di ⁹⁰Y $f(T_m)$ è dato da:

$$f(T_m) = 1 - \frac{k_\epsilon}{1 + k_\epsilon} e^{-\lambda_Y T_m} \frac{1 - e^{-\lambda_Y t_g}}{\lambda_Y t_g}$$

La resa chimica di estrazione di Sr è data da:

$$R_{c,Sr} = \frac{m_1 - m_t - m_b}{m_c}, \quad u_{rel}^2(R_{c,Sr}) = u_{rel}^2(m_c) + \frac{u^2(m_1) + u^2(m_t) + u^2(m_b)}{(m_1 - m_t)^2}$$

Nota:

la resa chimica $R_{c,Sr}$ può essere determinata con modalità diverse dal metodo gravimetrico proposto, ad esempio per via radiometrica utilizzando ⁸⁵Sr come tracciante o tramite determinazioni in assorbimento atomico o spettrometria di massa.

L'incertezza composta è data da:

$$u(c_A) = \sqrt{(u^2(r_g) + u^2(r_0)) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_r^2(w_\epsilon)} = \sqrt{\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_r^2(w_\epsilon)}$$

dove:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(V) + u_{rel}^2(\epsilon_{Sr+Y}) + u_{rel}^2(R_{c,Sr}) + u_{rip}^2$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 8 | |

Nella formula precedente si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulle costanti di decadimento e sui tempi; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo, da determinarsi a cura del laboratorio.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello di ISO 11929: 2010 (vedi Manuale Paragrafo 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione è data da:

$$c_A^* = k \cdot w \cdot \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}$$

generalmente $\alpha=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{0,95}=k=1,645$.

Il limite di rivelabilità è dato da:

$$c_A^\# = \frac{2 \cdot c_A^* + k^2 \frac{w}{t_g}}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

con $\alpha=\beta=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{1-\beta}=k_{0,95}=k=1,645$.

I limiti dell'intervallo di copertura sono dati da:

$$c_A^< = c_A - k_p u(c_A), \quad p = \omega(c_A) \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

$$c_A^> = c_A + k_q u(c_A), \quad q = 1 - \omega(c_A) \frac{\gamma}{2}$$

dove

$$\omega(c_A) = \Phi(c_A / u(c_A))$$

Se $c_A/u(c_A) > 4$ allora $\omega(c_A)=1$ e le espressioni precedenti si semplificano in:

$$c_A^{<>} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} u(c_A)$$

generalmente $\gamma=0,05$ e $k_{1-\gamma/2}=k_{0,975}=1,96$.

10. Controllo di qualità

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un materiale di riferimento certificato o un campione di controllo costituito da una matrice, con caratteristiche simili ai campioni trattati, contenente una quantità nota di standard di ⁹⁰Sr. Utilizzare l'errore normalizzato per la valutazione del campione di controllo e adottare una carta di controllo per il controllo del metodo.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DI ⁹⁰Sr NELL'ACQUA MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E MISURA DI ⁹⁰Sr | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-22 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 8 | |

11. Interferenze

La presenza di grandi quantità di Calcio – superiori ad 1 g per aliquota – può causare interferenze.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 23 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo metodo operativo analitico è adottato per la determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del plutonio (^{238}Pu , ^{239}Pu + ^{240}Pu , non risolvibili spettrometricamente) nelle acque. Se richiesta, può essere effettuata sulla stessa aliquota determinazione di ^{90}Sr .

Si applica alla misura della concentrazione di ^{238}Pu , ^{239}Pu e ^{240}Pu in campioni di acque potabili, acque superficiali, acque sotterranee (anche minerali e/o termali), acque di scarico e percolati superficiali per elettrodeposizione su disco di acciaio e successiva misura mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione (rivelazione delle emissioni alfa principali di ^{238}Pu a 5,50 MeV, e di ^{239}Pu + ^{240}Pu rispettivamente a 5,14 MeV e 5,16 MeV, non risolvibili spettrometricamente).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- UNI 8325 (1979) Determinazione del plutonio nelle urine.
- UNI 9778 (1990) Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio in terreni, fanghi e sedimenti

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a attività per unità di massa del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/kg)
- C_L numero di conteggi lordi del radionuclide incognito
- C_F numero di conteggi di fondo del radionuclide incognito
- a_S attività per unità di massa della soluzione di tracciante alla data di misura (Bq/g)
- m_S massa della soluzione standard di tracciante usata per la preparazione del campione (g)
- C_{LS} numero di conteggi lordi del tracciante
- C_{FS} numero di conteggi di fondo del tracciante
- m massa del campione analizzato (kg)
- λ costante di decadimento fisico del radionuclide incognito (s^{-1})
- t durata della misura (s)
- T intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s)
- u_{rip} incertezza di ripetibilità espressa come valore relativo
- ϵ_{met} efficienza complessiva del metodo (rivelazione + estrazione + deposizione)
- a^* soglia di decisione (Bq/kg)
- $a^\#$ limite di rivelabilità (Bq/kg)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- preconcentrazione per evaporazione del campione di acqua;
- riduzione di Pu(VI) a Pu(IV) con sodio nitrito;
- separazione mediante cromatografia ionica su resina anionica (Dowex 1X8) del complesso nitrico anionico del plutonio;
- eluizione con acido iodidrico che riduce Pu(IV) a Pu(III) elettrodeposizione del plutonio;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 23 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

- misura del campione elettrodepositato mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione elaborazione dei risultati della misura spettrometrica.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acido nitrico concentrato (68%, 15M)
- Acido nitrico 8M (533 mL HNO₃ conc. portati a 1 litro)
- Acido nitrico 6 M
- Acido nitrico 4 M
- Acido cloridrico 10 M
- Acido cloridrico 6 M
- Acido iodidrico non stabilizzato (67%)
- Ammonio idrossido concentrato (30%, 15 M)
- Ammonio idrossido diluito 1:10 (1,5 M)
- Acido solforico concentrato (96%, 18 M)
- Acido solforico diluito 1:10 (1,8 M)
- Stronzio nitrato
- Tellurio carrier: soluzione standard (ad es. per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Idrossilamina cloridrato (soluzione 1 M)
- TOPO – Triottilfosfina ossido
- Cicloesano
- Polietilene in polietilene in polvere (Microtene)
- Sodio nitrito
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Resina anionica tipo Dowex 1X8 (50-100 mesh)
- Solfato di ammonio (soluzione 3 M)
- Metanolo
- Indicatore rosso metile (soluzione 1% in metanolo)
- Campione certificato di ²⁴²Pu (soluzione in HNO₃ 2M) con incertezza globale relativa non superiore al 2 % da diluirsi a 0,3 Bq/g con HNO₃ 2M.
- Lana di vetro
- Filtri di nitrato di cellulosa (0,45 µm e 0,1 µm)
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri tipo “banda blu”
- Colonna di vetro per cromatografia di estrazione diametro 1 cm
- Dischetto di acciaio inossidabile, diametro 20 mm, lucidati a specchio e sgrassati, da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione
- Piastra agitante/riscaldante
- Dispositivo per elettrodeposizione; dotato di cella elettrolitica con corpo cilindrico in metacrilato e cappello inferiore di acciaio inossidabile, anodo di filo di platino di diametro 1 mm con occhio finale di diametro da 6 a 8 mm
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione, con camera di conteggio in condizioni di vuoto
- Pompa a vuoto

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente. L'acido iodidrico non stabilizzato e l'acqua ossigenata 120 volumi devono essere conservati ben chiusi in frigorifero.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 23 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Prelevare un campione di acqua. Se sono presenti solidi sospesi filtrarlo a 0,45 µm (il residuo può essere eventualmente analizzato seguendo il metodo di prova relativo alle determinazioni di Pu nel fallout);
- trasferire una quantità nota di campione (normalmente quantità variabili tra 4 e 10 L) in un Beaker;
- aggiungere 80 mL di HNO₃ concentrato;
- aggiungere 1 mL di Te carrier (10.000 mg/L) e lo standard interno di ²⁴²Pu (0,3 Bq circa) annotandone la massa esatta;
- se richiesta la determinazione di ⁹⁰Sr sulla stessa aliquota, aggiungere 1 mL della una soluzione di stronzio carrier;
- far evaporare il campione fino a circa 150 mL (ottenendo una soluzione 8M in HNO₃).

7.2. Preparazione degli estraenti del plutonio

Preparare una soluzione di TOPO 0,3 M come segue:

- trasferire 5,799 g di TOPO in un matraccio da 50 mL;
- portare a volume con cicloesano.

Preparare una soluzione di TOPO 0,2 M come segue:

- trasferire 3,86 g di TOPO in un matraccio da 50 mL;
- portare a volume con cicloesano.

Estraente A:

- aggiungere goccia a goccia e mescolando, 3,6 mL della soluzione di TOPO 0,3 M in cicloesano a 4,5 g di polietilene in polvere (Microtene) e condizionare mediante agitazione per 1 ora in 50 mL di HNO₃ 4M.

Estraente B:

- aggiungere goccia a goccia e mescolando, 2,4 mL della soluzione di TOPO 0,2 M in cicloesano a 3 g di polietilene in polvere (Microtene) e condizionare mediante agitazione per 1 ora in 50 mL di HCl 6 M.

7.3. Separazione degli isotopi del plutonio

- Aggiungere 2 mL di idrossilammina 1 M e 3 g di sodio nitrito (sciolto in poca acqua);
- far evaporare l'eccesso di sodio nitrito su piastra riscaldante fino a che non si sviluppino più vapori bruni;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa (0,1 µm);
- eluire il filtrato su una colonna (diam. 10 mm) di Dowex 1X8 50-100 mesh (10-15 mL) precedentemente condizionata con HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente in un Beaker;
- lavare la colonna con 50 mL di HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente nello stesso Beaker. Questo eluato (Soluzione A) verrà utilizzata per la determinazione del ⁹⁰Sr, se richiesta (vedi apposita scheda);
- lavare la colonna con 60 mL di HCl 10 M e scartare l'effluente;
- eluire il plutonio con 100 mL di HCl 10 M + 1 mL di HI;
- mandare a secco la soluzione;
- riprendere il residuo con 5 mL di HNO₃ 15 M + 1 mL di H₂O₂;
- mandare a secco e ripetere l'operazione altre due volte;
- riprendere il residuo con 30 mL di HNO₃ 6 M;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 23 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

- aggiungere 1 g di sodio nitrito sciolto in poca acqua e agitare per 15 minuti;
- trasferire il campione in una colonna cromatografica contenente l'estrattore A (per la preparazione vedere par. 7.2) ed eluire lentamente (0,5 mL/min c.a.). Scartare l'eluato;
- lavare la colonna con 50 mL di HNO₃ 4 M e scartare l'eluato;
- eluire la colonna con 80 mL di HCl 6 M + 0,155 mL di HI al 67% (HI 0,02 M) (0,5 mL/min c.a.);
- trasferire quest'ultimo eluato in una colonna cromatografica contenente l'estrattore B. (è opportuno disporre la colonna B in serie alla colonna A durante l'eluizione con acido iodidrico) raccogliendo l'eluato in un Beaker da 100 mL;
- mandare a secco.

7.4. Elettrodeposizione

- Riprendere il residuo con 5 mL di HNO₃ concentrato e con 1 mL di H₂O₂; ripetere l'operazione più volte fino a completa scomparsa dello iodio ed eventuali sostanze organiche presenti (il residuo deve essere praticamente invisibile);
- sciogliere il residuo con 1 mL di H₂SO₄ concentrato e con 1 mL di H₂O₂ 120 volumi scaldando per 5 minuti;
- aggiungere 10 mL di acqua, 3 gocce di indicatore rosso metile e 1 mL di H₂O₂;
- titolare con NH₄OH concentrato fino a viraggio giallo;
- aggiungere qualche goccia di H₂SO₄ (1:10) e NH₄OH (1:10) fino a viraggio color rosa salmone (possono essere utilizzati H₂SO₄ e NH₄OH più diluiti per raggiungere con maggior precisione il punto di viraggio che corrisponde a pH 4.5 c.a.);
- trasferire nella cella di elettrodeposizione ed elettrodeporre per almeno un'ora ad un amperaggio di 5 mA (il voltaggio necessario è di circa di 5.7 V) su di un piattello di acciaio inossidabile;
- uno-due minuti prima di terminare l'elettrodeposizione aggiungere 10 mL di NH₄OH 1:10;
- lavare il dischetto con H₂O e successivamente metanolo ed asciugarlo con l'epiradiatore.

7.5. Misura radiometrica

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante tecnica di spettrometria alfa ad alta risoluzione. La durata dell'acquisizione è definita in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato. Le modalità di esecuzione della misura radiometrica (conteggio del campione e del fondo) sono definiti negli specifici manuali.

7.6. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un dischetto di acciaio e misurarlo.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente.

7.7. Taratura

La determinazione dell'attività degli isotopi di plutonio nel campione viene effettuata mediante il metodo dello standard interno; conseguentemente il metodo non necessita di taratura.

8. Espressione dei risultati

Le misure di spettrometria alfa sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 23 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività massica del campione e incertezza composta ed estesa

L'attività per unità di massa a di ciascun isotopo del plutonio identificato, riferita alla data di prelievo del campione si calcola utilizzando la seguente formula:

$$a = (C_L - C_F) \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulla costante di decadimento λ e sul tempo T intercorso tra prelievo e misura; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \frac{C_{LS} + C_{FS}}{(C_{LS} - C_{FS})^2} + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

Si aggiunge che dal valore dell'efficienza complessiva del metodo ε_{met} (comprendente l'efficienza di rivelazione, estrazione e deposizione), ed espressa dalla seguente:

$$\varepsilon_{met} = \frac{C_{LS} - C_{FS}}{a_S \cdot m_S}$$

è possibile, se è nota l'efficienza di rivelazione, ricavare una stima dell'efficienza di estrazione e deposizione che è un parametro utile per verificare la qualità del metodo.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione a^* , riferita alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$a^* = 2,33 \cdot \sqrt{C_F} \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 23 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

Il limite di rivelabilità $a^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), riferito alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$a^{\#} = (4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71) \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO IN SUOLO, DMOS, SEDIMENTO MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 24 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questa istruzione operativa definisce il metodo analitico adottato per la determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del plutonio (^{238}Pu , ^{239}Pu e ^{240}Pu) nel suolo e in matrici assimilabili (fango, DMOS, sedimento). Può essere impiegata anche se è richiesta la determinazione simultanea di ^{90}Sr .

È applicabile alla misura della concentrazione di ^{238}Pu , ^{239}Pu e ^{240}Pu su campioni elettrodepositati mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione (rivelazione delle emissioni alfa principali di ^{238}Pu a 5,50 MeV, ^{239}Pu a 5,14 MeV e ^{240}Pu a 5,16 MeV). La procedura è applicabile a campioni in cui la concentrazione degli isotopi del plutonio sia superiore a circa 5 mBq/kg (considerando 0.1 kg di campione iniziale).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- UNI 8325 (1979) Determinazione del plutonio nelle urine
- UNI 9778 (1990) Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio in terreni, fanghi e sedimenti
- ISO 18589-4 (2009) Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and plutonium 239+240) by alpha spectrometry

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a attività per unità di massa del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/kg)
- C_L numero di conteggi lordi del radionuclide incognito
- C_F numero di conteggi di fondo del radionuclide incognito
- a_S attività per unità di massa della soluzione di tracciante alla data di misura (Bq/g)
- m_S massa della soluzione standard di tracciante usata per la preparazione del campione (g)
- C_{LS} numero di conteggi lordi del tracciante
- C_{FS} numero di conteggi di fondo del tracciante
- m massa del campione analizzato (kg)
- λ costante di decadimento fisico del radionuclide incognito (s^{-1})
- t durata della misura (s)
- T intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s)
- u_{rip} incertezza di ripetibilità espressa come valore relativo
- ϵ_{met} efficienza complessiva del metodo (rivelazione + estrazione + deposizione)
- a^* soglia di decisione (Bq/kg)
- $a^\#$ limite di rivelabilità (Bq/kg)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO IN SUOLO, DMOS, SEDIMENTO MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 24 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sui seguenti principi:

- leaching acido della matrice mediante ebollizione con acido nitrico e acido fluoridrico;
- riduzione di Pu(VI) a Pu(IV) con aggiunta di sodio nitrito;
- separazione mediante cromatografia ionica su resina anionica (Dowex 1X8) del complesso nitrico anionico del plutonio;
- eluizione con acido iodidrico, che riduce Pu(IV) a Pu(III);
- purificazione degli isotopi del plutonio mediante cromatografia su letto di polietilene in polvere;
- elettrodeposizione del plutonio;
- misura del campione elettrodepositato mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acido nitrico concentrato
- Acido nitrico 8M
- Acido nitrico 6 M
- Acido nitrico 4 M
- Acido cloridrico 10 M
- Acido cloridrico 6 M
- Acido cloridrico 0,5 M
- Acido cloridrico 0,1 M
- Acido fluoridrico (48%)
- Acido iodidrico non stabilizzato (67%)
- Ammonio idrossido concentrato
- Ammonio idrossido diluito 1:10 (1.5 M)
- Acido solforico concentrato
- Acido solforico diluito 1:10 (1.8 M)
- Stronzio nitrato
- Tellurio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico) 10.000 ppm
- Idrossilammina (1 M)
- TOPO – Triottilfosfina ossido
- Cicloesano
- Polietilene in polvere (microtene)
- Sodio nitrito
- HDEHP - acido etil-esil orto fosforico
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Resina anionica tipo Dowex 1X8 (50-100 mesh)
- Solfato di ammonio 3M
- Metanolo
- Indicatore rosso metile (rosso metile 1% in metanolo)
- Sorgente certificata di ²⁴²Pu con incertezza globale relativa non superiore al 2%
- Lana di vetro
- Filtri di nitrato di cellulosa (0,45 µm e 0,1 µm)
- Filtri in carta “banda blu”
- Colonna di vetro per cromatografia di estrazione diametro 1 cm
- Pallone da 2 litri con collo a smeriglio
- Refrigerante

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO IN SUOLO, DMOS, SEDIMENTO MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 24 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

- Dischetto di acciaio inossidabile, diametro 20 mm, lucidati a specchio e sgrassati, da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione
- Piastra agitante/riscaldante
- Dispositivo per elettrodeposizione dotato di cella elettrolitica con corpo cilindrico in metacrilato e cappello inferiore di acciaio inossidabile, anodo di filo di platino di diametro 1 mm con occhio finale di diametro da 6 a 8 mm
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione, con camera di conteggio in condizioni di vuoto
- Pompa a vuoto

Nota:

tutti i reagenti sono di grado analitico e devono essere conservati a temperatura ambiente (ad eccezione di acido iodidrico non stabilizzato e acqua ossigenata 120 volumi, che devono essere conservati ben chiusi in frigorifero).

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Pretrattare il campione come descritto nella scheda MET-11; disgregare il campione con mortaio e pestello o mulino a palle fino a ottenere una granulometria pari a 200 µm;
- trasferire in una capsula di porcellana un'aliquota (indicativamente 0,1 kg) di campione polverizzato a 200 µm;
- calcinare in muffola a 500° C per 5 ore;
- trasferire in una beuta da 500 mL ed aggiungere con cautela 250 mL di HNO₃ 8M e 1,5 mL di HF;
- aggiungere circa 1000 mg di stronzio nitrato carrier ed annotarne la massa esatta Q_{Sr}. (se è richiesta la determinazione simultanea di ⁹⁰Sr);
- aggiungere 1 mL di Te carrier (1.000 ppm) e lo standard interno di ²⁴²Pu (0,3 Bq circa);
- bollire sotto vigorosa agitazione per 30 minuti circa;
- lasciar raffreddare il campione e separare la parte liquida mediante centrifugazione;
- trasferire la parte solida nella beuta e ripetere la procedura di attacco acido sopra descritta;
- separare la parte liquida per centrifugazione ed unirli a quella precedentemente ottenuta e scartare la frazione solida.

7.2. Preparazione degli estraenti del plutonio

Preparare una soluzione di TOPO 0,3 M come segue:

- trasferire 5,799 g di TOPO in un matraccio da 50 mL, portare a volume con cicloesano.

Preparare una soluzione di TOPO 0,2 M come segue:

- trasferire 3,86 g di TOPO in un matraccio da 50 mL, portare a volume con cicloesano.

Estraente A:

- Aggiungere goccia a goccia e mescolando, 3,6 mL della soluzione di TOPO 0,3 M in cicloesano a 4,5 g di polietilene in polvere (Microtene) e condizionare mediante agitazione per 1 ora in 50 mL di HNO₃ 4 M.

Estraente B:

- Aggiungere goccia a goccia e mescolando, 2,4 mL della soluzione di TOPO 0,2 M in cicloesano a 3 g di polietilene in polvere (Microtene) e condizionare mediante agitazione per 1 ora in 50 mL di HCl 6 M.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO IN SUOLO, DMOS, SEDIMENTO MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 24 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

7.3. Separazione degli isotopi del plutonio

- Aggiungere 6,6 mL di idrossilammina 1 M e 9 g di sodio nitrito sciolto in poca acqua;
- far evaporare l'eccesso di sodio nitrito su piastra riscaldante fino a che non si sviluppano più vapori bruni;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa (0,1 µm);
- riportare la concentrazione in HNO₃ del campione ad 8M aggiungendo acqua se necessario;
- eluire il filtrato su una colonna per cromatografia con Dowex 1X8 50-100 mesh (10-15 mL); precedentemente condizionata con HNO₃ 8 M; raccogliere l'effluente in un Beaker;
- lavare la colonna con 50 mL di HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente nello stesso Beaker. Questo effluente (soluzione A) può essere utilizzato per la determinazione simultanea di ⁹⁰Sr, se richiesta;
- lavare la colonna con 60 mL di HCl 10 M e scartare l'effluente;
- eluire il plutonio con 100 mL di HCl 10 M + 1 mL di HI. Questo effluente (soluzione B) verrà utilizzata per la determinazione degli isotopi del plutonio;
- mandare a secco la soluzione B;
- riprendere il residuo con 5 mL di HNO₃ 15 M + 1 mL di H₂O₂;
- mandare a secco e ripetere l'operazione almeno altre due volte;
- riprendere il residuo con 30 mL di HNO₃ 6 M;
- aggiungere 1 g di sodio nitrito sciolto in poca acqua e agitare per 15 minuti;
- trasferire il campione in una colonna cromatografica contenente l'estraente A ed eluire lentamente (0,5 mL/min circa). Scartare l'eluato;
- lavare la colonna con 50 mL di HNO₃ 4 M e scartare l'eluato;
- eluire la colonna con 80 mL di HCl 6 M + 0,155 mL di HI al 67% (HI 0,02 M) (0,5 mL/min c.a.);
- trasferire quest'ultimo eluato in una colonna cromatografica contenente l'estraente B. E' opportuno disporre la colonna B in serie alla colonna A durante l'eluizione con acido iodidrico. Raccogliere l'eluato in un Beaker da 100 mL;
- mandare a secco.

7.4. Elettrodeposizione

- Riprendere il residuo con 5 mL di HNO₃ 15 M + 1 mL di H₂O₂. ripetere l'operazione più volte fino a completa scomparsa dello iodio ed eventuali sostanze organiche presenti;
- sciogliere il residuo con 1 mL di H₂SO₄ concentrato e con 1 mL di H₂O₂ 120 volumi scaldando per 5 minuti;
- aggiungere 10 mL di acqua, 3 gocce di indicatore rosso metile e 1 mL di H₂O₂;
- Titolare con NH₄OH concentrato fino a viraggio giallo;
- aggiungere qualche goccia di H₂SO₄ (1:10) e NH₄OH (1:10) fino a viraggio color rosa salmone; possono anche essere utilizzati H₂SO₄ e NH₄OH più diluiti per raggiungere con maggior precisione il punto di viraggio, che corrisponde a pH 4.5 circa;
- trasferire nella cella di elettrodeposizione ed elettrodepositare per almeno un'ora ad un amperaggio di 5 mA (il voltaggio necessario è di circa di 5.7 V) su di un piattello di acciaio inossidabile, precedentemente sgrassato con metanolo e sciacquato con acqua deionizzata;
- a circa due minuti dal termine dell'elettrodeposizione aggiungere 10 mL di NH₄OH 1:10;
- lavare il dischetto con H₂O e successivamente metanolo ed asciugarlo sotto epiradiatore.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO IN SUOLO, DMOS, SEDIMENTO MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 24 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

7.5. Misura radiometrica

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante tecnica di spettrometria alfa ad alta risoluzione. La durata dell'acquisizione è definita in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato. Le modalità di esecuzione della misura radiometrica (conteggio del campione e del fondo) sono definiti negli specifici manuali.

7.6. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un dischetto di acciaio e misurarlo.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente.

7.7. Taratura

La determinazione dell'attività degli isotopi di Pu nel campione viene effettuata mediante il metodo dello standard interno; conseguentemente il metodo non necessita di taratura.

8. Espressione dei risultati

Le misure di spettrometria alfa sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività massica del campione e incertezza composta ed estesa

L'attività per unità di massa a di ciascun isotopo del plutonio identificato, riferita alla data di prelievo del campione si calcola utilizzando la seguente formula:

$$a = (C_L - C_F) \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulla costante di decadimento λ e sul tempo T intercorso tra prelievo e misura; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(a) = a \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \frac{C_{LS} + C_{FS}}{(C_{LS} - C_{FS})^2} + \left(\frac{u(m)}{m}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a) = 2 \cdot u(a)$$

Si aggiunge che dal valore dell'efficienza complessiva del metodo ε_{met} , comprendente l'efficienza di rivelazione, estrazione e deposizione, ed espressa dalla seguente:

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO IN SUOLO, DMOS, SEDIMENTO MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 24 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

$$\varepsilon_{\text{met}} = \frac{C_{\text{LS}} - C_{\text{FS}}}{a_{\text{S}} \cdot m_{\text{S}}}$$

è possibile, se è nota l'efficienza di rivelazione, ricavare una stima dell'efficienza di estrazione e deposizione, parametro utile per verificare la qualità del metodo.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione a^* , riferita alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$a^* = 2,33 \cdot \sqrt{C_{\text{F}}} \cdot \frac{a_{\text{S}} \cdot m_{\text{S}}}{(C_{\text{LS}} - C_{\text{FS}})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

Il limite di rivelabilità $a^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), riferito alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$a^{\#} = (4,65 \cdot \sqrt{C_{\text{F}}} + 2,71) \cdot \frac{a_{\text{S}} \cdot m_{\text{S}}}{(C_{\text{LS}} - C_{\text{FS}})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL FALLOUT MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 25 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo metodo analitico è adottato per la determinazione sequenziale della concentrazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio (^{238}Pu , ^{239}Pu e ^{240}Pu) nel fallout. Può essere impiegata anche se richiesta la simultanea determinazione di ^{90}Sr . Questa istruzione operativa si applica alla misura della concentrazione di ^{238}Pu , ^{239}Pu e ^{240}Pu nel fallout per elettrodeposizione su disco di acciaio e successiva misura mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione (rivelazione delle emissioni alfa principali di ^{238}Pu a 5,50 MeV, ^{239}Pu a 5,14 MeV e ^{240}Pu a 5,16 MeV). La metodica è applicabile a campioni nei quali la concentrazione degli isotopi di plutonio sia indicativamente almeno superiore a 5 mBq/kg (per campioni di 0,1 kg).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- UNI 8325 (1979) Determinazione del plutonio nelle urine
- UNI 9778 (1990) Determinazione degli isotopi alfa emettitori del plutonio in terreni, fanghi e sedimenti

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- c attività per unità di superficie del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/m^2)
- C_L numero di conteggi lordi del radionuclide incognito
- C_F numero di conteggi di fondo del radionuclide incognito
- a_S attività per unità di massa della soluzione di tracciante alla data di misura (Bq/g)
- m_S massa della soluzione standard di tracciante usata per la preparazione del campione (g)
- C_{LS} numero di conteggi lordi del tracciante
- C_{FS} numero di conteggi di fondo del tracciante
- S superficie del campione analizzato (m^2)
- λ costante di decadimento fisico del radionuclide incognito (s^{-1})
- t durata della misura (s)
- T intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s)
- u_{rip} incertezza di ripetibilità espressa come valore relativo
- ε_{met} efficienza complessiva del metodo (rivelazione + estrazione + deposizione)
- c^* soglia di decisione (Bq/m^2)
- $c^\#$ limite di rivelabilità (Bq/m^2)

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- leaching acido del campione mediante ebollizione con acido nitrico;
- riduzione di Pu (VI) a Pu (IV) con sodio nitrito;
- separazione mediante cromatografia ionica su resina anionica (Dowex 1X8) del complesso nitrico anionico del plutonio;
- eluizione con acido iodidrico che riduce Pu (IV) a Pu (III);

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL FALLOUT MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 25 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

- elettrodeposizione del plutonio;
- misura del campione elettrodepositato mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione;
- elaborazione dei risultati della misura spettrometrica.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 della UNI ISO 3696
- Acido nitrico concentrato (68%, 15M)
- Acido nitrico 8M (533 mL HNO₃ conc. portati a 1 litro)
- Acido nitrico 6 M
- Acido nitrico 4 M
- Acido cloridrico 10 M
- Acido cloridrico 6 M
- Acido cloridrico 0,5 M
- Acido cloridrico 0,1 M
- Acido fluoridrico (48%)
- Acido iodidrico non stabilizzato (67%)
- Ammonio idrossido concentrato (30%, 15 M)
- Ammonio idrossido diluito 1:10 (1,5 M)
- Acido solforico concentrato (96%, 18 M)
- Acido solforico diluito 1:10 (1,8 M)
- Stronzio nitrato.
- Tellurio carrier: soluzione standard (per assorbimento atomico), 10.000 ppm
- Idrossilammina (1 M)
- TOPO – Triottilfosfina ossido
- Cicloesano
- Polietilene in polietilene in polvere (Microtene)
- Sodio nitrito
- HDEHP - acido etil-esil ortofosforico
- Acqua ossigenata 120 volumi
- Resina anionica Dowex 1X8 (50-100 mesh)
- Solfato di ammonio 3M
- Metanolo
- Indicatore rosso metile (rosso metile 1% in metanolo)
- Soluzione di riferimento per assorbimento atomico di stronzio (10.000 ppm)
- Soluzione di riferimento per assorbimento atomico di tellurio (10.000 ppm)
- Campione certificato di ²⁴²Pu (soluzione in HNO₃ 2M) con incertezza globale relativa non superiore al 2 % da diluirsi a 0,3 Bq/g con HNO₃ 2M.
- Lana di vetro
- Filtri di nitrato di cellulosa (0,8 µm)
- Filtri in carta a basso contenuto di ceneri tipo “banda blu”
- Piastra agitante/riscaldante
- Muffola
- Dispositivo per elettrodeposizione; dotato di cella elettrolitica con corpo cilindrico in metacrilato e cappello inferiore di acciaio inossidabile, anodo di filo di platino di diametro 1 mm con occhio finale di diametro da 6 a 8 mm
- Dischetto di acciaio inossidabile; Diametro 20 mm, lucidati a specchio e sgrassati, da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione, con camera di conteggio in condizioni di vuoto

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL FALLOUT MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 25 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

- Pompa a vuoto

Nota:

l'acido iodidrico non stabilizzato e l'acqua ossigenata 120 volumi devono essere conservati ben chiusi in frigorifero.

7. Procedura

7.1. Pretrattamento del campione

- Trasferire in una capsula di porcellana una aliquota (indicativamente 0,1 kg) di fallout essiccato (e' possibile riunire più aliquote di fallout per aumentare la sensibilità analitica);
- calcinare in muffola a 500°C per 5 ore;
- trasferire in una beuta da 500 mL ed aggiungere con cautela 250 mL di HNO₃ 8M e 1,5 mL di HF;
- se richiesta la determinazione di ⁹⁰Sr, aggiungere 1 mL di stronzio carrier (soluzione 10.000 mg/L);
- aggiungere 1 mL di Te carrier (10.000 mg/L) e lo standard interno di ²⁴²Pu (0,3 Bq circa) annotandone la massa esatta;
- bollire sotto vigorosa agitazione per 30 minuti circa;
- lasciar raffreddare il campione e separare la parte liquida mediante centrifugazione;
- trasferire la parte solida nella beuta e ripetere la procedura di attacco acido sopra descritta;
- separare la parte liquida per centrifugazione ed unirli a quella precedentemente ottenuta e scarta re la frazione solida.

7.2. Preparazione degli estraenti del plutonio

Preparare una soluzione di TOPO 0,3 M come segue:

- trasferire 5,799 g di TOPO in un matraccio da 50 mL;
- portare a volume con cicloesano.

Preparare una soluzione di TOPO 0,2 M come segue:

- trasferire 3,86 g di TOPO in un matraccio da 50 mL;
- portare a volume con cicloesano.

Estraente A:

- aggiungere goccia a goccia e mescolando, 3,6 mL della soluzione di TOPO 0,3 M in cicloesano a 4,5 g di polietilene in polvere (Microtene) e condizionare mediante agitazione per 1 ora in 50 mL di HNO₃ 4M.

Estraente B:

- aggiungere goccia a goccia e mescolando, 2,4 mL della soluzione di TOPO 0,2 M in cicloesano a 3 g di polietilene in polvere (Microtene) e condizionare mediante agitazione per 1 ora in 50 mL di HCl 6 M.

7.3. Separazione degli isotopi del plutonio

- Aggiungere 6,6 mL di idrossilammina 1M e 9 g di sodio nitrito (sciolto in poca acqua). Far evaporare l'eccesso di sodio nitrito su piastra riscaldante fino a che non si sviluppano più vapori bruni;
- riportare la concentrazione in HNO₃ del campione ad 8M aggiungendo acqua se necessario;
- filtrare su filtro in nitrato di cellulosa (0,1 µm);
- eluire il filtrato su una colonna (diam. 10 mm) di Dowex 1X8 50-100 mesh (10-15 mL) precedentemente condizionata con HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente in un Beaker;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPi ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL FALLOUT MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 25 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

- lavare la colonna con 50 mL di HNO₃ 8 M raccogliendo l'effluente nello stesso Beaker. Questo eluato (Soluzione A) verrà utilizzata per la determinazione del ⁹⁰Sr, se richiesta (vedi apposita Istruzione Operativa);
- lavare la colonna con 60 mL di HCl 10 M e scartare l'effluente;
- eluire il plutonio con 100 mL di HCl 10 M + 1 mL di HI. Questo effluente (soluzione B) verrà utilizzata per la determinazione degli isotopi del plutonio.

7.4. Elettrodeposizione

- Riprendere il residuo con 5 mL di HNO₃ concentrato e con 1 mL di H₂O₂; ripetere l'operazione più volte fino a completa scomparsa dello iodio ed eventuali sostanze organiche presenti (il residuo deve essere praticamente invisibile);
- sciogliere il residuo con 1 mL di H₂SO₄ concentrato e con 1 mL di H₂O₂ 120 volumi scaldando per 5 minuti;
- aggiungere 10 mL di acqua, 3 gocce di indicatore rosso metile e 1 mL di H₂O₂;
- titolare con NH₄OH concentrato fino a viraggio giallo;
- aggiungere qualche goccia di H₂SO₄ (1:10) e NH₄OH (1:10) fino a viraggio color rosa salmone (possono essere utilizzati H₂SO₄ e NH₄OH più diluiti per raggiungere con maggior precisione il punto di viraggio che corrisponde a pH 4.5 c.a.);
- trasferire nella cella di elettrodeposizione ed elettrodeporre per almeno un'ora ad un amperaggio di 5 mA (il voltaggio necessario è di circa di 5.7 V) su di un piattello di acciaio inossidabile;
- uno-due minuti prima di terminare l'elettrodeposizione aggiungere 10 mL di NH₄OH 1:10;
- lavare il dischetto con H₂O e successivamente metanolo ed asciugarlo con l'epiradiatore.

7.5. Misura radiometrica

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante tecnica di spettrometria alfa ad alta risoluzione. La durata dell'acquisizione è definita in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato. Le modalità di esecuzione della misura radiometrica (conteggio del campione e del fondo) sono definiti negli specifici manuali e nella IO M1 056 "Misure di spettrometria alfa ad alta risoluzione".

7.6. Preparazione e misura del bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un dischetto di acciaio e misurarlo.

Nota:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente.

7.7. Taratura

La determinazione dell'attività degli isotopi di Pu nel campione viene effettuata mediante il metodo dello standard interno; conseguentemente il metodo non necessita di taratura.

8. Espressione dei risultati

Le misure di spettrometria alfa sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL FALLOUT MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 25 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

8.1. Attività massica del campione e incertezza composta ed estesa

L'attività per unità di superficie c di ciascun isotopo del plutonio identificato, riferita alla data di prelievo del campione si calcola utilizzando la seguente formula:

$$c = (C_L - C_F) \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{S} \cdot e^{\lambda T}$$

L'incertezza composta si ottiene sommando in quadratura tutti i contributi significativi. Nella formula che segue si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulla costante di decadimento λ e sul tempo T intercorso tra prelievo e misura; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo di misura.

$$u(c) = c \cdot \sqrt{\frac{C_L + C_F}{(C_L - C_F)^2} + \left(\frac{u(a_S)}{a_S}\right)^2 + \left(\frac{u(m_S)}{m_S}\right)^2 + \frac{C_{LS} + C_{FS}}{(C_{LS} - C_{FS})^2} + \left(\frac{u(S)}{S}\right)^2 + u_{rip}^2}$$

L'incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(c) = 2 \cdot u(c)$$

Si aggiunge che dal valore dell'efficienza complessiva del metodo ε_{met} (comprendente l'efficienza di rivelazione, estrazione e deposizione), ed espressa dalla seguente:

$$\varepsilon_{met} = \frac{C_{LS} - C_{FS}}{a_S \cdot m_S}$$

è possibile, se è nota l'efficienza di rivelazione, ricavare una stima dell'efficienza di estrazione e deposizione che è un parametro utile per verificare la qualità del metodo.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione c^* , riferita alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$c^* = 2,33 \cdot \sqrt{C_F} \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL FALLOUT MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 25 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

Il limite di rivelabilità $c^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), riferito alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$c^{\#} = (4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71) \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 9 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo consente la determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del Plutonio (^{238}Pu , ^{239}Pu + ^{240}Pu , non risolvibili spettrometricamente) nelle acque. Il metodo è un estratto di un metodo sequenziale che consente la determinazione degli isotopi alfa emettitori di Americio, Plutonio e Uranio ed eventualmente di ^{90}Sr . La fase di separazione richiede circa 2 ore per una decina di campioni trattati contemporaneamente. Il metodo ricalca sostanzialmente il metodo di separazione proposto in Annex D di ISO 18589-4: 2009.

2. Classificazione

Estratto di Metodo interno (fonte: Arpa Piemonte).

3. Riferimenti bibliografici

- ISO 18589-4: 2009 Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 4: Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and plutonium 239 + 240) by alpha spectrometry
- Eichrom Technologies, Inc. ACW03 rev. 2.1 Americium, Plutonium and Uranium in Water

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c_A | attività per unità di volume del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/L) |
| r_g | rateo di conteggio lordo del campione (s^{-1}) |
| r_0 | rateo di conteggio di fondo per il campione (s^{-1}) |
| A_t | attività soluzione di tracciante alla data di misura (Bq) |
| r_{gt} | rateo di conteggio lordo del tracciante (s^{-1}) |
| r_{0t} | rateo di conteggio di fondo per il tracciante (s^{-1}) |
| A_s | attività sorgente di taratura alla data di misura (Bq) |
| r_{gs} | rateo di conteggio lordo della sorgente di taratura (s^{-1}) |
| r_{0s} | rateo di conteggio di fondo per la sorgente di taratura (s^{-1}) |
| V | volume del campione analizzato (L) |
| λ | costante di decadimento del radionuclide incognito (s^{-1}) |
| t_g | durata della misura del campione (s) |
| t_0 | durata della misura del fondo (s) |
| T | intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s) |
| u_{rip} | scarto tipo di ripetibilità relativo del metodo |
| R | resa totale del metodo |
| R_c | resa chimica del metodo |
| ε | efficienza di rivelazione |
| α | probabilità per l'errore di I tipo (generalmente $\alpha=0,05$) |
| β | probabilità per l'errore di II tipo (generalmente $\beta=0,05$) |
| γ | probabilità complementare alla probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$) |
| c_A^* | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_A^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| Φ | funzione di distribuzione della distribuzione normale |
| k_p | p-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_p)=p$ |
| $k=k_{0,95}$ | 1,645; 0,95-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,95})=0,95$ |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 9 | |

$k_{0,975}$ 1,96; 0,975-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,975})=0,95$
 $u(y)$ incertezza tipo di y

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla estrazione selettiva degli isotopi di Am, Pu e U da parte di una combinazione di resine costituite da diamil,amilfosfonato (DAAP) e octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) su supporti polimerici inerti.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua da laboratorio conforme alla Qualità 3 della UNI EN ISO 3696: 1996 (Acqua)
- Acetone
- Acido ascorbico 1 M – Sciogliere 17,6 g di Acido ascorbico ($C_6H_8O_6$) in 90 mL di Acqua e diluire a 100 mL con Acqua; preparare fresco settimanalmente
- Acido nitrico concentrato (HNO_3 70%)
- Acido nitrico 0,5 M (HNO_3 0,5 M) – Aggiungere 32 mL di HNO_3 70% a 900 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 2 M (HNO_3 2 M) – Aggiungere 127 mL di HNO_3 70% a 800 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 2 M – Sodio nitrito 0,1 M (HNO_3 2 M – $NaNO_2$ 0,1 M) – Aggiungere 32 mL di HNO_3 70% a 200 mL di acqua, sciogliere 1,72 g di Sodio nitrito nella soluzione e diluire a 250 mL con Acqua; preparare fresco giornalmente
- Acido nitrico 3 M (HNO_3 3 M) – Aggiungere 191 mL di HNO_3 70% a 800 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 3 M – Alluminio nitrato 1 M (HNO_3 3 M – $Al(NO_3)_3$ 1 M) – Sciogliere 212 g di Alluminio nitrato anidro ($Al(NO_3)_3$) in 700 mL di Acqua, aggiungere 191 mL di HNO_3 70% e diluire a 1 L con Acqua
- Ammonio biossالاتo 0,1 M – Sciogliere 6,31 g di Acido ossalico ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) e 7,11 g di Ammonio ossalato ($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$) in 900 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Ammonio idrossido 5% (NH_4OH 5%) – Sciogliere 50 g di Ammonio idrossido concentrato (NH_4OH 30%) in 950 g di Acqua
- Ammonio ossalato 20 g/L – Sciogliere 5 g di Ammonio ossalato ($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$) in 250 mL di Acqua
- Ammonio tiocianato 1 M – Sciogliere 7,6 g di Ammonio tiocianato (NH_4SCN) in 90 mL di Acqua e diluire a 100 mL con Acqua
- Etanolo
- Ferro solfamato 0,6 M – Sciogliere 57 g di Acido solfamico (NH_2SO_3H) in 150 mL di Acqua scaldando a circa 70 °C, aggiungere gradualmente 7 g di polvere di Ferro sino a completa dissoluzione, filtrare sotto vuoto a 0,45 μm e diluire a 200 mL con Acqua; preparare fresco settimanalmente
- Potassio idrossido 25% (KOH 25%) – Sciogliere 250 g di Potassio idrossido (KOH) in 750 g di Acqua
- Sodio bisolfato 5% – Sciogliere 50 g di Sodio bisolfato ($NaHSO_4 \cdot H_2O$) in 950 g di Acqua
- Sodio solfato 15% – Sciogliere 150 g di Sodio solfato (Na_2SO_4) in 850 g di Acqua
- Soluzione certificata di ^{242}Pu con concentrazione di circa 0,1 Bq/g (Tracciante)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 9 | |

- TRU Resin – Colonne o cartucce preimpaccate contenenti octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) sciolto in tri-n-butyl fosfato (TBP) su supporto polimerico inerte.; il prodotto è fornito da Eichrom Technologies, Inc.
- Cilindri graduati di diverse capacità
- Beaker in vetro di diverse capacità
- Pipette graduate
- Supporto per colonne cromatografiche o – in alternativa – scatola a vuoto con pompa da vuoto e relativi accessori (puntali esterni gialli, puntali interni bianchi, tappi) per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.;
- Serbatoi da 25 mL per colonne cromatografiche o da 20 mL per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Tubi da centrifuga in materiale plastico da 50 mL
- Piattelli in acciaio inox di diametro compatibile con la cella per elettrodeposizione (20÷25 mm), da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione
- Bilancia analitica
- Centrifuga
- Piastra riscaldante
- Sistema per elettrodeposizione, dotato di cella per elettrodeposizione con corpo cilindrico, cappello inferiore di acciaio inossidabile e anodo di platino
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione con rivelatore al Silicio e camera a vuoto
- Pompa da vuoto

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura

7.1. Pretrattamento del campione

- Filtrare il campione a 0,45 µm ed acidificarlo a pH 2 con HNO₃ 70%;

Nota:

tale condizionamento deve essere effettuato all'atto del campionamento o non appena possibile.

- Prelevare un'aliquota di campione – secondo l'attività stimata del campione ed i limiti di rivelabilità richiesti – e porlo in un Beaker di capacità adeguata; sia V il volume dell'aliquota;

Nota:

il volume del campione varia generalmente tra 10 mL e 1 L.

- aggiungere 1 mL di tracciante ²⁴²Pu; sia A₁ l'attività di tracciante aggiunta;
- portare a secco su piastra e sciogliere il residuo con 5 ml di HNO₃ 70%;

Nota:

se durante l'evaporazione si osserva la formazione di particolato in sospensione è necessario procedere alla precipitazione dei fosfati con Calcio nitrato e Ammonio fosfato.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 9 | |

- ripetere le operazioni precedenti per 2 volte.
- sciogliere il residuo ottenuto con 10 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M;

Nota:

se il volume del precipitato è grande aggiungere ulteriori 5 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M.

- aggiungere 2 mL di Ferro solfamato 0,6 M. Agitare la soluzione;

Nota:

se sono stati utilizzati complessivamente 15 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M aggiungere in tutto 3 mL di Ferro solfamato 0,6M.

- aggiungere 1 goccia di Ammonio tiocianato 1 M. Agitare la soluzione;

Nota:

il colore della soluzione vira al rosso per la presenza di Fe(III).

- aggiungere 1 mL di Acido ascorbico 1 M. Agitare la soluzione. Attendere per 2-3 minuti;

Nota:

il colore rosso della soluzione svanisce per la riduzione di Fe(III) a Fe(II). Se il colore rosso permane aggiungere goccia a goccia Acido ascorbico 1 M. Se si osserva la formazione di particolato in sospensione centrifugare la soluzione e scartare il precipitato.

- procedere alla preparazione di TRU Resin.

Nota:

se è richiesta la determinazione di U è necessario utilizzare anche UTEVA Resin. Vedi MET-33.

7.2. Preparazione TRU Resin

Le modalità operative sono le stesse nell'utilizzo sia delle colonne TRU sia delle cartucce TRU con scatola a vuoto, ad eccezione della fase preliminare.

Utilizzo delle colonne TRU Resin

- Per ogni campione posizionare una colonna TRU nell'apposito supporto;
- posizionare un Beaker vuoto sotto ogni colonna;
- rimuovere i tappi inferiore e superiore da ogni colonna ed attendere che la colonna vada a secco;
- posizionare su ogni colonna un serbatoio da 25 mL;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M per condizionare la colonna TRU Resin;
- attendere sempre che la colonna vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Utilizzo delle cartucce TRU Resin con scatola a vuoto

- Posizionare il supporto per i tubi da centrifuga all'interno della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un tubo da centrifuga vuoto nel supporto;
- posizionare il coperchio della scatola a vuoto in modo che assicuri una buona tenuta;
- per ogni foro non utilizzato del coperchio della scatola a vuoto posizionare uno degli appositi tappi;
- per ogni campione posizionare un puntale esterno giallo in uno dei fori presenti sul coperchio della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un puntale interno bianco all'interno del puntale esterno giallo;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 9 | |

- per ogni campione posizionare una cartuccia TRU Resin sul puntale interno bianco;
- posizionare su ogni cartuccia un serbatoio da 20 mL;
- collegare la pompa da vuoto al misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M per condizionare la cartuccia TRU Resin;
- accendere la pompa da vuoto;
- aumentare gradualmente la pressione sino a raggiungere un flusso di circa 1 mL/min con l'aiuto di un cronometro operando sulla valvola del misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto o direttamente sulla pompa da vuoto.

Nota:

per le soluzioni di lavaggio è possibile aumentare il flusso sino a 3 mL/min.

- Attendere sempre che la cartuccia vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

7.3. Separazione degli isotopi del Plutonio

- Trasferire la soluzione ottenuta dopo il pretrattamento in TRU Resin ed attendere che vada a secco;
- lavare il Beaker contenente il campione con 5 mL di HNO₃ 3 M e trasferire il lavaggio in TRU Resin ed attendere che TRU Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 2 M ed attendere che TRU Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 2 M – NaNO₂ 0,1 M ed attendere che TRU Resin vada a secco;

Nota:

il Sodio Nitrito è utilizzato per ossidare Pu(III) a Pu(IV).

- aggiungere 5 mL di HNO₃ 0,5 M ed attendere che TRU Resin vada a secco;

Nota:

HNO₃ 0,5 M è utilizzato per abbassare la concentrazione dei nitrati.

Se è richiesta la determinazione di Am è necessario provvedere alla sua eluizione con HCl 9 M e HCl 4 M.

- porre un contenitore pulito ed univocamente identificato sotto TRU Resin. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce TRU Resin con la scatola a vuoto è necessario spegnere la pompa da vuoto, sollevare il coperchio e sostituire il tubo da centrifuga;
- eluire il Plutonio con 10 mL di Ammonio Biossallato 0,1 M. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce TRU Resin con la scatola a vuoto è necessario accendere la pompa da vuota e aumentare gradualmente la pressione per regolare il flusso;
- procedere con l'elettrodeposizione.

7.4. Elettrodeposizione

Il metodo proposto è fornito soltanto come indicazione. Può essere utilizzato qualsiasi altro metodo di elettrodeposizione.

- Assemblare una cella per elettrodeposizione con un piattello di acciaio inox univocamente identificato;

Nota:

per l'assemblaggio della cella per elettrodeposizione e per l'utilizzo del sistema per elettrodeposizione fare riferimento alle istruzioni del produttore.

- lavare la cella per elettrodeposizione con Acetone e verificarne la tenuta;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 9 | |

- trasferire la soluzione ottenuta dalla separazione in un Beaker di capacità adeguata univocamente identificato;
- portare a secco su piastra;
- aggiungere 2,5 mL di NaHSO₄ 5%, 2 mL di Acqua e 5 mL di Na₂SO₄ 15% e scaldare su piastra;
- trasferire la soluzione nella cella per elettrodeposizione;
- lavare il Beaker con 3 mL di Acqua e trasferire il lavaggio nella cella per elettrodeposizione;
- aggiungere 1 mL di Ammonio Ossalato 20 g/L direttamente nella cella per elettrodeposizione;
- inserire l’anodo di platino nella cella per elettrodeposizione e connettere gli elettrodi all’alimentatore del sistema per elettrodeposizione;
- accendere l’alimentatore, aggiustare la corrente a 0,5 A ed elettrodeporre per 5 min.;
- aggiustare la corrente a 0,75 A ed elettrodeporre per 90 min.;
- aggiungere lentamente 2 mL di KOH 25% per fermare la reazione e continuare l’elettrodeposizione per 1 min.;
- spegnere l’alimentatore, rimuovere l’anodo di platino e scartare la soluzione elettrolitica;
- lavare la cella per elettrodeposizione con 2 mL di NH₄OH 5%;
- ripetere l’operazione precedente per 2 volte;
- rimuovere il piattello e lavarlo con NH₄OH 5%, Etanolo e Acetone;
- asciugare il piattello a circa 200 °C per 5 min.;
- procedere con la determinazione analitica.

7.5. Misura radiometrica

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione con rivelatore al Silicio in camera a vuoto. La durata dell’acquisizione è funzione dell’attività stimata del campione e dei limiti di rivelabilità richiesti.

Nota:

la durata della misura varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

7.6. Preparazione e misura del bianco

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un campione di bianco costituito da un’aliquota di Acqua. Il bianco è utile per verificare l’assenza di contaminazione della vetreria, degli apparati e dei reagenti utilizzati. Il bianco può essere utilizzato – in alternativa al fondo strumentale – come sottrazione al segnale del campione e per la determinazione dei limiti caratteristici.

7.7. Taratura

La taratura in energia deve essere effettuata con una sorgente certificata con emissioni alfa multiple.

Nota:

è necessario che sia certificata la composizione isotopica della sorgente, non la sua attività.

La determinazione dell’attività degli isotopi del Plutonio viene effettuata mediante il metodo dello standard interno: conseguentemente il metodo non necessita di taratura in efficienza. Può comunque essere utile – al fine della verifica delle prestazioni del metodo – determinare l’efficienza di rivelazione utilizzando una sorgente certificata con lo stesso diametro attivo dei campioni elettrodepositati tramite l’espressione:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 9 | |

$$\varepsilon = \frac{r_{gs} - r_{0s}}{A_s}$$

Nota:

non è necessario garantire la riferibilità metrologica dell'efficienza di rivelazione ε e neppure stimarne l'incertezza, dal momento che tale grandezza non ha influenza sul risultato della misura.

8. Espressione dei risultati

Le misure di spettrometria alfa sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività per unità di volume del campione ed incertezza composta

L'attività per unità di volume c_A di ciascun isotopo del Plutonio, riferita alla data di prelievo del campione, è data da:

$$c_A = (r_g - r_0) \cdot \frac{A_t}{(r_g - r_{0t})} \cdot \frac{1}{V} \cdot e^{\lambda T} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove:

$$w = \frac{A_t}{(r_{gt} - r_{0t})} \cdot \frac{1}{V} \cdot e^{\lambda T}$$

L'incertezza composta è data da:

$$u(c_A) = \sqrt{(u^2(r_g) + u^2(r_0)) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_r^2(w)} = \sqrt{\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_r^2(w)}$$

dove:

$$u_{rel}^2(w) = \left(\frac{r_{gt}}{t_g} + \frac{r_{0t}}{t_0}\right) \frac{1}{(r_{gt} - r_{0t})^2} + u_{rel}^2(A_t) + u_{rel}^2(V) + u_{rip}^2$$

Nella formula precedente si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulla costante di decadimento λ e sul tempo T intercorso tra prelievo e misura; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo, da determinarsi a cura del laboratorio.

Si aggiunge che dal valore della resa totale del metodo R (comprendente l'efficienza di rivelazione, estrazione e deposizione):

$$R = \frac{r_{gt} - r_{0t}}{A_t}$$

| | | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|---------------|----------------------------|--|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | | Procedura operativa | |
| | Cod.: | MET-26 | | |
| | Revisione: 00 | | | |
| | Data emissione: 25/03/2014 | | | |
| | Pagina 8 di 9 | | | |

è possibile, se è nota l'efficienza di rivelazione ε , ricavare una stima della resa chimica del metodo R_c (comprendente estrazione e deposizione) che è un parametro utile per verificare le prestazioni del metodo:

$$R_c = \frac{R}{\varepsilon} = \frac{r_{gt} - r_{0t}}{\varepsilon \cdot A}$$

Nota:

non è necessario garantire la riferibilità metrologica dell'efficienza di rivelazione ε e neppure stimarne l'incertezza, dal momento che tale grandezza non ha influenza sul risultato della misura. La resa chimica R_c è soltanto un parametro di processo utile alla verifica delle prestazioni del metodo. L'espressione dell'incertezza di misura del misurando non cambia utilizzando l'efficienza di rivelazione ε e la resa R_c al posto della resa totale R .

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello di ISO 11929: 2010 (vedi Manuale Paragrafo 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione è data da:

$$c_A^* = k \cdot w \cdot \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}$$

generalmente $\alpha=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{0,95}=k=1,645$.

Il limite di rivelabilità è dato da:

$$c_A^\# = \frac{2 \cdot c_A^* + k^2 \frac{w}{t_g}}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

con $\alpha=\beta=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{1-\beta}=k_{0,95}=k=1,645$.

I limiti dell'intervallo di copertura sono dati da:

$$c_A^< = c_A - k_p u(c_A), \quad p = \omega(c_A) \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

$$c_A^> = c_A + k_q u(c_A), \quad q = 1 - \omega(c_A) \frac{\gamma}{2}$$

dove

$$\omega(c_A) = \Phi(c_A / u(c_A))$$

Se $c_A/u(c_A) > 4$ allora $\omega(c_A)=1$ e le espressioni precedenti si semplificano in:

$$c_A^{<>} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} u(c_A)$$

generalmente $\gamma=0,05$ e $k_{1-\gamma/2}=k_{0,975}=1,96$.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-26 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 9 di 9 | |

10. Controllo di qualità del metodo

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un materiale di riferimento certificato o un campione di controllo costituito da una matrice, con caratteristiche simili ai campioni trattati, contenente una quantità nota di standard di ^{238}Pu , ^{239}Pu o ^{240}Pu . Utilizzare l'errore normalizzato per la valutazione del campione di controllo e adottare una carta di controllo per il controllo del metodo.

11. Interferenze

La presenza di grandi quantità di fosfati può causare interferenze.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 9 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo consente la determinazione della concentrazione di attività degli isotopi alfa emettitori del Plutonio (^{238}Pu , ^{239}Pu + ^{240}Pu , non risolvibili spettrometricamente) nel suolo e matrici assimilabili, quali i sedimenti. Il metodo è un estratto di un metodo sequenziale che consente la determinazione degli isotopi alfa emettitori di Americio, Plutonio e Uranio ed eventualmente di ^{90}Sr . La fase di separazione richiede circa 2 ore per una decina di campioni trattati contemporaneamente. Il metodo ricalca sostanzialmente il metodo di separazione proposto in Annex D di ISO 18589-4: 2009.

2. Classificazione

Estratto di Metodo interno (fonte: Arpa Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

- ISO 18589-4: 2009 Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 4: Measurement of plutonium isotopes (plutonium 238 and plutonium 239 + 240) by alpha spectrometry
- Eichrom Technologies, Inc. ACS07 rev 1.5 Uranium in soil
- Eichrom Technologies, Inc. ACW03 rev. 2.1 Americium, Plutonium and Uranium in Water

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| a | attività per unità di volume del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/kg) |
| r_g | rateo di conteggio lordo del campione (s^{-1}) |
| r_0 | rateo di conteggio di fondo per il campione (s^{-1}) |
| A_t | attività soluzione di tracciante alla data di misura (Bq) |
| r_{gt} | rateo di conteggio lordo del tracciante (s^{-1}) |
| r_{0t} | rateo di conteggio di fondo per il tracciante (s^{-1}) |
| A_s | attività sorgente di taratura alla data di misura (Bq) |
| r_{gs} | rateo di conteggio lordo della sorgente di taratura (s^{-1}) |
| r_{0s} | rateo di conteggio di fondo per la sorgente di taratura (s^{-1}) |
| m | massa del campione analizzato (kg) |
| λ | costante di decadimento del radionuclide incognito (s^{-1}) |
| t_g | durata della misura del campione (s) |
| t_0 | durata della misura del fondo (s) |
| T | intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s) |
| u_{rip} | scarto tipo di ripetibilità relativo del metodo |
| R | resa totale del metodo |
| R_c | resa chimica del metodo |
| ϵ | efficienza di rivelazione |
| α | probabilità per l'errore di I tipo (generalmente $\alpha=0,05$) |
| β | probabilità per l'errore di II tipo (generalmente $\beta=0,05$) |
| γ | probabilità complementare alla probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$) |
| a^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |
| Φ | funzione di distribuzione della distribuzione normale |
| k_p | p-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_p)=p$ |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 9 | |

$k=k_{0,95}$ 1,645; 0,95-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,95})=0,95$
 $k_{0,975}$ 1,96; 0,975-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,975})=0,95$
 $u(y)$ incertezza tipo di y

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla estrazione selettiva degli isotopi di Am, Pu e U da parte di una combinazione di resine costituite da diamil,amilfosfonato (DAAP) e octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) su supporti polimerici inerti.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua da laboratorio conforme alla Qualità 3 della UNI EN ISO 3696: 1996 (Acqua)
- Acetone
- Acido ascorbico 1 M – Sciogliere 17,6 g di Acido ascorbico ($C_6H_8O_6$) in 90 mL di Acqua e diluire a 100 mL con Acqua; preparare fresco settimanalmente
- Acido cloridrico concentrato (HCl 37%)
- Acido fluoridrico concentrato (HF 50%)
- Acido nitrico concentrato (HNO_3 70%)
- Acido nitrico 0,5 M (HNO_3 0,5 M) – Aggiungere 32 mL di HNO_3 70% a 900 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 2 M (HNO_3 2 M) – Aggiungere 127 mL di HNO_3 70% a 800 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 2 M – Sodio nitrito 0,1 M (HNO_3 2 M – $NaNO_2$ 0,1 M) – Aggiungere 32 mL di HNO_3 70% a 200 mL di acqua, sciogliere 1,72 g di Sodio nitrito nella soluzione e diluire a 250 mL con Acqua; preparare fresco giornalmente
- Acido nitrico 3 M (HNO_3 3 M) – Aggiungere 191 mL di HNO_3 70% a 800 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 3 M – Alluminio nitrato 1 M (HNO_3 3 M – $Al(NO_3)_3$ 1 M) – Sciogliere 212 g di Alluminio nitrato anidro ($Al(NO_3)_3$) in 700 mL di Acqua, aggiungere 191 mL di HNO_3 70% e diluire a 1 L con Acqua
- Ammonio biossالاتo 0,1 M – Sciogliere 6,31 g di Acido ossalico ($H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$) e 7,11 g di Ammonio ossalato ($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$) in 900 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Ammonio idrossido 5% (NH_4OH 5%) – Sciogliere 50 g di Ammonio idrossido concentrato (NH_4OH 30%) in 950 g di Acqua
- Ammonio ossalato 20 g/L – Sciogliere 5 g di Ammonio ossalato ($(NH_4)_2C_2O_4 \cdot H_2O$) in 250 mL di Acqua
- Ammonio tiocianato 1 M – Sciogliere 7,6 g di Ammonio tiocianato (NH_4SCN) in 90 mL di Acqua e diluire a 100 mL con Acqua
- Etanolo
- Ferro solfamato 0,6 M – Sciogliere 57 g di Acido solfamico (NH_2SO_3H) in 150 mL di Acqua scaldando a circa 70 °C, aggiungere gradualmente 7 g di polvere di Ferro sino a completa dissoluzione, filtrare sotto vuoto a 0,45 μm e diluire a 200 mL con Acqua; preparare fresco settimanalmente
- Potassio idrossido 25% (KOH 25%) – Sciogliere 250 g di Potassio idrossido (KOH) in 750 g di Acqua

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 9 | |

- Sodio bisolfato 5% – Sciogliere 50 g di Sodio bisolfato ($\text{NaHSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) in 950 g di Acqua
- Sodio solfato 15% – Sciogliere 150 g di Sodio solfato (Na_2SO_4) in 850 g di Acqua
- Soluzione certificata di ^{242}Pu con concentrazione di circa 0,1 Bq/g (Tracciante)
- TRU Resin – Colonne o cartucce preimpaccate contenenti octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) sciolto in tri-n-butyl fosfato (TBP) su supporto polimerico inerte.; il prodotto è fornito da Eichrom Technologies, Inc.
- Cilindri graduati di diverse capacità
- Capsule di porcellana di diverse capacità
- Beaker in vetro di diverse capacità
- Beaker in Teflon di diverse capacità
- Pipette graduate
- Supporto per colonne cromatografiche o – in alternativa – scatola a vuoto con pompa da vuoto e relativi accessori (puntali esterni gialli, puntali interni bianchi, tappi) per cartucce cromatografiche, i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Serbatoi da 25 mL per colonne cromatografiche o da 20 mL per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Tubi da centrifuga in materiale plastico da 50 mL
- Piattelli in acciaio inox di diametro compatibile con la cella per elettrodeposizione (20÷25 mm), da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione
- Bilancia analitica
- Centrifuga
- Piastra riscaldante
- Muffola
- Sistema per elettrodeposizione, dotato di cella per elettrodeposizione con corpo cilindrico, cappellotto inferiore di acciaio inossidabile e anodo di platino
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione con rivelatore al Silicio e camera a vuoto
- Pompa da vuoto

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

Il metodo di pretrattamento proposto prevede la dissoluzione completa del campione attraverso l'utilizzo di una piastra riscaldante, ma può essere facilmente adattato ad apparati di mineralizzazione a microonde, sia a vaso chiuso che a vaso aperto. Per la maggior parte dei casi può essere sufficiente la lisciviazione acida con HNO_3 70% e HCl 37% in alternativa alla dissoluzione completa del campione.

- Preparare il campione di suolo secondo MET-11 e prelevare un'aliquota di campione di circa 2 g secondo l'attività stimata del campione ed i limiti di rivelabilità richiesti e trasferirla in una capsula di porcellana di capacità adeguata. Sia m la massa dell'aliquota;

Nota:

se l'aliquota trattata ha una massa significativamente diversa da alcuni grammi le quantità di reagenti devono essere proporzionalmente adeguate.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 9 | |

- calcinare l'aliquota di campione in muffola a circa 500 °C per almeno 12 ore;
- trasferire l'aliquota di campione calcinata in un Beaker di Teflon di capacità adeguata;
- aggiungere 1 mL di tracciante ²⁴²Pu; sia A₁ l'attività di tracciante aggiunta;
- aggiungere 15 mL di HNO₃ 70% e 5 mL di HCl 37%;
- far bollire, coperto, su piastra per almeno 3 ore;
- portare il volume a circa 50 mL con Acqua e centrifugare in tubo da centrifuga da 50 mL;
- trasferire il surnatante in un Beaker di Teflon univocamente identificato;
- trasferire il residuo in un altro Beaker di Teflon con 10 mL di HNO₃ 70%;
- aggiungere 10 mL di HNO₃ 70% e 15 mL di HF 50%;
- far bollire, coperto, su piastra sino a dissoluzione del residuo;
- portare il volume a circa 50 mL con Acqua e centrifugare in tubo da centrifuga da 50 mL;
- ripetere le operazioni precedenti sul residuo per 2 volte;
- evaporare la soluzione ottenuta quasi a secchezza;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 70% ed evaporare quasi a secchezza;
- aggiungere 10 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M;

Nota:

se il volume del precipitato è grande aggiungere ulteriori 5 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M.

- aggiungere 2 mL di Ferro solfammato 0,6 M;
- agitare la soluzione;

Nota:

se sono stati utilizzati complessivamente 15 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M aggiungere in tutto 3 mL di Ferro solfammato 0,6M.

- aggiungere 1 goccia di Ammonio tiocianato 1 M;
- agitare la soluzione;

Nota:

il colore della soluzione vira al rosso per la presenza di Fe(III).

- aggiungere 1 mL di Acido ascorbico 1 M;
- agitare la soluzione. Attendere per 2-3 minuti;

Nota:

il colore rosso della soluzione svanisce per la riduzione di Fe(III) a Fe(II). Se il colore rosso permane aggiungere goccia a goccia Acido ascorbico 1 M. Se si osserva la formazione di particolato in sospensione centrifugare la soluzione e scartare il precipitato.

- procedere alla preparazione di TRU Resin.

Nota:

se è richiesta la determinazione di U è necessario utilizzare anche UTEVA Resin. Vedi MET-33.

7.2. Preparazione TRU Resin

Le modalità operative sono le stesse nell'utilizzo sia delle colonne TRU sia delle cartucce TRU con scatola a vuoto, ad eccezione della fase preliminare.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 9 | |

Utilizzo delle colonne TRU Resin

- per ogni campione posizionare una colonna TRU nell'apposito supporto;
- posizionare un Beaker vuoto sotto ogni colonna;
- rimuovere i tappi inferiore e superiore da ogni colonna ed attendere che la colonna vada a secco;
- posizionare su ogni colonna un serbatoio da 25 mL;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M per condizionare la colonna TRU Resin;
- attendere sempre che la colonna vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Utilizzo delle cartucce TRU Resin con scatola a vuoto

- posizionare il supporto per i tubi da centrifuga all'interno della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un tubo da centrifuga vuoto nel supporto;
- posizionare il coperchio della scatola a vuoto in modo che assicuri una buona tenuta;
- per ogni foro non utilizzato del coperchio della scatola a vuoto posizionare uno degli appositi tappi;
- per ogni campione posizionare un puntale esterno giallo in uno dei fori presenti sul coperchio della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un puntale interno bianco all'interno del puntale esterno giallo;
- per ogni campione posizionare una cartuccia TRU Resin sul puntale interno bianco;
- posizionare su ogni cartuccia un serbatoio da 20 mL;
- collegare la pompa da vuoto al misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M per condizionare la cartuccia TRU Resin;
- accendere la pompa da vuoto;
- aumentare gradualmente la pressione sino a raggiungere un flusso di circa 1 mL/min con l'aiuto di un cronometro operando sulla valvola del misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto o direttamente sulla pompa da vuoto;
- attendere sempre che la cartuccia vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Nota:

per le soluzioni di lavaggio è possibile aumentare il flusso sino a 3 mL/min

7.3. Separazione degli isotopi del Plutonio

- Trasferire la soluzione dopo il pretrattamento in TRU Resin ed attendere che vada a secco;
- lavare il Beaker contenente il campione con 5 mL di HNO₃ 3 M e trasferire il lavaggio in TRU Resin ed attendere che TRU Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 2 M ed attendere che TRU Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 2 M – NaNO₂ 0,1 M ed attendere che TRU Resin vada a secco;

Nota:

il Sodio Nitrito è utilizzato per ossidare Pu(III) a Pu(IV).

- aggiungere 5 mL di HNO₃ 0,5 M ed attendere che TRU Resin vada a secco;

Nota:

HNO₃ 0,5 M è utilizzato per abbassare la concentrazione dei nitrati. Se è richiesta la determinazione di Am è necessario provvedere alla sua eluizione con HCl 9 M e HCl 4 M.

- porre un contenitore pulito ed univocamente identificato sotto TRU Resin. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce TRU Resin con la scatola a vuoto è necessario spegnere la pompa da vuoto, sollevare il coperchio e sostituire il tubo da centrifuga;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 9 | |

- eluire il Plutonio con 10 mL di Ammonio Biossalato 0,1 M. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce TRU Resin con la scatola a vuoto è necessario accendere la pompa da vuota e aumentare gradualmente la pressione per regolare il flusso;
- procedere con l'elettrodeposizione.

7.4. Elettrodeposizione

Il metodo proposto è fornito soltanto come indicazione. Può essere utilizzato qualsiasi altro metodo di elettrodeposizione:

- assemblare una cella per elettrodeposizione con un piattello di acciaio inox univocamente identificato;

Nota

per l'assemblaggio della cella per elettrodeposizione e per l'utilizzo del sistema per elettrodeposizione fare riferimento alle istruzioni del produttore.

- lavare la cella per elettrodeposizione con Acetone e verificarne la tenuta;
- trasferire la soluzione ottenuta dalla separazione in un Beaker di capacità adeguata univocamente identificato;
- portare a secco su piastra;
- aggiungere 2,5 mL di NaHSO₄ 5%, 2 mL di Acqua e 5 mL di Na₂SO₄ 15% e scaldare su piastra;
- trasferire la soluzione nella cella per elettrodeposizione;
- lavare il Beaker con 3 mL di Acqua e trasferire il lavaggio nella cella per elettrodeposizione;
- aggiungere 1 mL di Ammonio Ossalato 20 g/L direttamente nella cella per elettrodeposizione;
- inserire l'anodo di platino nella cella per elettrodeposizione e connettere gli elettrodi all'alimentatore del sistema per elettrodeposizione;
- accendere l'alimentatore, aggiustare la corrente a 0,5 A ed elettrodeporre per 5 min.;
- aggiustare la corrente a 0,75 A ed elettrodeporre per 90 min.;
- aggiungere lentamente 2 mL di KOH 25% per fermare la reazione e continuare l'elettrodeposizione per 1 min.;
- spegnere l'alimentatore, rimuovere l'anodo di platino e scartare la soluzione elettrolitica;
- lavare la cella per elettrodeposizione con 2 mL di NH₄OH 5%;
- ripetere l'operazione precedente per 2 volte;
- rimuovere il piattello e lavarlo con NH₄OH 5%, Etanolo e Acetone;
- asciugare il piattello a circa 200 °C per 5 min.;
- procedere con la determinazione analitica.

7.5. Misura radiometrica

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione con rivelatore al Silicio in camera a vuoto. La durata dell'acquisizione è funzione dell'attività stimata del campione e dei limiti di rivelabilità richiesti.

Nota:

la durata della misura varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

7.6. Preparazione e misura del bianco

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un campione di bianco costituito da un'aliquota di Acqua. Il bianco è utile per verificare l'assenza di contaminazione

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 9 | |

della vetreria, degli apparati e dei reagenti utilizzati. Il bianco può essere utilizzato – in alternativa al fondo strumentale – come sottrazione al segnale del campione e per la determinazione dei limiti caratteristici.

7.7. Taratura

La taratura in energia deve essere effettuata con una sorgente certificata con emissioni alfa multiple.

Nota:

è necessario che sia certificata la composizione isotopica della sorgente, non la sua attività.

La determinazione dell'attività degli isotopi del Plutonio viene effettuata mediante il metodo dello standard interno: conseguentemente il metodo non necessita di taratura in efficienza. Può comunque essere utile – al fine della verifica delle prestazioni del metodo – determinare l'efficienza di rivelazione utilizzando una sorgente certificata con lo stesso diametro attivo dei campioni elettrodepositati tramite l'espressione:

$$\varepsilon = \frac{r_{gs} - r_{0s}}{A_s}$$

Nota:

non è necessario garantire la riferibilità metrologica dell'efficienza di rivelazione ε e neppure stimarne l'incertezza, dal momento che tale grandezza non ha influenza sul risultato della misura.

8. Espressione dei risultati

Le misure di spettrometria alfa sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività per unità di volume del campione ed incertezza composta

L'attività per unità di massa a di ciascun isotopo del Plutonio, riferita alla data di prelievo del campione, è data da:

$$a = (r_g - r_0) \cdot \frac{A_t}{(r_{gt} - r_{0t})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove:

$$w = \frac{A_t}{(r_{gt} - r_{0t})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

L'incertezza composta è data da:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 9 | |

$$u(a) = \sqrt{(u^2(r_g) + u^2(r_0)) \cdot w^2 + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) \cdot w^2 + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove:

$$u_{rel}^2(w) = \left(\frac{r_{gt}}{t_g} + \frac{r_{0t}}{t_0}\right) \frac{1}{(r_{gt} - r_{0t})^2} + u_{rel}^2(A_t) + u_{rel}^2(m) + u_{rip}^2$$

Nella formula precedente si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulla costante di decadimento λ e sul tempo T intercorso tra prelievo e misura; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo, da determinarsi a cura del laboratorio.

Si aggiunge che dal valore della resa totale del metodo R (comprendente l'efficienza di rivelazione, estrazione e deposizione):

$$R = \frac{r_{gt} - r_{0t}}{A_t}$$

è possibile, se è nota l'efficienza di rivelazione ε , ricavare una stima della resa chimica del metodo R_c (comprendente estrazione e deposizione) che è un parametro utile per verificare le prestazioni del metodo:

$$R_c = \frac{R}{\varepsilon} = \frac{r_{gt} - r_{0t}}{\varepsilon \cdot A}$$

Nota:

non è necessario garantire la riferibilità metrologica dell'efficienza di rivelazione ε e neppure stimarne l'incertezza, dal momento che tale grandezza non ha influenza sul risultato della misura. La resa chimica R_c è soltanto un parametro di processo utile alla verifica delle prestazioni del metodo. L'espressione dell'incertezza di misura del misurando non cambia utilizzando l'efficienza di rivelazione ε e la resa R_c al posto della resa totale R.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello di ISO 11929: 2010 (vedi Manuale Paragrafo 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione è data da:

$$a^* = k \cdot w \cdot \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}$$

generalmente $\alpha=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{0,95}=k=1,645$.

Il limite di rivelabilità è dato da:

$$a^\# = \frac{2 \cdot a^* + k^2 \frac{w}{t_g}}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL PLUTONIO NEL SUOLO MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-27 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 9 di 9 | |

con $\alpha=\beta=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{1-\beta}=k_{0,95}=k=1,645$.
I limiti dell'intervallo di copertura sono dati da:

$$a^< = a - k_p u(a), \quad p = \omega(a) \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

$$a^> = a + k_q u(a), \quad q = 1 - \omega(a) \frac{\gamma}{2}$$

dove:

$$\omega(a) = \Phi(a/u(a))$$

Se $a/u(a) > 4$ allora $\omega(a) = 1$ e le espressioni precedenti si semplificano in:

$$a^{<>} = a \pm k_{1-\gamma/2} u(a)$$

generalmente $\gamma=0,05$ e $k_{1-\gamma/2} = k_{0,975} = 1,96$.

10. Controllo di qualità

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un materiale di riferimento certificato o un campione di controllo costituito da una matrice, con caratteristiche simili ai campioni trattati, contenente una quantità nota di standard di ^{238}Pu , ^{239}Pu o ^{240}Pu . Utilizzare l'errore normalizzato per la valutazione del campione di controllo e adottare una carta di controllo per il controllo del metodo.

11. Interferenze

La presenza di grandi quantità di fosfati può causare interferenze.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 10 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo metodo si applica alla misura mediante scintillazione liquida del contenuto di attività α -totale e β -totale in campioni in acque potabili, acque superficiali, acque sotterranee (anche minerali e/o termali), acque di scarico e percolati. Il metodo non è applicabile ad acque che presentino evidenti colorazioni, ad acque salmastre e di mare.

2. Classificazione

Metodo normato

3. Riferimenti bibliografici

- UNI 11260: Qualità dell'acqua – Determinazione del contenuto di attività alfa e beta totale in acque destinate al consumo umano mediante scintillazione liquida – aprile 2008
- ISO 11704: Water Quality: Measurement of gross alpha and beta activity concentration in non-saline waters: liquid scintillation counting method. 1° ed. (2010)
- Decreto Legislativo 31/2001 – Attuazione della direttiva 98/83/CE relativa alla qualità delle acque destinate al consumo umano
- Guidelines for drinking water quality, 4th edition, Geneva, WHO, 2011

4. Simboli, definizioni e unità di misura

attività α -totale: attività dovuta a tutti gli emettitori di particelle alfa con l'esclusione del ^{222}Rn e dei suoi prodotti di decadimento a vita breve

attività β -totale: attività dovuta a tutti gli emettitori di particelle beta con l'esclusione dei radionuclidi che emettono particelle beta di bassa energia, come il ^3H ed il ^{14}C , e dei prodotti di decadimento a vita breve del ^{222}Rn

interferenza o misclassificazione α : frazione dei conteggi prodotti da particelle alfa che sono registrati erroneamente nel canale di conteggio beta quando si misura un emettitore alfa puro

interferenza o misclassificazione β : frazione dei conteggi prodotti da particelle beta che sono registrati erroneamente nel canale di conteggio alfa quando si misura un emettitore beta puro

a_s attività per unità di massa della soluzione di tracciante alla data di misura (Bq/g)

m_s quantità di standard radioattivo diluito trasferita nel campione marcato (g)

P massa del campione (g)

$C_{S\alpha}$ numero dei conteggi lordi della sorgente di taratura alfa

$C_{S\beta}$ numero dei conteggi lordi della sorgente di taratura beta

C_α numero di conteggi netti nel canale di conteggio alfa

C_β numero di conteggi netti nel canale di conteggio beta

$C_{L\alpha}$ numero dei conteggi lordi del campione nel canale di conteggio alfa

$C_{L\beta}$ numero dei conteggi lordi del campione nel canale di conteggio beta

$C_{N\alpha}$ numero dei conteggi netti del campione nel canale di conteggio alfa

$C_{N\beta}$ numero dei conteggi netti del campione nel canale di conteggio beta

$C_{F\alpha}$ numero dei conteggi di bianco nel canale di conteggio alfa

$C_{F\beta}$ numero dei conteggi di bianco nel canale di conteggio beta

t durata della misura (s)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 10 | |

| | |
|----------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| τ | parametro di interferenza |
| A_s | attività dello standard di taratura alfa emettitore (A_α) o beta emettitore (A_β , data dalla somma delle attività di ^{90}Sr e ^{90}Y) (Bq) |
| ε_α | efficienza di rivelazione alfa |
| ε_β | efficienza di rivelazione beta |
| a_α | concentrazione di attività alfa totale (mBq/kg) |
| a_β | concentrazione di attività beta totale (mBq/kg) |
| u | incertezza tipo composta (mBq/g) |
| u_{int} | incertezza tipo associata alle componenti di interferenza alfa e beta |
| $u(a_\alpha)$ | incertezza tipo composta della concentrazione di attività alfa totale (mBq/kg) |
| $u(a_\beta)$ | incertezza tipo composta della concentrazione di attività beta totale (mBq/kg) |
| $U(a_\alpha)$ | incertezza estesa della concentrazione di attività alfa totale (mBq/kg) |
| $U(a_\beta)$ | incertezza estesa della concentrazione di attività beta totale (mBq/kg) |
| k | fattore di copertura |
| a^* | soglia di decisione (mBq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (mBq/kg) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla misura contemporanea mediante scintillazione liquida delle emissioni alfa e beta in campioni di acqua tal quale o preconcentrata per lenta evaporazione.

Le misure sono eseguite mediante conteggio con scintillatore liquido dotato di dispositivo per la discriminazione delle componenti alfa e beta, che viene effettuata per mezzo dell'analisi della forma e/o del tempo di decadimento degli impulsi prodotti.

L'utilizzo della preconcentrazione, che consente di migliorare la sensibilità della metodica, è applicabile a campioni con residuo fisso inferiore a 500 mg/kg.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Liquido scintillante: deve avere elevata capacità di miscelazione e deve essere adatto alla discriminazione alfa/beta
- Acido nitrico 65% (ultrapuro)
- Acqua bidistillata o deionizzata ultrapura (priva di gas radon)
- Metanolo o etanolo
- Soluzione di riferimento certificata di radioisotopo alfa emettitore
- Soluzione di riferimento certificata di radioisotopo beta emettitore
- Contenitori di polietilene da almeno 500 mL (dotati di tappo a tenuta)
- Fiale in polietilene teflonato da 20 mL
- Contatore per scintillazione liquida a basso fondo dotato di circuito di discriminazione alfa-beta, termostato, preferibilmente con cambiacampioni automatico
- Piastra riscaldante
- Bilancia con almeno due cifre decimali
- pHmetro

Note:

le soluzioni di riferimento certificate sono utilizzate per preparare, mediante opportune diluizioni, le soluzioni di riferimento diluite necessarie per le operazioni di messa a punto e taratura;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 10 | |

vengono comunemente utilizzati come radioisotopi alfa emettitori ^{241}Am , ^{239}Pu o ^{236}U . E' preferibile l'uso di ^{236}U per le misure di radioattività naturale in quanto la sua energia è prossima a quella dei più diffusi emettitori alfa naturali. ^{241}Am o ^{239}Pu sono preferibili quando si sospetta la presenza di radionuclidi artificiali;

vengono comunemente utilizzati come radioisotopi beta emettitori ^{90}Sr (all'equilibrio con ^{90}Y) o ^{40}K (soluzioni di riferimento certificate di potassio stabile - ad esempio per ICP-MS - possono essere utilizzate in quanto la concentrazione di ^{40}K può essere ricavate da costanti fisiche note). E' preferibile l'uso di ^{40}K per le misure di radioattività naturale in quanto la sua energia è prossima a quella dei più diffusi emettitori beta naturali. ^{90}Sr è preferibile quando si sospetta la presenza di radionuclidi artificiali;

poiché è necessario che l'acqua utilizzata sia priva di gas radon, è necessario che prima dell'utilizzo l'acqua stessa sia bollita per 15 minuti circa e lasciata raffreddare, o sottoposta a flusso di gas argon o azoto per circa 30 minuti.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

Riempire completamente il contenitore in polietilene, chiuderlo con un tappo a tenuta e trasportarlo rapidamente in laboratorio. E' preferibile che l'analisi sia effettuata entro 24 ore dal prelievo del campione. Se l'analisi non può essere effettuata immediatamente acidificare come indicato al paragrafo 7.2.1. o 7.2.2, in funzione del metodo di preparazione del campione che si intende utilizzare, e conservare il campione al buio e in frigorifero. Quando le acque presentano sospesi, filtrare con un filtro di porosità $0,45\ \mu\text{m}$. Accantonare il filtro ed eseguire l'analisi sul filtrato. La filtrazione non deve essere mai effettuata dopo l'acidificazione per non alterare la solubilità del particolato eventualmente presente. Determinare il valore del residuo fisso a 180°C mediante il metodo comunemente utilizzato in laboratorio (ad esempio mediante la misura della conducibilità). La determinazione deve essere effettuata prima dell'eventuale acidificazione.

Pretrattamento del campione non preconcentrato

- Trasferire in un Beaker una quantità di campione di circa 50 g ed annotarne il peso P_1 ;
- acidificare il campione con acido nitrico ultrapuro a $\text{pH } 1,7 \pm 0,3$ e bollire rapidamente sotto agitazione, coprendo il Beaker, per favorire il desorbimento del ^{222}Rn , evitando fenomeni significativi di evaporazione;
- lasciare raffreddare nel recipiente coperto e annotare il peso P_2 del campione;
- trasferire circa 8 mL di campione in una fiala per scintillazione in polietilene teflonato pesando esattamente la quantità P_3 di campione trasferita;
- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, chiudere bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo o etanolo;
- calcolare il peso P del campione analizzato:

$$P = \frac{P_1 \cdot P_3}{P_2}$$

- Annotare identificativo del campione, il peso P, l'incertezza tipo $u(P)$, data e ora della preparazione.

Note:

è possibile ripristinare il peso P_1 dopo il riscaldamento aggiungendo una opportuna quantità di acqua ultrapura. In tal caso $P_1 = P_2$;

evitare sempre di coprire con scritte o etichette le pareti esterne della fiala. Dopo avere pulito la fiala con metanolo o etanolo evitare di toccarne nuovamente le pareti e maneggiarla esclusivamente afferrandola per il tappo.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 10 | |

Pretrattamento del campione preconcentrato

- Trasferire circa 200 g di campione (annotare il peso esatto P_1) in un Beaker;
- acidificare a $\text{pH } 2,7 \pm 0,3$ aggiungendo indicativamente 0,1 mL di HNO_3 ultrapuro 14 M; verificare il valore del pH con il pH-metro;
- evaporare lentamente il campione su piastra riscaldante senza raggiungere l'ebollizione, fino ad ottenere un volume minore di 20 mL;
- nel caso di eccessiva concentrazione è possibile aggiungere acqua ultrapura. Annotare il peso esatto P_2 . (il pH del campione concentrato deve risultare di circa $1,7 \pm 0,3$);
- prelevare circa 8 g di campione concentrato e trasferirli nella fiala di scintillazione. (annotarne il peso esatto P_3);
- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, chiudere bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo o etanolo;
- calcolare il peso P del campione analizzato:

$$P = \frac{P_1 \cdot P_3}{P_2}$$

- stimare l'incertezza tipo $u(P)$ associata a P;
- annotare identificativo del campione, il peso P, l'incertezza tipo $u(P)$, data e ora della preparazione.

7.2. Misura radiometrica

Tutte le misure devono essere effettuate attivando l'opzione di discriminazione alfa-beta ed utilizzando le medesime impostazioni per quanto riguarda il valore del parametro del circuito di discriminazione alfa-beta e l'ampiezza delle finestre di conteggio dei due canali alfa e beta:

- impostare la finestra di conteggio del canale alfa al valore minimo indispensabile a comprendere tutte le possibili energie delle emissioni alfa;
- lasciare la finestra di conteggio del canale beta tutta aperta, con l'esclusione dei primi canali entro i quali cadrebbero emissioni beta di energia massima pari o inferiore a quella del ^{14}C ($E_{\text{max}} = 156 \text{ keV}$);
- registrare i valori ottenuti rispettivamente per $C_{L\alpha}$ (conteggi totali nel canale di conteggio alfa) e $C_{L\beta}$ (conteggi totali nel canale di conteggio beta).

Nota:

normalmente la finestra beta considera l'intervallo di canali 500-1000 che comprende tutti le emissioni beta con energia superiore a 150 keV. L'impostazione della finestra beta a partire dal canale 200 (che non viene utilizzata a scopo quantitativo in quanto risente in modo significativo della diversità di efficienza in funzione dell'energia) permette di considerare tutte le emissioni con energia superiore a 10 keV (escludendo comunque il contributo della chemiluminescenza), e consente quindi di valutare almeno qualitativamente la presenza di 'anomalie' nella parte bassa dello spettro beta (tra 10 e 150 keV) a condizione che la valutazione dell'efficienza e del fondo siano effettuate utilizzando le stesse finestre energetiche. Misurare il campione utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite e per un tempo sufficiente ad ottenere valori di sensibilità e/o precisione dei risultati congruenti con quanto atteso (indicativamente 1000 minuti).

7.3. Preparazione e misura del bianco

- Acidificare 50 mL di acqua ultrapura e priva di radon con acido nitrico fino a $\text{pH } 1,7 \pm 0,3$;
- trasferirne circa 8 mL in una fiala in polietilene teflonato;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 10 | |

- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, chiudere bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo o etanolo;
- misurare il campione di bianco utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite;
- registrare il numero di conteggi di bianco $C_{F\alpha}$ ottenuti nel canale di conteggio alfa e $C_{F\beta}$ ottenuti nel canale di conteggio beta.

Note:

nel caso venga prevalentemente utilizzata la preparazione del campione mediante preconcentrazione è opportuno seguire la stessa procedura per la preparazione del fondo. Adottare la procedura descritta in 7.2.2. utilizzando acqua deionizzata invece del campione;

la durata delle misure del campione di fondo deve essere uguale alla durata delle misure dei campioni dalle quali il fondo deve essere sottratto.

7.4. Taratura

Preparazione della sorgente di taratura

Tutte le sorgenti di taratura devono essere preparate in modo da riprodurre le condizioni dei campioni reali per quanto riguarda l'acidità della soluzione acquosa, che è stata definita di pH $1,7 \pm 0,3$; questa corrisponde ad una concentrazione di acido cloridrico o nitrico di 0,02 M.

L'esperienza suggerisce di utilizzare soluzioni di riferimento certificate al pH indicato con una concentrazione di attività tale che, prelevando la quantità necessaria di soluzione di riferimento e trasferendola nella vial (8 mL), si ottenga l'attività desiderata. Ad esempio, immaginando di partire da una soluzione di riferimento di 12,5 Bq/g – HCl 0,025 M corrispondente a pH 1,6 – il trasferimento nella vial di 8 g equivale a 100 Bq, quantità adeguata per la determinazione del parametro di discriminazione alfa/beta.

Ricordare che le soluzioni di riferimento certificate a bassa concentrazione di acido sono poco stabili nel tempo.

Le sorgenti di taratura dovrebbero essere utilizzate subito dopo essere state preparate; se impiegate giorni o settimane dopo la preparazione, verificare visivamente che si presentino ancora in fase omogenea e che non abbiano cambiato colore:

- trasferire in una fiala di polietilene teflonato, una quantità nota m_s di soluzione di riferimento certificata di alfa (o beta) emettitore la cui concentrazione nominale di attività sia data da a_s . Diluire opportunamente a 8 g finali in modo che il pH risultante sia $1,7 \pm 0,3$. Stimare l'incertezza $u(m_s)$ associata alla massa m_s ;
- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, chiudere bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo o etanolo.

Criterio di accettabilità della taratura in efficienza di rivelazione

La taratura in efficienza di rivelazione alfa è accettabile se sono soddisfatte le seguenti condizioni:

- il valore di ε_α è superiore all'80%;
- per ogni misura di ε_α , l'incertezza composta associata è inferiore al 15%;
- nel caso di misure ripetute, lo scarto tipo di tutte le misure è inferiore al 15%.

La taratura in efficienza di rivelazione beta è accettabile se sono soddisfatte le seguenti condizioni:

- il valore di ε_β è superiore al 50%;
- per ogni misura di ε_β l'incertezza composta associata è inferiore al 15%;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 10 | |

– nel caso di misure ripetute, lo scarto tipo di tutte le misure è inferiore al 15%.

Se i criteri di accettabilità non sono soddisfatti, verificare la corretta funzionalità della strumentazione attraverso l'esecuzione delle misure di controllo di buon funzionamento e ripetere la procedura di taratura. Valutare eventualmente la necessità di acquistare nuove sorgenti di riferimento.

Determinazione della curva di interferenza alfa

Tutte le misure che seguono devono essere effettuate utilizzando le finestre di conteggio dei canali alfa e beta precedentemente definite.

Per determinare la curva di interferenza alfa è necessario misurare a valori diversi del parametro del circuito di discriminazione una sorgente di taratura di radionuclide alfa emettitore. La durata della misura deve essere tale da ottenere alcune migliaia di conteggi (se possibile 10.000) nella finestra di interesse, in modo che l'incertezza di conteggio risulti dell'ordine di pochi percento.

Nota:

per abbreviare i tempi di misura è opportuno utilizzare sorgenti con attività relativamente elevate (per esempio di alcune decine di Bq).

Per ogni misura calcolare il valore del parametro di interferenza alfa $\tau(\alpha)$, definito come la frazione dei conteggi prodotti da particelle alfa che sono registrati erroneamente nel canale di conteggio beta quando si misura un emettitore alfa puro:

$$\tau(\alpha) = \frac{C_{\beta}}{C_{\alpha} + C_{\beta}}$$

Riportare in grafico l'andamento del parametro $\tau(\alpha)$ in funzione del valore parametro del circuito di discriminazione.

Determinazione della curva di interferenza beta

Per determinare la curva di interferenza beta è necessario misurare a valori diversi del parametro del circuito di discriminazione una sorgente di taratura di radionuclide beta emettitore.

Per ogni misura calcolare il valore del parametro di interferenza beta $\tau(\beta)$, definito come la frazione dei conteggi prodotti da particelle beta che sono registrati erroneamente nel canale di conteggio alfa quando si misura un emettitore beta puro:

$$\tau(\beta) = \frac{C_{\alpha}}{C_{\alpha} + C_{\beta}}$$

dove il significato dei simboli è lo stesso riportato al punto precedente.

Riportare in grafico l'andamento del parametro $\tau(\beta)$ in funzione del valore parametro del circuito di discriminazione.

Determinazione del punto di lavoro del circuito di discriminazione

Sovrapporre i grafici delle curve di interferenza alfa e beta.

Il punto di lavoro ottimale del circuito di discriminazione alfa-beta è quello in cui è minima la somma delle interferenze alfa e beta che, solitamente, corrisponde all'intersezione delle due curve.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 10 | |

Nota:

il valore dell'interferenza alfa ed il valore dell'interferenza beta, nel punto di lavoro prescelto, dovrebbero essere entrambi inferiori dell'1.5%. Se ciò non avviene, valutare le prestazioni del metodo verificando che la misura di campioni marcati in vario rapporto di concentrazione alfa:beta restituisca risultati precisi al livello di confidenza del 95%. In caso contrario nella fase successiva di misura di campioni incogniti è necessario inserire, nella formula per il calcolo delle concentrazioni di attività alfa totale e beta totale, un termine correttivo che tenga conto del contributo delle interferenze;

il valore ottimale dei parametri di discriminazione dipende dall'energia delle emissioni, soprattutto per quanto riguarda la componente alfa. La messa a punto del circuito di discriminazione andrebbe quindi eseguita utilizzando radionuclidi la cui energia sia prossima a quella dei radioisotopi presenti nei campioni da analizzare. In particolare, nel caso in cui la componente alfa dell'attività sia dovuta principalmente agli isotopi dell'uranio, è preferibile eseguire l'ottimizzazione del circuito di discriminazione utilizzando un radionuclide alfa emettitore di energia prossima a quella degli isotopi naturali dell'uranio come ad esempio ^{236}U , emettitore alfa puro. Per la componente beta è solitamente preferibile la scelta del ^{40}K , che di norma nelle acque potabili costituisce la parte dominante dell'attività beta totale.

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura dell'efficienza di rivelazione

Misurare la sorgente di taratura alfa utilizzando le impostazioni dello strumento precedentemente definite e per un tempo sufficiente a registrare nel canale di conteggio alfa almeno 10000 conteggi. Se ciò non è possibile (perché si stanno utilizzando sorgenti di taratura di bassa attività – inferiore ad 1 Bq) scegliere la durata della misura in modo da ottenere la migliore statistica di conteggio possibile (la durata della misura non dovrebbe comunque mai eccedere i 60000 s).

Calcolare il valore dell'efficienza di rivelazione alfa ϵ_α :

$$\epsilon_\alpha = \frac{(C_{S_\alpha} - C_{F_\alpha})}{t \cdot A_\alpha}$$

Nota:

se è stata preparata più di una sorgente di taratura, utilizzare come valore di efficienza il valore medio ricavato dalle misure effettuate su tutte le sorgenti.

Stimare l'incertezza tipo $u(\epsilon_\alpha)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(\epsilon_\alpha) = \epsilon_\alpha \cdot \sqrt{\left(\frac{\sqrt{C_{S_\alpha}^2 + C_{F_\alpha}^2}}{C_{S_\alpha} - C_{F_\alpha}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_\alpha)}{A_\alpha}\right)^2}$$

Nota:

in questa espressione ed in tutte quelle che seguono si assume che il contributo dell'incertezza associata alla durata della misura T sia trascurabile.

Misurare la sorgente di taratura beta utilizzando le impostazioni dello strumento precedentemente definite e per un tempo sufficiente a registrare nel canale di conteggio alfa almeno 10000 conteggi.

Calcolare il valore dell'efficienza di rivelazione beta ϵ_β :

$$\epsilon_\beta = \frac{(C_{S_\beta} - C_{F_\beta})}{t \cdot A_\beta}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 10 | |

Note:

se è stata preparata più di una sorgente di taratura, utilizzare come valore di efficienza il valore medio ricavato dalle misure effettuate su tutte le sorgenti;

mentre l'efficienza di rivelazione per gli alfa emettitori è pressoché costante, l'efficienza di rivelazione beta dipende dallo spettro energetico dei beta emettitori presenti. Nel caso di campioni molto ricchi di potassio, è preferibile eseguire la taratura utilizzando una sorgente di ^{40}K , in quanto l'utilizzo di sorgenti di $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ può portare ad una sottostima sistematica dell'efficienza.

Stimare l'incertezza tipo $u(\varepsilon_\beta)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(\varepsilon_\beta) = \varepsilon_\beta \cdot \sqrt{\left(\frac{\sqrt{C_{S_\beta}^2 + C_{F_\beta}^2}}{C_{S_\beta} - C_{F_\beta}}\right)^2 + \left(\frac{u(A_\beta)}{A_\beta}\right)^2}$$

Nota:

se è stata preparata più di una sorgente di taratura, utilizzare come valore di incertezza sull'efficienza lo scarto tipo di tutte le misure.

Calcolare l'attività A_s dello standard di taratura (A_α : attività dello standard di taratura alfa emettitore; A_β : attività dello standard di taratura beta emettitore data dalla somma delle attività di ^{90}Sr e ^{90}Y):

$$A_s = a_s \cdot m_s$$

Nota:

le attività A_α e A_β delle sorgenti di taratura utilizzate per la messa a punto del circuito di discriminazione devono essere tali da garantire una buona statistica di conteggio, la cui incertezza dovrebbe essere dell'ordine al massimo di pochi % (10000 conteggi nella finestra di interesse).

Le attività A_α e A_β delle sorgenti di taratura utilizzate per la taratura in efficienza devono essere scelte cercando di riprodurre il più possibile i campioni reali. Può anche essere opportuno utilizzare più sorgenti di taratura, con diverse attività, in modo da coprire adeguatamente il range di concentrazioni effettivamente riscontrabili.

Stimare l'incertezza composta $u(A_s)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(A_s) = A_s \cdot \sqrt{\left(\frac{u(a_s)}{a_s}\right)^2 + \left(\frac{u(m_s)}{m_s}\right)^2}$$

8.2. Attività massica del campione e incertezza composta ed estesa

Le concentrazioni di attività e le relative incertezze vengono espresse in Bq/kg; possono essere tuttavia espresse anche in Bq/L dal momento che la densità dei campioni a cui viene applicato il presente metodo nelle normali condizioni di lavoro si discosta dall'unità in misura inferiore all'1%; la correzione che occorrerebbe applicare è quindi trascurabile, considerato che il valore minimo di incertezza estesa associato al risultato di queste misure è superiore al 10%.

Calcolare la concentrazione di attività alfa totale a_α nel campione:

$$C_{N_\alpha} = C_{L_\alpha} - C_{F_\alpha}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 9 di 10 | |

$$a_{\alpha} = \frac{C_{N_{\alpha}}}{\varepsilon_{\alpha} \cdot t \cdot P} \cdot 10^6$$

Stimare l'incertezza composta $u(a_{\alpha})$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(a_{\alpha}) = a_{\alpha} \cdot \sqrt{\left(\frac{u(C_{N_{\alpha}})}{C_{N_{\alpha}}}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon_{\alpha})}{\varepsilon_{\alpha}}\right)^2 + \left(\frac{u(P)}{P}\right)^2 + u_{\text{int}}}$$

L'incertezza estesa $U(a_{\alpha})$ (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a_{\alpha}) = k \cdot u(a_{\alpha})$$

Calcolare la concentrazione di attività beta totale a_{β} nel campione:

$$C_{N_{\beta}} = C_{L_{\beta}} - C_{F_{\beta}}$$

$$a_{\beta} = \frac{C_{N_{\beta}}}{\varepsilon_{\beta} \cdot t \cdot P} \cdot 10^6$$

Stimare l'incertezza composta $u(a_{\beta})$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(a_{\beta}) = a_{\beta} \cdot \sqrt{\left(\frac{u(C_{N_{\beta}})}{C_{N_{\beta}}}\right)^2 + \left(\frac{u(\varepsilon_{\beta})}{\varepsilon_{\beta}}\right)^2 + \left(\frac{u(P)}{P}\right)^2 + u_{\text{int}}}$$

L'incertezza estesa $U(a_{\beta})$ (probabilità di copertura pari al 95%) si esprime come segue:

$$U(a_{\beta}) = k \cdot u(a_{\beta})$$

Nota:

l'incertezza associata a P è generalmente più elevata dell'incertezza associata alla bilancia analitica utilizzata per misurare i pesi ed è determinata, in larga misura, dalle perdite di campione associate alle diverse fasi della procedura di pretrattamento (concentrazione, trasferimento). L'incertezza associata all'interferenza alfa e beta deve essere stimata sulla base dell'analisi delle curve di interferenza.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione per l'attività alfa totale, a_{α}^* , si esprime come segue:

$$a_{\alpha}^* = \frac{2.33 \cdot \sqrt{C_{F_{\alpha}}}}{\varepsilon_{\alpha} \cdot t \cdot P} \cdot 10^6$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ ALFA TOTALE E BETA TOTALE NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 28 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 10 di 10 | |

La soglia di decisione per l'attività beta totale, a_{β}^* , si esprime come segue:

$$a_{\beta}^* = \frac{2.33 \cdot \sqrt{C_{F\beta}}}{\varepsilon_{\beta} \cdot t \cdot P} \cdot 10^6$$

Il limite di rivelabilità $a_{\alpha}^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), si esprime come segue:

$$a_{\alpha}^{\#} = \frac{4.65 \cdot \sqrt{C_{F\alpha}} + 2.71}{\varepsilon_{\alpha} \cdot t \cdot P} \cdot 10^6$$

Il limite di rivelabilità $a_{\beta}^{\#}$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), si esprime come segue:

$$a_{\beta}^{\#} = \frac{4.65 \cdot \sqrt{C_{F\beta}} + 2.71}{\varepsilon_{\beta} \cdot t \cdot P} \cdot 10^6$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

11. Interferenze

La misura della concentrazione di attività alfa e beta totale è effettuata a meno del contributo del ^{222}Rn e suoi prodotti di decadimento a vita breve, che possono interferire con il risultato della determinazione radiometrica. Per tale motivo, la procedura di preparazione dei campioni comprende una fase di degasaggio per agitazione che rimuove il ^{222}Rn ed un tempo di attesa tra preparazione del campione e conteggio di almeno 3 ore che consente il decadimento completo dei suoi prodotti di decadimento a vita breve.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 7 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo metodo consente la determinazione della concentrazione di attività di acqua triziata ($[^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$) in acqua tramite conteggio con scintillazione liquida.

Il metodo è applicabile a tutti i tipi d'acqua compresa l'acqua di mare con concentrazioni di attività di trizio fino a 10^6 Bq/kg quando si utilizzino fiale di conteggio da 20 mL. Non è applicabile all'analisi del trizio legato in molecole organiche, la cui determinazione prevede una digestione ossidativa.

2. Classificazione

Metodo normato (ISO 9698)

3. Riferimenti bibliografici

- ISO 9698 (2010): Water quality – Determination of tritium activity concentration – Liquid scintillation counting method
- Decreto Legislativo 31/2001 – Attuazione della direttiva 98/83/CE relativa alla qualità delle acque destinate al consumo umano

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| A | attività della soluzione di riferimento utilizzata (^3H) (Bq/g) |
| D | peso finale della soluzione di riferimento diluita (g) |
| $a_s(T=0)$ | attività per unità di massa di soluzione di riferimento diluita al momento della sua preparazione (Bq/g) |
| $a_s(T)$ | attività per unità di massa di soluzione di riferimento diluita al tempo T al quale i campioni sono misurati (Bq/g) |
| λ | costante di decadimento ($\lambda = 0,05576$) (anni^{-1}) |
| T | tempo tra la preparazione della sorgente campione interna e la misura dei campioni (anni) |
| m_s | quantità di standard radioattivo diluito introdotta nella fiala (g) |
| A_s | attività dello standard radioattivo diluito introdotta nella fiala (Bq) |
| C_S | numero di conteggi lordi della sorgente di taratura |
| C_B | numero di conteggi di bianco |
| t_S | tempo di conteggio della sorgente (s) |
| t_F | tempo di conteggio del bianco (s) |
| t | durata della misura (s) |
| C_L | numero di conteggi lordi del campione |
| a | concentrazione di attività di trizio (Bq/g) |
| ϵ | efficienza di rivelazione |
| P_2 | peso del volume di campione nella fiala di conteggio (g) |
| u(a) | incertezza tipo composta (Bq/g) |
| U(a) | incertezza estesa (probabilità di copertura pari al 95%) (Bq/g) |
| k | fattore di copertura |
| a^* | soglia di decisione (Bq/g) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/g) |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 7 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- aggiunta di tiosolfato ad un campione d'acqua che viene successivamente alcalinizzato e distillato;
- miscelazione di un'aliquota del distillato con la soluzione scintillante in una fiala di conteggio;
- conteggio mediante scintillazione liquida.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

Utilizzare per l'analisi esclusivamente reagenti di grado analitico.

- Carbonato di sodio, anidro (Na_2CO_3)
- Tiosolfato di sodio, anidro ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)
- Acqua di bianco, con una concentrazione d'attività di trizio $a_0(t)$, in Bq/kg, al tempo t al quale i campioni sono misurati. Impiegare acqua con una concentrazione d'attività di trizio quanto più bassa possibile, per esempio acqua sotterranea (profonda)
- Soluzione di riferimento concentrata; concentrazione d'attività di trizio da 10^7 Bq/kg a 10^8 Bq/kg, incertezza totale minore di circa 1 %
- Soluzione di scintillazione adatta alla misura del trizio (vedere le istruzioni del fornitore). Conservare al buio ed evitare l'esposizione alla luce del sole diretta o alla luce fluorescente, particolarmente appena prima dell'uso, in modo da prevenire le interferenze dovute alla luminescenza
- Carborundum granulare o sfere di vetro
- Pallone in vetro con raccordo conico di capacità 500 mL; per la preparazione dell'acqua di bianco può essere utilizzato un pallone più grande
- Colonna Vigreux per distillazione frazionata, lunghezza 40 cm
- Raccordo per distillazione con refrigerante inclinato e a cono laterale piegato
- Pipetta adatta al trasferimento accurato di 100 μL di soluzione di riferimento interna con un'incertezza totale inferiore o uguale a 1 %
- Fiale di conteggio di polietilene o materiale equivalente, con capacità non minore di 20 mL e adatte alla camera di conteggio del contatore a scintillazione liquida utilizzato. La diffusione di solventi organici all'interno e attraverso le fiale di conteggio e la distorsione delle fiale dopo il riempimento dovrebbero essere accettabilmente piccole. Le fiale di conteggio in plastica sono generalmente preferibili a quelle in vetro poiché generalmente forniscono un minor contributo al rateo di conteggio di fondo
- Bottiglie di vetro borosilicato o di polietilene, della capacità di circa 100 mL
- Contatore a scintillazione liquida, preferibilmente dotato di cambiacampione. Si raccomanda di effettuare la misurazione a temperatura costante. Seguire le istruzioni del costruttore. Il metodo si riferisce ai contatori a scintillazione liquida ampiamente utilizzati per la misurazione di fiale della capacità di circa 20 mL. Quando si utilizzano contatori che richiedono l'utilizzo di fiale differenti, il metodo qui descritto deve essere modificato.

Note:

è consigliabile tenere una quantità adeguata d'acqua di bianco di riserva e ricavare da questa piccole quantitativi per l'utilizzo immediato a seconda delle necessità. Dovrebbe essere evitata la contaminazione con trizio (per esempio da vapore acqueo nell'aria e da fonti di trizio come orologi luminosi e gascromatografi) o con altre specie radioattive. La concentrazione d'attività di trizio nell'acqua di bianco può essere determinata tramite arricchimento, seguito, per esempio, da conteggio con scintillazione liquida. Quando lo stock d'acqua di bianco è ben sigillato e sufficientemente grande, per esempio da 10 a 20 litri, rimane stabile per anni, sebbene sia consigliabile rideterminare la concentrazione d'attività di trizio ad intervalli predeterminati, per esempio ogni anno;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 7 | |

in alternativa ad una soluzione di riferimento concentrata di trizio ($[3H]H_2O$), si possono impiegare capsule di sorgente campione di trizio solubili in acqua. Si osserva che solitamente le capsule di sorgente campione disponibili in commercio hanno un'incertezza totale maggiore dell'1 %;

tutta la vetreria deve essere accuratamente asciugata ed essiccata prima dell'uso.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

Dopo aver prelevato un campione di circa 250 mL (conformemente alle norme UNI-EN 25667-1, 2 e 3), trasferirlo nel pallone di vetro;

- aggiungere circa 250 mg di tiosolfato di sodio per convertire lo iodio in ioduro, circa 0,5 g di carbonato di sodio per rendere il campione alcalino ed infine alcune sfere di vetro o carborundum granulare per mantenere regolare l'ebollizione;
- connettere l'apparato di distillazione;
- distillare, scartare i primi millilitri di distillato (da 50 mL a 75 mL), quindi raccogliere circa 100 mL della frazione centrale in una bottiglia;
- scartare il residuo della distillazione rimasto nel pallone;
- con questa procedura non ha luogo un significativo frazionamento isotopico nella distillazione;
- per ogni campione d'acqua riempire una o più fiale di conteggio di volume V_1 , in millilitri, di soluzione scintillante. Sia P_1 il peso delle fiale con la soluzione scintillante valutato tramite bilancia analitica;
- aggiungere un volume $V_2 = 20 - V_1$, in millilitri, di distillato. Questa miscela sarà in seguito denominata emulsione di scintillazione. In condizioni di conteggio ottimali molte soluzioni scintillanti liquide possono incorporare fino ad un massimo di circa il 40 % d'acqua, in questo caso $V_1 = 12$ mL;
- pesare nuovamente le fiale tramite bilancia analitica e per differenza calcolare il peso P_2 del distillato. Stimare l'incertezza tipo $u(P_2)$ sul peso P_2 .

Nota:

la maggior parte dei composti interferenti che hanno, per esempio, un effetto di spegnimento del processo di scintillazione, rimangono nel residuo della distillazione insieme con gli ioni ioduro e idrogenocarbonato radioattivi eventualmente presenti.

7.2. Misura radiometrica

Per i contatori a scintillazione liquida con soglie selezionabili, scegliere la soglia inferiore della finestra di misura di modo che gli impulsi dovuti alle emissioni doppie di fotoni si trovino ben al di sopra di essa. Per una data emulsione di scintillazione, regolare la soglia superiore di modo da massimizzare la figura di merito (o minimizzare la Minima Attività Rivelabile); questa è la regolazione ottimale per la misura di campioni con basse concentrazioni d'attività.

- Dopo aver agitato, pulire le fiale di conteggio con un panno umido imbevuto di metanolo o etanolo, in modo da non lasciare alcun deposito e da rimuovere la carica elettrostatica; evitare successivamente qualsiasi contatto con le parti delle fiale di conteggio che consentono la trasmissione di luce.
- Posizionare le fiale di conteggio nel contatore a scintillazione liquida nella sequenza di seguito specificata: bianco, campione, fiala con sorgente campione interna aggiunta.
- Contare le fiale per il periodo di tempo preimpostato utilizzando uno o più canali di misura (vedere il paragrafo 7.5) o, per le fiale con la sorgente campione interna, finché non sia raggiunto il conteggio

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 7 | |

preimpostato. Sia C_s il numero dei conteggi della fiala con la sorgente interna, C_L il numero dei conteggi del campione e C_B il numero dei conteggi del campione di bianco.

Note:

il campione deve essere lasciato riposare al buio, preferibilmente entro la camera del cambiacampione automatico, per almeno 24 ore, al fine di minimizzare i contributi della foto e chemiluminescenza. Effettuare, se lo strumento lo consente, la verifica dei conteggi di luminescenza. Utilizzare sempre lo stesso tempo di attesa per il conteggio del campione di bianco, della sorgente di taratura e del campione;

è preferibile contare la serie di fiale per brevi tempi di conteggio ripetuti piuttosto che per un unico lungo tempo di conteggio, per esempio invece di un conteggio di 100 minuti, contare cinque volte per 20 minuti; a questo fine è necessaria un'unità cambia campioni automatica. Questo consente un controllo migliore della stabilità dei campioni e riduce la possibilità che misure errate passino inosservate. Basse concentrazioni d'attività di trizio possono richiedere tempi di conteggio maggiori in funzione della accuratezza di conteggio desiderata. Prima di effettuare la misura è consigliabile stabilizzare le fiale di conteggio nel portacampione del contatore a scintillazione liquida per 24 ore allo scopo di ridurre la luminescenza ed adattarle alla temperatura della camera di conteggio.

7.3. Preparazione e misura del bianco

- Distillare l'acqua secondo il paragrafo 7.2. Tenere il distillato in una bottiglia di vetro borosilicato, ben tappata, al buio e ad una temperatura quanto più costante possibile;
- riempire con la stessa procedura illustrata al paragrafo 7.3 un numero appropriato di fiale per il conteggio di bianco, secondo le esigenze della procedura di conteggio, di volume V_1 , in millilitri, di soluzione di scintillazione, seguita da un volume $V_2 = 20 - V_1$, in millilitri, d'acqua di bianco. L'incertezza totale di ogni aggiunta dovrebbe essere inferiore o uguale a 1 %. Contrassegnare i coperchi di queste fiale di conteggio;
- agitare le fiale di conteggio completamente ed uniformemente, per esempio utilizzando una macchina agitatrice.

7.4. Taratura

Preparazione della sorgente di taratura

In una posizione distante dall'area in cui si effettuano le analisi di trizio, pesare e versare in un matraccio tarato da 100 ml, preventivamente pesato, la quantità richiesta di soluzione di riferimento concentrata di trizio ($[^3\text{H}]\text{H}_2\text{O}$), di modo che la concentrazione d'attività di trizio sarà circa 10^3 Bq/g dopo aver portato a volume con l'acqua di bianco precedentemente distillata ed aver mescolato. Sia A l'attività di questa quantità di soluzione di riferimento utilizzata e D il peso finale della soluzione di riferimento diluita. Stimare le incertezze $u(A)$ e $u(D)$ associate all'attività A e al peso D. Annotare la data ($T = 0$) alla quale la sorgente campione è stata preparata.

Pesare tramite bilancia analitica una delle fiale di conteggio preparate. Aggiungervi, utilizzando una pipetta, una quantità pari a 100 μL di soluzione della sorgente campione diluita preparata. Pesare nuovamente la fiala e calcolare per differenza la massa m_s di sorgente introdotta e l'incertezza $u(m_s)$ ad essa associata.

Contrassegnare il coperchio della fiala tracciata con la sorgente.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 7 | |

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura dell'efficienza di rivelazione

Calcolare l'efficienza ε di conteggio con l'equazione:

$$\varepsilon = \frac{\left(\frac{C_s}{t_s} - \frac{C_B}{t_B} \right)}{A_s}$$

Nota:

seguendo la procedura indicata al paragrafo 7.6 i tempi di conteggio t_s e t_B coincidono. A volte è preferibile calcolare l'efficienza di conteggio precedentemente per conoscere le prestazioni strumentali. In questo caso il tempo t_s può essere scelto a priori, in modo da avere un'incertezza statistica sui conteggi pari all'1 %.

Stimare l'incertezza composta $u(\varepsilon)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(\varepsilon) = \sqrt{\left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial C_s} \cdot u(C_s) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial C_B} \cdot u(C_B) \right)^2 + \left(\frac{\partial \varepsilon}{\partial A_s} \cdot u(A_s) \right)^2}$$

Calcolare la concentrazione a_s ($t=0$) di attività di trizio della soluzione di riferimento diluita ottenuta come descritto al paragrafo 7.4.1 e stimare l'incertezza tipo $u(a_s)$ ad essa associata.

$$a_s = \frac{A}{D}$$

$$u(a_s) = a_s \cdot \sqrt{\frac{u(A)^2}{A^2} + \frac{u(D)^2}{D^2}}$$

Nota:

la concentrazione in attività di trizio della soluzione di riferimento diluita al tempo t al quale i campioni sono misurati, corretta per il decadimento radioattivo, è data dall'equazione:

$$a_s(T) = a_s(T=0) \cdot e^{-\lambda \cdot T}$$

Calcolare l'attività A_s della soluzione di riferimento diluita introdotta nella fiala di taratura e avente massa m_s , come descritto nel paragrafo 7.4.1. Stimare l'incertezza tipo $u(A_s)$ associata. Sulla base dell'attività A_s viene determinato il valore dell'efficienza di rivelazione.

$$A_s = m_s \cdot a_s$$

$$u(A_s) = \sqrt{(a_s \cdot u(m_s))^2 + (m_s \cdot u(a_s))^2}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 7 | |

8.2. Attività massica di trizio del campione e incertezza composta ed estesa

La concentrazione a di attività di trizio del campione, riferita alla data di prelievo del campione, si calcola utilizzando la seguente formula:

$$a = \left[\frac{C_L - C_B}{t \cdot \varepsilon \cdot P_2} \right] \cdot e^{\lambda \Delta T}$$

Stimare l'incertezza tipo $u(a)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(a) = \sqrt{\left(\frac{\partial c}{\partial C_L} \cdot u(C_L) \right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial C_B} \cdot u(C_B) \right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial \varepsilon} \cdot u(\varepsilon) \right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial P_2} \cdot u(P_2) \right)^2}$$

L'incertezza estesa $U(a)$ si esprime come segue:

$$U(a) = k \cdot u(a)$$

Nota:

nell'utilizzare l'acqua di bianco con una concentrazione d'attività di trizio bassa paragonata alla concentrazione in attività di trizio del campione, non c'è alcuna necessità di correggere il risultato per il decadimento della concentrazione in attività di trizio dell'acqua di bianco.

Se $\Delta t < 0,5$ anni, l'ultimo fattore dell'equazione può essere cancellato.

Nei campioni con una bassa concentrazione d'attività di trizio, la natura statistica del decadimento radioattivo e della radiazione di fondo è la fonte predominante d'incertezza, di solito designata come "errore statistico di conteggio". A concentrazioni d'attività di trizio maggiori di circa 10^5 Bq/kg, altre fonti d'errore diventano evidenti.

Supponendo una distribuzione normale, $k = 3$ corrisponde ad un livello di confidenza di 99,6 %. A causa delle deviazioni dalla distribuzione normale, particolarmente nel caso di basse concentrazioni d'attività, $k = 3$ corrisponderà ad un livello di confidenza di circa 90 %.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione, a^* , riferita alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_B}}{\varepsilon \cdot t \cdot P_2} \cdot e^{\lambda T}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), riferito alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$a^\# = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_B} + 2,71}{\varepsilon \cdot t \cdot P_2} \cdot e^{\lambda T}$$

La MAR include i parametri più pertinenti che dovrebbero essere considerati nel misurare le basse concentrazioni d'attività. Sono esclusi i parametri come la stabilità a lungo termine di apparecchiature elettroniche e dell'emulsione liquida di scintillazione, gli errori dovuti al trasferimento di contaminazione,

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI TRIZIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 29 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 7 | |

ecc., che sono difficili da esprimere in una formula. C_B ed ε dipendono tra l'altro dalla composizione dell'emulsione di scintillazione, cioè anche da V_2 e dall'adeguamento dei canali di misura.

È generalmente vantaggioso immettere nella fiala di conteggio la maggior quantità di distillato possibile. I volumi di distillato, V_2 , in millilitri, e soluzione di scintillazione, $V_1 = 20 - V_2$, sempre in millilitri, dovrebbero essere scelti in funzione di C_B e ε in modo tale che il valore di $\varepsilon^2 \cdot V_2^2 \cdot T / C_B$ sia massimo. Il valore ottimale di V_2 non è lo stesso per tutte le soluzioni scintillanti e dovrebbe essere determinato per ogni cocktail individualmente. Un presupposto importante è il comportamento costante dell'emulsione di scintillazione durante le procedure di conteggio, cioè i ratei di conteggio relativi ai campioni ed all'acqua di bianco dovrebbero rimanere costanti, a meno dell'errore statistico di conteggio.

È il caso di sottolineare che è più importante tenere il rateo di conteggio relativo all'acqua di bianco quanto più costante possibile piuttosto che tenerlo quanto più basso possibile, in particolare per quei campioni nei quali la concentrazione d'attività è prossima a C_B . Un fondo elevato ma stabile comporta un incremento di C_B , mentre un fondo basso ma instabile si traduce in un C_B inattendibile.

10. Controllo di qualità

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

Il controllo di qualità del metodo viene effettuato con scadenza annuale mediante analisi di campioni di acqua tracciati con quantità note di soluzioni di riferimento.

11. Interferenze

Serie interferenze nella determinazione del trizio possono verificarsi a causa di vari processi luminescenti, per esempio chemiluminescenza, fosforescenza, triboluminescenza ed elettricità statica. Tali effetti sono mantenuti sotto controllo prevedendo tempi di attesa tra la preparazione e la misura del campione ed utilizzando l'opzione di controllo delle coincidenze pronte e ritardate durante la misura.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA MASSIMA CONCENTRAZIONE DI TRIZIO NELLE ACQUE POTABILI MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA (METODO DI SCREENING) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 30 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo metodo di conteggio in scintillazione liquida consente il calcolo della massima concentrazione di attività di trizio (come HTO) eventualmente presente in un campione di acque potabili ai fini della verifica del non superamento del valore di 10 Bq/L.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Lombardia).

3. Riferimenti bibliografici

- ISO 9698: Water quality – Determination of tritium activity concentration – Liquid scintillation counting – First Edition, 1989
- UNI EN 25667-1: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida alla definizione dei programmi di campionamento – 1996
- UNI EN 25667-2: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida alle tecniche di campionamento – 1996
- UNI EN 25667-3: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida per la conservazione ed il maneggiamento di campioni – 1998

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- a attività per unità di massa del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/kg)
- C_L conteggi totali del campione nel canale di conteggio $\alpha+\beta$, finestra 1-300 canali
- C_B numero di conteggi del fondo
- C_N numero di conteggi netti
- C_S numero di conteggi lordi dello standard radioattivo
- a_S concentrazione di attività dello standard radioattivo diluito (Bq/g)
- A_S attività della sorgente di taratura (Bq)
- m_S massa della soluzione standard di tracciante usata per la preparazione del campione (g)
- P peso del campione analizzato (g)
- q quantità standard radioattivo diluito trasferita nel campione marcato (g)
- u_P incertezza tipo associata al peso del campione (P)
- u_q incertezza associata massa (q)
- t durata della misura (s)
- T intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s)
- u_{as} incertezza tipo associata alla concentrazione di attività dello standard radioattivo diluito
- u_q incertezza tipo associata alla quantità di standard radioattivo diluito trasferita nel campione marcato
- ε efficienza di rivelazione
- u_ε incertezza tipo associata ad ε
- u_{CB} incertezza sui conteggi del fondo
- ε_T efficienza di rivelazione
- a^* soglia di decisione (Bq/kg)
- $a^\#$ limite di rivelabilità (Bq/kg)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA MASSIMA CONCENTRAZIONE DI TRIZIO NELLE ACQUE POTABILI MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA (METODO DI SCREENING) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 30 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla misura contemporanea mediante scintillazione liquida delle emissioni beta inferiori a 18,6 keV in campioni di acqua tal quale o preconcentrati per lenta evaporazione, già preparati per la misura della attività alfa e beta totale (MET-28).

Le misure sono eseguite mediante conteggio con scintillatore liquido dotato di dispositivo per la discriminazione delle componenti alfa e beta, che viene effettuata per mezzo dell'analisi della forma e/o del tempo di decadimento degli impulsi prodotti.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Liquido scintillante, deve avere elevata capacità di miscelazione e deve essere adatto alla discriminazione alfa/beta
- Acido nitrico 65% (ultrapuro)
- Metanolo o etanolo
- Soluzione di riferimento certificata di ^3H
- Soluzione di riferimento diluita di ^3H come HTO concentrazione: 10 Bq/g
- Acqua di grado 3 secondo la UNI EN ISO 3696 e priva di radon (preventivamente bollita o degasata)
- Contenitori di polietilene da almeno 500 mL (dotati di tappo a tenuta)
- Fiale in polietilene teflonato da 20 mL
- Strumento per scintillazione liquida a basso fondo dotato del circuito di discriminazione alfa-beta, termostato, preferibilmente con cambiocampioni automatico
- Piastra riscaldante
- Bilancia analitica
- PHmetro

7. Procedura operativa

7.1. Campionamento

- Riempire completamente il contenitore, chiuderlo con un tappo a tenuta e trasportarlo rapidamente in laboratorio. E' preferibile che l'analisi sia effettuata entro 24 ore dal prelievo del campione. Se l'analisi non può essere effettuata immediatamente acidificare come indicato al paragrafo 7.2, in funzione del metodo di preparazione del campione che si intende utilizzare, e conservare il campione al buio e in frigorifero;
- le acque destinate al consumo umano di norma non presentano solidi sospesi. Se, tuttavia, il campione presenta tracce di torbidità, filtrare con un filtro di porosità 0,45 μm . Accantonare il filtro ed eseguire l'analisi sul filtrato;
- determinare il valore del residuo fisso a 180°C direttamente (Bianucci) o indirettamente attraverso la misura della conducibilità (Rodier); la determinazione va effettuata prima dell'eventuale acidificazione.

Note:

le acque minerali imbottigliate sono analizzate come confezionate per la vendita, preferibilmente contenute in bottiglie di polietilene; possono essere conservate a temperatura ambiente per 6 mesi dalla consegna in laboratorio.

la filtrazione non deve essere mai effettuata dopo l'acidificazione per non alterare la solubilità del particolato eventualmente presente. Anche la misura del residuo fisso deve essere effettuata sul campione non acidificato.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA MASSIMA CONCENTRAZIONE DI TRIZIO NELLE ACQUE POTABILI MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA (METODO DI SCREENING) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 30 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

7.2. Preparazione del campione

Preparazione del campione non preconcentrato

- Trasferire circa 200 g di campione in un matraccio conico a collo stretto;
- acidificare il campione con acido nitrico a $\text{pH } 1,7 \pm 0,3$ aggiungendo indicativamente 1 ml di HNO_3 ultrapuro e bollire rapidamente in un recipiente coperto per favorire il desorbimento del ^{222}Rn , evitando nel contempo fenomeni significativi di evaporazione;
- lasciare raffreddare nel recipiente coperto;
- trasferire circa 8 mL di campione in una fiala per scintillazione in polietilene teflonato pesando esattamente su bilancia analitica la quantità P (in g) di campione trasferita;
- stimare l'incertezza tipo u_p associata a P;
- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, serrare bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo;
- annotare identificativo del campione, il peso P (g), l'incertezza tipo u_p , data e ora della preparazione.

Nota:

evitare sempre di coprire con scritte, etichette, etc. le pareti esterne della fiala. Dopo avere pulito la fiala con metanolo evitare di toccarne nuovamente le pareti e maneggiarla esclusivamente afferrandola per il tappo.

Preparazione del campione preconcentrato

- Trasferire circa 200 g di campione in un beaker;
- acidificare a $\text{pH } 2,7 \pm 0,3$ aggiungendo indicativamente 0,1 mL di HNO_3 ultrapuro 14 M; verificare il valore del pH con il pHmetro;
- evaporare lentamente il campione su piastra riscaldante senza raggiungere l'ebollizione, fino ad ottenere un volume minore di 20 mL;
- trasferire il campione in un contenitore più piccolo (fiala in vetro) sciacquando accuratamente il beaker con acqua deionizzata preventivamente bollita e portare a circa 20 g. Il pH del campione concentrato deve essere compreso tra 1,4 e 2;
- lasciare raffreddare nella fiala coperta;
- prelevare circa 8 g di campione concentrato (annotare il peso esatto P in g) e trasferirli nella fiala in polietilene teflonato;
- stimare l'incertezza tipo u_p associata a P;
- annotare identificativo del campione, il peso P (g), l'incertezza tipo u_p , data e ora della preparazione.

Nota:

la preconcentrazione del campione non modifica la concentrazione di trizio presente come HTO. Viene però effettuata nei casi in cui la misura del trizio è contestuale a quella dell'attività alfa e beta totale, in quanto aumenta la sensibilità di quest'ultima metodica.

7.3. Misura radiometrica

- Misurare il campione utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite e per un tempo sufficiente ad ottenere valori di sensibilità dei risultati congruenti con quanto atteso (ad es. 3600 s);
- registrare i valori ottenuti per C_L (conteggi totali nel canale di conteggio $\alpha+\beta$, finestra 1-300).

7.4. Preparazione e misura del bianco

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA MASSIMA CONCENTRAZIONE DI TRIZIO NELLE ACQUE POTABILI MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA (METODO DI SCREENING) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 30 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

- Acidificare 50 mL di acqua ultrapura e priva di radon con acido nitrico a $\text{pH } 1,7 \pm 0,3$;
- trasferirne circa 8 mL in una fiala in polietilene teflonato;
- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, serrare bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo o etanolo;
- misurare il campione di bianco utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite;
- registrare i valori ottenuti per C_B (conteggi di bianco nel canale di conteggio $\alpha+\beta$, finestra 1-300).

Note:

viene normalmente utilizzato lo stesso campione di bianco già preparato per la misura dell'attività alfa e beta totale;

la durata delle misure del campione di fondo deve essere uguale alla durata delle misure dei campioni dalle quali il fondo deve essere sottratto.

7.5. Taratura

Preparazione della sorgente di taratura

- Trasferire in una fiala per scintillazione la quantità desiderata q di soluzione di riferimento di trizio (come HTO) di concentrazione nominale di attività a_s (corrispondente approssimativamente a 1 Bq di trizio);
- stimare l'incertezza u_q associata alla massa q ;
- aggiungere 0,8 g di soluzione di acido nitrico 0,2 M;
- aggiungere acqua sino ad 8 g;
- aggiungere 12 mL di liquido scintillante, serrare bene il tappo della fiala ed agitare fino a completo miscelamento delle fasi;
- pulire esternamente la fiala con carta imbevuta di metanolo;
- calcolare l'attività A_S dello standard di taratura, espressa in Bq:

$$A_S = a_s \cdot q$$

Note:

la concentrazione di trizio nella sorgente di taratura così preparata è di circa 100 Bq/L;

gli standard di taratura vanno preparati in modo da riprodurre le condizioni dei campioni per quanto riguarda l'acidità della soluzione acquosa che è stata definita di $\text{pH } 1,7 \pm 0,3$; questa corrisponde ad una concentrazione di acido nitrico di 0,02 M.

Valutazione dell'incertezza associata alla sorgente di taratura

Stimare l'incertezza tipo u_A associata ad A_S :

$$u(A_S) = A_S \cdot \sqrt{\left(\frac{u(a_s)}{a_s}\right)^2 + \left(\frac{u(q)}{q}\right)^2}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA MASSIMA CONCENTRAZIONE DI TRIZIO NELLE ACQUE POTABILI MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA (METODO DI SCREENING) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 30 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura dell'efficienza di rivelazione

- Misurare la sorgente di taratura (vd. par. 7.5) utilizzando le impostazioni precedentemente determinate e per un tempo sufficiente a registrare nella finestra di interesse circa 1000 conteggi (ad es. 3600 s);
- calcolare il valore dell'efficienza di rivelazione ε :

$$\varepsilon = \frac{(C_S - C_B)}{t \cdot A}$$

Nota:

se è stata preparata più di una sorgente di taratura, utilizzare come valore di efficienza il valore medio ricavato dalle misure effettuate su tutte le sorgenti.

Stimare l'incertezza tipo u_ε associata ad ε :

$$u_\varepsilon = \varepsilon \cdot \sqrt{\left(\frac{\sqrt{C_S^2 + C_B^2}}{C_S - C_B}\right)^2 + \left(\frac{u_A}{A}\right)^2}$$

Registrare i valori relativi alla misura ed i risultati ottenuti sul modulo di registrazione delle operazioni di taratura.

Nota:

se è stata preparata più di una sorgente di taratura, utilizzare come valore di incertezza sull'efficienza lo scarto tipo di tutte le misure.

La taratura in efficienza di rivelazione è accettabile se sono soddisfatte le seguenti condizioni:

- il valore di ε è superiore al 20%
- per ogni misura di ε , l'incertezza composta associata è inferiore al 15%
- nel caso di misure ripetute, lo scarto tipo di tutte le misure è inferiore al 15%.

Se i criteri di accettabilità non sono soddisfatti, verificare la corretta funzionalità della strumentazione attraverso l'esecuzione delle misure di controllo di buon funzionamento e ripetere la procedura di taratura. Valutare anche la necessità di acquisire nuovi standard.

8.2. Misura della massima concentrazione di attività del campione

La massima concentrazione a di attività di trizio del campione, riferita alla data di prelievo del campione, si calcola utilizzando la seguente formula:

$$a = \left[\frac{C_L - C_B}{t \cdot \varepsilon \cdot P} \right] \cdot e^{\lambda \Delta T}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA MASSIMA CONCENTRAZIONE DI TRIZIO NELLE ACQUE POTABILI MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA (METODO DI SCREENING) | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 30 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

Stimare l'incertezza tipo $u(a)$ sommando in quadratura tutti i contributi significativi:

$$u(a) = \sqrt{\left(\frac{\partial c}{\partial C_L} \cdot u(C_L)\right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial C_B} \cdot u(C_B)\right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial \varepsilon} \cdot u(\varepsilon)\right)^2 + \left(\frac{\partial c}{\partial P} \cdot u(P)\right)^2}$$

L'incertezza estesa $U(a)$ si esprime come segue:

$$U(a) = k \cdot u(a)$$

Nota:

le concentrazioni di attività e le relative incertezze vengono qui calcolate in Bq/kg; possono essere tuttavia espresse anche in Bq/L dal momento che la densità dei campioni a cui viene applicato il presente metodo (paragrafi 1 e 5) nelle normali condizioni di lavoro (temperatura del laboratorio compresa tra + 4 °C e + 40 °C) si discosta dall'unità in misura inferiore all'1%; la correzione che occorrerebbe applicare è quindi trascurabile, considerato che il valore minimo di incertezza estesa associato al risultato di queste misure è superiore al 15%.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione, a^* , riferita alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$a^* = \frac{2,33 \cdot \sqrt{C_B}}{\varepsilon \cdot t \cdot P_2} \cdot e^{\lambda T}$$

Il limite di rivelabilità $a^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), riferito alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$a^\# = \frac{4,65 \cdot \sqrt{C_B} + 2,71}{\varepsilon \cdot t \cdot P_2} \cdot e^{\lambda T}$$

10. Controllo di qualità

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

Il controllo di qualità del metodo viene effettuato con scadenza annuale mediante analisi di campioni di acqua tracciati con quantità note di soluzioni di riferimento.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 9 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo metodo è adottato per la determinazione della concentrazione totale dell'attività degli isotopi alfa emettitori dell'uranio (^{234}U , ^{235}U e ^{238}U) e per la determinazione del rapporto isotopico $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ nelle acque. Questo metodo si applica alla misura mediante scintillazione liquida della concentrazione dell'uranio totale e del rapporto isotopico $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ in campioni in acque potabili, acque superficiali, acque sotterranee (anche minerali e/o termali), acque di scarico e percolati. Il metodo non è applicabile ad acque che presentino evidenti colorazioni. Il metodo non è parimenti applicabile ad acque salmastre e di mare e si applica alla misura della concentrazione dell'uranio totale e del rapporto isotopico $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ in acque con residuo fisso inferiore a 5 g/L. Se il residuo è inferiore a 0,5 g/L, il campione può essere preconcentrato per evaporazione.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- ASTM D 6239-98a “Standard test method for uranium in drinking water by high resolution alpha-liquid-scintillation spectrometry”

4. Simboli, definizioni e unità di misura

- C_N conteggi netti
 C_L conteggi lordi sorgente di taratura
 C_B conteggi del bianco
 T durata del conteggio, espressa in s
 A attività totale ($^{238}\text{U} + ^{234}\text{U} + ^{235}\text{U}$) della sorgente di taratura alla data di riferimento, espressa in Bq
 c_A concentrazione di attività ($^{238}\text{U} + ^{234}\text{U} + ^{235}\text{U}$) della soluzione di riferimento utilizzata per preparare la sorgente di taratura, alla data di riferimento, espressa in Bq/g
 m quantità di soluzione di riferimento utilizzata per preparare la sorgente di taratura, espressa in g
 u_e incertezza associata all'efficienza complessiva
 u_{CN} incertezza associata ai conteggi netti
 u_{CL} incertezza associata ai conteggi lordi della sorgente di taratura determinata come scarto tipo sperimentale di una serie di conteggi ripetuti della sorgente di taratura stessa oppure, se la sorgente viene misurata una sola volta, come radice quadrata dei conteggi lordi
 u_{CB} incertezza associata ai conteggi del bianco, determinata come scarto tipo sperimentale di una serie di conteggi ripetuti del campione di bianco. E' preferibile che le ripetizioni dei conteggi siano effettuate in momenti diversi, in un arco di tempo di almeno un mese
 u_A incertezza associata all'attività della sorgente di taratura
 u_{CA} incertezza associata alla concentrazione di attività della soluzione di riferimento utilizzata per preparare la sorgente di taratura
 u_m incertezza associata alla determinazione della quantità di soluzione di riferimento utilizzata per preparare la sorgente di taratura
 ϵ efficienza di rivelazione
 Q massa del campione, espressa in kg

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 9 | |

- u_{int} incertezza associata all'interferenza alfa e beta
 u_Q incertezza associata alla pesata del campione
 C_{234} numero di conteggi attribuiti al picco alfa dell'isotopo ^{234}U
 C_{238} numero di conteggi attribuiti al picco alfa dell'isotopo ^{238}U
 u_{C234} incertezza associata al numero di conteggi attribuiti al picco alfa dell'isotopo ^{234}U , calcolata dal programma utilizzato per la deconvoluzione
 u_{C238} incertezza associata al numero di conteggi attribuiti al picco alfa dell'isotopo ^{238}U , calcolata dal programma utilizzato per la deconvoluzione
 α conteggi netti nel canale di conteggio alfa
 β conteggi netti nel canale di conteggio beta
 k fattore di copertura

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla:

- misura tramite scintillazione liquida dell'uranio estratto da un campione d'acqua per mezzo di un liquido scintillante immiscibile all'acqua contenente un agente complessante in grado di legare selettivamente l'uranio;
- il campione d'acqua viene preventivamente acidificato e degasato per allontanare il radon eventualmente presente;
- è preferibile, per aumentare la sensibilità del metodo, preconcentrare il campione per lenta evaporazione.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua per laboratorio conforme alla qualità 3 UNI ISO 3696 e priva di radon (preventivamente bollita o degasata)¹
- Argon o argon/metano (10%) per uso cromatografico
- Acido nitrico concentrato ultrapuro (70%, 15M)
- Xilene (grado spettroscopico)
- HDEHP, acido bis (2-etilesil) ortofosforico
- Naftalene (grado spettroscopico)
- PBBO, 2-(4 bifenilil)-6-fenil-benzossazolo
- Soluzione di riferimento di uranio², certificata per l'attività totale di tutti gli isotopi dell'uranio presenti e/o per l'attività di ogni singolo isotopo con concentrazione di circa 100 Bq/g in acido cloridrico o nitrico diluiti
- Soluzione di riferimento di $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ con concentrazione di circa 100 Bq/g in acido cloridrico o nitrico diluiti
- Normale vetreria da laboratorio
- Filtri in policarbonato o teflon 0,45 μm
- Imbuto filtrante
- Imbuto separatore da 100 mL
- Matraccio tarato da 500 mL
- Bottiglia di vetro scuro con dispenser da 10 mL
- Fiala per scintillazione liquida in polietilene teflonato da 20 mL
- Scintillatore liquido a basso fondo con discriminazione alfa/beta
- Bilancia tecnica (due decimali, portata 2 kg)

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 9 | |

- Micropipetta da 5 mL

Note:

bollire sotto vigorosa agitazione 1 L circa di acqua per laboratorio per circa 10 minuti. Alternativamente fluxare con azoto o argon per circa 30 minuti;

è possibile utilizzare una soluzione di riferimento di ^{236}U , che non contiene di norma discendenti beta emettitori. Alternativamente è possibile utilizzare sorgenti di uranio naturale certificate per i tre isotopi dell'uranio.

7. Procedura operativa

7.1. Prelievo del campione

Non esistono particolari indicazioni rispetto alle modalità di prelievo del campione; tuttavia, poiché esistono problemi di adesione di alcune specie ioniche sulle pareti del contenitore, è preferibile utilizzare recipienti in polietilene ed effettuare il pretrattamento del campione immediatamente dopo il prelievo.

Se l'analisi non può essere effettuata entro breve è necessario provvedere ad acidificare il campione come descritto nel paragrafo successivo.

7.2. Preparazione di campioni preconcentrati

- Trasferire in un beaker circa 1L di campione ed annotare la massa esatta – Q;
- acidificare con 5 mL di HNO_3 ultra puro 14 M;
- evaporare il campione su piastra riscaldante senza raggiungere l'ebollizione fino ad ottenere un volume di circa 100 mL;
- procedere all'estrazione dell'uranio (7.5).

7.3. Preparazione di campioni analizzati tal quale

- Prelevare circa 95 g di campione ed annotare la massa esatta – Q;
- acidificare con 5 mL di HNO_3 ultrapuro 14 M;
- bollire il campione per circa 10 minuti il campione per favorire il desorbimento del ^{222}Rn ;
- procedere alla fase di estrazione dell'uranio.

7.4. Preparazione del liquido scintillante

- Trasferire in un matraccio da 500 mL:
 - Naftalene 90,0 g
 - PBBO 2,0 g
 - HDEHP 25,0 g
- portare a volume lo xilene;
- introdurre un agitatore magnetico ed agitare per circa un'ora fino a completa dissoluzione;
- filtrare su lana di vetro eventuali cristalli indisciolti e trasferire in una bottiglia in vetro scuro munita di dispenser da 10 mL.

7.5. Estrazione dell'uranio

- Trasferire tutto il campione in un imbuto separatore ed aggiungere 10 mL di liquido scintillante;
- agitare vigorosamente per due minuti e lasciar riposare per tre minuti;
- separare la fase acquosa e trasferire quella organica in una fiala di scintillazione con una pipetta;
- trasferire nuovamente la fase acquosa nell'imbuto separatore e ripetere la procedura;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 9 | |

- far gorgogliare nella fiala di scintillazione, mediante una pipetta collegata alla linea del gas, argon o elio per circa 15 minuti;
- chiudere ermeticamente la fiala per scintillazione e pulirla esternamente con metanolo;
- effettuare il conteggio mediante contatore per scintillazione liquida.

7.6. Misura radiometrica

Posizionare il campione nello scintillatore, la misura del campione può essere avviata dopo circa 2 ore dalla preparazione per consentire la termostatazione del contenuto della fiala.

Contare il campione per un tempo sufficiente ad ottenere i valori di sensibilità e/o precisione desiderati (per es. 1000 minuti) applicando un protocollo di misura che consenta la discriminazione delle componenti α e β .

7.7. Preparazione e misura del bianco

- Trasferire 20 mL di liquido scintillante una fiala per scintillazione;
- far gorgogliare nella fiala di scintillazione, mediante una pipetta collegata alla linea del gas, argon o elio per circa 15 minuti;
- chiudere ermeticamente la fiala per scintillazione e pulirla esternamente con metanolo;
- effettuare il conteggio con le stesse modalità ed impostazioni utilizzate per il campione.

Nota:

la durata delle misure del campione di bianco deve essere uguale alla durata delle misure dei campioni dalle quali il bianco deve essere sottratto. Ripetere il conteggio del campione di bianco ogni volta che viene sostituito il tipo e/o la partita del liquido scintillante, si modificano le impostazioni del sistema di misura, vengono sostituite parti importanti del sistema di misura, viene spostato il sistema di misura, e comunque almeno una volta al mese.

7.8. Taratura

Preparazione della sorgente di taratura

La determinazione dell'efficienza complessiva (di estrazione e di rivelazione) del metodo viene effettuata utilizzando una soluzione di riferimento di uranio:

- acidificare 95 mL di acqua (preventivamente bollita) con 5 mL di HNO₃ ultrapuro 14 M;
- aggiungere una quantità nota (misurata gravimetricamente o volumetricamente con una incertezza minore del 2%) di soluzione di riferimento di uranio (indicativamente 100 Bq di attività alfa totale);
- trasferire il campione in un imbuto separatore e procedere come in 7.5. ;
- effettuare il conteggio della sorgente di taratura utilizzando le impostazioni dello strumento definite per il campione e per un tempo sufficiente.

Nota:

la soluzione di riferimento di uranio non deve contenere altri alfa emettitori prodotti dal decadimento degli isotopi dell'uranio.

Preparazione della sorgente di taratura alfa emettitrice

Utilizzare una soluzione di riferimento di uranio priva dei prodotti di decadimento beta emettitori; a tale scopo è necessario effettuare la separazione dei prodotti di decadimento beta emettitori a vita breve (²³⁴Th e ²³⁴Pa) immediatamente prima del conteggio seguendo la seguente procedura:

- aggiungere una quantità nota di soluzione di riferimento di uranio (circa 200 Bq totali) ad una soluzione di HCl in modo da ottenere 50 mL di una soluzione 6M in HCl;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 9 | |

- eluire la soluzione su 10 mL di resina anionica condizionata con HCl 6M posta in una colonna cromatografica con diametro di circa 1 cm. La velocità di eluizione deve essere mantenuta a 1-2 mL/minuto circa;
- lavare la resina con 50 mL di HCl 6M;
- eluire l'uranio con 50 mL di HCl 0,1 M;
- prelevare circa 25 mL dell'eluato contenente uranio (corrispondente a circa 20 Bq), aggiungere 5 mL di acido nitrico 14 M e 70 mL di acqua e procedere come in 7.5.

Nota:

per la determinazione del parametro di discriminazione non è necessario conoscere la concentrazione dell'uranio.

Preparazione della sorgente di taratura beta emettitrice

- Prelevare una quantità corrispondente a circa 100 Bq di soluzione di riferimento di ⁹⁰Sr, aggiungere 5 mL di acido nitrico 14 M e procedere come in 7.5.

Nota:

il liquido scintillante è in grado di estrarre unicamente ⁹⁰Y, prodotto dal decadimento del ⁹⁰Sr che, al contrario, rimane nella fase acquosa.

Determinazione della curva di interferenza alfa

- Misurare a valori diversi del parametro del circuito di discriminazione la sorgente di uranio preparata seguendo le indicazioni riportate in 7.6.
Per ogni misura calcolare il valore del parametro τ_α = interferenza alfa, definito come la frazione dei conteggi prodotti da particelle alfa che sono registrati (erroneamente) nel canale di conteggio beta quando si misura un emettitore alfa puro:

$$\tau_\alpha = \frac{\beta}{\alpha + \beta}$$

- Riportare in grafico l'andamento del parametro τ_α in funzione del valore parametro del circuito di discriminazione.

Determinazione della curva di interferenza beta

- Misurare a valori diversi del parametro del circuito di discriminazione la sorgente di ⁹⁰Y preparata seguendo le indicazioni riportate in 7.6.
Per ogni misura calcolare il valore del parametro τ_β = interferenza beta, definito come la frazione dei conteggi prodotti da particelle beta che sono registrati (erroneamente) nel canale di conteggio alfa quando si misura un emettitore beta puro:

$$\tau_\beta = \frac{\alpha}{\alpha + \beta}$$

dove il significato dei simboli è lo stesso riportato al punto precedente.

- Riportare in grafico l'andamento del parametro τ_β in funzione del valore parametro del circuito di discriminazione.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 9 | |

Determinazione del punto di lavoro del circuito di discriminazione

Sovrapporre i grafici delle curve di interferenza alfa e beta.

Il punto di lavoro ottimale del circuito di discriminazione alfa-beta è quello in cui è minima la somma delle interferenze alfa e beta che, solitamente, corrisponde all'intersezione delle due curve.

Nota:

il valore dell'interferenza alfa ed il valore dell'interferenza beta, nel punto di lavoro prescelto, devono essere entrambi minori dell' 1,5%. In caso contrario nella fase successiva di misura di campioni incogniti è necessario inserire, nella formula per il calcolo delle concentrazioni di attività alfa totale e beta totale, un termine correttivo che tenga conto del contributo delle interferenze.

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura dell'efficienza complessiva

Il valore dell'efficienza complessiva ε (estrazione e rivelazione) si ricava dalla seguente espressione:

$$\varepsilon = \frac{C_N}{T \cdot A}$$

con:

$$C_N = C_L - C_B$$

$$A = C_A \cdot m$$

Nota:

tutti i conteggi (sia della sorgente che del campione di bianco) devono essere ricavati dal canale alfa, utilizzando una finestra di conteggio centrata sui picchi alfa e tale da ricomprenderli interamente. Porre in conteggio la sorgente di taratura di U non appena raggiunte le condizioni di termostatazione. Evitare di conservare la sorgente a lungo in quanto il liquido scintillante tende a degradarsi nel tempo, in particolare in presenza di acidi anche diluiti.

Valutazione dell'incertezza associata all'efficienza complessiva

Stimare l'incertezza tipo associata ad ε :

$$u_\varepsilon = \varepsilon \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{C_N}}{C_N}\right)^2 + \left(\frac{u_A}{A}\right)^2}$$

con:

$$u_{C_N} = \sqrt{u_{C_L}^2 + u_{C_B}^2}$$

$$u_A = A \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{C_A}}{C_A}\right)^2 + \left(\frac{u_m}{m}\right)^2}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 9 | |

Nota:

l'incertezza associata all'interferenza alfa e beta deve essere stimata sulla base dell'analisi delle curve di interferenza.

8.2. Attività massica del campione e incertezza composta ed estesa

Calcolare la concentrazione di attività di uranio totale c_U nel campione:

$$c_U = \frac{C_N}{T \cdot \varepsilon \cdot Q}$$

con:

$$C_N = C_L - C_B$$

La concentrazione può essere espressa in Bq/L considerando unitaria la massa volumica dell'acqua campione.

Nota:

tutti i conteggi (sia del campione che del bianco) devono essere ricavati dal canale alfa, utilizzando la stessa finestra di conteggio già utilizzata per la determinazione dell'efficienza complessiva.

Stimare l'incertezza tipo $u(c_U)$ associata a c_U :

$$u(c_U) = c_U \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{C_N}}{C_N}\right)^2 + \left(\frac{u_\varepsilon}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u_Q}{Q}\right)^2 + u_{\text{int}}^2}$$

con:

$$u_{C_N} = \sqrt{u_{C_L}^2 + u_{C_B}^2}$$

Nota:

tutti i conteggi (sia del campione che del bianco) devono essere ricavati dal canale alfa, utilizzando la stessa finestra di conteggio già utilizzata per la determinazione dell'efficienza complessiva. L'incertezza associata a Q è generalmente più elevata dell'incertezza associata alla bilancia analitica utilizzata per pesare ed è determinata, in larga misura, dalle perdite di campione associate al prelievo ed alla preparazione del campione stesso. L'incertezza associata a m deve essere stimata adottando metodi adeguati (UNI CEI ENV 13005 – Luglio 2000), e di norma non dovrebbe essere minore del 2%.

Stimare l'incertezza estesa $U(c_U)$ associata a c_U :

$$U(c_U) = k \cdot u(c_U)$$

Nota:

nell'ipotesi che la distribuzione dei valori del misurando sia di tipo gaussiano, il fattore di copertura da utilizzare è $k=2$, corrispondente approssimativamente ad un livello di fiducia del 95%.

8.3. Stima delle attività dei singoli radioisotopi ed incertezze associate

Per calcolare il rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ è necessario stimare i conteggi relativi ai due isotopi dell'uranio

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 9 | |

attraverso l'analisi spettrale e la deconvoluzione dello spettro alfa.

Deconvoluzione dello spettro

La risoluzione del metodo consente solo la deconvoluzione dei picchi alfa corrispondenti a ^{238}U e ^{234}U . Il contributo di ^{235}U , che ha una energia intermedia a quella degli altri due isotopi dell'uranio, non è in alcun modo distinguibile ed è comunque inferiore al 2,5% dell'attività totale; di conseguenza non altera, di fatto, il valore del rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$.

La deconvoluzione dei picchi alfa di ^{238}U e ^{234}U può essere effettuata utilizzando un programma commerciale per spettrometria alfa; i parametri di descrizione della forma dei picchi che il programma utilizza per effettuare la deconvoluzione devono essere determinati analizzando radionuclidi alfa emettitori pressoché monoenergetici (es.: ^{241}Am) nelle medesime condizioni dei campioni reali.

Calcolo del rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$

Il valore del rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$ si ricava dalla seguente espressione:

$$\frac{^{234}\text{U}}{^{238}\text{U}} = \frac{C_{234}}{C_{238}}$$

Valutazione dell'incertezza associata al rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$

Stimare l'incertezza tipo associata al rapporto $^{234}\text{U}/^{238}\text{U}$

$$u\left(\frac{^{234}\text{U}}{^{238}\text{U}}\right) = \frac{C_{234}}{C_{238}} \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{C_{234}}}{C_{234}}\right)^2 + \left(\frac{u_{C_{238}}}{C_{238}}\right)^2}$$

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello del Currie (vedi manuale. Par 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione c^* , riferita alla data di prelievo del campione, si esprime come segue:

$$c^* = 2,33 \cdot \sqrt{C_F} \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

Il limite di rivelabilità $c^\#$, che viene spesso chiamato minima attività rivelabile (MAR), riferito alla data di prelievo del campione si esprime come segue:

$$c^\# = (4,65 \cdot \sqrt{C_F} + 2,71) \cdot \frac{a_S \cdot m_S}{(C_{LS} - C_{FS})} \cdot \frac{1}{m} \cdot e^{\lambda T}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 31 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 9 di 9 | |

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DELL'URANIO IN ACQUA MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 32 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione della concentrazione degli isotopi alfa emettitori dell'uranio (^{234}U , ^{235}U e ^{238}U) in campioni di acque potabili, acque superficiali, acque sotterranee (anche minerali e/o termali), acque di scarico e percolati, effettuata su campioni elettrodepositati e misurati con tecnica della spettrometria alfa ad alta risoluzione (rivelazione delle emissioni alfa principali di ^{238}U (4.91 MeV), ^{234}U (4.40 MeV), ^{235}U (4.77 MeV)).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- Meth. 7500 U B, Standard methods for water and wastewater (1989)
- Meth. U-02-RC, HASL 300, The procedures manual of the environmental measurements laboratory (EML – DOE 28th edition, 1997)
- Norma UNI 10314 (1994), Determinazione dell'uranio naturale e del ^{226}Ra nelle fosforiti e nei loro derivati industriali
- Manuale Genie2000 v. 1.2, 1998 – Customization tools – Section B. Basic Algorithms – B.11.1: General Theory; B.11.2: Currie MDA

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| a | attività per unità di massa (Bq/kg) |
| A | attività del tracciante aggiunto (Bq), riferito al tempo della misura |
| m | massa del campione (kg) |
| t_g | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| r_g, r_{gt} | rateo di conteggio lordo per isotopi dell'uranio e tracciante rispettivamente |
| r_0, r_{0t} | rateo di conteggio del bianco per isotopi dell'uranio e tracciante rispettivamente |
| R | resa totale di misura |
| ϵ | efficienza strumentale |
| u(a) | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/kg) |
| U | incertezza estesa, calcolata come $U = k \cdot u(a)$ con $k = 1, 2 \dots$ |
| a^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- preconcentrazione del campione tramite cromatografia a scambio ionico con resine chelanti (Chelex 100), o metodi equivalenti;
- separazione mediante cromatografia ionica su resina anionica (Dowex 1X8) del complesso clorurato anionico dell'uranio;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DELL'URANIO IN ACQUA MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 32 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

- elettrodeposizione dell'uranio;
- misura del campione elettrodepositato mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione;
- elaborazione dei risultati della misura spettrometrica.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Lana di vetro
- Acido acetico glaciale (17 M)
- Ammonio idrossido concentrato (30%, 15 M)
- Ammonio idrossido diluito 1:2 (7.5 M)
- Ammonio idrossido diluito 1:10 (1.5 M)
- Acido nitrico concentrato (68%, 14M)
- Acido cloridrico concentrato (37%, 12M)
- Acido cloridrico 8M (666 mL HCl conc. portati a 1 litro)
- Acido cloridrico 4M (333 mL HCl conc. portati a 1 litro)
- Acido cloridrico 0,1N (8,3 mL HCl conc. portati a 1 litro)
- Acido solforico concentrato (96%, 18 M)
- Acido solforico diluito 1:10 (1.8 M)
- HI non stabilizzato (67%, 10,3 M)
- Soluzione di HI 0.8 M (7,6 mL HI portato a 92,4 mL con HCl 8M)
- Perossido d'idrogeno (30% - 120 volumi)
- Resina chelante (tipo Chelex-100 Biorad, 100-200 mesh)
- Resina anionica (tipo Dowex 1X8, 50-100 mesh)
- Tampone acetato 1M pH 5.3 (60 mL acido acetico glaciale e 33 mL di idrossido di ammonio concentrato portati a 1 litro; il pH viene regolato a 5,3 per piccole aggiunte di acido o base)
- Cloruro di ammonio, soluzione 2M
- Solfato di ammonio 3M
- Metanolo
- Indicatore rosso metile (rosso metile 1% in metanolo)
- Soluzione standard di uranio per ICP/MS 1000 ppm
- Campione certificato di ²³²U (soluzione in HCl 4M con incertezza globale relativa non superiore al 5 % da diluirsi a 0,1 Bq/g con HCl 4M)
- Colonna di vetro per cromatografia di estrazione diametro 1,5 cm
- Colonna di vetro per cromatografia di estrazione diametro 1 cm

pHmetro

Piastra agitante/riscaldante

Dispositivo per elettrodeposizione; dotato di cella elettrolitica con corpo cilindrico in metacrilato e cappello inferiore di acciaio inossidabile, anodo di filo di platino di diametro 1 mm con occhio finale di diametro da 6 a 8 mm

Dischetto di acciaio inossidabile di diametro 20 mm, lucidati a specchio e sgrassati, da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione

Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione, con camera di conteggio in condizioni di vuoto

Pompa a vuoto

Note:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DELL'URANIO IN ACQUA MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 32 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

l'acido iodidrico non stabilizzato e il perossido d'idrogeno devono essere conservati ben chiusi in frigorifero.

7. Procedura operativa

7.1. Preconcentrazione del campione

La quantità di campione da sottoporre a preconcentrazione varia da 1 a 10 kg, in funzione della disponibilità del campione e/o della concentrazione presunta di uranio.

La preconcentrazione del campione può essere ottenuta con procedimenti analitici differenti. Di preferenza, è raccomandato l'utilizzo del metodo di preconcentrazione mediante utilizzo di una resina chelante per gli isotopi dell'uranio. Nel caso in cui tale materiale non fosse disponibile è possibile utilizzare i metodi di preconcentrazione per coprecipitazione o per evaporazione, che forniscono risultati confrontabili pur con rese inferiori e con un impegno di tempo maggiore.

I tre metodi di preconcentrazione sono descritti separatamente di seguito.

Preconcentrazione con resina chelante

- Pesare 1 kg di campione (o eventualmente una quantità maggiore, fino indicativamente a 10 kg, per aumentare in misura proporzionale la sensibilità della misura);
- aggiungere 50 mL di acido nitrico concentrato per ogni litro di soluzione (pH 1,8 circa);
- aggiungere al campione una quantità nota di soluzione di ^{232}U tracciante (indicativamente 0,1 Bq di tracciante per litro di campione);
- lasciare a riposo almeno una notte o scaldare per permettere l'ossidazione dei metalli presenti;
- aggiungere 100 mL di tampone acetato per litro di soluzione aggiustando il pH a 5,3 con NH_4OH ;
- eluire il campione su di una colonna contenente 15 mL di resina Chelex-100 lavata con HNO_3 2 M, H_2O e condizionata con 100 mL di tampone acetato 0.1M a pH 5,3 ad un flusso di 1mL/min e scartare l'eluato;
- avare la colonna con 50mL di H_2O , ed effettuare una nuova eluizione con 100mL di HCl 4M;
- ridurre il volume per evaporazione a 50 mL (ottenendo una soluzione 6M circa);
- aggiungere 25 mL di HCl 12 M (3.8) ottenendo una soluzione 8M circa.

Preparazione per coprecipitazione

- Pesare 1 kg di campione (o eventualmente una quantità maggiore, fino indicativamente a 10 kg, per aumentare in misura proporzionale la sensibilità della misura);
 - aggiungere al campione una quantità nota di soluzione di ^{232}U tracciante (indicativamente 0,1 Bq di tracciante per litro di campione);
 - aggiungere 5 mL di HCl concentrato fino a pH 1-2 e 2 mL di FeCl_3 (10 mg/mL Fe^{3+});
 - portare ad ebollizione e aggiungere prima 30 mL di NH_4OH 7.5 M, poi altri 10 mL fino a pH 9-10;
 - lasciare all'ebollizione per 10 minuti e filtrare su filtro di carta "banda blu";
 - sciogliere il precipitato con 50 mL di HCl 8M;
- proseguire quindi come indicato nel paragrafo 7.2.

Preparazione per evaporazione

- Pesare 1 kg di campione (o eventualmente una quantità maggiore, fino indicativamente a 10 kg, per aumentare in misura proporzionale la sensibilità della misura);
- aggiungere 50 mL di acido nitrico concentrato per ogni litro di soluzione (pH 1,8 circa);

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DELL'URANIO IN ACQUA MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 32 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

- aggiungere al campione una quantità nota di soluzione di ^{232}U tracciante (indicativamente 0,1 Bq di tracciante per litro di campione);
- evaporare a secchezza, e successivamente ridisciogliere con 50 mL di HCl 8M; proseguire quindi come indicato nel paragrafo 7.2.

Purificazione degli isotopi dell'uranio

- Trasferire la soluzione in una colonna cromatografica di 1 cm di diametro contenente 10 mL di resina anionica Dowex 1X8 condizionata con HCl 8M. Lavare la colonna con 50 mL di HCl 8M e scartare l'eluato;
- eluire con una soluzione contenente 92,4 mL di HCl 8M e 7,6 mL di HI 67% e scartare l'eluato (che contiene ferro ed eventualmente plutonio);
- eluire la colonna con circa 40 mL di HCl 8M e scartare l'eluato;
- eluire la colonna con 100 mL di HCl 0.1N e mandare a secco l'eluato (contenente l'uranio);
- riprendere il residuo con 5 mL di HNO_3 concentrato e con 1 mL di H_2O_2 ; ripetere l'operazione più volte fino a completa scomparsa dello iodio ed eventuali sostanze organiche presenti;
- riprendere con 50 mL di HCl 8M e ripetere l'intera operazione una seconda volta.

Elettrodeposizione

- Riprendere il residuo con 5 mL di HNO_3 concentrato e con 1 mL di H_2O_2 ; ripetere l'operazione più volte fino a completa scomparsa dello iodio ed eventuali sostanze organiche presenti (il residuo deve essere praticamente invisibile);
- sciogliere il residuo con 1 mL di H_2SO_4 concentrato e con 1 mL di H_2O_2 120 volumi scaldando per 5 minuti;
- aggiungere 10 mL di acqua, 3 gocce di indicatore rosso metile e 1 mL di H_2O_2 ;
- titolare con NH_4OH concentrato fino a viraggio giallo;
- aggiungere qualche goccia di H_2SO_4 (1:10) e NH_4OH (1:10) fino a viraggio color rosa salmone (possono essere utilizzati H_2SO_4 e NH_4OH più diluiti per raggiungere con maggior precisione il punto di viraggio che corrisponde a pH 4.5 c.a.);
- trasferire nella cella di elettrodeposizione ed elettrodeporre per almeno un'ora ad un amperaggio di 5 mA (il voltaggio necessario è di circa di 5.7 V);
- uno-due minuti prima di terminare l'elettrodeposizione aggiungere 10 mL di NH_4OH 1:10;
- lavare il dischetto con H_2O e successivamente metanolo ed asciugarlo con l'epiradiatore.

Nota:

l'elettrodo va pulito prima dell'uso effettuando una breve elettrodeposizione (1 ora circa) con una soluzione di solfato d'ammonio 2 M. Il piattello viene pulito prima dell'uso con acqua saponata e acetone.

7.2. Misura del campione di bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un dischetto di acciaio e misurarlo. La misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente.

7.3. Taratura

La determinazione dell'attività degli isotopi di uranio nel campione viene effettuata mediante il metodo dello standard interno; conseguentemente il metodo non necessita di taratura. E' compito del laboratorio

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DELL'URANIO IN ACQUA MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 32 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

stabilire le modalità per il controllo dell'efficienza di rivelazione e del buon funzionamento del sistema di spettrometria alfa.

7.4. Misura del campione elettrodepositato tramite spettrometria alfa ad alta risoluzione

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante tecnica di spettrometria alfa ad alta risoluzione. Durata e modalità dell'acquisizione sono definite dal laboratorio in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato.

Lo spettro deve essere visionato per confermare una buona separazione dei picchi e l'assenza di radionuclidi interferenti.

8. Espressione dei risultati

8.1. Attività specifica

L'attività dell'uranio viene calcolata integrando il numero di conteggi nel picco corrispondente al tracciante, agli isotopi dell'uranio. I risultati di tali integrali, divisi per il tempo di conteggio, forniscono il rateo di conteggio lordo per tracciante (r_{gt}) e isotopi dell'uranio (r_g). Questi devono essere corretti per il contributo del bianco; il rateo di conteggio del bianco viene calcolato dallo spettro di emissione alfa del bianco integrando il numero di conteggi nella stessa regione di interesse (ROI) in cui sono presenti i picchi nello spettro del campione; questi conteggi, divisi per il tempo di conteggio, forniscono il rateo di conteggio del bianco per il tracciante (r_{0t}) e isotopi dell'uranio (r_0).

L'attività per unità di massa degli isotopi dell'uranio si ottiene secondo la formula:

$$a = \frac{(r_g - r_0)}{(m \cdot R)} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove

$$w = \frac{1}{m \cdot R}$$

La resa totale di misura, R, si determina a partire dall'attività A del tracciante aggiunto secondo la seguente formula:

$$R = \frac{(r_{gt} - r_{0t})}{A}$$

La resa chimica si calcola utilizzando l'efficienza strumentale ϵ .

8.2. Incertezza

L'incertezza composta associata al risultato di misura $u(a)$ si calcola secondo la formula:

$$u(a) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DELL'URANIO IN ACQUA MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 32 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.
L'incertezza relativa di w si calcola secondo la formula:

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(R) + u_{\text{rel}}^2(m)$$

L'incertezza relativa di R si calcola secondo la formula:

$$u_{\text{rel}}^2(R) = u_{\text{rel}}^2(r_{\text{gt}} - r_{\text{0t}}) + u_{\text{rel}}^2(A) = \frac{\left(\frac{r_{\text{gt}}}{t_{\text{g}}} + \frac{r_{\text{0t}}}{t_{\text{0}}} \right)}{(r_{\text{gt}} - r_{\text{0t}})^2} + u_{\text{rel}}^2(A)$$

$u_{\text{rel}}(A)$ include tutte le fonti di incertezza legate all'attività del tracciante (incertezza della soluzione di riferimento, incertezza di diluizione della soluzione di riferimento, incertezza nell'aggiunta del tracciante al campione).

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione a^* si ottiene secondo la formula:

$$a^* = \frac{2.32 \cdot u(C_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_{\text{g}} \cdot m}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $a^\#$ si ottiene secondo la formula:

$$a^\# = \frac{4.65 \cdot u(C_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_{\text{g}} \cdot m}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 8 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Il metodo consente la determinazione della concentrazione di attività degli isotopi dell'Uranio nelle acque. Il metodo è un estratto di un metodo sequenziale che consente la determinazione degli isotopi alfa emettitori di Americio, Plutonio e Uranio ed eventualmente di ⁹⁰Sr. La fase di separazione richiede circa 2 ore per una decina di campioni trattati contemporaneamente.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

– Eichrom Technologies, Inc. ACW02 rev. 1.3 Uranium in Water

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c_A | attività per unità di volume del radionuclide incognito alla data di prelievo (Bq/L) |
| r_g | rateo di conteggio lordo del campione (s^{-1}) |
| r_0 | rateo di conteggio di fondo per il campione (s^{-1}) |
| A_t | attività soluzione di tracciante alla data di misura (Bq) |
| r_{gt} | rateo di conteggio lordo del tracciante (s^{-1}) |
| r_{0t} | rateo di conteggio di fondo per il tracciante (s^{-1}) |
| A_s | attività sorgente di taratura alla data di misura (Bq) |
| r_{gs} | rateo di conteggio lordo della sorgente di taratura (s^{-1}) |
| r_{0s} | rateo di conteggio di fondo per la sorgente di taratura (s^{-1}) |
| V | volume del campione analizzato (L) |
| λ | costante di decadimento del radionuclide incognito (s^{-1}) |
| t_g | durata della misura del campione (s) |
| t_0 | durata della misura del fondo (s) |
| T | intervallo di tempo intercorso tra il prelievo del campione e la misura (s) |
| u_{rip} | scarto tipo di ripetibilità relativo del metodo |
| R | resa totale del metodo |
| R_c | resa chimica del metodo |
| ε | efficienza di rivelazione |
| α | probabilità per l'errore di I tipo (generalmente $\alpha=0,05$) |
| β | probabilità per l'errore di II tipo (generalmente $\beta=0,05$) |
| γ | probabilità complementare alla probabilità di copertura $1-\gamma$ (generalmente $\gamma=0,05$) |
| c_A^* | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_A^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| Φ | funzione di distribuzione della distribuzione normale |
| k_p | p-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_p)=p$ |
| $k=k_{0,95}$ | 1,645; 0,95-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,95})=0,95$ |
| $k_{0,975}$ | 1,96; 0,975-esimo quantile della distribuzione normale, $\Phi(k_{0,975})=0,95$ |
| $u(y)$ | incertezza tipo di y |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 8 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla estrazione selettiva degli isotopi di americio, plutonio e uranio da parte di una combinazione di resine costituite da diamil,amilfosfonato (DAAP) e octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) su supporti polimerici inerti.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua da laboratorio conforme alla Qualità 3 della UNI EN ISO 3696: 1996 (Acqua)
- Acetone
- Acido cloridrico concentrato (HCl 37%)
- Acido cloridrico 1 M (HCl 1 M) – Aggiungere 83 mL di HCl 37% a 900 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido cloridrico 5 M – Acido ossalico 0,05 M (HCl 5 M – Acido ossalico 0,05 M) – Sciogliere 6,3 g di Acido ossalico in 400 mL di Acqua, aggiungere 417 mL di HCl 37%, far raffreddare e diluire a 1 L con Acqua
- Acido cloridrico 9 M (HCl 9 M) – Aggiungere 750 mL di HCl 37% a 100 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico concentrato (HNO₃ 70%)
- Acido nitrico 3 M (HNO₃ 3 M) – Aggiungere 191 mL di HNO₃ 70% a 800 mL di Acqua e diluire a 1 L con Acqua
- Acido nitrico 3 M – Alluminio nitrato 1 M (HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M) – Sciogliere 212 g di Alluminio nitrato anidro (Al(NO₃)₃) in 700 mL di Acqua, aggiungere 191 mL di HNO₃ 70% e diluire a 1 L con Acqua
- Ammonio idrossido 5% (NH₄OH 5%) – Sciogliere 50 g di Ammonio idrossido concentrato (NH₄OH 30%) in 950 g di Acqua
- Ammonio ossalato 20 g/L – Sciogliere 5 g di Ammonio ossalato ((NH₄)₂C₂O₄·H₂O) in 250 mL di Acqua
- Etanolo
- Potassio idrossido 25% (KOH 25%) – Sciogliere 250 g di Potassio idrossido (KOH) in 750 g di Acqua
- Sodio bisolfato 5% – Sciogliere 50 g di Sodio bisolfato (NaHSO₄·H₂O) in 950 g di Acqua
- Sodio solfato 15% – Sciogliere 150 g di Sodio solfato (Na₂SO₄) in 850 g di Acqua
- Soluzione certificata di ²³²U con concentrazione di circa 0,1 Bq/g (Tracciante)
- UTEVA Resin – Colonne o cartucce preimpaccate contenenti octilfenil-N,N-di-isobutil carbamoilfosfinossido (CMPO) sciolto in tri-n-butyl fosfato (TBP) su supporto polimerico inerte.; il prodotto è fornito da Eichrom Technologies, Inc.
- Cilindri graduati di diverse capacità
- Becher in vetro di diverse capacità
- Pipette graduate
- Supporto per colonne cromatografiche o – in alternativa – scatola a vuoto con pompa da vuoto e relativi accessori (puntali esterni gialli, puntali interni bianchi, tappi) per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Serbatoi da 25 ml per colonne cromatografiche o da 20 mL per cartucce cromatografiche; i prodotti sono forniti da Eichrom Technologies, Inc.
- Tubi da centrifuga in materiale plastico da 50 mL
- Piattelli in acciaio inox di diametro compatibile con la cella per elettrodeposizione (20÷25 mm), da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 8 | |

- Bilancia analitica
- Centrifuga
- Piastra riscaldante
- Sistema per elettrodeposizione, dotato di cella per elettrodeposizione con corpo cilindrico, cappello inferiore di acciaio inossidabile e anodo di platino
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione con rivelatore al Silicio e camera a vuoto
- Pompa da vuoto

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Filtrare il campione a 0,45 µm ed acidificarlo a pH 2 con HNO₃ 70%;

Nota:

tale condizionamento deve essere effettuato all'atto del campionamento o non appena possibile.

- prelevare un'aliquota di campione – secondo l'attività stimata del campione ed i limiti di rivelabilità richiesti – e porlo in un becher di capacità adeguata; sia V il volume dell'aliquota;

Nota:

il volume del campione varia generalmente tra 10 mL e 1 L.

- aggiungere 1 mL di tracciante ²³²U; sia A_t l'attività di tracciante aggiunta;
- portare a secco su piastra e sciogliere il residuo con 5 mL di HNO₃ 70%;

Nota:

se durante l'evaporazione si osserva la formazione di particolato in sospensione è necessario procedere alla precipitazione dei fosfati con Calcio nitrato e Ammonio fosfato.

- ripetere l'operazione precedente per 2 volte;
- sciogliere il residuo ottenuto con 10 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M;

Nota:

se il volume del precipitato è grande aggiungere ulteriori 5 mL di HNO₃ 3 M – Al(NO₃)₃ 1 M.

Se si osserva la formazione di particolato in sospensione centrifugare la soluzione e scartare il precipitato.

- procedere alla preparazione di UTEVA Resin.

Nota:

se è richiesta la determinazione di Pu è necessario utilizzare anche TRU Resin. Vedi MET-26.

7.2. Preparazione UTEVA Resin

Le modalità operative sono le stesse nell'utilizzo sia delle colonne UTEVA sia delle cartucce UTEVA con scatola a vuoto, ad eccezione della fase preliminare.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 8 | |

Utilizzo delle colonne UTEVA Resin

- Per ogni campione posizionare una colonna UTEVA nell'apposito supporto;
- posizionare un becher vuoto sotto ogni colonna;
- rimuovere i tappi inferiore e superiore da ogni colonna ed attendere che la colonna vada a secco;
- posizionare su ogni colonna un serbatoio da 25 mL;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M per condizionare la colonna UTEVA Resin;
- attendere sempre che la colonna vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Utilizzo delle cartucce UTEVA Resin con scatola a vuoto

- Posizionare il supporto per i tubi da centrifuga all'interno della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un tubo da centrifuga vuoto nel supporto;
- posizionare il coperchio della scatola a vuoto in modo che assicuri una buona tenuta;
- per ogni foro non utilizzato del coperchio della scatola a vuoto posizionare uno degli appositi tappi;
- per ogni campione posizionare un puntale esterno giallo in uno dei fori presenti sul coperchio della scatola a vuoto;
- per ogni campione posizionare un puntale interno bianco all'interno del puntale esterno giallo;
- per ogni campione posizionare una cartuccia UTEVA Resin sul puntale interno bianco;
- posizionare su ogni cartuccia un serbatoio da 20 mL;
- collegare la pompa da vuoto al misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M per condizionare la cartuccia UTEVA Resin;
- accendere la pompa da vuoto;
- aumentare gradualmente la pressione sino a raggiungere un flusso di circa 1 mL/min con l'aiuto di un cronometro operando sulla valvola del misuratore di pressione presente sulla scatola a vuoto o direttamente sulla pompa da vuoto.
- attendere che la cartuccia vada a secco prima di aggiungere altre soluzioni.

Nota:

per le soluzioni di lavaggio è possibile aumentare il flusso sino a 3 mL/min.

7.3. Separazione degli isotopi dell'Uranio

- Trasferire la soluzione dopo il pretrattamento in UTEVA Resin ed attendere che vada a secco;
- lavare il becher contenente il campione con 5 mL di HNO₃ 3 M e trasferire il lavaggio in UTEVA Resin ed attendere che UTEVA Resin vada a secco;
- aggiungere 5 mL di HNO₃ 3 M ed attendere che UTEVA Resin vada a secco;

Nota:

se sono presenti grandi quantità di ²¹⁰Po aggiungere 30 mL di HNO₃ 3 M in aliquote da 10 mL.

- aggiungere 5 mL di HCl 9 M ed attendere che UTEVA Resin vada a secco;

Nota:

HCl 9 M è utilizzato per passare ad ambiente cloridrico e per rimuovere il Nettunio.

- aggiungere 20 mL di HCl 5 M – Acido ossalico 0,05 M ed attendere che UTEVA Resin vada a secco;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 8 | |

Nota:

HCl 5 M – Acido ossalico 0,05 M è utilizzato per rimuovere Plutonio, Nettunio e Torio.

- porre un contenitore pulito ed univocamente identificato sotto UTEVA Resin. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce UTEVA Resin con la scatola a vuoto è necessario spegnere la pompa da vuoto, sollevare il coperchio e sostituire il tubo da centrifuga;
- eluire l'Uranio con 15 mL di HCl 1 M. Nel caso dell'utilizzo delle cartucce UTEVA Resin con la scatola a vuoto è necessario accendere la pompa da vuota e aumentare gradualmente la pressione per regolare il flusso;
- procedere con l'elettrodeposizione.

7.4. Elettrodeposizione

Il metodo proposto è fornito soltanto come indicazione. Può essere utilizzato qualsiasi altro metodo di elettrodeposizione:

- assemblare una cella per elettrodeposizione con un piattello di acciaio inox univocamente identificato;
- lavare la cella per elettrodeposizione con Acetone e verificarne la tenuta;
- trasferire la soluzione ottenuta dalla separazione in un becher di capacità adeguata univocamente identificato;
- portare a secco su piastra;
- aggiungere 2,5 mL di NaHSO₄ 5%, 2 mL di Acqua e 5 mL di Na₂SO₄ 15% e scaldare su piastra;
- trasferire la soluzione nella cella per elettrodeposizione;
- lavare il becher con 3 mL di Acqua e trasferire il lavaggio nella cella per elettrodeposizione;
- aggiungere 1 mL di Ammonio Ossalato 20 g/L direttamente nella cella per elettrodeposizione;
- inserire l'anodo di platino nella cella per elettrodeposizione e connettere gli elettrodi all'alimentatore del sistema per elettrodeposizione;
- accendere l'alimentatore, aggiustare la corrente a 0,5 A ed elettrodeporre per 5 min.;
- aggiustare la corrente a 0,75 A ed elettrodeporre per 90 min.;
- aggiungere lentamente 2 mL di KOH 25% per fermare la reazione e continuare l'elettrodeposizione per 1 min.;
- spegnere l'alimentatore, rimuovere l'anodo di platino e scartare la soluzione elettrolitica;
- lavare la cella per elettrodeposizione con 2 mL di NH₄OH 5%;
- ripetere l'operazione precedente per 2 volte;
- rimuovere il piattello e lavarlo con NH₄OH 5%, Etanolo e Acetone;
- asciugare il piattello a circa 200 °C per 5 min.;
- procedere con la determinazione analitica.

Nota:

per l'assemblaggio della cella per elettrodeposizione e per l'utilizzo del sistema per elettrodeposizione fare riferimento alle istruzioni del produttore.

7.5. Misura radiometrica

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione con rivelatore al Silicio in camera a vuoto. La durata dell'acquisizione è funzione dell'attività stimata del campione e dei limiti di rivelabilità richiesti.

Nota:

la durata della misura varia generalmente tra qualche ora e qualche giorno.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 8 | |

7.6. Preparazione e misura del bianco

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un campione di bianco costituito da un'aliquota di Acqua. Il bianco è utile per verificare l'assenza di contaminazione della vetreria, degli apparati e dei reagenti utilizzati. Il bianco può essere utilizzato – in alternativa al fondo strumentale – come sottrazione al segnale del campione e per la determinazione dei limiti caratteristici.

7.7. Taratura

La taratura in energia deve essere effettuata con una sorgente certificata con emissioni alfa multiple.

Nota:

è necessario che sia certificata la composizione isotopica della sorgente, non la sua attività.

La determinazione dell'attività degli isotopi dell'Uranio viene effettuata mediante il metodo dello standard interno: conseguentemente il metodo non necessita di taratura in efficienza. Può comunque essere utile – al fine della verifica delle prestazioni del metodo – determinare l'efficienza di rivelazione utilizzando una sorgente certificata con lo stesso diametro attivo dei campioni elettrodepositati tramite l'espressione:

$$\varepsilon = \frac{r_{gs} - r_{0s}}{A_s}$$

Nota:

non è necessario garantire la riferibilità metrologica dell'efficienza di rivelazione ε e neppure stimarne l'incertezza, dal momento che tale grandezza non ha influenza sul risultato della misura.

8. Espressione dei risultati

Le misure di spettrometria alfa sono normalmente gestite da appositi software di analisi, nei cui manuali sono riportati tutti i dettagli sulle modalità di espressione dei risultati.

Per maggiore chiarezza di riportano di seguito le principali formule utilizzate per esprimere i risultati, fermo restando che soprattutto per i limiti caratteristici software differenti possono utilizzare algoritmi leggermente diversi ricavati da riferimenti bibliografici differenti.

8.1. Attività per unità di volume del campione ed incertezza composta

L'attività per unità di volume c_A di ciascun isotopo dell'Uranio, riferita alla data di prelievo del campione, è data da:

$$c_A = (r_g - r_0) \cdot \frac{A_t}{(r_g - r_{0t})} \cdot \frac{1}{V} \cdot e^{\lambda T} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove:

$$w = \frac{A_t}{(r_{gt} - r_{0t})} \cdot \frac{1}{V} \cdot e^{\lambda T}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 8 | |

L'incertezza composta è data da:

$$u(c_A) = \sqrt{(u^2(r_g) + u^2(r_0)) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_r^2(w)} = \sqrt{\left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}\right) \cdot w^2 + c_A^2 \cdot u_r^2(w)}$$

dove:

$$u_{rel}^2(w) = \left(\frac{r_{gt}}{t_g} + \frac{r_{0t}}{t_0}\right) \frac{1}{(r_{gt} - r_{0t})^2} + u_{rel}^2(A_t) + u_{rel}^2(V) + u_{rip}^2$$

Nella formula precedente si ritiene trascurabile il contributo dell'incertezza sulla costante di decadimento λ e sul tempo T intercorso tra prelievo e misura; è stato invece incluso un contributo u_{rip} legato alla ripetibilità del metodo, da determinarsi a cura del laboratorio.

Si aggiunge che dal valore della resa totale del metodo R (comprendente l'efficienza di rivelazione, estrazione e deposizione):

$$R = \frac{r_{gt} - r_{0t}}{A_t}$$

E' possibile, se è nota l'efficienza di rivelazione ε , ricavare una stima della resa chimica del metodo R_c (comprendente estrazione e deposizione) che è un parametro utile per verificare le prestazioni del metodo:

$$R_c = \frac{R}{\varepsilon} = \frac{r_{gt} - r_{0t}}{\varepsilon \cdot A}$$

Nota:

non è necessario garantire la riferibilità metrologica dell'efficienza di rivelazione ε e neppure stimarne l'incertezza, dal momento che tale grandezza non ha influenza sul risultato della misura. La resa chimica R_c è soltanto un parametro di processo utile alla verifica delle prestazioni del metodo. L'espressione dell'incertezza di misura del misurando non cambia utilizzando l'efficienza di rivelazione ε e la resa R_c al posto della resa totale R.

9. Limiti caratteristici

Si riportano di seguito le formule per il calcolo dei limiti caratteristici; tra i diversi approcci possibili si riporta nel seguito quello di ISO 11929: 2010 (vedi Manuale Paragrafo 1.5.5. – Limiti caratteristici).

La soglia di decisione è data da:

$$c_A^* = k \cdot w \cdot \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}$$

generalmente $\alpha=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{0,95}=k=1,645$.

Il limite di rivelabilità è dato da:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|---------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DEGLI ISOTOPI DELL'URANIO NELLE ACQUE MEDIANTE ESTRAZIONE CROMATOGRAFICA E SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET-33 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 8 di 8 | |

$$c_A^{\#} = \frac{2 \cdot c_A^* + k^2 \frac{W}{t_g}}{1 - k^2 \cdot u_{rel}^2(W)}$$

con $\alpha=\beta=0,05$ e $k_{1-\alpha}=k_{1-\beta}=k_{0,95}=k=1,645$.

I limiti dell'intervallo di copertura sono dati da:

$$c_A^{<} = c_A - k_p u(c_A), \quad p = \omega(c_A) \left(1 - \frac{\gamma}{2}\right)$$

$$c_A^{>} = c_A + k_q u(c_A), \quad q = 1 - \omega(c_A) \frac{\gamma}{2}$$

dove

$$\omega(c_A) = \Phi(c_A / u(c_A))$$

Se $c_A/u(c_A) > 4$ allora $\omega(c_A)=1$ e le espressioni precedenti si semplificano in:

$$c_A^{<>} = c_A \pm k_{1-\gamma/2} u(c_A)$$

generalmente $\gamma=0,05$ e $k_{1-\gamma/2} = k_{0,975} = 1,96$.

10. Controllo di qualità

Per ogni gruppo di campioni trattati contemporaneamente sottoporre allo stesso trattamento un materiale di riferimento certificato o un campione di controllo costituito da una matrice, con caratteristiche simili ai campioni trattati, contenente una quantità nota di standard di ^{234}U , ^{235}U , ^{236}U o ^{238}U . Utilizzare l'errore normalizzato per la valutazione del campione di controllo e adottare una carta di controllo per il controllo del metodo.

11. Interferenze

La presenza di grandi quantità di fosfati può causare interferenze. La presenza di grandi quantità di ^{210}Po , caratterizzato da energie delle emissioni alfa prossime a quelle di ^{232}U , può causare interferenze.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 7 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Questo documento definisce il metodo analitico adottato per la determinazione della concentrazione di ^{226}Ra nelle acque mediante scintillazione liquida. Questo metodo si applica alla misura mediante scintillazione liquida del contenuto di ^{226}Ra in campioni in acque potabili, acque superficiali, acque sotterranee (anche minerali e/o termali), acque di scarico e percolati. Il metodo non è applicabile ad acque che presentino evidenti colorazioni. Il metodo non è parimenti applicabile ad acque salmastre e di mare.

2. Classificazione

Metodo normato: ISO 13165 -1:2013-04-15 "Water quality-Radium 226- Part 1- Test method using liquid scintillation counting"

3. Riferimenti bibliografici

- UNI EN ISO 3696:1996 – Acqua per uso analitico in laboratorio. Requisiti e metodi di prova
- UNI EN ISO 5667-1 Qualità dell'acqua – Campionamento – Parte 1: Guida delle procedure e tecniche di campionamento
- UNI EN ISO 5667- 3 – Qualità dell'acqua – campionamento – Parte 3: Conservazione e trattamento dei campioni di acqua

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| a | attività massica del campione al tempo di misura (Bq/g) |
| a_S | attività massica della soluzione standard di ^{226}Ra al tempo di misura (Bq/g) |
| a^* | soglia di decisione (Bq/g) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/g) |
| $a^<, a^>$ | limiti inferiore e superiore dell'intervallo di copertura (Bq/g) |
| c_A | concentrazione di attività (Bq/L) |
| m | massa del campione analizzato (g) |
| m_1 | massa del campione prima del riscaldamento (g) |
| m_2 | massa del campione riscaldato o concentrato (g) |
| m_3 | massa del campione riscaldato o concentrato trasferito in fiala (g) |
| m_S | massa di soluzione standard ^{226}Ra utilizzata per la preparazione del campione di calibrazione |
| ρ | densità (g/L) |
| r_0 | rateo di conteggio del bianco nella finestra-alfa (s) |
| r_g | rateo di conteggio del campione lordo nella-finestra alfa (s) |
| r_S | rateo di conteggio del campione della sorgente di calibrazione nella finestra-alfa (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| tg | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_S | tempo di conteggio della sorgente di calibrazione (s) |
| u(a) | incertezza tipo associata al risultato della misura (Bq/g) |
| u | incertezza estesa, calcolata utilizzando $u = k u(a)$, con $k = 1, 2, ..(Bq/g)$ |
| w | fattore uguale a $1/\epsilon m$ |
| ϵ | efficienza α |
| Φ | funzione di ripartizione della distribuzione normale standardizzata |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 7 | |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sulla misura dei prodotti di decadimento del ^{226}Ra tramite misura in scintillazione liquida con discriminazione α/β operando in fase eterogenea, ove al campione acquoso viene aggiunto un cocktail scintillante immiscibile all'acqua.

Il primo prodotto di decadimento del ^{226}Ra , il ^{222}Rn , si trasferisce spontaneamente nella fase organica dando luogo a sua volta a prodotti di decadimento alfa e beta emettitori.

La misura viene condotta dopo un tempo sufficiente (almeno 20 giorni) tale da permettere l'instaurarsi delle condizioni di equilibrio radioattivo tra il ^{226}Ra ed il ^{222}Rn e suoi prodotti di decadimento a vita breve. La misura radiometrica viene condotta utilizzando la sola componente α dei conteggi, in quanto questa condizione ottimizza le sensibilità analitiche e migliora la ripetibilità delle misure.

E' anche possibile eseguire la misura del campione prima del raggiungimento delle condizioni di equilibrio radioattivo; in questo caso i conteggi rivelati devono essere corretti per un fattore moltiplicativo che tenga conto del rapporto tra le attività del ^{226}Ra e del ^{222}Rn al momento della misura.

Questa tecnica tuttavia non è normalmente utilizzata, in quanto peggiora la sensibilità analitica ed aumenta l'incertezza associata alla misura. L'utilizzo della preconcentrazione, che consente di migliorare la sensibilità della metodica, è applicabile a campioni con residuo fisso minore di 500 mg/kg.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acido nitrico concentrato ultrapuro
- Liquido scintillante non miscibile all'acqua ed adatto alla discriminazione α/β
- Acqua di grado 3 secondo la UNI EN ISO 3696 e priva di radon (preventivamente bollita o degasata, agitando vigorosamente e lasciata riposare per 1 giorno prima dell'uso. Altrimenti, con flusso di azoto per circa 1 h per 2 L)
- Soluzione standard di ^{226}Ra , munito di certificato di taratura in cui siano riportati la concentrazione di attività, l'incertezza di misura e/o dichiarazione di conformità con caratteristiche specifiche metrologiche di identificazione
- Normale vetreria da laboratorio (volume compreso tra 100 mL e 500 mL)
- Beaker da 200 mL
- Dispenser dosatore
- Fiale per scintillazione in polietilene teflonato da 20 mL
- Contatore per scintillazione liquida a basso fondo con possibilità di discriminazione α/β
- Piastra riscaldante con agitatore magnetico
- Bilancia analitica
- Micropipette da 100 μL e da 1 mL
- pH-metro

7. Procedura

7.1. Prelievo del campione

- Prelevare il campione in base alla norma ISO 5667-1;
- conservare il campione d'acqua (da 1 a 0,1 L a 1 L) in una bottiglia di in polietilene, poiché esistono problemi di adesione di alcune specie ioniche sulle pareti del contenitore;
- effettuare il pretrattamento del campione immediatamente dopo il prelievo appena possibile e sempre meno di 1 mese dopo la data di campionamento (ISO 5667-3);

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 7 | |

- se l'analisi non può essere effettuata entro breve è necessario provvedere ad acidificare il campione come descritto nel paragrafo 7.2. L'acidificazione del campione di acqua minimizza la perdita di materiale radioattivo dalla soluzione mediante placatura sulla parete del contenitore del campione;
- se è richiesta la filtrazione del campione, l'acidificazione è eseguita successivamente, altrimenti il materiale radioattivo già adsorbito sul materiale particolato può essere desorbito.

7.2. Preparazione di campioni preconcentrati

- Trasferire in un beaker circa 200 mL di campione ed annotare la massa esatta m_1 ;
- acidificare a pH compreso tra 1 e 3 aggiungendo HNO_3 ultrapuro 14 M; verificare il valore del pH con il pH-metro;
- evaporare lentamente il campione su piastra riscaldante senza raggiungere l'ebollizione fino ad ottenere un volume minore di (20 mL);
- nel caso di eccessiva concentrazione è possibile aggiungere acqua (di grado 3 e priva di radon) sino a circa 20 g;
- annotare la massa esatta (m_2). Il pH del campione concentrato deve essere compreso tra 0 e 2;
- riportare sul tappo di una fiala di scintillazione il codice identificativo del campione;
- prelevare circa 10 g di campione e annotare la massa esatta (m_3);
- trasferirli nella fiala; aggiungere 10 mL di liquido scintillante e serrare bene il tappo della fiala;
- pulire la superficie esterna della fiala con metanolo e conservarla in un luogo buio per almeno 20 giorni (tempo necessario per instaurarsi delle condizioni di equilibrio secolare);
- calcolare ed annotare la quantità m di campione analizzato:

$$m = \frac{m_1 \cdot m_3}{m_2}$$

7.3. Preparazione di campioni analizzati tal quale

- Nel caso non si ritenga indispensabile la preconcentrazione del campione, prelevare circa 50 g 200 g di campione (annotare la massa esatta – m_1) e acidificare a pH compreso tra 0 e 2 aggiungendo HNO_3 ultrapuro 14 M; verificare il valore del pH utilizzando un pH-metro;
- scaldare il campione ad ebollizione a circa 80°C in un pallone coperto, e sotto agitazione per circa 30 minuti per favorire il desorbimento del ^{222}Rn . Pesare il campione e portarlo ad una massa M_2 coincidente con M_1 mediante l'aggiunta di acqua (di grado 3 e priva di radon);
- riportare sul tappo di una fiala di scintillazione il codice identificativo del campione;
- prelevare circa 10 g di campione (annotare la massa esatta – m) e trasferirli nella fiala; aggiungere 10 mL di liquido scintillante e serrare bene il tappo della fiala;
- pulire la superficie esterna della fiala con metanolo e riporla in un luogo buio per almeno 20 giorni (tempo necessario all'instaurarsi delle condizioni di equilibrio secolare).

7.4. Misura radiometrica

La misura può essere avviata dopo almeno 20 giorni dalla data di preparazione del campione per consentire la crescita, all'equilibrio secolare, del primo prodotto di decadimento del ^{226}Ra , il ^{222}Rn e dei suoi figli a vita breve (^{218}Po , ^{214}Pb , ^{214}Bi , ^{214}Po).

Contare il campione per un tempo sufficiente ad ottenere i valori di sensibilità e/o precisione desiderati (ad esempio per 1000 minuti) applicando un protocollo di misura che consenta la discriminazione delle componenti α e β .

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 7 | |

7.5. Preparazione e misura del bianco

- Trasferire 10 mL di acqua ultrapura o bidistillata, preventivamente bollita o degasata, in una fiala per scintillazione; aggiungere 10 mL di liquido scintillante;
- effettuare il conteggio con le stesse modalità ed impostazioni utilizzate per il campione.

Nota:

la durata delle misure del campione di bianco deve essere uguale alla durata delle misure dei campioni dalle quali il bianco deve essere sottratto. Ripetere il conteggio del campione di bianco ogni volta che viene sostituito il tipo e/o la partita del liquido scintillante, si modificano le impostazioni del sistema di misura, vengono sostituite parti importanti del sistema di misura, viene spostato il sistema di misura, e comunque almeno una volta al mese.

7.6. Taratura

Preparazione della sorgente di taratura

- La determinazione dell'efficienza complessiva (di estrazione e di rivelazione) del metodo viene effettuata utilizzando una soluzione di riferimento di ^{226}Ra ;
- trasferire una quantità nota (misurata gravimetricamente o volumetricamente con una incertezza minore del 2%) di soluzione di riferimento di ^{226}Ra in una fiala per scintillazione (indicativamente 1 Bq);
- eventualmente portare il volume a 10 mL con acqua ultrapura o bidistillata preventivamente bollita o degasata;
- aggiungere 10 mL di cocktail scintillante immiscibile all'acqua e chiudere saldamente la fiala;
- effettuare la misura dopo almeno 20 giorni per permettere la crescita del ^{222}Rn fino al raggiungimento dell'equilibrio secolare. Conservare i campioni al buio e a temperatura di 15°C in modo da garantirne la conservazione ottimale;
- effettuare il conteggio della sorgente di taratura utilizzando le impostazioni dello strumento definite per il campione e per un tempo sufficiente a registrare almeno 10.000 conteggi.

Nota:

la sorgente di taratura deve avere caratteristiche chimiche tali da non causare alterazioni nel liquido scintillante nei 20 giorni di attesa. Se il suo pH è compreso tra 0 e 2 questo requisito è normalmente soddisfatto.

Determinazione del parametro di discriminazione

Il liquido scintillante utilizzato è immiscibile all'acqua e non è in grado di sciogliere specie ioniche. Risulta quindi difficile individuare soluzioni di riferimento di emittitori alfa puri e beta puri in grado di trasferire nella fase scintillante i radionuclidi per la determinazione del parametro di discriminazione.

La sua determinazione può essere quindi effettuata mediante esame visuale degli spettri della sorgente di taratura. Impostare la finestra alfa-conteggio in modo da comprendere le energie di tutti i tre gli alfa-emittitori presenti nel cocktail: ^{222}Rn (5,49 MeV); ^{218}Po (6,00 MeV) e ^{214}Po (7,69 MeV).

Il parametro di discriminazione viene variato gradualmente e per ciascuno degli spettri acquisiti si registra il numero di conteggi nel canale alfa.

Il valore ottimale del parametro di discriminazione è, di conseguenza, quello corrispondente al punto centrale del plateau che si osserva nel grafico 'n di conteggi nel canale alfa 'vs.' valore del parametro di discriminazione'.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 7 | |

Frequenza di taratura

Ripetere la determinazione dell'efficienza ogni volta che viene sostituito il tipo di liquido scintillante, si modificano le impostazioni del sistema di misura, vengono sostituite parti importanti o viene spostato il sistema di misura.

Misura dell'efficienza complessiva

Il valore dell'efficienza complessiva ε si ricava dalla seguente espressione:

$$\varepsilon = \frac{r_s - r_0}{a \cdot m_s}$$

Nota:

tutti i conteggi (sia della sorgente che del campione di bianco) devono essere ricavati dal canale alfa, utilizzando una finestra di conteggio centrata sui picchi alfa e tale da ricomprenderli interamente.

Porre in conteggio la sorgente di taratura di ^{226}Ra non appena raggiunte le condizioni di equilibrio con il ^{222}Rn . Evitare di conservare la sorgente a lungo in quanto il liquido scintillante tende a degradarsi nel tempo, in particolare in presenza di acidi anche diluiti.

8. Espressione dei risultati

8.1. Attività massica del campione e incertezza

L'attività massica del ^{226}Ra nel campione di acqua si calcola con la seguente formula:

$$a = \frac{r_g - r_0}{\varepsilon \cdot m} = (r_g - r_0)w$$

La concentrazione può essere espressa in Bq/L considerando la densità del campione.

Nota:

per esprimere il risultato come una concentrazione di attività, c_A , in Bq/L, moltiplicare il risultato iniziale espresso in Bq/g per la densità, ρ , in g/L, del campione di acqua, cioè $c_A = \rho a$.

L'incertezza tipo si ottiene con la formula:

$$u = \sqrt{w^2 [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u^2_r(w)} = \sqrt{w^2 (r_g/t_g + r_0/t_0) + a^2 \cdot u^2_r(w)}$$

L'incertezza tipo relativa di w è calcolata dalla formula:

$$u^2_{\text{rel}}(w) = u^2_{\text{rel}}(\varepsilon) + u^2_{\text{rel}}(m)$$

L'incertezza tipo relativa di ε è calcolata dalla formula:

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 7 | |

$$u^2_r(\epsilon) = u^2_r(\epsilon_s - r_0) + u^2_r(\epsilon_e) + u^2_a(\epsilon_s) = \frac{r_s/t_s + r_0/t_0}{(r_s - r_0)^2} + u^2_r(\epsilon_e) + u^2_a(\epsilon_s)$$

L'incertezza tipo relativa di m viene calcolata usando la formula:

$$u^2_r(\epsilon) = u^2_r(\epsilon_1) + u^2_r(\epsilon_2) + u^2_r(\epsilon_3)$$

Il calcolo dei limiti caratteristici, effettuato secondo ISO 11929: 2010, si basa sull'espressione dell'incertezza tipo u(a) in funzione di a:

$$u(a) = \sqrt{w^2 \left[\frac{(a + r_0)}{t_g} + \frac{w_0}{t_0} \right] + a^2 \cdot u^2_r(\epsilon_w)}$$

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione, a^* , si ottiene assumendo $a=0$, da cui:

$$a^* = k_{1-\alpha} u(0) = k_{1-\alpha} w \sqrt{\frac{r_0}{t_g} + \frac{r_0}{t_0}}$$

con $\alpha = 0,05$ $k_{1-\alpha} = 1,65$ (sono spesso scelti per impostazione predefinita).

Il limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità, $a^\#$, si calcola con la formula, con $\alpha = \beta = 0,05$ e $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k = 1,65$ (sono spesso scelti per impostazione predefinita):

$$a^\# = \frac{2 \cdot a^* + k^2 \cdot w}{1 - k^2 \cdot u^2_r(\epsilon_w)}$$

Limiti dell'intervallo di copertura

$$a^< = a - k_p \cdot u(a) \quad , p = \omega(1 - \gamma/2)$$

$$a^> = a + k_q \cdot u(a) \quad , q = 1 - \omega / 2$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 34 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 7 | |

dove:

$$\omega = \phi[\gamma / u(\gamma)]$$

Se vale la condizione $a \geq 4u(a)$ si ha $\omega = 1$ e si applica la formula:

$$a^{<>} = a \pm k_{1-\gamma/2} u(a)$$

con $\gamma = 0,05$ e $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ (spesso scelto di default).

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 35 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 5 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione della concentrazione del ^{226}Ra in campioni di acque non saline, misurati con la tecnica della emanometria.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

- Meth. 7500 U B, Standard methods for water and wastewater (1989)
- Meth. U-02-RC, HASL 300, The procedures manual of the environmental measurements laboratory (EML – DOE 28th edition, 1997)
- ISO 5667 3, Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples
- ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- ISO 80000 10, Quantities and units — Part 10
- Atomic and nuclear physics Manuale Genie2000 v. 1.2, 1998 – Customization tools – Section B. Basic Algorithms – B.11.1: General Theory; B.11.2: Currie MDA

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c_a | concentrazione di attività per unità di volume (Bq/L) |
| c_{a^*} | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_{a^\#}$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| f_a | fattore di correzione per la crescita interna del ^{222}Rn nel gorgogliatore, adimensionale |
| f_d | fattore di correzione per la crescita interna del ^{222}Rn nel volume di riferimento, adimensionale |
| t_g | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| r_g | numero di conteggi totali |
| r_0 | numero di conteggi di bianco |
| V | volume del campione sottoposto ad analisi (l) |
| λ | costante di decadimento del ^{222}Rn (s^{-1}) |
| ε | efficienza strumentale |
| $u(c)$ | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/L) |
| U | incertezza estesa, calcolata come $U = k \cdot u(a)$ con $k = 1, 2 \dots$ |

5. Principio del metodo

La misurazione della concentrazione dell'attività ^{226}Ra in acqua viene effettuata seguendo due fasi distinte: la preparazione del campione seguita dalla misurazione del campione di prova.

Preparazione consiste in:

- dissoluzione, se necessario, quando il radio totale o particolato è da dosare;
- filtrazione quando il radio solubile deve essere misurato;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 35 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 5 | |

- pre-concentrazione, se necessario, e un accumulo di prodotti di decadimento senza una prima separazione.
- dopo il processo di filtrazione e acidificazione, il campione viene posto in un gorgogliatore dove il radon si accumula fino a raggiungere il tempo di equilibrio.

Il metodo, noto come metodo di emanometria, comporta essenzialmente il confinamento del ^{222}Rn , un prodotto di decadimento del ^{226}Ra , per il periodo di tempo di equilibrio impostato prima della misura.

La determinazione della concentrazione di attività solubile ^{226}Ra viene effettuata tramite la misura dei suoi prodotti di decadimento (^{222}Rn , ^{218}Po , ^{214}Po) in uno stato stazionario noto dopo il trasferimento di ^{222}Rn in una cella a scintillazione.

Un flusso di gas senza radiazione trasporta il radon dal campione nella cella, la cui superficie interna è rivestita con solfuro di zinco argento-attivato, ZnS (Ag).

Le particelle alfa prodotte dal decadimento del radon e dei suoi prodotti di decadimento a vita breve trasferiscono la loro energia quando passano attraverso il mezzo di scintillazione. Mentre ritornano al loro stato fondamentale, gli elettroni emettono fotoni dal rivestimento ZnS che possono essere rilevati da un fotomoltiplicatore. Il fotomoltiplicatore converte i fotoni in impulsi elettrici che vengono poi contati. Il conteggio degli impulsi è direttamente proporzionale alla concentrazione di attività di radon e dei suoi prodotti di decadimento in aria all'interno della cella.

Dato il suo elevato potere di emanazione, radon può anche fuoriuscire delle particelle sospese in acqua. Nel caso di analisi di acqua grezza, è quindi consigliabile sciogliere la frazione di particolato.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Filtro di cellulosa (porosità 0,45 μm)
- Acido nitrico concentrato (68%, 14M)
- Acido cloridrico concentrato (37%, 12M)
- Soluzione diluita di Acido nitrico, inferiore o uguale a 100g/L e senza radioattività alfa
- Soluzione di riferimento di ^{226}Ra
- Cella a scintillazione in vetro a fondo piatto di volume compreso tra 250 e 500 mL: la superficie interna della cella, a parte il fondo, è rivestita con solfuro di zinco argento-attivato, ZnS (Ag). La superficie esterna è rivestita con un materiale a tenuta di luce tranne sul suo fondo piatto, che forma la finestra di conteggio
- Set di rilevamento a scintillazione a stato solido con fotomoltiplicatore
- Manometro, per misurare caduta di pressione
- Sorgente radioattiva alfa-emittente, ad esempio, ^{239}Pu
- Pompa a vuoto

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Preconcentrazione del campione

Il volume del campione iniziale è generalmente 0,5 L o 1,0 L.

- Se necessario, filtrare il campione a 0,45 μm per mantenere solo la frazione solubile di ^{226}Ra . La frazione di particolato ^{226}Ra può essere sciolta mediante mineralizzazione con acido cloridrico o nitrico. Per 0,5 L, aggiungere 5 mL di soluzione di acido nitrico concentrato alla frazione filtrata;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 35 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 5 | |

- concentrare la soluzione mediante evaporazione, senza bollire, fino a un volume di circa 25 mL. Metodi alternativi possono essere utilizzati per concentrare il campione, come coprecipitazione solfato seguita da dissoluzione utilizzando EDTA. In questo caso, se un recupero completo di ^{226}Ra non è garantito, la resa chimica deve essere determinata e corretta;
- dopo raffreddamento, versare la soluzione in un gorgogliatore, risciacquare più volte con la soluzione di acido nitrico diluito, sfregando le pareti interne del contenitore. Le soluzioni di risciacquo vengono successivamente trasferite nel gorgogliatore. Il volume totale non deve superare i 50 mL. Il radon inizialmente disciolto in acqua viene eliminato con un primo gorgogliamento. Per fare ciò, collegare il gorgogliatore per la fornitura di gas radon. Aprendo le valvole, l'aria viene strappata attraverso il campione di acqua utilizzando una bolla d'aria multa per almeno 20 min.;
- chiudere le valvole e annotare la data e l'ora corrispondente al T_0 ;
- lasciate che il radon si accumuli nel gorgogliatore per almeno 5 giorni (almeno 2 giorni, se i risultati sono urgentemente necessari e la condizione che l'attività è di almeno 2 Bq/L).

La formazione di precipitati in eccesso di pochi milligrammi durante il periodo di crescita interna ^{222}Rn è un avvertimento che la procedura di preparazione del campione può essere adattata come recupero ^{222}Rn può essere compromessa.

7.2. Taratura

Assicurarsi che tutta la catena di acquisizione dati sia impostata correttamente. Per fare questo, utilizzare la sorgente radioattiva costante alfa-emittente (ad esempio ^{239}Pu).

Come il decadimento del ^{222}Rn e dei suoi prodotti di decadimento ^{218}Po e ^{214}Po risultano in tre alfa-emissioni per arrivare al ^{210}Pb , il termine "resa" da utilizzare è quindi pari alla resa rilevamento moltiplicata per 3.

7.3. Misura del campione di bianco

Preparare la cella a scintillazione come segue:

- produrre una depressione di 30 kPa con la pompa per pulire la cella di scintillazione;
- riempire la cella con gas libero;
- misurare il bianco contando i fotoni emessi per un periodo adeguato pari al tempo di conteggio del campione.

7.4. Misura del campione

- Evacuare la cella;
- collegare il gorgogliatore (valvola 2) alla cella a scintillazione. Per trasferire il radon, valvola 1 aperta e quando non ci sono più bolle prodotte, aprire la valvola 2. Quando le pressioni sono equilibrate, il trasferimento è completato (circa 20 min.);
- annotare la data e il tempo corrispondente a t_1 ;
- chiudere le valvole. Mettere da parte il pallone;
- per un conteggio ottimale, consentire l'equilibrio radioattivo tra i ^{222}Rn e dei suoi prodotti di decadimento a vita breve (^{214}Po , ^{218}Po) da raggiungere nella cella. L'equilibrio è raggiunto in 3 h dopodiché il gas radon viene introdotto nella cella;
- posizionare la cella sul fotocatodo rivelatore e contare per almeno 1 ora o eseguire conteggi ripetuti al fine di garantire l'equilibrio è raggiunto. Il tempo che il conteggio parte è t_2 .

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 35 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 5 | |

8. Espressione dei risultati

8.1. Attività specifica

La concentrazione del ^{226}Ra solubile in acqua si ottiene utilizzando la formula:

$$c_A = (r_g - r_0) w$$

dove

$$w = \frac{1}{t_c \varepsilon n_\alpha(t) V f_a f_d}$$

$$r_g = \frac{\sum_{j=1}^n N_j}{n}$$

$$r_0 = \frac{\sum_{j=1}^n N_{0j}}{n}$$

dove

$$f_a = 1 - \exp[-\lambda(t_1 - t_0)]$$

$$f_d = 1 - \exp[-\lambda(t_2 - t_1)]$$

Quando l'equilibrio radioattivo tra il Radon e i suoi prodotti di decadimento è raggiunto, $n_\alpha(t) \approx 3$ e la formula (1) può essere semplificata.

8.2. Incertezza

L'incertezza associata al risultato di misura c_A si calcola secondo la formula:

$$u(c_A) = \sqrt{\left(r_g - r_0\right) \frac{w^2}{n} + c_A^2 u_{\text{rel}}^2(w)}$$

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la formula:

$$u_{\text{rel}}^2(w) = u_{\text{rel}}^2(\varepsilon) + u_{\text{rel}}^2(V)$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADIO-226 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 35 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 5 | |

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione c_A^* si ottiene secondo la formula:

$$c_A^* = 1.65 \cdot w \sqrt{\frac{2r_0}{n}}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $c_A^\#$ si ottiene secondo la formula:

$$c_A^\# = 1.65 \cdot w \sqrt{\frac{2r_0}{n}} + 1.65 \sqrt{\left(\frac{c_A^\#}{w} + 2r_0\right) \frac{w^2}{n} + c_A^{\#2} + u_{rel}^2(w)}$$

Il limite di rivelabilità può essere calcolato risolvendo l'espressione precedente rispetto a $c_A^\#$ o più semplicemente per iterazione con un'approssimazione di partenza $c_A^\# = 2 c_A^*$ a secondo membro della espressione di c_A^* .

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

Il controllo di qualità è effettuato su tutta la strumentazione utilizzata secondo le rispettive procedure e scadenze descritte nei manuali e/o nelle istruzioni operative.

11. Interferenze

A causa del processo di degasaggio, solo i radionuclidi alfa emettitori, ^{219}Rn e ^{220}Rn , possono interferire. Interferenze da questi radionuclidi tuttavia sono molto rare in acqua non contaminata. Poiché l'emivita di questi nuclidi sono brevi, meno di 1 minuto, solo i loro prodotti di decadimento alfa emettitori possono interferire.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI RADON NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 36 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 5 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la definizione del metodo analitico adottato per la determinazione della concentrazione del ^{222}Rn nelle acque tramite misura con scintillatore liquido. Questo metodo si applica alla misura mediante scintillazione liquida del contenuto di ^{222}Rn in campioni in acque potabili, acque superficiali, acque sotterranee (anche minerali e/o termali), acque di scarico e percolati. Il metodo non è applicabile ad acque che presentino evidenti colorazioni. Il metodo non è parimenti applicabile ad acque salmastre e di mare, ad acque gasate e ad acque con temperature superiori a quella ambiente.

2. Classificazione

Metodo normato: ISO DIS 13164 -4 “Water quality-Radon 222- Part 4- Test method using two phase liquid scintillation counting”

3. Riferimenti bibliografici

- Progetto di Norma UNICEN 217 “Qualità dell’acqua – Determinazione della concentrazione di attività di ^{222}Rn nelle acque mediante scintillazione liquida”
- ASTM D 5072-98 “Standard Test Method for Radon in Drinking Water”

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| c_a | concentrazione di attività per unità di volume (Bq/L) |
| c_{a^*} | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_{a^\#}$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| C_N | numero dei conteggi netti |
| C_L | numero dei conteggi lordi |
| C_B | numero dei conteggi del bianco |
| λ | costante di decadimento del ^{222}Rn (s^{-1}) |
| T | durata del conteggio; |
| A | attività della sorgente di taratura di ^{222}Rn alla data di riferimento; |
| t | intervallo di tempo intercorso tra la data di riferimento della sorgente di taratura e la data del conteggio. |
| P | Massa del campione sottoposto ad analisi (kg) |
| ϵ | efficienza strumentale |
| a_s | concentrazione in attività della sorgente (Bq/g); |
| q | massa di sorgente inserita nella fiala (g); |
| u(c) | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/L) |
| U | incertezza estesa, calcolata come $U = k \cdot u(a)$ con $k = 1, 2, \dots$ |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa sull'estrazione del radon presente in un campione d'acqua attraverso la sua diffusione in un cocktail scintillante immiscibile all'acqua e sulla successiva misura delle emissioni alfa e beta del radon e dei suoi prodotti di decadimento a vita breve in condizioni di equilibrio con il progenitore ^{222}Rn . Le misure sono effettuate mediante scintillatore liquido.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI RADON NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 36 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 5 | |

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Cocktail scintillante immiscibile all'acqua con densità inferiore a 1 g/cm³
- Soluzione di riferimento di ²²²Rn in acqua ovvero soluzione di riferimento di ²²⁶Ra
- Acqua ultrapura o bidistillata preventivamente bollita o degasata
- Normale vetreria di laboratorio
- Sistema di conteggio a scintillatore liquido
- Tubo in plastica trasparente
- Recipiente in vetro con tappo a vite a tenuta con guarnizione in alluminio o teflon
- Siringa da 10 mL a tenuta di gas
- Fiale in polietilene teflonato per scintillazione da 20 mL
- Bilancia analitica con precisione di 0,0001 g Manometro, per misurare caduta di pressione

7. Procedura operativa

7.1. Preparazione della fiala per scintillazione liquida

Trasferire 10 mL di cocktail scintillante in una fiala di polietilene teflonato da 20 mL e pesare su bilancia analitica. Chiudere la fiala senza forzare.

7.2. Prelievo del campione

Dal momento che il radon tende ad essere desorbito con facilità dall'acqua, è preferibile effettuare sul luogo il riempimento della fiala per scintillazione. Se questo non è possibile il campione prelevato e trasferito in un opportuno recipiente a tenuta può essere trasportato in laboratorio per la preparazione della fiala seguendo le modalità sotto descritte.

Nel caso sia possibile preparare la fiala per scintillazione sul posto:

- connettere un tubo in plastica trasparente al rubinetto di erogazione;
- inserire il tubo nel contenitore in vetro per il prelievo fino a toccare il fondo;
- iniziare l'erogazione dell'acqua a flusso moderato evitando turbolenze e continuare l'erogazione qualche minuto lasciando trascinare il liquido;
- prelevare con una siringa a tenuta di gas 10 ml di campione immergendo per alcuni centimetri l'ago nell'acqua, operando lentamente per evitare la formazione di bolle d'aria (eventualmente svuotare la siringa e ripetere il prelievo);
- al più presto iniettare il campione sul fondo della fiala precedentemente già contenente il liquido scintillante in modo che il campione risulti sempre coperto da almeno 1 cm di liquido scintillante.
- chiudere saldamente la fiala;
- prendere nota di data e ora del prelievo;
- effettuare il trasporto al laboratorio di misura nel più breve tempo possibile;
- pesare nuovamente la fiala e ottenere per differenza il peso P del campione inserito;
- stimare l'incertezza uP associata al peso P;
- agitare energicamente la fiala per 1 minuto circa ed effettuare il conteggio dopo almeno 3 ore.

Nel caso si debba preparare la fiala per scintillazione in laboratorio:

- riempire il contenitore in vetro per il prelievo come descritto precedentemente;
- estrarre cautamente il tubo senza interrompere il flusso;
- chiudere saldamente il recipiente evitando la formazione di un battente d'aria;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI RADON NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 36 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 5 | |

- effettuare il trasporto in laboratorio nel più breve tempo possibile evitando forti sbalzi di temperatura per non causare la rottura del recipiente;
- effettuare il trasferimento di 10 mL di campione nella fiala per scintillazione come descritto precedentemente;
- pesare nuovamente la fiala e ottenere per differenza il peso P del campione inserito;
- stimare l'incertezza u_P associata al peso P;
- agitare energicamente la fiala per 1 minuto circa ed effettuare il conteggio dopo almeno 3 ore.

7.3. Preparazione del campione di bianco

- Trasferire 10 mL di cocktail scintillante in una fiala di polietilene teflonato da 20 mL;
- aggiungere 10 mL di acqua ultrapura o bidistillata preventivamente bollita o degasata;
- agitare energicamente la fiala per 1 minuto circa e porre in conteggio.

Nota:
effettuare queste operazioni in ambienti quanto più privi di ^{222}Rn .

7.4. Impostazione dello strumento di conteggio

Seguire le indicazioni del costruttore per gli aspetti generali di utilizzazione del sistema di misura. Tutte le misure sono effettuate utilizzando l'intera finestra di conteggio dei canali sia alfa che beta ad eccezione dei primi canali che possono essere interessati da fenomeni di chemiluminescenza e fotoluminescenza, quindi:

- disabilitare l'opzione di discriminazione alfa/beta (se lo strumento ne è dotato);
- impostare una soglia inferiore di misura equivalente a circa 2 keV di energia beta;
- rimuovere la soglia superiore di misura;
- verificare, se possibile, che il picco alfa del ^{214}Po sia compreso nella finestra di integrazione.

La durata delle misure è selezionata sulla base della sensibilità e della precisione richieste e non supera, normalmente, i 60 minuti.

7.5. Taratura

La taratura del metodo può essere effettuata utilizzando una soluzione di riferimento di ^{222}Rn in acqua o, se questa non fosse disponibile, una soluzione di riferimento di ^{226}Ra .

Utilizzando le modalità precedentemente descritte, preparare per la misura una fiala per scintillazione contenente 10 mL di soluzione campione di ^{222}Rn con concentrazione in attività nota. Se è disponibile una soluzione di riferimento di ^{226}Ra , trasferire una quantità nota, misurata gravimetricamente o volumetricamente con una incertezza inferiore all'1%, di soluzione campione di ^{226}Ra con concentrazione in attività nota in una fiala per scintillazione.

- Portare il volume a 10 mL con acqua ultrapura o bidistillata preventivamente bollita o degasata;
- aggiungere 10 mL di cocktail scintillante immiscibile all'acqua e chiudere saldamente la fiala;
- lasciare a riposo per più di 20 giorni per permettere la crescita del ^{222}Rn fino al raggiungimento dell'equilibrio secolare;
- agitare energicamente per 1 minuto ed effettuare il conteggio dopo almeno 3 ore.

7.6. Misura del campione di bianco

Effettuare il conteggio del campione di bianco utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite. Registrare il valore ottenuto per i conteggi del bianco C_B .

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI RADON NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 36 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 5 | |

Note:

la durata delle misure del campione di bianco deve essere uguale alla durata delle misure dei campioni dalle quali il bianco deve essere sottratto;

ripetere il conteggio del campione di bianco ogni volta che viene sostituito il tipo e/o la partita del liquido scintillante, si modificano le impostazioni del sistema di misura, vengono sostituite parti importanti del sistema di misura, viene spostato il sistema di misura, e comunque almeno una volta al mese.

7.7. Misura del campione

Misurare il campione utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite e per un tempo sufficiente ad ottenere i valori di sensibilità e/o precisione desiderati (indicativamente 60 minuti).

Registrare i valori ottenuti per C_L (conteggi lordi).

8. Espressione dei risultati

8.1. Attività specifica

La concentrazione del ^{226}Ra solubile in acqua si ottiene utilizzando la formula:

$$C_N = C_L - C_B$$

L'efficienza di conteggio della sorgente di taratura di ^{226}Ra , si ottiene utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite e per un tempo sufficiente a registrare almeno 10.000 conteggi.

Il valore dell'efficienza di rivelazione si ottiene utilizzando la seguente formula:

$$\varepsilon = \frac{C_N}{T \cdot A}$$

L'attività della soluzione di riferimento per la taratura si ottiene utilizzando la formula:

$$A = a_s \cdot q$$

La concentrazione di attività di radon C_{Rn} riferita alla data di prelievo del campione si ottiene secondo la seguente formula:

$$c_{Rn} = \frac{\lambda \cdot C_N}{(1 - e^{-\lambda \cdot T}) \cdot \varepsilon \cdot P} \cdot e^{\lambda \cdot \Delta t}$$

La concentrazione è espressa in Bq/L considerando unitaria la densità dell'acqua campione.

8.2. Incertezza

L'incertezza associata all'efficienza ε si calcola secondo la seguente formula:

$$u_\varepsilon = \varepsilon \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{CN}}{C_N}\right)^2 + \left(\frac{u_A}{A}\right)^2}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITA' DI RADON NELLE ACQUE MEDIANTE SCINTILLAZIONE LIQUIDA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 36 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 5 | |

L'incertezza tipo $u_{c_{Rn}}$ associata a c_{Rn} si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{c_{Rn}} = c_{Rn} \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{CN}}{c_N}\right)^2 + \left(\frac{u_{\varepsilon}}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u_P}{P}\right)^2}$$

L'incertezza associata all'attività della soluzione di riferimento per la taratura si ottiene utilizzando la seguente formula:

$$u_A = \sqrt{(q \cdot u_{as})^2 + (a_s \cdot u_q)^2}$$

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione c_A^* si ottiene secondo la seguente formula:

$$c_A^* = \frac{2.32 \cdot u(C_B) + 2.71}{\varepsilon \cdot T \cdot m}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $c_A^\#$ si ottiene secondo la seguente formula:

$$c_A^\# = \frac{4.65 \cdot u(C_B) + 2.71}{\varepsilon \cdot T \cdot m}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

11. Interferenze

Interferenti radiometrici della determinazione sono gli eventuali radionuclidi solubili in un cocktail scintillante non miscibile all'acqua (ad esempio sostanze organiche marcate). La verifica della presenza di interferenti è effettuata mediante l'analisi visiva dello spettro di analisi ed il calcolo del rapporto tra il numero di conteggi nelle finestre alfa e beta.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADON-222 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 37 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione della concentrazione del ^{222}Rn in campioni di acque non saline, misurati con la tecnica della emanometria.

2. Classificazione

Metodo interno (Fonte ARPA Piemonte)

3. Riferimenti bibliografici

- Meth. 7500 U B, Standard methods for water and wastewater (1989)
- Meth. U-02-RC, HASL 300, The procedures manual of the environmental measurements laboratory (EML – DOE 28th edition, 1997)
- ISO 5667 3, Water quality — Sampling — Part 3: Preservation and handling of water samples
- ISO/IEC 17025, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
- ISO 80000 10, Quantities and units — Part 10: Atomic and nuclear physics
- Manuale Genie2000 v. 1.2, 1998 – Customization tools – Section B. Basic Algorithms – B.11.1: General Theory; B.11.2: Currie MDA

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|------------------------------------------------------------------------------------|
| c_A | concentrazione di attività per unità di volume (Bq/L) |
| c_{A^*} | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_{A\#}$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| C_N | numero dei conteggi netti |
| C_L | numero dei conteggi lordi |
| C_B | numero dei conteggi del bianco |
| λ | costante di decadimento del ^{222}Rn (s^{-1}) |
| T | durata del conteggio |
| A | attività della sorgente di taratura di ^{222}Rn alla data di riferimento; |
| P | campione sottoposto ad analisi (L) |
| ε | efficienza strumentale |
| A | attività della sorgente di ^{222}Rn utilizzata (Bq); |
| $u(c_A)$ | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/L) |
| $U(c_A)$ | incertezza estesa, calcolata come $U(c_a)=k \cdot u(c_a)$ con $k = 1, 2 \dots$ |

5. Principio del metodo

Per la misurazione della concentrazione di del ^{222}Rn in acqua si possono distinguere due fasi: la preparazione del campione e il conteggio radiometrico.

Per preparazione del campione si intende qui la procedura che consente di trasferire il ^{222}Ra disciolto nel campione d'acqua in una contenitore a tenuta, detto cella a scintillazione o cella di Lucas, la cui superficie interna è rivestita da una sostanza scintillante, cioè il solfuro di zinco argento-attivato ($\text{ZnS}(\text{Ag})$).

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADON-222 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 37 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

La determinazione della concentrazione di attività del ^{222}Rn viene quindi effettuata tramite la misura del ^{222}Rn stesso e dei suoi prodotti di decadimento emettitori alfa a vita breve (^{218}Po , ^{214}Po) dopo che questi ultimi hanno raggiunto la condizione di equilibrio secolare con il loro progenitore (^{222}Rn). Le particelle alfa prodotte dal decadimento del Radon e dei suoi prodotti di decadimento a vita breve trasferiscono infatti la loro energia quando passano attraverso il mezzo di scintillante che ricopre la cella a scintillazione: tale energia viene restituita infatti immediatamente dal solfuro di zinco sotto forma di fotoni. Un fotomoltiplicatore, opportunamente accoppiato alla cella di Lucas converte poi i fotoni in impulsi elettrici che vengono quindi contati da un normale sistema elettronico. Il conteggio degli impulsi così registrato sarà direttamente proporzionale alla concentrazione di attività di radon presente nel campione.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Cella a scintillazione di volume compreso tra 250 e 500 mL: la superficie interna della cella, a parte il fondo, è rivestita con solfuro di zinco argento-attivato, ZnS (Ag). La cella deve essere a tenuta (deve essere possibile creare il vuoto). La superficie esterna è rivestita con un materiale a tenuta di luce tranne sul suo fondo piatto, dove è presente una finestra trasparente accoppiata al fotomoltiplicatore
- Cilindro graduato (300 mL)
- Sistema per il degassamento di campioni d'acqua, accoppiato con la cella a scintillazione
- Pompa per il vuoto
- Sistema di conteggio per celle di Lucas
- Manometro, per misurare caduta di pressione
- Sorgente di tararadioattiva alfa-emittente

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Degassamento del campione (trasferimento del gas disciolto nella cella a scintillazione)

Il volume del campione iniziale è generalmente 0,5 L. La prima fase, cioè la preparazione del campione, consiste nel cosiddetto degassamento del campione, cioè nel trasferimento del gas disciolto in acqua in una cella di Lucas a tenuta in cui è stato fatto preventivamente il vuoto. Il campione viene trasferito in un cilindro graduato avente capacità di circa 300 mL. Il cilindro è chiuso con un tappo a tenuta in cui sono inseriti due tubi: uno, avente una sua estremità libera sospesa nell'intercapedine tra il tappo e la superficie dell'acqua, è collegato con la cella di Lucas; l'altro ad una estremità è connesso ad pietra porosa, posta sul del cilindro, mentre l'altra estremità è connessa ad una valvola che mette in comunicazione con l'aria esterna (a pressione atmosferica). Per proteggere la cella di Lucas dall'acqua e dall'umidità viene interposta una cartuccia di drierite tra la cella di Luca stessa e il cilindro graduato contenente il campione. Una rappresentazione schematica di quanto appena descritto è riportata in figura 1.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADON-222 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 37 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

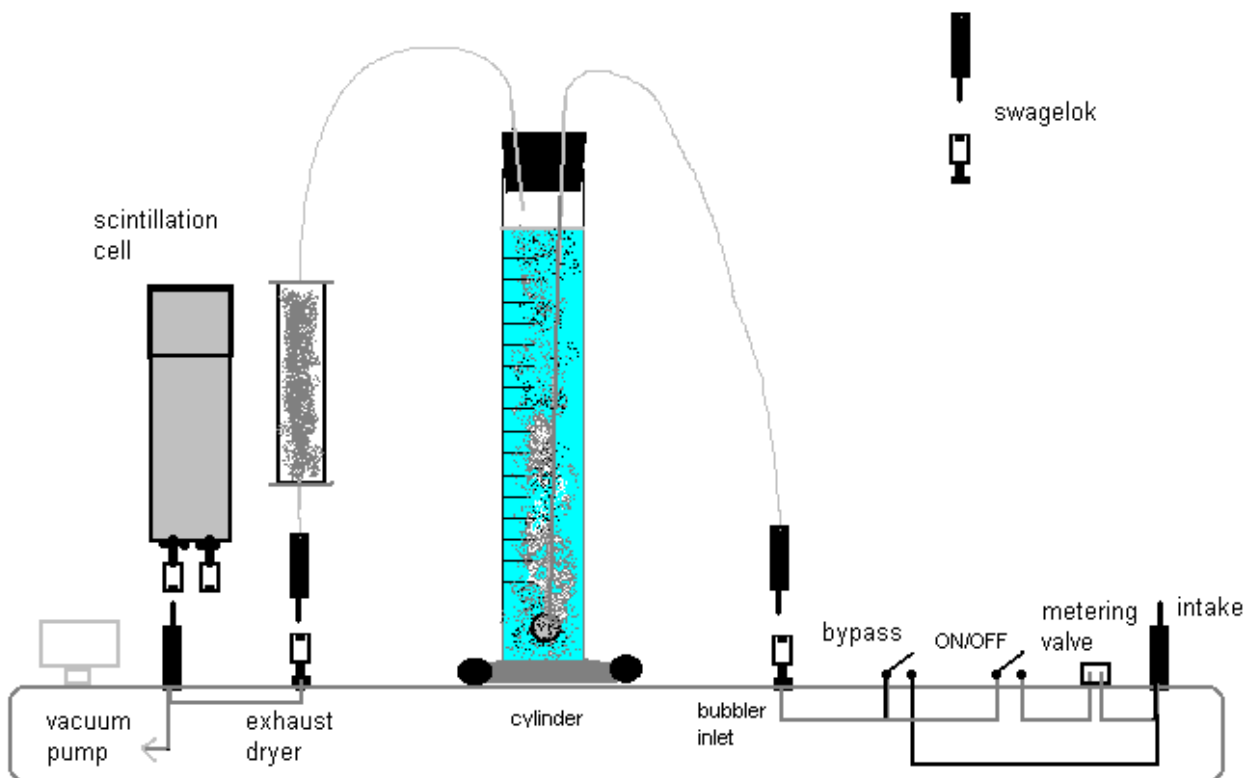


Figura 1 – Rappresentazione schematica di un sistema di degassamento del tipo Pylon

Quando il circuito schematizzato in figura 1 è “aperto”, cioè quando la pietra porosa posta in fondo al cilindro viene sottoposta alla pressione atmosferica, il gas disciolto nell’acqua viene progressivamente sospinto dalla differenza di pressione nella cella di Lucas nella quale, come si è detto, era stato fatto precedentemente il vuoto. Durante tale processo l’acqua nel cilindro graduato gorgoglia; in questa fase è importante controllare che tale gorgogliamento non sia eccessivamente impetuoso tanto da comportare il trasferimento di gocce d’acqua o di umidità nella cella di Lucas, che verrebbe irrimediabilmente danneggiata. Per evitare ciò il processo di trasferimento (degassamento) deve essere regolato opportunamente agendo manualmente su una valvola. Il processo di trasferimento e con esso il gorgogliamento termina quando la differenza di pressione si annulla. A questo punto il gas disciolto nell’acqua e con esso il radon, è completamente trasferito nella cella di Lucas che può quindi essere sottoposta a conteggio radiometrico. Si annota quindi la data e l’ora corrispondente al termine del processo: la misura di conteggio del campione non deve infatti essere eseguita immediatamente, ma dopo almeno 3,5 ore.

7.2. Misura del campione

A causa del processo di degassamento, solo gli elementi radioattivi gassosi, eventualmente disciolti nel campione, possono in linea di principio interferire. La presenza di altre specie radioattive gassose di origine artificiale può però essere in generale esclusa, a meno di trovarsi in situazioni molto particolari (campioni provenienti da centrali o installazioni nucleari). Restano quindi solo gli altri radioisotopi del radon (^{220}Rn e ^{219}Rn) che tuttavia non presentano un reale problema dal momento che il protocollo di misura prevede che il conteggio della cella di Lucas venga effettuato dopo almeno 3 ore e mezza, per permettere il raggiungimento dell’equilibrio secolare tra il ^{222}Ra stesso e i suoi prodotti di decadimento

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADON-222 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 37 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

emettitori alfa a vita breve (^{218}Po , ^{214}Po). La brevissima emivita di ^{220}Rn e ^{219}Rn (rispettivamente 55 s e 3,9 s), assicura infatti il loro completo decadimento.

Raggiunto l'equilibrio secolare, la cella di Lucas viene accoppiata al proprio sistema di conteggio. I conteggi lordi C_L vengono registrati per un periodo di tempo T necessario per raggiungere un'adeguata incertezza statistica. Un tempo di conteggio T di 1 ora può essere adeguato nella maggioranza dei casi. Ai conteggi lordi C_L così ottenuti vanno sottratti i conteggi del bianco C_B : si ottengono così i conteggi netti.

$$C_N = C_L - C_B$$

7.3. Misura dei conteggi di bianco C_B

Preparare la cella a scintillazione come per una normale misura, facendo il vuoto (depressione di circa 30 kPa). Eseguire normalmente la misura impiegando un campione di acqua distillata precedentemente sottoposto a degassamento.

Misurare il bianco contando per un periodo T pari a quello impiegato per la misura del campione. I conteggi ottenuti C_B , misurati per ogni cella di Lucas, andranno sottratti ai conteggi lordi per ottenere i conteggi netti C_N .

Se si opera in un ambiente dove il radon ambiente è in concentrazioni normali, il bianco coincide sostanzialmente con il fondo della cella di Lucas. Si può quindi valutare la possibilità di sostituire le misure di bianco con una più semplice misura di fondo. E' comunque opportuno, una volta determinato il bianco (o il fondo) per ogni cella, ripetere periodicamente delle misure di fondo per verificarne la stabilità: con il tempo infatti vi può essere un aumento dei livelli di fondo dovuto all'accumulo nella cella di ^{210}Po . Ciò sarà tanto più probabile quanto più la cella sarà stata impiegata per la misura di campioni ad elevate attività.

Per limitare questo inconveniente si raccomanda, una volta eseguito il conteggio del campione, di sottoporre la cella di Lucas a un flusso di aria inerte o di azoto per rimuovere la radioattività presente.

7.4. Taratura

Dal momento che ciascuna cella di Lucas ha una sua propria sensibilità, devono essere tutte preventivamente tarate. Per far ciò è necessario disporre di una sorgente di radon in grado di trasferire nella cella di Lucas una quantità nota di radon. Una volta trasferita una quantità di radon nota nella cella di Lucas, prima di procedere al conteggio è necessario attendere anche in questo caso 3,5 ore per il raggiungimento dell'equilibrio secolare tra il radon e i propri figli.

Il tempo di conteggio da utilizzare per la taratura delle celle di Lucas dovrà essere tale da assicurare un numero di conteggi pari o superiore ai 10.000.

Il valore dell'efficienza di rivelazione per ogni cella di Lucas si ottiene utilizzando la seguente formula:

$$\varepsilon = \frac{C_N}{T_t \cdot A}$$

dove A è l'attività nota di ^{222}Rn introdotta nella cella di Lucas mentre T_t è il tempo di conteggio impostato per la taratura.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADON-222 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 37 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

8. Espressione dei risultati

8.1. Concentrazione di attività

La concentrazione del ^{222}Rn solubile in acqua al momento della misura si ottiene utilizzando la seguente formula:

$$c_A = \frac{C_N}{3 \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot T}) \cdot T \cdot \varepsilon \cdot P}$$

Il fattore 3 è necessario per tenere conto dell'equilibrio secolare esistente tra le tre specie radioattive che emettono particelle α (^{222}Ra , ^{218}Po , ^{214}Po). La concentrazione di attività di radon c_A riferita alla data di prelievo del campione (t_0) si ottiene secondo la formula:

$$c_A = \frac{C_N}{3 \cdot (1 - e^{-\lambda \cdot T}) \cdot T \cdot \varepsilon \cdot P} \cdot e^{\lambda \cdot (t_m - t_0)}$$

dove con t_m è stata indicata la data di misura.

8.2. Incertezza

L'incertezza associata all'efficienza ε si calcola secondo la seguente formula:

$$u_\varepsilon = \varepsilon \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{CN}}{c_N}\right)^2 + \left(\frac{u_A}{A}\right)^2}$$

L'incertezza tipo u_{c_A} associata a c_A si calcola secondo la seguente formula:

$$u(c_A) = c_A \cdot \sqrt{\left(\frac{u_{CN}}{c_N}\right)^2 + \left(\frac{u_\varepsilon}{\varepsilon}\right)^2 + \left(\frac{u_P}{P}\right)^2}$$

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione c_A^* si ottiene secondo la formula:

$$c_A^* = \frac{2.32 \cdot u(C_B) + 2.71}{\varepsilon \cdot T \cdot m}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $c_A^\#$ si ottiene secondo la seguente formula:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI RADON-222 IN ACQUE NON SALINE MEDIANTE EMANOMETRIA | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 37 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

$$c_A^{\#} = \frac{4.65 \cdot u(C_B) + 2.71}{\varepsilon \cdot T \cdot m}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL TORIO IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 38 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 5 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione della concentrazione degli isotopi alfa emettitori del torio (^{232}Th , ^{230}Th e ^{228}Th) in campioni di acque potabili, effettuata su campioni elettrodepositati e misurati con tecnica della spettrometria alfa ad alta risoluzione (rivelazione delle emissioni alfa principali di ^{232}Th (4.0 MeV), ^{230}Th (4.7 MeV), ^{228}Th (5.4 MeV).

La metodica è applicabile a campioni nei quali la concentrazione degli isotopi di torio sia indicativamente almeno superiore a 0,5 mBq/kg (per campioni di 1 kg).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia).

3. Riferimenti bibliografici

- Meth. Th-01-RC “Thorium in urine”, HASL 300; EML – DOE 28th edition, 1997
- Meth. 00-07 “Radiochemical determination of thorium and uranium in water” EPA Radiochemistry Procedures Manual 520/5-84-006
- Manuale Genie2000 v. 1.2, 1998

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|----------------------------------------------------------------------------------|
| a | attività per unità di massa (Bq/kg) |
| A | attività del tracciante aggiunto (Bq), riferito al tempo della misura |
| m | massa del campione (kg) |
| t_g | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| r_g, r_{gt} | rateo di conteggio lordo per isotopi del torio e tracciante rispettivamente |
| r_0, r_{0t} | rateo di conteggio del bianco per isotopi del torio e tracciante rispettivamente |
| R | resa totale di misura |
| ϵ | efficienza strumentale |
| u(a) | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/kg) |
| U(a) | incertezza estesa, calcolata come $U(a)=k \cdot u(a)$ con $k = 1, 2 \dots$ |
| a^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- separazione mediante cromatografia ionica su resina anionica (Dowex 1X8) del complesso nitrico del torio elettrodeposizione dell'uranio;
- elettrodeposizione del torio;
- misura del campione elettrodepositato mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione;
- elaborazione dei risultati della misura spettrometrica.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL TORIO IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 38 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 5 | |

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Lana di vetro
- acido nitrico concentrato (70%, 15,6 M)
- acido cloridrico concentrato (37%, 12M)
- Acido cloridrico 8M (666 mL HCl conc. portati a 1L)
- acido solforico concentrato (96%, 18 M)
- acido solforico diluito 1:10 (1.8 M)
- HI non stabilizzato (67%, 10,3 M)
- soluzione di HI 0.8 M (7,6 mL HI portato a 92,4 mL con HCl 8M)
- perossido d'idrogeno (30% - 120 volumi)
- resina anionica (tipo Dowex 1X8, 50-100 mesh)
- tampone acetato 1M pH 5.3 (60 mL acido acetico glaciale e 33 mL di idrossido di ammonio concentrato portati a 1L; il pH viene regolato a 5.3 per piccole aggiunte di acido o base)
- cloruro di ammonio, soluzione 2M
- solfato di ammonio 3M;
- metanolo
- indicatore rosso metile (rosso metile 1% in metanolo)
- soluzione standard di uranio per ICP/MS 1000 ppm
- soluzione di riferimento certificata di ²²⁹Th (soluzione in HCl 4M con incertezza globale relativa non superiore al 5 % da diluirsi a 0,1 Bq/g con HCl 4M)
- colonna di vetro per cromatografia di estrazione diametro 1,5 cm e 1 cm
- pHmetro
- piastra agitante/riscaldante
- dispositivo per elettrodeposizione; dotato di cella elettrolitica con corpo cilindrico in metacrilato e cappello inferiore di acciaio inossidabile, anodo di filo di platino di diametro 1 mm con occhio finale di diametro da 6 a 8 mm
- dischetto di acciaio inossidabile; Diametro 20 mm, lucidati a specchio e sgrassati, da utilizzare come catodo durante il processo di elettrodeposizione
- catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione, con camera di conteggio in condizioni di vuoto
- pompa a vuoto

Note:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente;

l'acido iodidrico non stabilizzato e il perossido d'idrogeno devono essere conservati ben chiusi in frigorifero

7. Procedura operativa

7.1. Preconcentrazione del campione

- Pesare 2 kg circa di campione, aggiungere 50 mL di acido nitrico concentrato e una appropriata quantità di soluzione di riferimento di di ²²⁹Th, per una attività corrispondente approssimativamente a 10 mBq;
- evaporare lentamente su piastra riscaldante sino ad un volume di 100 mL circa (la concentrazione risultante, sarà approssimativamente 8 M in acido nitrico).

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPHI ALFA EMETTITORI DEL TORIO IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 38 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 5 | |

Nota:

per ottenere più elevate sensibilità analitiche è possibile preconcentrare più elevate quantità di campione (20-30 kg ed oltre). In tal caso si opera con la coprecipitazione degli idrossidi analogamente a quanto descritto nella MTM1522 (misura dell'uranio nelle acque).

7.2. Purificazione del torio

- Trasferire la soluzione in una colonna cromatografica di 1 cm di diametro contenente 20 mL di resina anionica Dowex 1X8 condizionata con HNO₃ 8M ed eluire lentamente (0,5 – 1 mL/minuto);
- lavare la colonna con 100 mL di HNO₃ 8M e scartare l'eluato;
- eluire il torio con 100 mL di HCl 8M e mandare a secco la soluzione su piastra riscaldante;
- riprendere il residuo con 30 mL di HNO₃ 8M e ripetere la separazione cromatografica come sopra descritto;
- mandare a secco l'eluato su piastra riscaldante.

7.3. Elettrodeposizione

- Sciogliere il residuo con 1 mL di H₂SO₄ concentrato e con 1 mL di H₂O₂ 120 volumi scaldando per 5 minuti;
- aggiungere 10 mL di acqua, 3 gocce di indicatore rosso metile e 1 mL di H₂O₂;
- titolare con NH₄OH concentrato fino a viraggio giallo;
- aggiungere qualche goccia di H₂SO₄ (1:10) e NH₄OH (1:10) fino a viraggio color rosa salmone (possono essere utilizzati H₂SO₄ e NH₄OH più diluiti per raggiungere con maggior precisione il punto di viraggio che corrisponde a pH 4.5 c.a.);
- trasferire nella cella di elettrodeposizione ed elettrodeporre per almeno un'ora ad un amperaggio di 5 mA (il voltaggio necessario è di circa di 5.7 V);
- uno-due minuti prima di terminare l'elettrodeposizione aggiungere 10 mL di NH₄OH 1:10;
- lavare il dischetto con H₂O e successivamente metanolo ed asciugarlo con l'epiradiatore.

Nota:

l'elettrodo va pulito prima dell'uso effettuando una breve elettrodeposizione (1 ora circa) con una soluzione di solfato d'ammonio 2 M. Il piattello viene pulito prima dell'uso con acqua saponata e acetone.

7.4. Misura del campione di bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un dischetto di acciaio e misurarlo. La misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente

7.5. Taratura

La determinazione dell'attività degli isotopi del torio nel campione viene effettuata mediante il metodo dello standard interno; conseguentemente il metodo non necessita di taratura. E' compito del laboratorio stabilire le modalità per il controllo dell'efficienza di rivelazione e del buon funzionamento del sistema di spettrometria alfa.

7.6. Misura del campione elettrodepositato tramite spettrometria alfa ad alta risoluzione

Il campione elettrodepositato è sottoposto a conteggio mediante tecnica di spettrometria alfa ad alta risoluzione. Durata e modalità dell'acquisizione sono definite dal laboratorio in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato.

Lo spettro deve essere visionato per confermare una buona separazione dei picchi e l'assenza di radionuclidi interferenti.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL TORIO IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 38 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 5 | |

8. Espressione dei risultati

8.1. Attività specifica

L'attività del torio viene calcolata integrando il numero di conteggi nel picco corrispondente al tracciante, agli isotopi del torio. I risultati di tali integrali, divisi per il tempo di conteggio, forniscono il rateo di conteggio lordo per tracciante (r_{gt}) e isotopi del torio (r_g). Questi devono essere corretti per il contributo del bianco; il rateo di conteggio del bianco viene calcolato dallo spettro di emissione alfa del bianco integrando il numero di conteggi nella stessa regione di interesse (ROI) in cui sono presenti i picchi nello spettro del campione; questi conteggi, divisi per il tempo di conteggio, forniscono il rateo di conteggio del bianco per il tracciante (r_{0t}) e isotopi del torio (r_0).

L'attività per unità di massa degli isotopi del torio si ottiene secondo la seguente formula:

$$a = \frac{(r_g - r_0)}{(m \cdot R)} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove

$$w = \frac{1}{m \cdot R}$$

La resa totale di misura, R, si determina a partire dall'attività A del tracciante aggiunto secondo la seguente formula:

$$R = \frac{(r_{gt} - r_{0t})}{A}$$

La resa chimica si calcola utilizzando l'efficienza strumentale ϵ .

8.2. Incertezza

L'incertezza composta associata al risultato di misura $u(a)$ si calcola secondo la seguente formula:

$$u(a) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m)$$

L'incertezza relativa di R si calcola secondo la seguente formula:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEGLI ISOTOPI ALFA EMETTITORI DEL TORIO IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 38 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 5 | |

$$u_{\text{rel}}^2(R) = u_{\text{rel}}^2(r_{\text{gt}} - r_{0t}) + u_{\text{rel}}^2(A) = \frac{\left(\frac{r_{\text{gt}}}{t_{\text{g}}} + \frac{r_{0t}}{t_0} \right)}{(r_{\text{gt}} - r_{0t})^2} + u_{\text{rel}}^2(A)$$

$u_{\text{rel}}(A)$ include tutte le fonti di incertezza legate all'attività del tracciante (incertezza della soluzione di riferimento, incertezza di diluizione della soluzione di riferimento, incertezza nell'aggiunta del tracciante al campione).

9. Limiti Caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione a^* si ottiene secondo la seguente formula:

$$a^* = \frac{2.32 \cdot u(C_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_{\text{g}} \cdot m}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $a^{\#}$ si ottiene secondo la formula:

$$a^{\#} = \frac{4.65 \cdot u(C_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_{\text{g}} \cdot m}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEL POLONIO-210 IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 39 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 5 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione sequenziale della concentrazione del polonio-210 nelle acque (potabili, superficiali e reflue), effettuata su campioni depositati su disco di nichel e successiva misura mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione (rivelazione delle emissioni alfa principali di ^{210}Po a 5,30 MeV). La metodica è applicabile a campioni nei quali la concentrazione del polonio sia indicativamente almeno superiore a 5 mBq/kg (per campioni di 0,1 kg).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- Meth. Th-01-RC “Thorium in urine”, HASL 300; EML – DOE 28th edition, 1997
- Meth. 00-07 “Radiochemical determination of thorium and uranium in water” EPA Radiochemistry Procedures Manual 520/5-84-006
- Manuale Genie2000 v. 1.2, 1998

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|---------------|----------------------------------------------------------------------------|
| a | attività per unità di massa (Bq/kg) |
| A | attività del tracciante aggiunto (Bq), riferito al tempo della misura |
| m | massa del campione (kg) |
| t_g | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| r_g, r_{gt} | rateo di conteggio lordo per polonio-210 e tracciante rispettivamente |
| r_0, r_{0t} | rateo di conteggio del bianco per polonio-210 e tracciante rispettivamente |
| R | resa totale di misura |
| ε | efficienza strumentale |
| u(a) | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/kg) |
| U(a) | incertezza estesa, calcolata come $U(a)=k \cdot u(a)$ con $k = 1, 2 \dots$ |
| a^* | soglia di decisione (Bq/kg) |
| $a^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/kg) |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su:

- preconcentrazione del campione;
- deposizione su dischetto di nichel;
- misura del campione mediante spettrometria alfa ad alta risoluzione;
- elaborazione dei risultati della misura spettrometrica.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEL POLONIO-210 IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 39 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 5 | |

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua bidistillata o deionizzata, con resistività $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$
- Acido nitrico concentrato (68-70%)
- Acido cloridrico concentrato (35-37%)
- Acido cloridrico diluito (0,1 M)
- Ammonio idrossido concentrato (30%, 15 M)
- Ammonio idrossido diluito 1:10 (1,5 M)
- Idrossilamina (soluzione acquosa 20 % W/V)
- Acido citrico (soluzione acquosa 25 % W/V)
- Perossido di idrogeno concentrato (30%, 120 volumi)
- Dispositivo per filtrazione sottovuoto e filtri di nitrato di cellulosa o policarbonato (porosità 0,45 μm)
- Campione certificato di ^{209}Po (soluzione in HNO_3) con incertezza globale relativa non superiore al 2 % da diluirsi a 0,5 Bq/g con HNO_3 2M
- Piastra agitante/riscaldante
- Disco di nichel (diametro 20 mm, lucidato a specchio) e supporto in plexiglas (vedi immagini in allegato)
- Catena per spettrometria alfa ad alta risoluzione, con camera di conteggio in condizioni di vuoto
- Pompa a vuoto

Nota:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento del campione

- Se sono presenti solidi sospesi filtrare con filtro a 0,45 μm ;
- prelevare 80 g di campione filtrato, aggiungere 1 mL di HCl concentrato;
- aggiungere una quantità pesata di soluzione di ^{209}Po (indicativamente circa 0,1 mL);
- proseguire con 7.3.

Note:

per la determinazione del polonio-210 sui solidi sospesi vedere metodo relativo alla determinazione del ^{210}Po in matrici solide;

per le acque oligominerali (residuo fisso < 500 mg/L) è possibile aumentare la sensibilità della misura analizzando una massa di campione maggiore (1-2 L).

7.2. Preparazione del disco di nichel

- Lavare il disco con HCl concentrato e poi con acqua saponata. Sciacquare con acqua e poi con etanolo;
- fissarlo al supporto in plexiglas con poco adesivo siliconico senza toccare la superficie con le dita;

7.3. Deposizione del polonio

- Aggiungere 5 mL di soluzione di acido citrico e 5 mL di soluzione di idrossilamina;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEL POLONIO-210 IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 39 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 5 | |

- aggiungere soluzione di ammonio idrossido e/o acido cloridrico diluito fino a pH 1,5 +/- 0,1;
- porre in agitazione su piastra riscaldante con vertex immerso e regolato a 80 °C;
- quando la temperatura dell'acqua è stabilizzata immergere il dischetto di nichel fissato al supporto;
- lasciare in agitazione a 80 °C (rabboccando eventualmente con acqua per mantenere costante il volume della soluzione) per 4 ore;
- estrarre il supporto e lavare il disco con acqua ed etanolo;
- asciugare all'aria per qualche minuto e porre in conteggio.

Nota:

il Beaker in cui viene effettuata la deposizione deve essere di dimensioni appena sufficienti ad ospitare il supporto. E' preferibile una forma stretta ed alta.

7.4. Misura del campione di bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un dischetto di nichel e misurarlo. La misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente

7.5. Taratura

La determinazione dell'attività del polonio nel campione viene effettuata mediante il metodo dello standard interno; conseguentemente il metodo non necessita di taratura. E' compito del laboratorio stabilire le modalità per il controllo dell'efficienza di rivelazione e del buon funzionamento del sistema di spettrometria alfa.

7.6. Misura del campione tramite spettrometria alfa ad alta risoluzione

Il campione è sottoposto a conteggio mediante tecnica di spettrometria alfa ad alta risoluzione. Durata e modalità dell'acquisizione sono definite dal laboratorio in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato.

Lo spettro deve essere visionato per confermare una buona separazione dei picchi e l'assenza di radionuclidi interferenti.

8. Espressione dei risultati

8.1. Attività specifica

L'attività del polonio-210 viene calcolata integrando il numero di conteggi nel picco corrispondente al tracciante. I risultati di tali integrali, divisi per il tempo di conteggio, forniscono il rateo di conteggio lordo per tracciante (r_g) e polonio-210 (r_p). Questi devono essere corretti per il contributo del bianco; il rateo di conteggio del bianco viene calcolato dallo spettro di emissione alfa del bianco integrando il numero di conteggi nella stessa regione di interesse (ROI) in cui sono presenti i picchi nello spettro del campione; questi conteggi, divisi per il tempo di conteggio, forniscono il rateo di conteggio del bianco per il tracciante (r_{0t}) e polonio (r_0).

L'attività per unità di massa degli isotopi del torio si ottiene secondo la seguente formula:

$$a = \frac{(r_g - r_0)}{(m \cdot R)} = (r_g - r_0) \cdot w$$

dove

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEL POLONIO-210 IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 39 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 5 | |

$$w = \frac{1}{m \cdot R}$$

La resa totale di misura, R, si determina a partire dall'attività A del tracciante aggiunto secondo la seguente formula:

$$R = \frac{(r_{gt} - r_{0t})}{A}$$

La resa chimica si calcola utilizzando l'efficienza strumentale ε .

8.2. Incertezza

L'incertezza composta associata al risultato di misura u(a) si calcola secondo la formula:

$$u(a) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + a^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m)$$

L'incertezza relativa di R si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(R) = u_{rel}^2(r_{gt} - r_{0t}) + u_{rel}^2(A) = \frac{\left(\frac{r_{gt}}{t_g} + \frac{r_{0t}}{t_0} \right)}{(r_{gt} - r_{0t})^2} + u_{rel}^2(A)$$

$u_{rel}(A)$ include tutte le fonti di incertezza legate all'attività del tracciante (incertezza della soluzione di riferimento, incertezza di diluizione della soluzione di riferimento, incertezza nell'aggiunta del tracciante al campione).

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione a^* si ottiene secondo la seguente formula:

$$a^* = \frac{2.32 \cdot u(C_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_g \cdot m}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DEL POLONIO-210 IN ACQUA, MEDIANTE SPETTROMETRIA ALFA AD ALTA RISOLUZIONE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 39 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 5 | |

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $a^{\#}$ si ottiene secondo la formula:

$$a^{\#} = \frac{4.65 \cdot u(C_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_g \cdot m}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 NELLE ACQUE MEDIANTE CONTEGGIO BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 40 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 6 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione della concentrazione sequenziale della concentrazione di ^{210}Pb nelle acque (potabili, superficiali e reflue), tramite misura di un precipitato di solfato di piombo (PbSO_4), previa separazione chimica del piombo, e successiva misura mediante conteggio a basso fondo delle emissioni beta del ^{210}Pb e del figlio ^{210}Bi in condizioni di equilibrio secolare. La metodica è applicabile a campioni di acqua (o assimilabili) nei quali la concentrazione del ^{210}Pb sia indicativamente almeno superiore a 40 mBq/kg (per campioni di 1 kg).

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- D. Desideri, F. Guerra, M.A. Meli, C. Testa: Determination of ^{210}Pb in sediments by extraction chromatography. J Radioanal. Nucl. Chem. Letters 200 (5), 385-396 (1995)
- UNI EN 25667-1: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida alla definizione dei programmi di campionamento –1996
- UNI EN 25667-2: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida alla tecniche di campionamento – 1996
- UNI EN 25667-3: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida per la conservazione ed il maneggiamento di campioni –1998
- Manuale Genie2000 v. 1.2, 1998 – Customization tools – Section B. Basic Algorithms – B.11.1: General Theory; B.11.2:Currie MDA

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| c_A | concentrazione di attività per unità di volume (Bq/L) |
| A | attività della sorgente di taratura (Bq) |
| m | massa del campione (kg) |
| t_g | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| r_g | rateo di conteggio lordo |
| r_0 | rateo di conteggio del bianco |
| R | resa chimica relativa |
| ε | efficienza strumentale |
| $u(c_A)$ | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/l) |
| $U(c_A)$ | incertezza estesa, calcolata come $U(c_A)=k u(c_A)$ con $k = 1, 2 \dots$ |
| c_A^* | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_A^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| P_{oss} | quantità (mg) del solfato di piombo pesata |
| Q | quantità totale (mL) del carrier di piombo addizionato |
| c_{Pb} | concentrazione (mg/L) del carrier di piombo |
| T | durata della misura (s) |

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 NELLE ACQUE MEDIANTE CONTEGGIO BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 40 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 6 | |

5. Principio del metodo

Il metodo prevede la separazione radiochimica di ^{210}Pb ed il conteggio beta totale dopo il raggiungimento dell'equilibrio secolare con il figlio ^{210}Bi ; la procedura consiste in:

- preconcentrazione del campione;
- separazione del piombo su resina a scambio ionico;
- purificazione ulteriore del piombo per precipitazione come solfato e solfuro;
- precipitazione come solfato e conteggio su rivelatore beta a basso fondo.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua bidistillata o deionizzata, con resistività $\geq 18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$
- Acido nitrico concentrato (68-70%)
- Acido cloridrico concentrato (35-37%)
- Acido solforico concentrato (96%)
- Etanolo
- Acido cloridrico diluito (1,5 M)
- Acido cloridrico diluito (0,1 M)
- Ammonio idrossido concentrato (30%, 15 M)
- Ammonio idrossido diluito 1:10 (1,5 M)
- Ammonio acetato, soluzione 6 M (46,2 g di $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ in 100 mL)
- Sodio solfuro 0,5 M (40 mg di Na_2S in 1 mL)
- Resina anionica tipo Dowex 1X4 (100-200 mesh) lavata e in forma Cl⁻
- Piombo carrier (soluzione per assorbimento atomico, 10.000 mg/L)
- Ferro carrier (soluzione per assorbimento atomico, 10.000 mg/L)
- Campione certificato di ^{210}Pb (soluzione in HNO_3) con incertezza globale relativa non superiore al 2 % da diluirsi a 0,5 Bq/g con HNO_3 2M
- Dispositivo per filtrazione sottovuoto e filtri di carta a basso contenuto di ceneri (banda blu)
- Colonna cromatografia di diametro 15 mm circa e altezza almeno 300 mm
- Centrifuga da banco (3000 rpm)
- Contatore beta con rivelatore a scintillazione
- Piastra riscaldante
- Bilancia tecnica
- Muffola (in grado di mantenere una temperatura di $550^\circ\text{C} \pm 10$)

Note:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente;

le soluzioni di sodio solfuro vanno preparate immediatamente prima dell'utilizzo.

7. Procedura operativa

7.1. Preconcentrazione del campione

- Se sono presenti solidi sospesi filtrare con filtro a $0,45 \mu\text{m}$;
- prelevare 1000 g di campione filtrato, aggiungere 5 mL di HNO_3 concentrato, 5 mL di ferro carrier (corrispondenti a 50 mg di ferro) e 3 mL di piombo carrier (corrispondenti a 30 mg di piombo);

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 NELLE ACQUE MEDIANTE CONTEGGIO BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 40 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 6 | |

- agitare su piastra per 30 minuti;
- aggiungere cautamente NH_4OH fino a pH circa 9;
- lasciar depositare (meglio se tutta la notte) decantare eliminando il surnatante;
- centrifugare, scartare il surnatante e ridisciogliere il residuo con qualche mL di HCl concentrato e mandare a secco su piastra riscaldante.

7.2. Separazione del Piombo

- Sciogliere il residuo con circa 30 mL di HCl 1,5 M;
- trasferire in una colonna riempita con 30 mL di resina anionica preconditionata con HCl 1,5 M;
- eluire lentamente (0,5 - 1 mL/min) e scartare l'eluato;
- lavare la colonna con 60 mL di HCl 1,5 M e scartare l'eluato;
- eluire il piombo eluendo con 100 mL di acqua;
- concentrare su piastra riscaldante a circa 5-10 mL, trasferire in una provetta per centrifuga e aggiungere con cautela 2 mL di H_2SO_4 concentrato;
- centrifugare il precipitato di piombo solfato e scartare il surnatante;
- sciogliere il precipitato con 10 mL di soluzione di acetato di ammonio 6 M, eventualmente scaldando a bagnomaria;
- aggiungere 1 mL di soluzione di Na_2S 0,5 M scaldando a bagnomaria;
- centrifugare il precipitato di piombo solfuro e scartare il surnatante;
- sciogliere il precipitato con 1 mL di HNO_3 concentrato e 10 mL di H_2O scaldando leggermente;
- eliminare per filtrazione i granuli di zolfo formati e mandare a secco la soluzione;
- riprendere con pochi mL di HCl concentrato e acqua fino a completa dissoluzione;
- aggiungere con cautela 2 mL di H_2SO_4 concentrato, alcuni mL di acqua e qualche goccia di etanolo per favorire la precipitazione del PbSO_4 ;
- filtrare sottovuoto con un filtro di carta "banda blu", cercando di ottenere un deposito omogeneo;
- lavare il filtro con etanolo/acqua (1:1);
- asciugare il filtro all'aria e conservarlo per la misura in una capsula Petri fino al raggiungimento dell'equilibrio secolare con il figlio ^{210}Bi (30 giorni);
- annotare data della precipitazione.

7.3. Taratura

- Trasferire in un provetta per centrifuga una quantità nota di soluzione di riferimento di ^{210}Pb (approssimativamente 50 Bq), 3 mL di soluzione carrier di piombo e 5 mL di acqua;
- aggiungere 2 mL di H_2SO_4 concentrato e qualche goccia di etanolo per favorire la precipitazione del PbSO_4 ;
- centrifugare e scartare il surnatante;
- riprendere con acqua ed etanolo e filtrare sottovuoto con un filtro di carta "banda blu", cercando di ottenere un deposito omogeneo;
- asciugare il filtro all'aria e conservarlo per la misura in una capsula Petri fino al raggiungimento dell'equilibrio secolare con il figlio ^{210}Bi (30 giorni);
- annotare data della precipitazione;
- al raggiungimento dell'equilibrio secolare effettuare la misura radiometrica;
- misurare la sorgente di taratura utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite e per un tempo sufficiente a registrare almeno 10.000 conteggi;
- dopo il conteggio determinare gravimetricamente la resa chimica R.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 NELLE ACQUE MEDIANTE CONTEGGIO BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 40 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 6 | |

7.4. Misura radiometrica

Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo costituito da scintillatori plastici in anticoincidenza. Durata e modalità dell'acquisizione sono definite dal laboratorio in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato.

7.5. Misura del campione di bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo a basso contenuto di ceneri e misurarlo con la stessa procedura adottata precedentemente.

Note:

la misura del campione di bianco deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese);

è opportuno verificare la purezza dei reagenti preparando un campione di bianco applicando tutta la sopra descritta procedura ad un campione sicuramente esente da ^{210}Pb (acqua deionizzata).

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura della concentrazione di attività

La concentrazione di attività c_A di ^{210}Pb nel campione, riferita alla data di prelievo, è data dalla seguente formula:

$$c_A = (r_g - r_0)w$$

dove

$$w = \frac{1}{m \cdot R \cdot \varepsilon \cdot T}$$

La resa chimica (riportata a 1) viene calcolata per via gravimetrica pesando il solfato di piombo ottenuto dalla calcinazione a 550°C , in crogiolo di platino tarato, del filtro dopo il conteggio. La resa chimica del ^{210}Pb si ottiene dalla seguente relazione:

$$R = \frac{c_{\text{oss}} \cdot 0.683}{c_{\text{Pb}} \cdot Q}$$

L'efficienza di rivelazione strumentale ε si calcola tramite la seguente formula:

$$\varepsilon = \frac{r_g - r_0}{T \cdot A \cdot R}$$

8.2. Incertezza

L'incertezza composta associata al risultato di misura $u(c_a)$ si calcola secondo la formula:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 NELLE ACQUE MEDIANTE CONTEGGIO BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 40 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 6 | |

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + c_A^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.

L'incertezza composta associata all'efficienza di rivelazione $u(\varepsilon)$ si calcola secondo la seguente formula:

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_{sorg} + r_0}{r_{sorg} - r_0} \right)^2 + \left(\frac{u_A}{A} \right)^2 + u_{rel}^2(R)}$$

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\varepsilon)$$

L'incertezza relativa di R si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(R) = u_{rel}^2(r_{gt} - r_{0t}) + u_{rel}^2(A) = \frac{\left(\frac{r_{gt}}{t_g} + \frac{r_{0t}}{t_0} \right)}{(r_{gt} - r_{0t})^2} + u_{rel}^2(A)$$

$u_{rel}(A)$ include tutte le fonti di incertezza legate all'attività della sorgente di taratura.

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione c_A^* si ottiene secondo la seguente formula:

$$c_A^* = \frac{2.32 \cdot u(r_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_g \cdot m \cdot R}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $c_A^\#$ si ottiene secondo la seguente formula:

$$c_A^\# = \frac{4.65 \cdot u(r_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_g \cdot m \cdot R}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 NELLE ACQUE MEDIANTE CONTEGGIO BETA TOTALE | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 40 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 6 | |

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

| | | | |
|--------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----------------------------|----------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 1 di 7 | |

1. Scopo e campo di applicazione

Scopo della presente procedura è la descrizione del metodo analitico per la determinazione della concentrazione sequenziale della concentrazione di ^{210}Pb nelle acque (potabili, superficiali e reflue) e nei campioni solidi in generale (alimentari, filtri di particolato, terreni e sedimenti), effettuata tramite misura del figlio ^{210}Bi in condizioni di equilibrio secolare. Il bismuto, in soluzione cloridrica 1 M, viene separato mediante cromatografia su una colonna di microtene/triottilfosfinossido (TOPO) eludendolo successivamente con HNO_3 8M. Il bismuto viene precipitato poi come solfuro filtrato e misurato tramite contatore beta totale a basso fondo.

La metodica è applicabile a campioni nei quali la concentrazione del ^{210}Pb sia indicativamente almeno superiore a 40 mBq/kg per campioni di 1 kg.

2. Classificazione

Metodo interno (fonte: Arpa Lombardia)

3. Riferimenti bibliografici

- ANPA, Serie Stato dell'ambiente 8/2000. "Procedura per la determinazione di ^{210}Po e ^{210}Pb in campioni ambientali" in "Le discariche di fosfogessi nella laguna di Venezia: valutazioni preliminari dell'impatto radiologico"
- UNI EN 25667-1: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida alla definizione dei programmi di campionamento –1996
- UNI EN 25667-2: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida alle tecniche di campionamento – 1996
- UNI EN 25667-3: Qualità dell'acqua – Campionamento – Guida per la conservazione ed il maneggiamento di campioni –1998

4. Simboli, definizioni e unità di misura

| | |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------|
| c_A | concentrazione di attività per unità di volume (Bq/L) |
| A | attività della sorgente di taratura (Bq) |
| m | massa del campione (kg) |
| t_g | tempo di conteggio del campione (s) |
| t_0 | tempo di conteggio del bianco (s) |
| r_g | rateo di conteggio lordo |
| r_0 | rateo di conteggio del bianco per |
| R | resa chimica relativa |
| ε | efficienza strumentale |
| $u(c_A)$ | incertezza composta associata al risultato di misura (Bq/L) |
| $U(c_A)$ | incertezza estesa, calcolata come $U(c_A)=k u(c_A)$ con $k = 1, 2 \dots$ |
| c_A^* | soglia di decisione (Bq/L) |
| $c_A^\#$ | limite di rivelabilità (Bq/L) |
| c_{oss} | concentrazione di bismuto (mg/L) determinata per assorbimento atomico |
| Q | quantità totale (mL) del carrier di bismuto addizionato |
| c_{bi} | concentrazione (mg/L) del carrier di bismuto |

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 2 di 7 | |

| | |
|----------------|--------------------------------------------------------------------------------------|
| V | volume della soluzione di bismuto (mL) |
| λ_{Bi} | costante di decadimento del ^{210}Bi (s^{-1}) |
| λ_{Pb} | costante di decadimento del ^{210}Pb (s^{-1}) |
| Δt | durata della misura (s) |
| T_1 | intervallo di tempo intercorso tra la data di separazione e la data di prelievo (s) |
| T_2 | intervallo di tempo intercorso tra la data di inizio misura e la data di separazione |

5. Principio del metodo

Il metodo si basa su separazione radiochimica su resina a scambio ionico del ^{210}Bi già in equilibrio secolare col progenitore ^{210}Pb nel campione in esame. Il bismuto viene precipitato come solfuro e misurato su contatore beta totale a basso fondo.

6. Reagenti, materiali e apparecchiature

- Acqua bidistillata o deionizzata, con resistività $\geq 18,2 M\Omega \cdot cm$
- Acido cloridrico concentrato (35-37%)
- Acido nitrico concentrato (65-70%)
- Acido fluoridrico (50%)
- Acido cloridrico 3M
- Acido cloridrico 1M
- Acido nitrico 8M
- Idrossido d'ammonio concentrato (30%)
- Etanolo
- Idrazina solfato
- Microtene 710 (Polietilene microporoso, 50-100 mesh)
- Tri-n-ottil fosfinossido
- Cicloesano
- Sodio solfuro, soluzione 0,5 M (40 mg di Na_2S in 1 mL)
- Piombo carrier (soluzione per assorbimento atomico, 10.000 ppm)
- Bismuto carrier (soluzione per assorbimento atomico, 10.000 ppm)
- Ferro carrier (soluzione per assorbimento atomico, 10.000 ppm)
- Soluzione di riferimento certificata di ^{210}Pb (soluzione in HNO_3), all'equilibrio con il figlio ^{210}Bi , con incertezza globale relativa non superiore al 2 % da diluirsi a 0,5 Bq/g con HNO_3 2M
- Filtro in policarbonato diametro 47 mm (porosità 0,45 μm)
- Beaker in PTFE da circa 200 mL
- Capsula in ceramica
- Dispositivo per filtrazione sottovuoto e filtri in policarbonato (porosità 0,45 μm , diametro 47 mm)
- Colonna cromatografia di diametro 15 mm circa e altezza almeno 300 mm.
- Contatore beta con rivelatore a scintillazione
- Piastra riscaldante
- Muffola (adatta ad operare ad almeno 450°C)
- Bilancia tecnica
- Spettrometro per assorbimento od emissione atomica

Note:

tutti i reagenti, quando non diversamente specificato, sono da ritenersi di grado analitico e da conservarsi a temperatura ambiente.

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 3 di 7 | |

7. Procedura operativa

7.1. Pretrattamento dei campioni d'acqua (senza preconcentrazione)

- Se sono presenti solidi sospesi filtrare con filtro a 0,45 µm;
- prelevare 200 g di campione (eventualmente filtrato) e aggiungere 18 mL di HCl al 37% (in modo da avere una soluzione complessivamente 1M in HCl);
- aggiungere 0,5 mL di piombo carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di piombo, e 0,5 mL di bismuto carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di Bi;
- aggiungere 3 g di idrazina solfato per ridurre il ferro presente a Fe(II);
- far bollire per 5 minuti su piastra sotto agitazione.

7.2. Pretrattamento dei campioni d'acqua (con preconcentrazione)

- Se sono presenti solidi sospesi filtrare con filtro a 0,45 µm;
- prelevare 2 kg di campione filtrato e aggiungere 2 mL di HNO₃ concentrato;
- aggiungere 5 mL di ferro carrier (10000 ppm), corrispondenti a 50 mg di Fe, 0,5 mL di piombo carrier (10000 ppm) corrispondente a 5 mg di piombo e 0,5 mL di bismuto carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di bismuto;
- aggiungere NH₄OH fino a pH 9 agitando per 30 minuti. Lasciar depositare il precipitato durante la notte ed eliminare il surnatante per decantazione;
- sciogliere il precipitato con 10 mL di HCl concentrato e mandare a secco;
- sciogliere il residuo con 200 mL di HCl 1 M e aggiungere 3 g di idrazina solfato per ridurre il ferro presente a Fe(II);
- far bollire per 5 minuti su piastra sotto agitazione.

7.3. Pretrattamento dei filtri di particolato

- Trasferire il filtro in un Beaker di teflon e aggiungere 10 mL di HNO₃ concentrato, 0,5 mL di piombo carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di piombo, e 0,5 mL di bismuto carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di bismuto;
- scaldare su piastra, aggiungere con cautela 30 mL di HCl concentrato e mandare a secco;
- riprendere con 20 mL di HCl concentrato e 5 mL di HF e mandare nuovamente a secco;
- ripetere l'operazione con 10 mL di HCl concentrato;
- sciogliere il residuo con 200 mL di HCl 1 M e aggiungere 3 g di idrazina solfato per ridurre il ferro presente a Fe(II);
- far bollire per 5 minuti su piastra sotto agitazione.

7.4. Pretrattamento di terreni e sedimenti

- Trasferire il 2 g di campione essiccato in una capsula di ceramica e incenerire in muffola a 450 °C;
- trasferire il residuo in un Beaker di PTFE e aggiungere 10 mL di HNO₃ concentrato, 0,5 mL di piombo carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di piombo e 0,5 mL di bismuto carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di bismuto;
- scaldare su piastra sotto agitazione, aggiungere con cautela 30 mL di HCl concentrato e mandare a secco;
- riprendere con 20 mL di HCl concentrato e 5 mL di HF e mandare nuovamente a secco;
- ripetere l'operazione con 10 mL di HCl concentrato;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 4 di 7 | |

- sciogliere il residuo con 200 mL di HCl 1 M e aggiungere 3 g di idrazina solfato per ridurre il ferro presente a Fe(II);
- far bollire per 5 minuti su piastra sotto agitazione.

7.5. Pretrattamento di alimenti solidi

- Trasferire il 20 g di campione essiccato in una capsula di ceramica e incenerire in muffola a 450 °C;
- trasferire il residuo in un Beaker di PTFE e aggiungere 10 mL di HNO₃ concentrato, 0,5 mL di piombo carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di piombo, e 0,5 mL di bismuto carrier (10000 ppm), corrispondenti a 5 mg di Bi;
- scaldare su piastra e aggiungere con cautela 30 mL di HCl concentrato e mandare a secco;
- riprendere con 20 mL di HCl concentrato e 5 mL di HF e mandare nuovamente a secco;
- ripetere l'operazione con 10 mL di HCl concentrato;
- sciogliere il residuo con 200 mL di HCl 1 M e aggiungere 3 g di idrazina solfato per ridurre il ferro presente a Fe(II);
- far bollire per 5 minuti su piastra sotto agitazione.

7.6. Preparazione della colonna estraente

- Preparare una soluzione di TOPO 0,3 M in cicloesano trasferendo 5,8 g di TOPO in un matraccio da 50 mL e portando a volume con cicloesano;
- preparare la colonna estraente aggiungendo goccia a goccia e agitando con una bacchetta di vetro 4 mL della soluzione di TOPO a 4 g di Microtene;
- aggiungere 50 mL di HCl 1 M, lasciare sotto agitazione per 1 ora e trasferire in colonna.

7.7. Separazione del Bismuto

- Trasferire la soluzione nella colonna estraente;
- eluire con un flusso di 2 mL/min e scartare l'eluato;
- lavare la colonna con 25 mL di HCl 3 M e scartare l'eluato;
- annotare data e ora della fine lavaggio (data separazione);
- eluire il bismuto con 50 mL di HNO₃ 8M con un flusso di 1 mL/min.;
- evaporare la soluzione a secchezza;
- riprendere il residuo con 2-3 mL di HCl concentrato ed evaporare a secchezza per eliminare completamente l'HNO₃. Ripetere l'operazione altre 2 volte;
- sciogliere il residuo in pochi mL di HCl 1M;
- aggiungere 1 mL di soluzione di Na₂S 0,5 M;
- filtrare il precipitato di bismuto solfuro su filtro in policarbonato, lavando il filtro con poca acqua e poi con etanolo.

7.8. Taratura

- Trasferire in un Beaker contenente 20 mL di acqua deionizzata bollita una quantità nota di soluzione di riferimento di ²¹⁰Pb (approssimativamente 50 Bq) all'equilibrio con ²¹⁰Bi, 5 mL di soluzione carrier di piombo e 5 mL di carrier di bismuto;
- aggiungere 1 mL di soluzione di Na₃S 0,5 M;
- filtrare su filtro in policarbonato, lavando il filtro con etanolo;
- misurare la sorgente di taratura utilizzando le impostazioni dello strumento predefinite e per un tempo sufficiente a registrare almeno 10.000 conteggi;

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 5 di 7 | |

- dopo il conteggio determinare la resa chimica di estrazione del Bismuto R , tramite spettrometria di assorbimento atomico (o alternativamente emissione ICP-AES);
- il precipitato dopo il conteggio viene sciolto con 1 mL di HNO_3 concentrato, trasferito in un matraccio tarato da 100 mL e portato a volume con acqua.

7.9. Misura radiometrica

- Il campione precipitato sul filtro è sottoposto a conteggio beta totale su contatore beta a basso fondo costituito da scintillatori plastici in anticoincidenza. Il conteggio viene ripetuto (da 3 a 6 volte) per misurarne il tempo di decadimento;
- durata e modalità dell'acquisizione sono definite dal laboratorio in funzione dell'attività stimata del campione e dell'incertezza statistica desiderata sul risultato.

7.10. Misura del campione di bianco

Trasferire sul portacampioni dello strumento di misura un filtro nuovo e misurarlo con la stessa procedura adottata precedentemente.

Note:

la misura del campione di bianco (normalmente un filtro dello stesso tipo utilizzato per la filtrazione finale del solfuro di bismuto) deve essere effettuata periodicamente (almeno una volta al mese);

è opportuno verificare la purezza dei reagenti preparando un campione di bianco applicando tutta la sopradescritta procedura ad un campione sicuramente esente da ^{210}Pb (acqua deionizzata).

8. Espressione dei risultati

8.1. Misura della concentrazione di attività

La concentrazione di attività c_A di ^{210}Pb nel campione, riferita alla data di campionamento, è data dalla seguente formula:

$$c_A = (r_g - r_0)W$$

dove

$$W = \frac{\lambda_{\text{Bi}} \cdot e^{\lambda_{\text{Bi}} T_2} e^{\lambda_{\text{Pb}} T_1}}{m \cdot R \cdot \varepsilon \cdot (1 - e^{-\lambda_{\text{Bi}} \Delta t})}$$

La resa chimica di estrazione del Bismuto R , si determina per spettrometria di assorbimento atomico (o alternativamente emissione ICP-AES).

Il precipitato dopo il conteggio viene sciolto con 1 mL di HNO_3 concentrato, trasferito in un matraccio tarato da 100 mL e portato a volume con acqua.

La resa chimica relativa si ottiene dalla seguente relazione:

$$R = \frac{c_{\text{oss}} \cdot V}{c_{\text{Bi}} \cdot Q}$$

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 6 di 7 | |

L'efficienza di rivelazione strumentale ε si calcola tramite la seguente formula:

$$\varepsilon = \frac{r_g - r_0}{T \cdot A \cdot R}$$

8.2. Incertezza

L'incertezza composta associata al risultato di misura $u(c_A)$ si calcola secondo la seguente formula:

$$u(c_A) = \sqrt{w^2 \cdot [u^2(r_g) + u^2(r_0)] + c^2 \cdot u_{rel}^2(w)} = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{r_0}{t_0} \right) + c^2 \cdot u_{rel}^2(w)}$$

dove l'incertezza del tempo di conteggio viene trascurata.

L'incertezza composta associata all'efficienza di rivelazione $u(\varepsilon)$ si calcola secondo la seguente formula:

$$u(\varepsilon) = \varepsilon \cdot \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_{sorg} + r_0}{r_{sorg} - r_0} \right)^2 + \left(\frac{u_A}{A} \right)^2 + u_{rel}^2(R)}$$

L'incertezza relativa di w si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(w) = u_{rel}^2(R) + u_{rel}^2(m) + u_{rel}^2(\varepsilon)$$

L'incertezza relativa di R si calcola secondo la seguente formula:

$$u_{rel}^2(R) = u_{rel}^2(r_{gt} - r_{0t}) + u_{rel}^2(A) = \frac{\left(\frac{r_{gt}}{t_g} + \frac{r_{0t}}{t_0} \right)}{(r_{gt} - r_{0t})^2} + u_{rel}^2(A)$$

$u_{rel}(A)$ include tutte le fonti di incertezza legate all'attività della sorgente di taratura

9. Limiti caratteristici

Soglia di decisione

La soglia di decisione c_A^* si ottiene secondo la seguente formula:

$$c_A^* = \frac{2.32 \cdot u(r_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_g \cdot m \cdot R}$$

Limite di rivelabilità

Il limite di rivelabilità $c_A^\#$ si ottiene secondo la seguente formula:

| | | | |
|-----------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-----------------|
| Task n. 01.01.04. - Trattamento campioni e metodi di analisi | DETERMINAZIONE DELLA CONCENTRAZIONE DI ATTIVITÀ DI PIOMBO-210 MEDIANTE SEPARAZIONE E CONTEGGIO BETA TOTALE DI BISMUTO-210 | Procedura operativa | |
| | | Cod.: | MET - 41 |
| | | Revisione: 00 | |
| | | Data emissione: 25/03/2014 | |
| | | Pagina 7 di 7 | |

$$c_A^{\#} = \frac{4.65 \cdot u(r_0) + 2.71}{\varepsilon \cdot t_g \cdot m \cdot R}$$

10. Controllo di qualità

E' necessario approntare e attuare un controllo qualità dell'intero procedimento, anche attraverso l'uso di opportune carte di controllo e la definizione di criteri di accettabilità.

La taratura in efficienza di rivelazione viene effettuata durante la messa a punto del metodo e, successivamente, ogni volta che il sistema di misura subisce un intervento di riparazione che ne modifica la risposta in efficienza. La taratura del rivelatore viene monitorata e verificata mensilmente attraverso i controlli di corretto funzionamento, e rimane validata fino a quando non si evidenziano scostamenti dai parametri di riferimento.

SEZIONE E

RACCOLTA, FLUSSO E VALIDAZIONE DATI

| |
|------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Rev. 0 del 30/06/2014 |
| Autori |
| Giancarlo Torri (ISPRA) Sonia Fontani (ISPRA) Giuseppe Menna (ISPRA) Leandro Magro (ISPRA). |

Note

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------|------------------|
| | | |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommario

| | |
|-------------------------------------------------------------------|------|
| INTRODUZIONE..... | E-5 |
| 1 RIFERIMENTI NORMATIVI..... | E-6 |
| 2 STRUTTURA DEL FLUSSO DEI DATI | E-7 |
| 2.1 Livello locale..... | E-7 |
| 2.2 Livello nazionale..... | E-8 |
| 2.3 Livello europeo | E-8 |
| 3 SISTEMA RADIA | E-12 |
| 3.1 DBRad..... | E-12 |
| 3.1.1 Contenuto informativo di DBRad | E-12 |
| 3.2 MIDRad..... | E-25 |
| 3.2.1 Caricamento dei dati..... | E-26 |
| 3.2.2 Interrogazione DB..... | E-29 |
| 3.3 Il processo della validazione dati | E-31 |
| 3.3.1 Attività di controllo eseguite dai produttori di dati | E-31 |
| 3.3.2 Attività di controllo “automatiche” del sistema RADIA..... | E-31 |
| 3.3.3 Attività di controllo “manuali” sul DBRad | E-33 |

ACRONIMI

APAT – Agenzia per la Protezione dell’Ambiente e per i Servizi tecnici (ora ISPRA)

APPA – Agenzie per la protezione dell’ambiente delle province autonome

ARPA, ARTA – Agenzie regionali per la protezione dell’ambiente

CE – Commissione Europea

CNR – Consiglio Nazionale delle Ricerche

CRI – Croce Rossa Italiana

DBRad – Data Base di radioattività ambientale

DSA – Direzione per la Salvaguardia Ambientale

EML – Environmental Measurements Laboratory

EN – Norme Europee

ENEA – Ente per le Nuove Tecnologie, l’Energia e l’Ambiente

EPA – Environmental Protection Agency

INMRI – Istituto di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti

IRSA – Istituto di Ricerca Sulle Acque

ISO – International Organization for Standardization

ISPRA – Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale

ISS – Istituto Superiore di Sanità

LIMS – Laboratory Information Management System,

MATTM – Ministero dell’Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare

MIDRad – Modulo Interscambio Dati di Radioattività

NORM – Naturally Occurring Radioactive Materials

RADIA – Sistema di trasferimento e archiviazione dati di radioattività ambientale

REM DB– Radioactivity Environmental Monitoring Data Base della Commissione Europea presso il Joint Research Center di Ispra (VA)

RESORAD – REte nazionale di SORveglianza della RADioattività ambientale

SINA – Sistema Informativo Nazionale Ambientale

SSNTD’s - Rivelatori a stato solido di tracce nucleari

UNI – Ente Nazionale Italiano di Unificazione

INTRODUZIONE

L'articolo 104 del Decreto Legislativo 230/95 e s.m.i. attribuisce l'esercizio del controllo sulla radioattività ambientale al Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare e il controllo sugli alimenti e bevande per consumo umano ed animale al Ministero della Salute; i controlli sono articolati in reti di sorveglianza regionale e reti di sorveglianza nazionale. Le reti regionali sono gestite dalle Regioni e affidate a strutture pubbliche idoneamente attrezzate, tipicamente le Agenzie regionali e provinciali per la protezione dell'ambiente (ARPA/APPA). Alle reti regionali si affianca la rete nazionale denominata RESORAD (Rete di SORveglianza della RADioattività ambientale), alla quale partecipano le ARPA/APPA ed ad altri enti, il cui fine è la produzione della serie definita di dati a livello nazionale, tenendo conto anche di quanto prescritto dalla normativa europea. In particolare, la rete RESORAD esercita un monitoraggio permanente sulla presenza di specifici radionuclidi in matrici ambientali e alimentari, mettendo in atto un piano di campionamento e misure in grado di garantire la rappresentatività dei dati a livello nazionale.

La presente task descrive pertanto la raccolta e il flusso dei dati della rete RESORAD tramite la piattaforma informatica RADIA dell'ISPRA costituita dalla banca dati DBRad e dal modulo di interscambio dati MIDRad operante sul WEB; tale sistema informatico è stato realizzato nell'ambito del Sistema Informativo Nazionale Ambientale (SINA) e con gli standard della Commissione Europea ed è gestito dall'ISPRA. Tramite MIDRad, gli utenti accreditati possono, se autorizzati, caricare e modificare autonomamente i dati di propria competenza su DBRad e visualizzarne, senza restrizioni, tutto contenuto. Il sistema RADIA è anche predisposto per ottemperare agli obblighi derivanti dall'articolo 36 del Trattato Euratom, che richiede ad ogni Stato Membro la regolare trasmissione dei dati sui controlli radiometrici (effettuati secondo l'art. 35 dello stesso Trattato) alla Commissione Europea.

Gli stessi soggetti appartenenti alla rete RESORAD sono, inoltre, chiamati, sulla base del DPCM 19 marzo 2010 "Piano nazionale delle misure protettive contro le emergenze radiologiche", a fornire i dati sui rilevamenti effettuati al Centro Elaborazione e Valutazione Dati (CEVaD) dell'ISPRA a supporto del Dipartimento della Protezione Civile della Presidenza del Consiglio dei Ministri per la gestione delle emergenze. A tale proposito, l'ISPRA ha predisposto un'altra piattaforma di raccolta e trasferimento dati, denominata EMERAD, strutturata in modo simile a RADIA e attiva in caso di evento incidentale.

1 RIFERIMENTI NORMATIVI

Nell'ambito dei paesi della Comunità Europea, i principi fondamentali che regolano il controllo e lo scambio di informazioni in materia di radioattività nell'ambiente sono riportati negli articoli 35 e 36 del trattato istitutivo della Comunità Europea dell'Energia Atomica del 25 marzo 1957 (Trattato Euratom) che stabiliscono l'impegno di ciascuno stato a svolgere in maniera permanente i relativi controlli ed a comunicarne i risultati alla Commissione su base periodica.

Tali principi sono stati recepiti dalla legislazione italiana inizialmente con il D.P.R. 13 febbraio 1964, n. 185 e successivamente con il D.Lgs. n. 230 del 17 marzo 1995 e successive modifiche e integrazioni che disciplina le attività che possono comportare un'esposizione dei lavoratori e della popolazione alle radiazioni ionizzanti. In base all'art. 104 del suddetto decreto, il controllo sulla radioattività ambientale è esercitato dal Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare. Il controllo sugli alimenti e bevande per consumo umano e animale è esercitato dal Ministero della Salute. Il complesso dei controlli è articolato in reti di sorveglianza regionali e reti di sorveglianza nazionali.

La gestione delle reti regionali è affidata alle singole regioni, le quali devono avvalersi per l'effettuazione di prelievi e misure, di strutture pubbliche idoneamente attrezzate, anche attraverso forme consortili tra le regioni stesse.

Le reti nazionali si avvalgono dei rilevamenti e delle misure effettuati da istituti, enti e organismi idoneamente attrezzati.

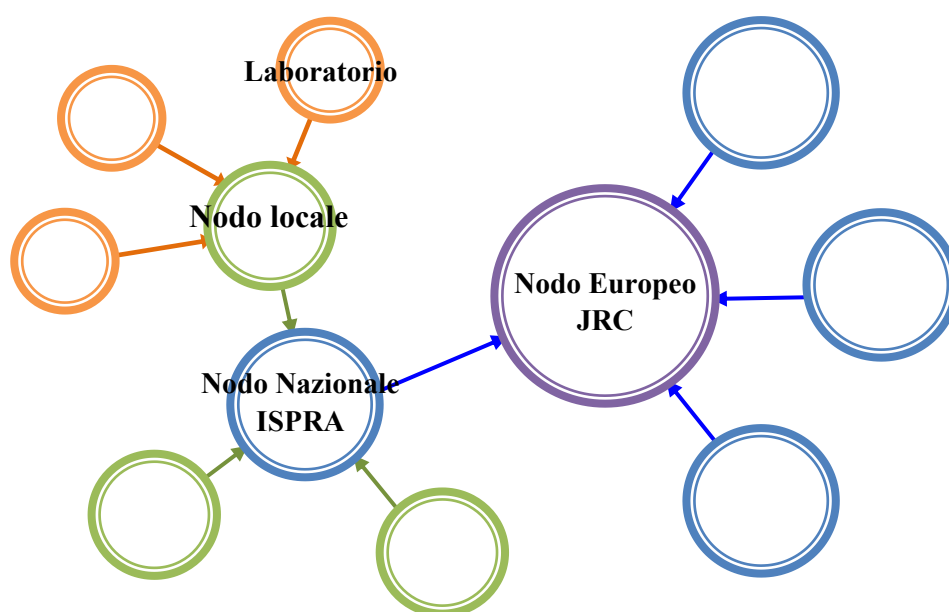
Per garantire l'omogeneità dei criteri di rilevamento e delle modalità di esecuzione dei prelievi e delle misure ai fini dell'interpretazione integrata dei dati rilevati, le funzioni di coordinamento tecnico sono affidate all'ISPRA. Nell'ambito di tale coordinamento l'ISPRA deve provvedere alla diffusione dei dati relativi ai risultati delle misure effettuate e alla trasmissione degli stessi, con cadenza annuale, alla Commissione Europea in ottemperanza al Trattato Euratom.

Completa il quadro normativo la Raccomandazione della Commissione Europea 2000/473/Euratom del 8 giugno 2000, relativa all'applicazione dell'art. 36 del trattato Euratom, riguardante il controllo del grado di radioattività nell'ambiente al fine di determinare l'esposizione dell'insieme della popolazione. La raccomandazione stabilisce i criteri generali per la realizzazione della struttura della rete attraverso la suddivisione del territorio dell'Unione Europea in macroregioni e la definizione dei tipi di campionamento, delle principali misurazioni da effettuare e delle informazioni associate alle misurazioni stesse.

2 STRUTTURA DEL FLUSSO DEI DATI

La rete RESORAD è attualmente costituita dall'insieme delle Agenzie regionali e provinciali per la protezione dell'ambiente, che a loro volta sono soggetti attuatori delle rispettive reti regionali di sorveglianza della radioattività ambientale, e da altri istituti enti e organismi idoneamente attrezzati che, storicamente (Croce Rossa Italiana) o più recentemente (Istituti Zooprofilattici Sperimentali), contribuiscono al complesso delle misure.

I dati prodotti dalla rete RESORAD sono raccolti a livello nazionale da ISPRA ed inviati annualmente alla Commissione Europea. Ne consegue che il flusso principale dei dati è articolato su 3 livelli ovvero produttori di dati locali (nodi della rete RESORAD), nazionale ed europeo e può essere illustrato secondo lo schema a stella riportato in figura:



2.1 Livello locale

A livello locale le ARPA/APPA e gli altri enti ed istituti che partecipano alla rete RESORAD presentano un panorama molto variegato sulle modalità di raccolta e gestione dei dati delle misure di laboratorio effettuate. Alcune ARPA/APPA sono dotate di un sistema per la gestione di tutti i campioni e le misure effettuate, LIMS (Laboratory Information and Management System). Altri laboratori sono provvisti di database locali in diversi ambienti informatici alcuni dei quali si interfacciano con il sistema LIMS. L'archiviazione dei dati nel database per alcuni laboratori è manuale, per altri è automatica. Ad esempio esistono applicativi software che consentono di archiviare automaticamente i dati utilizzando, come sorgente, il file di testo del report di analisi prodotto dal software di spettrometria gamma. Tali applicativi sono sviluppati in maniera modulare allo scopo di realizzare le adeguate interfacce tra i prodotti software di analisi e archiviazioni dei dati. Tali moduli consentono la lettura dei diversi file ASCII ottenuti dai report di analisi, la modifica e selezione dei dati analitici da parte dell'utente, l'inserimento automatico dei risultati relativi a campioni già inseriti nel LIMS, verificata la corrispondenza tra dati analitici dei report di analisi e informazioni preesistenti sul campione in esame.

In alcuni casi, dove è stato realizzato un DB strutturato, è possibile estrarre, con opportune query, un file dati interfacciabile con DBRad. In altri casi non esiste un DB strutturato e i dati sono archiviati su fogli elettronici quali ad esempio Microsoft Excel o Access.

2.2 Livello nazionale

A livello nazionale l'ISPRA, nell'ambito delle attività del SINA, ha realizzato nel corso del 2005 il sistema RADIA costituito dalla banca dati nazionale della rete RESORAD (DBRad) e dal modulo di interfaccia web per l'interscambio dei dati (MIDRad).

DBRad è un data base sviluppato in ambiente ORACLE, residente su server ISPRA adeguato agli standard informativi e tecnologici del SINA e della CE.

La banca dati è stata strutturata in modo razionale e flessibile.

È organizzata in tabelle che hanno precise proprietà e sono in relazione tra loro e con il nucleo base del DB costituito da



Ad ogni "matrice" corrispondono infiniti campioni e ad ogni "campione" possono corrispondere infinite "misure"; tali corrispondenze, nella disciplina delle banche dati sono chiamate relazioni da uno a molti. Le relazioni che intercorrono tra le diverse tabelle/entità sono state realizzate con lo scopo di permettere la costruzione di "query" (interrogazioni strutturate dei dati presenti nel data base) adatte a rispondere a tutte le domande informative che la banca dati può essere chiamata a soddisfare.

La flessibilità è riferita alla possibilità di aggiungere e/o modificare rapidamente i contenuti informativi del DB per adattarli ad esigenze di miglioramento o di eventuali cambiamenti nelle pratiche operative della rete senza dover rimettere in discussione la struttura portante del DB.

Ogni record contenuto nel DB potrebbe, inoltre, essere associato ad una serie di metadati per avere un corredo informativo completo ed esaustivo su ogni dato caricato.

DBRad è stato concepito non solo per immagazzinare i dati della rete RESORAD, ma anche per essere una banca nazionale ad ampio spettro di tutti i dati di radioattività prodotti a livello nazionale, a disposizione di tutti i soggetti istituzionalmente interessati ai problemi di radioattività nell'ambiente e negli alimenti. DBRad può quindi raccogliere anche i dati prodotti dalle reti locali di controllo sugli impianti e/o depositi nucleari, nell'ambito di campagne straordinarie in siti potenzialmente contaminati o dettate da particolari esigenze di monitoraggio a seguito di eventi accidentali (ad esempio l'incidente di Fukushima). Ogni dato è quindi corredato da un'opportuna valenza in relazione alla finalità con cui è stato prodotto ed immagazzinato.

Come già accennato la banca dati è raggiungibile via web, se si è dotati di credenziali di accesso (username e password), tramite l'interfaccia software MIDRad; questo consente un facile accesso a tutti gli utenti della rete RESORAD e garantisce al tempo stesso stabilità e sicurezza. Attraverso il modulo MIDRad è possibile, da parte degli utenti abilitati, il caricamento dei dati e l'interrogazione del DB. Inoltre è possibile estrarre da DBRad un file dati compatibile con lo standard informativo della banca dati europea DBRem.

2.3 Livello europeo

In ottemperanza agli art. 35 e 36 del Trattato Euratom tutti i paesi membri sono dotati di sistemi di monitoraggio della radioattività e sono tenuti ad inviare regolarmente i risultati delle relative misure alla Commissione Europea. A tal fine la Commissione ha realizzato una banca dati, denominata REMdb, gestita dal gruppo REM (Radioactivity Environmental Monitoring) del Joint Research Center (JRC) situato nel comune italiano di Ispra (VA), per memorizzare i dati sulla sorveglianza della radioattività dei ventisette Stati membri e poter predisporre relazioni periodiche sui controlli effettuati. REMdb è accessibile via internet tramite credenziali di accesso e ogni utente abilitato può caricarvi i propri dati e visualizzarne tutto il contenuto che, attualmente, è costituito da oltre due milioni di record di informazioni.

Come accennato nel paragrafo precedente, il modulo MIDRad dell'ISPRA è predisposto per estrarre un file dati compatibile con lo standard informativo di REMdb. L'utente del nodo nazionale abilitato alla trasmissione dei dati (attualmente l'ISPRA per l'Italia) deve installare sul proprio computer l'applicativo

software fornito dalla Commissione Europea, il *REM data submission tool*, che permette da remoto di analizzare ed eventualmente correggere i dati contenuti nel file e, infine, trasferirli su database. Il JRC organizza periodicamente appositi stage formativi per rappresentanti degli Stati Membri sulle modalità di utilizzo del sistema del quale riportiamo di seguito alcuni *screenshot*.

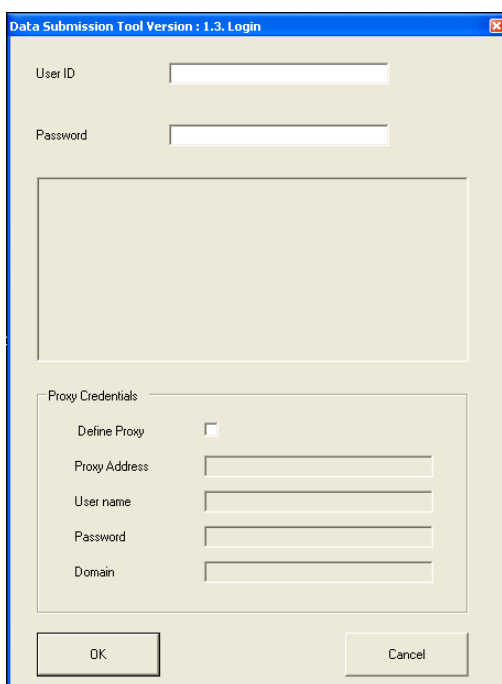


Figura 2.3a – Modulo di accesso del *REM data submission tool*

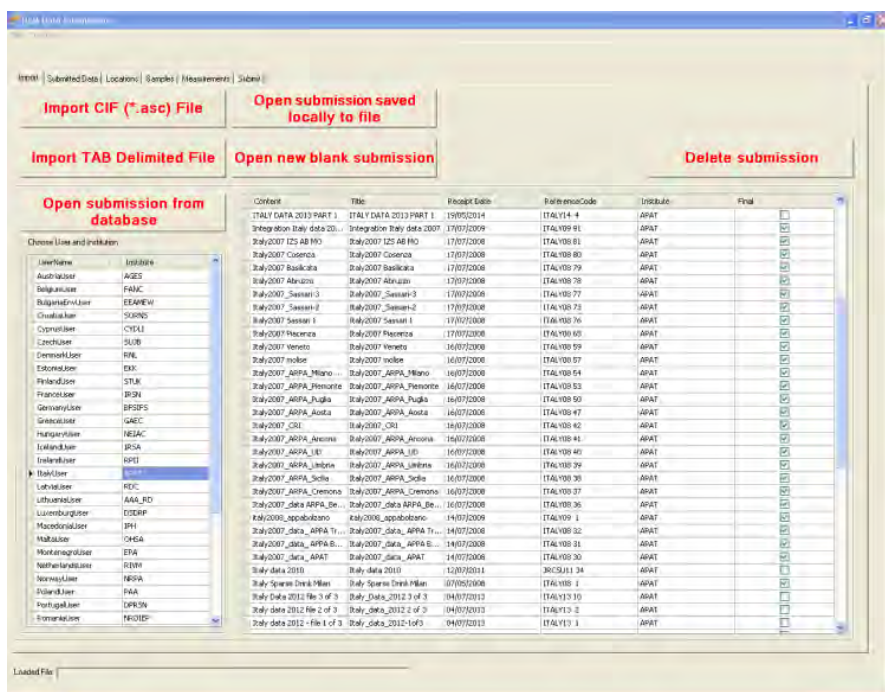


Figura 2.3b – Modulo per la consultazione o il caricamento ai fini del controllo dei dati

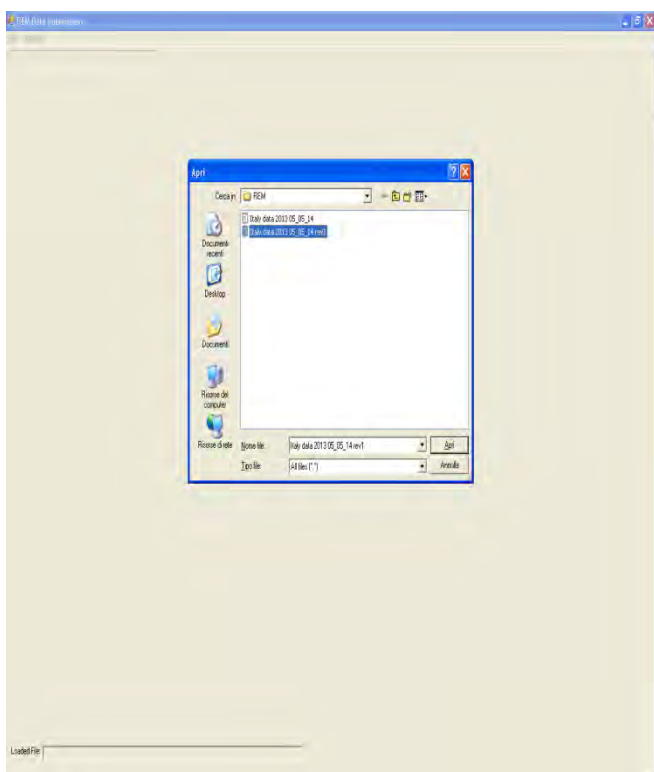


Figura 2.3c – Modulo per il caricamento del file dati ai fini dell’espletamento delle procedure di controllo

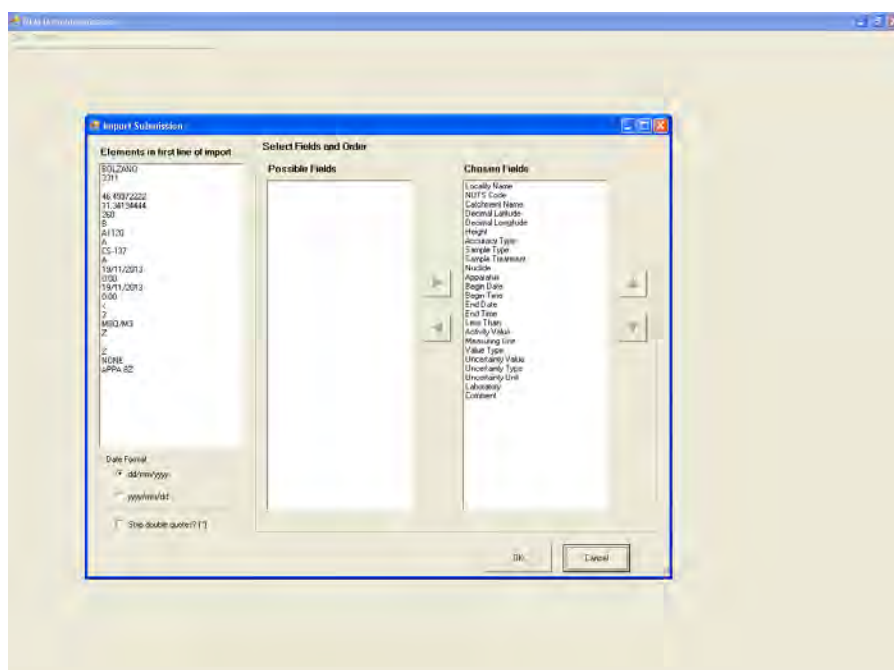


Figura 2.3 d– Modulo per la scelta e l’ordine dei campi del file dati

| Location | Sample Type | Sample Treatment | Begin Date/Time | End Date/Time | Laboratory | Error Mes... |
|-----------|---------------------------------|------------------|------------------|------------------|------------|--------------|
| MATERA | TOTAL DEPOSITION | UNSPECIFIED | 24/10/2013 00.00 | 24/10/2013 00.00 | CRB-MT | |
| MATERA | TOTAL DEPOSITION | UNSPECIFIED | 22/11/2013 00.00 | 31/12/2013 00.00 | CRB-MT | |
| MATERA | WHALE MILK-COW, CRUCI | UNSPECIFIED | 01/01/2013 00.00 | 31/12/2013 00.00 | CRB-MT | |
| MATIS | DRINKING WATER | UNSPECIFIED | 14/10/2013 00.00 | 14/10/2013 00.00 | CRB-IVR | |
| MATTE | LEAF AND STEM VEGETABLES | UNSPECIFIED | 20/11/2013 00.00 | 20/11/2013 00.00 | CRB-IVR | |
| MAZZIN | BILIBERRIES | UNSPECIFIED | 17/09/2013 00.00 | 17/09/2013 00.00 | APPA-TN | |
| MERANO | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 22/10/2013 00.00 | 22/10/2013 00.00 | APPA-LD | |
| MELTINA | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 01/09/2013 00.00 | 02/09/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MELTINA | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 02/09/2013 00.00 | 02/09/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MELTINA | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 13/09/2013 00.00 | 14/09/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MELTINA | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 19/09/2013 00.00 | 19/09/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MELTINA | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 21/09/2013 00.00 | 21/09/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MELTINA | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 22/10/2013 00.00 | 23/10/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MERANO | BILIBERRIES | UNSPECIFIED | 12/10/2013 00.00 | 12/10/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MERANO | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 07/08/2013 00.00 | 08/08/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MERANO | MUSHROOMS | UNSPECIFIED | 01/10/2013 00.00 | 02/10/2013 00.00 | APPA-BZ | |
| MESSEZ | BOAR | UNSPECIFIED | 01/10/2013 00.00 | 01/10/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MESSINA | SEA FISH | UNSPECIFIED | 19/09/2013 00.00 | 19/09/2013 00.00 | APPA-CT | |
| MESSINA | SEMI-SKIMMED MILK | UNSPECIFIED | 10/10/2013 00.00 | 10/10/2013 00.00 | APPA-CT | |
| MEZZANO | BILIBERRIES | UNSPECIFIED | 20/09/2013 00.00 | 20/09/2013 00.00 | APPA-TN | |
| MILANO... | POW. MEAT, MUSCLE | UNSPECIFIED | 14/02/2013 00.00 | 14/02/2013 00.00 | APPA-TN | |
| MILANZ | BLACKBERRIES | UNSPECIFIED | 05/09/2013 00.00 | 05/09/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR - UNSPECIFIED, C... | UNSPECIFIED | 03/06/2013 00.00 | 10/06/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR - UNSPECIFIED, C... | UNSPECIFIED | 15/07/2013 00.00 | 22/07/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR - UNSPECIFIED, C... | UNSPECIFIED | 29/07/2013 00.00 | 05/08/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR - UNSPECIFIED, C... | UNSPECIFIED | 28/10/2013 00.00 | 04/11/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR - UNSPECIFIED, C... | UNSPECIFIED | 23/12/2013 00.00 | 30/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 03/06/2013 00.00 | 10/06/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 15/07/2013 00.00 | 22/07/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 29/07/2013 00.00 | 05/08/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 28/10/2013 00.00 | 04/11/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 02/12/2013 00.00 | 30/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 09/12/2013 00.00 | 16/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 16/12/2013 00.00 | 23/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 23/12/2013 00.00 | 30/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 24/12/2013 00.00 | 31/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 27/12/2013 00.00 | 30/12/2013 00.00 | CRB-ME | |
| MILANO | OUTDOOR AIR, PARTICULATES ... | UNSPECIFIED | 30/12/2013 00.00 | 07/01/2014 00.00 | CRB-ME | |

Figura 2.3e – Uno dei moduli per la visualizzazione e l'eventuale correzione del contenuto di alcuni campi del file dai

File: [Intr dati 2013 part 12]
 Sequence Number: [12]
 Date: [Intr dati 2013 part 12]
 Submit

Please use the file Submission_V01_C02.xls to check your submission!

Figura 2.3f – Modulo per il popolamento del REMdb

3 SISTEMA RADIA

Il sistema informatico RADIA, residente in ISPRA e raggiungibile via web, si compone di due strutture tra loro interconnesse: una piattaforma informatica, denominata MIDRad, per la trasmissione e la gestione delle informazioni contenute nella banca dati e la banca dati vera e propria denominata DBRad.

3.1 DBRad

DBRad (Data Base Radioattività) è la banca dati della rete RESORAD ed è residente presso l'ISPRA.

I principali criteri tenuti in considerazione durante la fase progettuale ai fini della realizzazione definitiva sono stati:

- la normativa sia nazionale sia europea;
- i lavori sviluppati in un ambito dei Centri Tematici Agenti Fisici (CTN_AGF) anni 1999-2001 e 2002-2004;
- l'esperienza maturata negli anni dai laboratori della rete RESORAD nel campo della misura della radioattività;
- i sistemi di gestione del flusso e dell'archiviazione dei dati utilizzati dai partecipanti alla rete RESORAD e di quelli impiegati a livello europeo;
- la tecnologia informatica di base diffusa tra i nodi della rete ai fini dell'ottimizzazione della trasmissione dei dati;
- la necessità del miglioramento dei controlli sulla radioattività attuato anche attraverso il miglioramento della qualità della gestione e del flusso dei dati;
- l'ottimizzazione economica;
- l'utilizzo del web.

3.1.1 Contenuto informativo di DBRad

Il contenuto informativo del record base di DBRad è suddiviso in blocchi principali, ciascuno dotato di più campi che possono essere obbligatori e/o codificati secondo quanto descritto dalla tabella seguente:

| TIPOLOGIA DEL BLOCCO PRINCIPALE | NOME CAMPO | CODIFICA | SPECIFICA DEL CAMPO |
|--------------------------------------|-------------------------------------|----------|-----------------------------------------------------|
| Laboratorio di riferimento | Nome laboratorio | SI | Obbligatorio |
| | Regione | SI | Obbligatorio |
| Georeferenziazione del campionamento | Comune di prelievo | SI | Obbligatorio |
| | Catchment | NO | Facoltativo |
| | Latitudine | NO | Obbligatorio solo per campioni ambientali |
| | Longitudine | NO | Obbligatorio solo per campioni ambientali |
| | Località prelievo (frazione,ecc) | NO | Facoltativo |
| | Provincia prelievo | SI | Obbligatorio |
| | Codice nazione provenienza | SI | Facoltativo |
| Individuazione del campione | Identificativo analisi/ campione | NO | Obbligatorio |
| | Codice matrice | SI | Obbligatorio |
| Tempo di campionamento | Data inizio (ora inizio) | SI NO | Obbligatorio per la data Facoltativo per l'ora |
| | Data fine (ora fine) | SI NO | Obbligatorio per la data Facoltativo per l'ora |
| | Tipo campione | SI | Obbligatorio |
| Caratteristiche del campione | Identificativo motivo campionamento | SI | Obbligatorio |
| | Nuclide | SI | Obbligatorio |
| Misura | Indicatore MAR (<=) | SI | Obbligatorio se misura < MAR |
| | Attività specifica | SI | Indica la MAR se "indicatore MAR" è compilato con < |
| | Unità di misura | SI | Obbligatorio |
| | Incertezza | NO | Obbligatorio se "indicatore MAR" è vuoto |
| | Unità di misura incertezza | SI | Obbligatorio se "indicatore MAR" è vuoto |
| Note | Note | NO | Facoltativo |

Di seguito sono riportate le indicazioni necessarie al riempimento di ogni singolo campo.

Campo “nome laboratorio”

Il campo deve essere riempito secondo la codifica assegnata al laboratorio che ha effettuato la misura. Le codifiche sono descritte nella tabella seguente:

| CODIFICAZIONE LABORATORIO | DESCRIZIONE |
|---------------------------|---------------------------------------------------------------------------|
| APPA BZ | APPA Bolzano - laboratorio di Bolzano |
| APPA TN | APPA Trento - laboratorio di Trento |
| ARPA BG | ARPA Lombardia - laboratorio di Bergamo |
| ARPA CT | ARPA Calabria - laboratorio di Catania |
| ARPA LT | ARPA Lazio - laboratorio di Latina |
| ARPA PA | ARPA Sicilia - laboratorio di Palermo |
| ARPA PC | ARPA Emilia - Romagna - laboratorio di Piacenza |
| ARPA PG | ARPA Umbria - laboratorio di Perugia |
| ARPA UD | ARPA Friuli Venezia Giulia – laboratorio di Udine |
| ARPA VC | ARPA Piemonte - laboratorio di Vercelli |
| ARPA VT | ARPA Lazio - aboratorio di Viterbo |
| ARPAM AN | ARPA Marche - laboratorio di Ancona |
| CASACCIA | Laboratorio centro ricerche ENEA Casaccia |
| CNVVF RM | Laboratorio Vigili Del Fuoco di Roma |
| CRI | Laboratorio Croce Rossa Italiana |
| CRR ABRUZ | ARTA Abruzzo - Laboratorio di Pescara |
| CRR AO | ARPA Valle D’Aosta - Laboratorio di Aosta |
| CRR BA | ARPA Puglia - laboratorio di Bari |
| CRR CA | ARPA Sardegna laboratorio di Cagliari |
| CRR CAL | ARPA Calabria laboratorio di Reggio Calabria |
| CRR CAMP | ARPA Campania – Laboratorio di Salerno |
| CRR FI | ARPA Toscana - laboratorio di Firenze |
| CRR GE | ARPA Liguria - laboratorio di Genova |
| CRR IVR | ARPA Piemonte - laboratorio di Ivrea |
| CRR MI | ARPA Lombardia - laboratorio di Milano |
| CRR MOLISE | ARPA Molise - Laboratorio di Campobasso |
| CRR MT | ARPA Basilicata - laboratorio di Matera |
| CRR VR | ARPA Veneto - laboratorio di Verona |
| DAP BL | ARPA Veneto - laboratorio di Belluno |
| DAP PD | ARPA Veneto - laboratorio di Padova |
| DAP VE | ARPA Veneto - laboratorio di Venezia |
| DAP VI | ARPA Veneto - laboratorio di Vicenza |
| DIP CS | ARPA Calabria - laboratorio di Cosenza |
| DIP SS | ARPA Sardegna - laboratorio di Sassari |
| ISPRA | Laboratorio Servizio misure radiometriche |
| IZS AB MOL | Laboratorio dell'Istituto Zooprofilattico dell'Abruzzo e del Molise |
| IZS LT | Laboratorio dell'Istituto Zooprofilattico del Lazio e della Toscana |
| IZS PB | Laboratorio dell'Istituto Zooprofilattico della Puglia e della Basilicata |
| RL AVOGADRO | Laboratorio deposito nucleare Avogadro |
| RL BOSCO MARENGO | Laboratorio centrale di Bosco Marengo |
| RL CAORSO | Laboratorio centrale di Caorso |
| RL GARIGLIANO | Laboratorio area disattivazione Garigliano |
| RL ISPRA | Laboratorio rete locale JRC Ispra (VA) |

| | |
|-------------|-------------------------------------------------------------------|
| RL LATINA | Laboratorio centrale di Latina |
| RL LENA | Laboratorio energia nucleare applicata (lena) università di Pavia |
| RL SALUGGIA | Laboratorio centrale EUREX di Saluggia |
| RL TRINO | Laboratorio centrale di Trino |
| RL TRISAIA | Laboratorio centrale ITREC di Trisaia |
| VVFF | Rete Ministero degli Interni - Vigili Del Fuoco |

Campo “Regione”

Tale campo deve essere riempito secondo la codifica assegnata alla regione nella quale è stata effettuata la misura. Le codifiche sono descritte nella tabella seguente:

| CODIFICAZIONE CAMPO “REGIONE” |
|-------------------------------|
| Piemonte |
| Valle d'Aosta |
| Lombardia |
| Trentino-Alto Adige |
| Veneto |
| Friuli-Venezia Giulia |
| Liguria |
| Emilia-Romagna |
| Toscana |
| Umbria |
| Marche |
| Lazio |
| Abruzzo |
| Molise |
| Campania |
| Puglia |
| Basilicata |
| Calabria |
| Sicilia |
| Sardegna |

Campo “Comune di prelievo”

Il campo “Comune di prelievo” deve essere riempito secondo la codifica assegnata al comune nel quale è stata effettuata la misura. Le codifiche riproducono fedelmente i nomi ufficiali degli oltre ottomila comuni italiani e non sono riportate per motivi di spazio.

Campo “catchment”

Il campo “catchment” rappresenta il bacino idrico al quale si riferiscono le misure del campione analizzato che, pertanto, deve necessariamente afferire a matrici di tipo acquatico (acqua di lago, sedimenti marini, ecc.). Il campo va riempito inserendo il nome del bacino idrico interessato (mare Adriatico, lago di Garda, fiume Arno, ecc.), è facoltativo e non codificato ed è stato inserito in quanto presente nell’analogha banca dati della Commissione Europea.

Campi “latitudine” e “longitudine”

I campi “latitudine” e “longitudine” sono obbligatori solo per campioni classificati come ambientali cioè quando il campo “tipo campione” (descritto più avanti) è riempito in modo opportuno. Per i campioni di tipo alimentare i campi sono facoltativi e, se non riempiti, il sistema assegna automaticamente il valore delle coordinate del centroide del comune nel quale è stato effettuato il campionamento della matrice alimentare. Le coordinate devono essere inserite nel formato primi minuti secondi (gg°mm'ss" o gg.mm.ss) del punto di prelievo su datum (ellissoide di riferimento) WGS 84.

Campo “frazione, ecc. indicativo località prelievo”.

Il campo “frazione, ecc. indicativo località prelievo” è facoltativo e può essere riempito con indicazioni specifiche, rispetto al punto di campionamento, non presenti nei campi che si riferiscono alla localizzazione del campione.

Campo “provincia di prelievo”.

Il campo “provincia di prelievo” è obbligatorio e in esso va riportata la sigla della provincia di campionamento.

Campo “codice nazione provenienza”.

Il campo “codice nazione provenienza” è facoltativo e per gli alimenti di importazione si raccomanda, ove noto, di inserire il codice della nazione di provenienza secondo la codifica ISO 3166-1 riportata nella tabella sottostante.

| DESCRIZIONE | CODIFICA | DESCRIZIONE | CODIFICA | DESCRIZIONE | CODIFICA |
|-------------------|----------|------------------------------------------|----------|---------------------------------|----------|
| Mar Adriatico | A | Groenlandia | 304 | Paesi Bassi | 528 |
| Mar Ionio | B | Guadalupa | 312 | Pakistan | 586 |
| Mar Tirreno | C | Guam | 316 | Palau | 585 |
| Mar Mediterraneo | D | Guatemala | 320 | Panamá | 591 |
| Oceano Atlantico | E | Guernsey | 831 | Papua Nuova Guinea | 598 |
| Oceano Pacifico | F | Guinea | 324 | Paraguay | 600 |
| Oceano Indiano | G | Guinea Equatoriale | 226 | Perù | 604 |
| Mare del Nord | H | Guinea-Bissau | 624 | Pitcairn | 612 |
| Afghanistan | 4 | Guyana | 328 | Polinesia Francese | 258 |
| Albania | 8 | Guyana Francese | 254 | Polonia | 616 |
| Algeria | 12 | Haiti | 332 | Porto Rico | 630 |
| Andorra | 20 | Honduras | 340 | Portogallo | 620 |
| Angola | 24 | Hong Kong | 344 | Qatar | 634 |
| Anguilla | 660 | India | 356 | Regno Unito | 826 |
| Antartide | 10 | Indonesia | 360 | Repubblica Ceca | 203 |
| Antigua e Barbuda | 28 | Iran | 364 | Repubblica Centrafricana | 140 |
| Arabia Saudita | 682 | Iraq | 368 | Repubblica del Congo | 178 |
| Argentina | 32 | Islanda | 352 | Repubblica Democratica de Congo | 180 |
| Armenia | 51 | Isola Bouvet | 74 | Repubblica Dominicana | 214 |
| Aruba | 533 | Isola di Man | 833 | Reunion | 638 |
| Australia | 36 | Isola di Natale | 162 | Romania | 642 |
| Austria | 40 | Isola Heard e Isole McDonald | 334 | Ruanda | 646 |
| Azerbaijan | 31 | Isola Norfolk | 574 | Sahara Occidentale | 732 |
| Bahamas | 44 | Isole Alend | 248 | Saint Kitts e Nevis | 659 |
| Bahrain | 48 | Isole BES | 535 | Saint Pierre e Miquelon | 666 |
| Bangladesh | 50 | Isole Cayman | 136 | Saint Vincent e Grenadine | 670 |
| Barbados | 52 | Isole Cocos | 166 | Saint-Barthélemy | 652 |
| Belgio | 56 | Isole Cook | 184 | Saint-Martin | 663 |
| Belize | 84 | Isole Falkland | 238 | Samoa | 882 |
| Benin | 204 | Isole Faroe | 234 | Samoa Americane | 16 |
| Bermuda | 60 | Isole Marianne Settentrionali | 580 | San Marino | 674 |
| Bhutan | 64 | Isole Marshall | 584 | Santa Lucia | 662 |
| Bielorussia | 112 | Isole Minori degli Stati Uniti d'America | 581 | Sant'Elena | 654 |
| Bolivia | 68 | Isole Solomon | 90 | Sao Tome e Principe | 678 |
| Bosnia-Erzegovina | 70 | Isole Turks e Caicos | 796 | Senegal | 686 |
| Botswana | 72 | Isole Vergini Americane | 850 | Serbia | 688 |

| | | | | | |
|---------------------|-----|---------------------------|-----|-------------------------------------------|-----|
| Brasile | 76 | Isole Vergini Britanniche | 92 | Seychelles | 690 |
| Brunei Darussalam | 96 | Israele | 376 | Sierra Leone | 694 |
| Bulgaria | 100 | Italia | 380 | Singapore | 702 |
| Burkina Faso | 854 | Jersey | 832 | Sint Maarten | 534 |
| Burundi | 108 | Kazakistan | 398 | Siria | 760 |
| Cambogia | 116 | Kenya | 404 | Slovacchia | 703 |
| Camerun | 120 | Kirghizistan | 417 | Slovenia | 705 |
| Canada | 124 | Kiribati | 296 | Somalia | 706 |
| Capo Verde | 132 | Kuwait | 414 | Spagna | 724 |
| Ciad | 148 | Laos | 418 | Sri Lanka | 144 |
| Cile | 152 | Lesotho | 426 | Stati Federati della Micronesia | 583 |
| Cina | 156 | Lettonia | 428 | Stati Uniti d'America | 840 |
| Cipro | 196 | Libano | 422 | Sud Africa | 710 |
| Città del Vaticano | 336 | Liberia | 430 | Sud Georgia e Isole Sandwich | 239 |
| Colombia | 170 | Libia | 434 | Sudan | 729 |
| Comore | 174 | Liechtenstein | 438 | Sudan del Sud | 728 |
| Corea del Nord | 408 | Lituania | 440 | Suriname | 740 |
| Corea del Sud | 410 | Lussemburgo | 442 | Svalbard e Jan Mayen | 744 |
| Costa d'Avorio | 384 | Macao | 446 | Svezia | 752 |
| Costa Rica | 188 | Macedonia | 807 | Svizzera | 756 |
| Croazia | 191 | Madagascar | 450 | Swaziland | 748 |
| Cuba | 192 | Malawi | 454 | Tagikistan | 762 |
| Curaçao | 531 | Maldive | 462 | Tailandia | 764 |
| Danimarca | 208 | Malesia | 458 | Taiwan | 158 |
| Dominica | 212 | Mali | 466 | Tanzania | 834 |
| Ecuador | 218 | Malta | 470 | Territori Francesi del Sud | 260 |
| Egitto | 818 | Marocco | 504 | Territori Palestinesi Occupati | 275 |
| Eire | 372 | Martinica | 474 | Territorio Britannico dell'Oceano Indiano | 86 |
| El Salvador | 222 | Mauritania | 478 | Timor Est | 626 |
| Emirati Arabi Uniti | 784 | Mauritius | 480 | Togo | 768 |
| Eritrea | 232 | Mayotte | 175 | Tokelau | 772 |
| Estonia | 233 | Messico | 484 | Tonga | 776 |
| Etiopia | 231 | Moldavia | 498 | Trinidad e Tobago | 780 |
| Federazione Russa | 643 | Monaco | 492 | Tunisia | 788 |
| Fiji | 242 | Mongolia | 496 | Turchia | 792 |
| Filippine | 608 | Montenegro | 499 | Turkmenistan | 795 |
| Finlandia | 246 | Montserrat | 500 | Tuvalu | 798 |
| Francia | 250 | Mozambico | 508 | Ucraina | 804 |
| Gabon | 266 | Myanmar | 104 | Uganda | 800 |
| Gambia | 270 | Namibia | 516 | Ungheria | 348 |
| Georgia | 268 | Nauru | 520 | Uruguay | 858 |
| Germania | 276 | Nepal | 524 | Uzbekistan | 860 |
| Ghana | 288 | Nicaragua | 558 | Vanuatu | 548 |
| Giamaica | 388 | Niger | 562 | Venezuela | 862 |
| Giappone | 392 | Nigeria | 566 | Vietnam | 704 |
| Gibilterra | 292 | Niue | 570 | Wallis e Futuna | 876 |
| Gibuti | 262 | Norvegia | 578 | Yemen | 887 |
| Giordania | 400 | Nuova Caledonia | 540 | Zambia | 894 |
| Grecia | 300 | Nuova Zelanda | 554 | Zimbabwe | 716 |
| Grenada | 308 | Oman | 512 | provenienza sconosciuta | 895 |

Campo "Identificativo analisi/campione"

Il campo "Identificativo analisi/campione" non è codificato e va riempito con il codice alfanumerico (che di regola per ogni laboratorio è univoco) assegnato al campione analizzato. Tale campo è una delle chiavi primarie della banca dati, strutturata in modo da riferire ad esso una sola matrice e più radionuclidi. Se volutamente o accidentalmente vengono inserite tipologie di misure relative ad un codice campione già presente in DBRad, le tipologie di misure già presenti nella banca dati saranno sovrascritte e quindi cancellate a favore delle nuove. Ciò può avvenire, però, solo per dati appartenenti al singolo laboratorio; non avvengono sovrascritture tra dati di diversi laboratori.

Campo “codice matrice”

Il campo “codice matrice” è un campo obbligatorio e codificato e va riempito con il codice relativo alla matrice costituente il campione. Il codice matrice può ricavarsi tramite la tabella riportata sotto nella quale la classificazione su due livelli delle matrici è del tutto arbitraria.

| MATRICE (1° livello) | MATRICE (2° livello) | CODICE | MATRICE (1° livello) | MATRICE (2° livello) | CODICE | MATRICE (1° livello) | MATRICE (2° livello) | CODICE |
|-------------------------|---------------------------------------------------------------|-------------------------|----------------------|-------------------------------------|--------------------|----------------------|--------------------------------|--------------------------------------------|
| ARIA ESTERNA | PTS (Polveri Totali Sospese) | 38 | FUNGHI | AGARICUS ARVENSIS | 617 | OVINO | MUSCOLO OVINO | 131 |
| | PM10 (Polveri con diametro < 10mm) | 39 | | AGARICUS AUGUSTUS | 620 | | FEGATO OVINO | 132 |
| | FRAZIONE GASSOSA | 40 | | AGARICUS MACROSPORUS | 621 | | INTERIORA OVINO | 133 |
| | PM2.5 (Polveri con diametro < 2.5mm) | 744 | | AGARICUS SILVICOLA | 622 | | OSSA OVINO | 134 |
| FALLOUT TOTALE | 41 | ALBATRELLUS CRISTATUS | | 623 | TIROIDE OVINO | | 135 | |
| DEPOSIZIONE | FALLOUT UMIDO | 42 | | ALBATRELLUS OVINUS | 624 | POLLAME | MUSCOLO POLLO | 136 |
| | FALLOUT SECCO | 43 | | AMANITA CAESAREA | 625 | | UOVO GALLINA | 137 |
| | PIOGGIA | 44 | | AMANITA FRANCHETII | 626 | | MUSCOLO TACCHINO | 138 |
| | NEVE DISCIOLTA | 45 | | AMANITA RUBESCENS | 627 | | FARAONA | 596 |
| RADIAZIONE ESTERNA | EQUIVALENTE DI DOSE AMBIENTE (Sv/h) (ex "dose gamma in aria") | 46 | | ARMILLARIA MELLEA | 628 | | CONIGLIO | MUSCOLO CONIGLIO |
| | DOSE GAMMA ASSORBITA IN ARIA (Gy/h) | 1064 | | BOLETINUS CAVIPES | 629 | EQUINO | MUSCOLO EQUINO | 201 |
| ACQUE SUPERFICIALI | ACQUA DI CORSO D'ACQUA SUPERFICIALE | 47 | | BOLETINUS LANDKAMMERI | 630 | CACCIAGIONE | MUSCOLO LEPRE | 139 |
| | ACQUA DI CORSO D'ACQUA SUPERFICIALE (FILTRI) | 240 | | BOLETUS AEREUS | 631 | | MUSCOLO CINGHIALE | 140 |
| | ACQUA DI CORSO D'ACQUA SUPERFICIALE (NFC) | 250 | | BOLETUS AESTIVALIS | 632 | | MUSCOLO CERVO | 141 |
| | ACQUA DI CORSO D'ACQUA SUPERFICIALE (RESINE MISTE) | 251 | | BOLETUS ELEGANS o SUILLUS GREVILLEI | 633 | | FEGATO DI CINGHIALE | 695 |
| | ACQUA DI LAGO | 48 | | BOLETUS PINOPHILUS | 634 | | CARCASSA DI CINGHIALE | 742 |
| | ACQUA DI ZONE MARINO COSTIERE | 49 | | BOLETUS QUELETII | 635 | | FECI DI CINGHIALE | 743 |
| | ACQUA DI ZONE MARINO COSTIERE (NFC) | 252 | | BOLETUS REGIUS | 636 | | INTESTINO DI CINGHIALE | 753 |
| | ACQUA DI ZONE MARINO COSTIERE (SALE) | 273 | | CALOCYBE GAMBOSA | 637 | | TESTA DI CINGHIALE | 754 |
| | ACQUA DI ZONE DI TRANSIZIONE | 50 | | CANTHARELLUS LUTESCENS | 638 | | POLMONE DI CINGHIALE | 755 |
| | ACQUA DI LAGO ARTIFICIALE | 51 | | CANTHARELLUS MELANOXEROS | 639 | | SALAME DI CINGHIALE | 763 |
| | ACQUA DI CANALE ARTIFICIALE | 52 | | CANTHARELLUS TUBAEFORMIS | 640 | | MUSCOLO CAMOSCIO | 696 |
| | ACQUA DI GHIACCIAIO | 53 | | CHAMPIGNON (Agaricus bisporus) | 110 | | MUSCOLO CAPRIOLO | 697 |
| | ACQUE SOTTERRANEE | ACQUA DI FALDA FREATICA | | 54 | CLITOCYBE DEALBATA | | 641 | MUSCOLO GERMANO REALE (Anas platyrhynchos) |
| ACQUA DI FALDA PROFONDA | | 55 | | CLITOCYBE GIBBA | 642 | FEGATO DI CAPRIOLO | 1104 | |
| ACQUA DI SORGENTE | | 56 | | CLITOCYBE NEBULARIS | 643 | POLMONE DI CAPRIOLO | 1107 | |
| SUOLO | SUOLO DI BRUGHIERA | 60 | | CLITOPILUS PRUNULUS | 644 | PESCE ACQUA DOLCE | AGONE (Alosa fallax lacustris) | 700 |
| | SUOLO DI MACCHIA | 61 | | COLLYBIA ASEMA | 645 | | ALBORELLA (Alburnus alburnus) | 142 |

| | | | | | | | | |
|-------------------------|------------------------------------------------|------|--------------------------------------------|--------------------------------------------|----------------------------------------------|--------------------------|----------------------------------------------|------|
| | MEDITERRANEA | | | | | | alborella) | |
| | SUOLO DI PASCOLO | 58 | | COLLYBIA FUSIPES | 646 | | ASPIO (Aspius aspius) | 701 |
| | SUOLO DI RISAIÀ | 1319 | | CORTINARIUS CAMPHORATUS | 647 | | BARBO (Barbus plebejus) | 702 |
| | SUOLO DI TORBIERA | 59 | | CORTINARIUS PRAESTANS | 648 | | BOTTATRICE (Lota lota) | 703 |
| | SUOLO DI ZONE BOSCADE | 57 | | CORTINARIUS TRAGANUS | 649 | | CARASSIO (Carassius carassius) | 217 |
| | SUOLO INDISTURBATO | 745 | | CORTINARIUS VIOLACEUS | 650 | | CARPA (Cyprinus Carpio) | 218 |
| | SUOLO INDISTURBATO 0-5 CM | 246 | | CRATERELLUS CORNUCOPIOIDES | 651 | | CAVEDANO (Leuciscus cephalus) | 704 |
| | SUOLO INDISTURBATO 5-10 CM | 247 | | ENTOLOMA NIPHOIDES | 652 | | LAVARELLO o COREGONE (Coregonus lavaretus) | 705 |
| | SUOLO INDISTURBATO 10-15 CM | 248 | | ENTOLOMA SEPIUM | 653 | | RODEO (Rodeus amarus) | 259 |
| SUOLO COLTIVATO | 221 | | GALLETTI COLTIVATI (Cantharellus cibarius) | 109 | | ABRAMIDE (Abramis brama) | 260 | |
| SEDIMENTO | DMOS (Detrito minerale organico sedimentabile) | 64 | | GALLETTI SPONTANEI (Cantharellus cibarius) | 108 | | LUCCIO PERCA (Stizostedion lucioperca) | 261 |
| | SABBIA DI MARE | 1316 | | GOMPHUS CLAVATUS | 654 | | BREME (Abramis brama) | 262 |
| | SEDIMENTO ACQUA TRANSIZIONALE | 66 | | HYDNUM REPANDUM | 655 | | PESCE GATTO MACULATO (Ictalurus punctatus) | 592 |
| | SEDIMENTO FLUVIALE | 63 | | LACTARIUS DELICIOSUS | 656 | | LUCCIO (Esox lucius) | 144 |
| | SEDIMENTO LACUSTRE | 62 | | LACTARIUS DETERRIMUS | 657 | | PERSICO (Perca fluviatilis) | 145 |
| | SEDIMENTO MARINO COSTIERO | 65 | | LACTARIUS PORNINSIS | 658 | | PESCE GATTO (Ictalurus melas) | 1024 |
| | CRIOCONITE | 760 | | LACTARIUS RUFUS | 659 | | PIGO (Rutilus pigus) | 706 |
| VEGETAZIONE ACQUA DOLCE | MACROPHYTON | 67 | | LACTARIUS SANGUIFLUS | 235 | | SAVETTA (Chondrostoma soetta) | 699 |
| | MACROPHYTON (Elodea canadensis) | 68 | | AGARICUS BERNARDIFORMIS | 276 | | SCARDOLA (Scardinius erythrophthalmus) | 707 |
| | MACROPHYTON (Potamogeton gramineus) | 69 | | AGARICUS MACROCARPUS | 277 | | SILURO (Silurus glanis) | 708 |
| | PERIPHYTON | 70 | | AGARICUS CAMPESTRIS | 278 | | TINCA (Tinca tinca) | 709 |
| VEGETAZIONE MARINA | ALGHE | 71 | | AGARICUS ALBERTII | 279 | | TRIOTTO (Rutilus aula) | 710 |
| | ALGA (Ulva rigida) | 72 | | AGROCYBE AEGERITA | 280 | | TROTA (Salmo trutta) | 143 |
| | ALGA (Ulva lactuca) | 73 | | AMANITA CITRINA | 281 | | ACERINA (Gymnocephalus cernuus) | 765 |
| | FANEROGAMA (Posidonia oceanica) | 74 | | AMANITA UMBRINOLUTEA | 282 | | RUTILO o GARDON (Rutilus rutilus) | 766 |
| MUSCHIO | PLEUROCARPO (Ctenidium molluscum) | 75 | | AMANITA LIVIDOPALLESCENS | 283 | | SALMERINO DI FONTANA (Salvelinus fontinalis) | 767 |
| | PLEUROCARPO (Hypnum cupressiforme) | 76 | | AMANITA VAGINATA | 284 | PESCE DI MARE | ACCIUGA o ALICE (Engraulis encrasicolus) | 219 |
| | PLEUROCARPO (Homalotecium sericum) | 77 | | AMANITA SPISSA | 285 | | AGUGLIA (Belone belone) | 227 |
| LATTUGA | 78 | | AMANITA MUSCARIA | 286 | ALALUNGA (Thunnus alalunga) | | 232 | |
| SPINACI | 79 | | ARMILLARIA TABESCENS | 287 | CERNIA (Epinephelus guaza) | | 236 | |
| BIETOLE | 80 | | BOLETUS CALOPUS | 288 | MERLANO O MORO (Merlangius merlangus) | | 241 | |
| CICORIA | 81 | | BOLETUS RHODOPURPUREUS | 289 | GHIOTTO PAGANELLO O MORA (Gobius paganellus) | | 242 | |
| INDIVIA | 82 | | BOLETUS FECHTNERI | 290 | PAPALINA (Sprattus sprattus) | | 263 | |
| ASPARAGI | 83 | | BOLETUS BRUNNEUS | 291 | PESCE SPADA (Xiphias gladius) | | 229 | |
| RADICCHIO | 84 | | BOLETUS RHODOXANTHUS | 292 | RICCIOLA (Seriola dumerili) | | 230 | |
| CAVOLO CAPPUCCIO | 604 | | BOLETUS SUBAPPENDICULATUS | 293 | SOGLIOLA COMUNE (Solea solea) | | 518 | |
| CAVOLO VERZA | 605 | | BOLETUS LURIDUS | 294 | TOMBARELLO (Auxis thazard) | | 231 | |
| FINOCCHI | 317 | | BOLETUS ERYTHROPUS | 295 | BOGA (Boops boops) | | 711 | |

| | | | | | | | | | |
|-------------------------------|-----------------------|------|--|---------------------------|-----|-----------|----------------------------------------------------------------|-------|-----|
| | INSALATA BRASILIANA | 606 | | CLYTOCIBE CONNATA | 296 | | BRANZINO (<i>Dicentrarchus labrax</i>) | 713 | |
| | PORRI | 607 | | COLLYBIA ACERVATA | 297 | | CEFALO (<i>Mugil cephalus</i>) | 714 | |
| | CIME DI RAPA | 427 | | COLLYBIA DRYOPHILA | 298 | | GHIOTTO (<i>Gobius niger</i>) | 715 | |
| | SEDANO | 345 | | COLLYBIA BUTIRACEA | 299 | | GRONCO (<i>Groncus vulgaris</i>) | 716 | |
| | ALLORO | 439 | | CORTINARIUS INFRACTUS | 304 | | LATTERINO (<i>Atherina boyeri</i>) | 1086 | |
| | VALERIANA | 444 | | COPRINUS COMATUS | 313 | | MENOLA (<i>Spicara maena</i>) | 717 | |
| ORTAGGI A RADICE BULBO TUBERO | AGLIO | 88 | | CHOIROMYCES MEANDRIFONDIS | 323 | | MERLUZZO (<i>Gadus morhua</i>) | 147 | |
| | CAROTE | 86 | | CHROOGOMPHUS RUTILUS | 327 | | NASELLO (<i>Merluccius merluccius</i>) | 1317 | |
| | CIPOLLE | 87 | | ENTOLOMA APRILE | 331 | | ORATA (<i>Sparus aurata</i>) | 149 | |
| | PATATE | 85 | | ENTOLOMA CLYPEATUM | 332 | | PAGELLO o FRAGOLINO (<i>Pagellus erythrinus</i>) | 1085 | |
| | RAPE | 550 | | ERICIUS ERINACEUS | 334 | | PAGELLO (<i>Pagellus bogaraveo</i>) | 226 | |
| | RAVANELLI | 498 | | GYMNOPIUS HYBRIDUS | 340 | | PALOMBO (<i>Mustelus mustelus</i>) | 1126 | |
| ORTAGGI A FRUTTO E FIORE | SCALOGNO | 1311 | | HYGROPHORUS PENARIUS | 347 | | POTASSOLO (<i>Micromesistius poutassou</i>) | 718 | |
| | CARCIOFI | 93 | | HYGROPHORUS EBURNEUS | 356 | | SALMONE (<i>Salmo salar</i>) | 735 | |
| | CAVOLFIORI | 92 | | HYGROPHOROPSIS RUTILANS | 359 | | SALPA (<i>Sarpa salpa</i>) | 1313 | |
| | CAVOLINI DI BRUXELLES | 1310 | | HYPHOLOMA FASCICULARE | 451 | | SARDINA (<i>Sardina pilchardus</i>) | 146 | |
| | CAVOLO BROCCOLO | 370 | | HYPHOLOMA SUBLATERITUM | 453 | | SGOMBRO (<i>Scomber scombrus</i>) | 148 | |
| | CETRIOLI | 324 | | LACTARIUS GLAUDESCENS | 529 | | SUGARELLO (<i>Trachurus trachurus</i>) | 712 | |
| | MELANZANE | 90 | | LACTARIUS PERGAMENUS | 551 | | TONNO (<i>Tonnus thynnus</i>) | 150 | |
| | PEPERONI | 94 | | LACTARIUS VOLEMUS | 552 | | TRIGLIA (<i>Mullus surmuletus</i>) | 1314 | |
| | SEMI DI PEPERONE | 271 | | LAETIPORUS SULPHUREUS | 553 | | VERDESCA (<i>Prionace glauca</i>) | 719 | |
| | POMODORI | 89 | | LACTARIUS PIPERATUS | 554 | | GALLINELLA o CAPONE (<i>Chelidonichthys lucernus</i>) | 728 | |
| | SEMI DI POMODORO | 272 | | LACCARIA LACCATA | 555 | | RANA PESCATRICE o CODA DI ROSPO (<i>Lophius piscatorius</i>) | 741 | |
| | SEMI DI GIRASOLE | 274 | | LECCINUM QUERCINUM | 556 | | COZZA (<i>Mytilus edulis</i>) | 151 | |
| | ZUCCA | 1312 | | LECCINUM DURIUSCULUM | 557 | | COZZA (<i>Mytilus galloprovincialis</i>) | 152 | |
| | ZUCCHINE | 91 | | LEPISTA NEBULARIS | 558 | | VONGOLA (<i>Chamelea gallina</i>) | 153 | |
| LEGUMI | FAGIOLI | 95 | | LECOAGARICUS LEUCOTHITES | 559 | MOLLUSCHI | VONGOLA FILIPPINA (<i>Tapes philippinarum</i>) | 154 | |
| | PISELLI | 96 | | LYOPYLLUM FUMOSUM | 560 | | VONGOLA VERACE (<i>Tapes decussatus</i>) | 155 | |
| | FAVE | 339 | | MACROLEPIOTA KONRADI | 561 | | POLPO (<i>Octopus vulgaris</i>) | 156 | |
| | LENTICCHIE | 97 | | MACROLEPIOTA GRACILENTA | 562 | | MOSCARDINO (<i>Moscardinus avellanarius</i>) | 157 | |
| | CECI | 98 | | MYCENA ROSEA | 563 | | FASOLARI (<i>Callista chione</i>) | 243 | |
| | SOIA | 354 | | MYCENA PURA | 564 | | MURICI (<i>Murici spp</i>) | 244 | |
| | FAGIOLINI | 608 | | MERIPILUS GIGANTEUS | 565 | | CUORE (<i>Cerastoderma spp</i>) | 245 | |
| | ALBIOCOCHE | 307 | | MORCHELLA CONICA | 566 | | CALAMARO (<i>Loligo forbesi</i>) | 720 | |
| FRUTTA | ANANAS | 336 | | PLUTEUS CERVINUS | 567 | CROSTACEI | CALAMARO (<i>Loligo vulgaris</i>) | 721 | |
| | ANGURIA | 1084 | | OMPHALOTUS OLEARIUS | 568 | | CANESTRELLI (<i>Chlamys varia</i>) | 722 | |
| | ARACHIDI | 1105 | | RAMARIA LUTEA | 569 | | SCAPHARCA (<i>Scapharca inaequalis</i>) | 723 | |
| | ARANCE | 101 | | RAMARIA ABETINA | 570 | | SEPIA (<i>Sepia officinalis</i>) | 724 | |
| | BANANE | 358 | | RUSSULA SARDONIA | 571 | | OSTRICA GIAPPONESE (<i>Crassostrea gigas</i>) | 595 | |
| | CACAO | 351 | | RUSSULA VINOSOBRUNNEA | 572 | | GAMBERO ROSSO (<i>Aristeus antennatus</i>) | 158 | |
| | CACHI | 609 | | RUSSULA CHLOROIDES | 573 | | SCAMPO (<i>Nephrops norvegicus</i>) | 159 | |
| | CASTAGNE | 300 | | RUSSULA XERAMPELLINA | 574 | | GRANCHIO (<i>Carcinus mediterraneus</i>) | 725 | |
| | CILIEGIE | 385 | | RUSSULA FELLEA | 575 | | PRODOTTI ALVEARI | MIELE | 160 |

| | | | | | | | |
|------------------|---------------------|---------------------|------------------------------------|---------------------------|--------------------------------------------------|-------------------------------------------|-----|
| | CLEMENTINE | 1318 | RUSSULA MACULATA | 576 | PASTO COMPLETO | MIELE DI ACACIA | 161 |
| | DATTERI | 1284 | RUSSULA ALUTACEA | 577 | | CERA | 162 |
| | FICHI | 415 | RUSSULA SERICATULA | 578 | | MIELE MILLEFIORI | 220 |
| | FRAGOLE | 610 | RUSSULA RUBROALBA | 579 | | MIELE DI MELATA | 228 |
| | KIWI | 321 | RUSSULA ALBONIGRA | 580 | | MIELE DI CASTAGNO | 216 |
| | LIMONI | 312 | RUSSULA IONCHCLORA | 581 | | MIELE DI TIGLIO | 732 |
| | MANDARINI | 319 | RUSSULA OLIVACEA | 752 | | PASTO COMPLETO DI MENSA AZIENDALE | 163 |
| | MANDORLE | 543 | SUILLUS LUTEUS | 582 | | PASTO COMPLETO DI ASILO INFANTILE | 164 |
| | MELE | 99 | SUILLUS GRANULATUS | 583 | | PASTO COMPLETO DI ASILO NIDO | 165 |
| | MELONI | 311 | TRICHOLOMA SEJUNCTUM | 584 | | PASTO COMPLETO DI CENTRO PRODUZIONE PASTI | 264 |
| | NESPOLE | 1106 | TRICHOLOMA USTALOIDES | 585 | PASTO COMPLETO DI MENSA SCOLASTICA | 265 | |
| | NOCCIOLE | 316 | TRICHOLOMA ALBUM | 586 | DIETA MISTA | 166 | |
| | NOCI | 310 | TRICHOLOMA ACERBUM | 587 | LATTE VACCINO INTERO CRUDO | 167 | |
| | PERE | 100 | TRICHOLOMOPSIS RUTILANS | 588 | LATTE VACCINO INTERO PASTORIZZATO | 168 | |
| | PESCHE | 102 | XEROCOMUS SUBTOMENTOSUS | 589 | LATTE VACCINO INTERO UHT | 169 | |
| | PISTACCHI | 487 | XEROCOMUS COMUNIS | 590 | LATTE VACCINO PARZIALMENTE SCREMATO PASTORIZZATO | 170 | |
| | POMPELMI | 426 | XERULA RADICATA | 591 | LATTE VACCINO PARZIALMENTE SCREMATO UHT | 171 | |
| | PRUGNE | 488 | LACTARIUS SALMONICOLOR | 1110 | LATTE VACCINO INTERO IN POLVERE | 172 | |
| | UVA | 309 | LACTARIUS SCROBICULATUS | 660 | LATTE OVINO CRUDO | 173 | |
| | UVA SULTANINA | 1304 | LECCINUM AURANTIACUM | 661 | LATTE OVINO INTERO PASTORIZZATO | 174 | |
| GHIANDE | 756 | LECCINUM CARPINI | 662 | LATTE IN POLVERE LATTANTI | 175 | | |
| SORBO | 757 | LECCINUM VERSIPELLE | 663 | LATTE LIQUIDO LATTANTI | 176 | | |
| CEREALI | AVENA | 329 | LECCINUM SCABRUM | 733 | LATTE CAPRINO INTERO PASTORIZZATO | 726 | |
| | GRANO TENERO | 103 | FISTULINA HEPATICA | 744 | LATTE CAPRINO INTERO CRUDO | 727 | |
| | GRANO DURO | 104 | LENTINUS EDODES | 664 | LATTE VACCINO IN POLVERE SCREMATO | 729 | |
| | MAIS | 105 | LEPISTA NUDA | 665 | LATTE DI BUFALA CRUDO | 597 | |
| | RISO | 106 | LYOPHYLLUM CONNATUM | 666 | LATTE VACCINO SCREMATO UHT | 730 | |
| | ORZO | 301 | LYOPHYLLUM DECASTES | 667 | FORMAGGIO GRANA | 177 | |
| | FARRO | 616 | MACROLEPIOTA PERMIXTA | 668 | YOGURT | 178 | |
| DERIVATI CEREALI | FARINA GRANO TENERO | 111 | MACROLEPIOTA PROCERA | 669 | YOGURT BIANCO | 178 | |
| | FARINA GRANO DURO | 112 | MARASMIUS SCORODONIUS | 1109 | YOGURT ALLA FRUTTA | 266 | |
| | PASTA | 113 | PAXILLUS INVOLUTUS | 670 | BURRO | 179 | |
| | PANE | 114 | PORCINI SPONTANEI (Boletus edulis) | 107 | SIERO DI LATTE | 180 | |
| | FARINA GRANTURCO | 691 | RAMARIA AUREA | 671 | FORMAGGIO PARMIGIANO REGGIANO | 306 | |
| | FARINA RISO | 692 | ROZITES CAPERATUS | 672 | ACQUA POTABILE DI RETE DI DISTRIBUZIONE | 181 | |
| | FARINA SEGALE | 693 | RUSSULA AUREA | 673 | ACQUA POTABILE SUPERFICIALE | 267 | |
| | | | | | ACQUA POTABILE | | |

| | | | | | | | | |
|------------------------------|----------------------------|-------------|------------------------|-----------------------------------|---------------------------|--------------------------------------------|--------------------------|------|
| | | | | | | (NCFC) | | |
| | FARINA DI FARRO | 764 | | RUSSULA CUTEFRACTA | 674 | ACQUA POTABILE SUPERFICIALE (RESINE MISTE) | 268 | |
| GRASSI VEGETALI | OLIO D'OLIVA | 115 | | RUSSULA CYANOXANTHA | 675 | ACQUA POTABILE MISTA (NCFC) | 269 | |
| | OLIO DI SEMI DI MAIS | 694 | | RUSSULA DECOLORANS | 676 | ACQUA POTABILE MISTA (RESINE MISTE) | 270 | |
| | OLIO DI SEMI DI ARACHIDE | 1306 | | RUSSULA DELICA | 677 | ACQUA POTABILE SOTTERRANEA (FILTRI) | 593 | |
| | OLIO DI SEMI DI GIRASOLE | 1307 | | RUSSULA PALUDOSA | 678 | ACQUA POTABILE SOTTERRANEA (NCFC) | 594 | |
| | OLIO DI SEMI VARI | 1308 | | RUSSULA SUBFOETENS | 679 | ACQUA POTABILE SUPERFICIALE | 182 | |
| | OLIO DI SOIA | 1309 | | RUSSULA VINOSA | 680 | ACQUA POTABILE IMBOTTIGLIATA | 183 | |
| BEVANDE | BIRRA | 117 | | SARCODON IMBRICATUS | 681 | ACQUA POTABILE SOTTERRANEA | 184 | |
| | CAFFÈ LIQUIDO O IN POLVERE | 392 | | SUILLUS TRIDENTINUS | 682 | ACQUA POTABILE MISTA | 1148 | |
| | COLA | 118 | | SUILLUS VARIEGATUS | 683 | ACQUA POTABILE D'IMPIANTO DI TRATTAMENTO | 185 | |
| | MOSTO D'UVA | 1305 | | SUILLUS VISCIDUS | 684 | ACQUA DI SCARICO | 186 | |
| | SUCCO DI MELE | 214 | | TRICHOLOMA SAPONACEUM | 685 | ACQUA DEPURATA | 187 | |
| | SUCCO DI MIRTILLI | 215 | | TRICHOLOMA TERREUM | 686 | FANGO DEPURATORE | 188 | |
| | SUCCO DI PERE | 213 | | TRICHOLOMA VACCINUM | 687 | OMOGENEIZZATO CARNE | 189 | |
| | SUCCO DI PESCHE | 249 | | BOLETUS BADIUS o XEROCOMUS BADIUS | 688 | OMOGENEIZZATO FRUTTA | 190 | |
| | VINO | 116 | | XEROCOMUS FERRUGINEUS | 689 | BISCOTTI | 191 | |
| | VINO - LAMBRUSCO | 253 | | TYLOPILUS FELLEUS | 1145 | PASTINA PRIMA INFANZIA | 762 | |
| | VINO - SANGIOVESE | 254 | | LACTARIUS TRIVIALIS | 1146 | MORE | 196 | |
| | VINO - ALBANA | 255 | | TRICHOLOMA STIPAROPHYLLUM | 1147 | LAMPONI | 197 | |
| | VINO - PIGNOLETTO | 256 | | XEROCOMUS PRUINATUS | 690 | MIRTILLI | 198 | |
| | VINO - TREBBIANO | 257 | | LACTARIUS SPP | 598 | MIRTILLO NERO | 739 | |
| | FORAGGIO | ERBA MEDICA | 119 | | HELVELLA CRISPA | 599 | MIRTILLO ROSSO | 740 |
| | | ERBA | 1315 | | AGARICUS XANTHODERMUS | 600 | FRAGOLE DI BOSCO | 199 |
| FIENO | | 436 | | HYGROPHORUS RUSSULA | 601 | RIBES | 731 | |
| VECCIA COMUNE (Vicia sativa) | | 736 | | RAMARIA PALLIDA | 602 | ZUCCHERO | ZUCCHERO DA BARBABIETOLA | 205 |
| TRIFOGLIO | | 120 | | RAMARIA FLAVESCENS | 603 | CONFETTURA | CONFETTURA DI FRAGOLE | 207 |
| MANGIME UNIFEED | | 761 | | TRICHOLOMA SCIODES | 611 | | CONFETTURA DI CILIEGIE | 208 |
| MUSCOLO BOVINO | 121 | | MACROLEPIOTA MASTOIDEA | 612 | CONFETTURA DI ALBICOCCHIE | | 209 | |
| MUSCOLO BOVINO - VITELLONE | 258 | | PLEUROTUS ERYNGI | 613 | CONFETTURA DI PESCHE | | 210 | |
| BOVINO | FEGATO BOVINO | 122 | | GRIFOLA FRONDOSA | 614 | CONFETTURA DI SUSINE | 211 | |
| | INTERIORA BOVINO | 123 | | SUILLUS COLLINITUS | 615 | CONFETTURA DI MIRTILLI | 212 | |
| | OSSA BOVINO | 124 | | CORTINARIUS ORICHALCEUS | 618 | COMBUSTIBILI | CENERE DI PELLET LEGNO | 1345 |
| | TIROIDE BOVINO | 125 | | BOLETUS IMPOLITUS | 619 | | PELLET LEGNO | 1366 |
| | MUSCOLO SUINO | 126 | | RUSSULA MUSTELINA | 737 | | LEGNO PRESSATO | 222 |
| SUINO | FEGATO SUINO | 127 | | ALBATRELLUS CONFLUENS | 738 | FULIGGINE | 223 | |
| | INTERIORA SUINO | 128 | | ARMILLARIA OSTOYAE | 758 | CENERE DI LEGNO | 224 | |
| | OSSA SUINO | 129 | | MARASMIUS OREADES | 759 | CONTAMINAZIONE SUPERFICIALE | SMEAR TEST | 225 |
| | TIROIDE SUINO | 130 | | PLEUROTUS OSTREATUS | 768 | | | |

Campi “data inizio (ora inizio)” e “data fine (ora fine)”

Nei due campi vanno inserite obbligatoriamente le date di inizio e fine campionamento utilizzando i seguenti formati:

gg/mm/aaaa (es. 01/01/2012);
gg/mes/aaaa (es. 01/gen/2012);
gg/mm/aa (es. 01/01/12);
gg/mes/aa (es. 01/gen/12);
gg-mm-aaaa (es. 01-01-2012);
gg-mes-aaaa (es. 01-gen-2012);
gg-mm-aa (es. 01-01-2012);
gg-mes-aa (es. 01-gen-2012).

Nelle parentesi con l’indicazione “ora inizio” e “ora fine” è facoltativo inserire, nel formato hh24 da 0 a 23, gli orari di inizio e fine campionamento.

Campo “tipo campione”

Il campo “tipo campione” è codificato e serve a assegnare la valenza ambientale o alimentare al campione misurato. Questa informazione è utile per quei campioni di matrici alimentari che per specifiche motivazioni del campionamento assumono valenza ambientale (può ad esempio assumere valenza ambientale un campione di latte prelevato in una specifica fattoria per verificare lo stato di contaminazione ambientale della zona). I codici relativi sono riportati nella tabella seguente:

| CODICE CAMPO TIPO CAMPIONE | DESCRIZIONE |
|----------------------------|-----------------------------|
| AM | campione di tipo ambientale |
| AL | campione di tipo alimentare |

Campo “Identificativo motivo campionamento”

Il campo “identificativo motivo campionamento” è un campo codificato che serve a caratterizzare il dato secondo il tipo di rete a cui appartiene o se la sua produzione è dovuta a motivi specifici. Le codifiche e le relative specifiche sono riportate nella seguente tabella:

| CODICE CAMPO MOTIVO CAMPIONAMENTO | DESCRIZIONE |
|--------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------|
| RN | Piano di campionamento rete RESORAD |
| RR | Piano di campionamento rete regionale |
| RL | Piano di campionamento rete locale (es. rete locale centrale di Saluggia) |
| RN+RR | Piano di campionamento nel contempo rete RESORAD e rete regionale |
| RN+RL | Piano di campionamento nel contempo rete RESORAD e rete locale |
| RN+RR+RL | Piano di campionamento nel contempo RESORAD, regionale e locale |
| CS | Dato di campagna straordinaria |
| PS | Dato da prodotti di raccolta spontanei (2003/274/CE) |
| CS-PELLET | Dato di campagna straordinaria pellet |
| PIANOC2013 | Dato di campagna straordinaria Cs-137 in cinghiali, funghi, bacche, selvatiche. |

Campo "Nuclide"

Il campo nuclide è obbligatorio e codificato. I codici sono riportati nella seguente tabella:

| CODICE NUCLIDE | Descrizione | CODICE NUCLIDE | Descrizione |
|---------------------------|----------------------------------------|---------------------------|--------------------------------------------------------|
| (BA+LA)140 | BARIUM-140 AND LANTHANUM-140 COMBINED | PO-210 | POLONIUM-210 |
| (NB+ZR)95 | NIOBIUM-95 AND ZIRCONIUM-95 COMBINED | PR-144 | PRASEODYMIUM-144 |
| (RU+RH)106 | RUTHENIUM-106 AND RHODIUM-106 COMBINED | PU(239+240) | PLUTONIUM-239 AND PLUTONIUM-240 COMBINED |
| (TE+I)132 | TELLURIUM-132 AND IODINE-132 COMBINED | PU-238 | PLUTONIUM-238 |
| AC-228 | ACTINIUM-228 | PU238+A M24 | PLUTONIUM-238 AND AMERICIUM-241 COMBINED |
| AG-110 | SILVER-110 | PU238+A M241 | PLUTONIUM-238 AND AMERICIUM-241 COMBINED |
| AG-110M | META-STABLE SILVER-110 | PU-239 | PLUTONIUM-239 |
| AM-241 | AMERICIUM-241 | PU-240 | PU-240 |
| AS-76 | ARSENIC-76 | RA-224 | RADIUM-224 |
| BA-133 | BARIUM-133 | RA-226 | RADIUM-226 |
| BA-140 | BARIUM-140 | RA-238 | RADIUM-238 |
| BE-7 | BERYLLIUM-7 | R-BETA | RESIDUAL BETA (TOTAL BETA ACTIVITY MINUS POTASSIUM-40) |
| BI-212 | BISMUTH-212 | RE-188 | RHENIUM-188 |
| BI-214 | BISMUTH-214 | RH-106 | RHODIUM-106 |
| C-14 | CARBON-14 | RN-222 | RADON-222 |
| CA | CALCIUM | RU-103 | RUTHENIUM-103 |
| CD-109 | CADMIUM-109 | RU-104 | RUTHENIUM-104 |
| CE-139 | CERIUM-139 | RU-105 | RUTHENIUM-105 |
| CE-141 | CERIUM-141 | RU-106 | RUTHENIUM-106 |
| CE-142 | CE-142 | S-35 | SULPHUR-35 |
| CE-143 | CERIUM-143 | SB-124 | ANTIMONY-124 |
| CE-144 | CERIUM-144 | SB-125 | ANTIMONY-125 |
| CM-242 | CURIUM-242 | SB-127 | ANTIMONY-127 |
| CM-244 | CURIUM-244 | SB-129 | ANTIMON-129 |
| CO-57 | COBALT-57 | SE-75 | SELENIUM 75 |
| CO-58 | COBALT-58 | SN-113 | ZINN-113 |
| CO-60 | COBALT-60 | SR(89/90) | RATIO OF STRONTIUM-89 TO STRONTIUM-90 |
| COSMIC | COSMIC RADIATION | SR(89+90) | STRONTIUM-89 AND STRONTIUM-90 COMBINED |
| CR-51 | CHROMIUM-51 | SR+RARE | STRONTIUM AND RARE EARTH ELEMENTS COMBINED |
| CS(134/137) | RATIO OF CAESIUM-134 TO CAESIUM-137 | SR-85 | STRONTIUM-85 |
| CS(134+137) | CAESIUM-134 AND CAESIUM-137 COMBINED | SR-89 | STRONTIUM-89 |
| CS-131 | CAESIUM-131 | SR-90 | STRONTIUM-90 |
| CS-132 | CAESIUM-132 | SR-91 | STRONTIUM-91 |
| CS-134 | CAESIUM-134 | SR-92 | STRONTIUM-92 |
| CS-136 | CAESIUM-136 | T(A+B) | TOTAL(ALPHA+BETA) |
| CS-137 | CAESIUM-137 | T-ALFA | TOTAL ALPHA |
| EU-152 | EUROPIUM-152 | T-ALFA-ART | T-ALFA-ARTIFICIAL |
| EU-154 | EUROPIUM-154 | T-BETA | TOTAL BETA |
| EU-155 | EUROPIUM-155 | T-BETA + TH | TOTAL BETA + THORON |
| FE-59 | IRON-59 | T-BETA-ART | T-BETA-ARTIFICIAL |
| FL-18 | FLUORINE-18 | TC-99 | TC-99 |
| H-3 | TRITIUM | TC-99M | META-STABLE TECHNETIUM-99 |
| HF-181 | HAFNIUM-181 | T-CA | T-CA |
| HG-203 | MERCURY-203 | TE-123M | META-STABLE TELLURIUM-123 |
| I-123 | IODINE-123 | TE-129 | TELLURIUM-129 |
| I-125 | IODINE-125 | TE-129M | META-STABLE TELLURIUM-129 |
| I-129 | IODINE-129 | TE-131 | TELLURIUM-131 |
| I-131 | IODINE-131 | TE-131M | METASTABLE TELLURIUM-131 |
| I-131(G) | IODINE-131 GAS | TE-132 | TELLURIUM-132 |
| I-131(P) | IODINE-131 PARTICULATE | T-GAMMA | TOTAL GAMMA |
| I-131(P+G) | IODINE-131 PARTICULATE + GAS | TH | TH |
| I-132 | IODINE-132 | TH-228 | THORIUM-228 |
| I-133 | IODINE-133 | TH-230 | THORIUM-230 |
| I-135 | IODINE-135 | TH-232 | THORIUM-232 |
| IN-111 | INDIUM-111 | TH-234 | THORIUM-234 |

| | | | |
|----------------|---------------------------------------------------------|---------|-----------------------|
| K-40 | POTASSIUM-40 | T-K | TOTAL POTASSIUM |
| K-42 | KALIUM-42 | TL-201 | THALLIUM-201 |
| KR-85 | KRIPTON 85 | TL-208 | THALLIUM-208 |
| LA-140 | LANTHANUM-140 | T-NA | T-NA |
| LA-141 | LANTHANUM-141 | T-TH | THORIUM-TH |
| MN-54 | MANGANESE-54 | T-U | TOTAL URANIUM |
| MO-99 | MOLYBDENUM-99 | U-234 | URANIUM-234 |
| MO99+TC99 M | MOLYBDENUM-99 AND META-STABLE TECHNETIUM-99 COMBINED | U-235 | URANIUM-235 |
| NA-22 | SODIUM-22 | U-237 | URANIUM-237 |
| NA-24 | SODIUM-24 | U-238 | URANIUM-238 |
| NB-95 | NIObIUM-95 | U-RA | URANIUM-RADIUM |
| NB-97 | NIObIUM-97 | XE-131M | META-STABLE XENON-131 |
| ND-147 | NEODYMIUM-147 | XE-127 | XENON-127 |
| NP-237 | NEPTUNIUM-237 | XE-133 | XENON-133 |
| NP-239 | NEPTUNIUM-239 | XE-135 | XENON-135 |
| P-32 | PHOSPHOR | Y-88 | YTTRIUM-88 |
| PA-233 | PROTOACTINIUM-233 | Y-90 | YTTRIUM-90 |
| PA-234 | PROTACTINIUM-234 | Y-91 | YTTRIUM-91 |
| PB-210 | PB-210 | Y-92 | YTTRIUM-92 |
| PB-212 | LEAD-212 | Y-93 | YTTRIUM-93 |
| PB-214 | LEAD-214 | ZN-65 | ZINC-65 |
| PM-147 | PROMETHIUM-147 | ZR-95 | ZIRCONIUM-95 |
| PM-151 | PROMETHIUM-147 | | |

Campo “indicatore MAR”

Il campo è codificato e va riempito con il simbolo “<” nel caso in cui il valore della misura sia al di sotto o uguale alla Minima Attività Rilevabile, altrimenti deve rimanere vuoto.

Campo “attività specifica”

Nel campo attività specifica deve essere riportato il valore numerico della misura effettuata. Se la misura è al di sotto della MAR, nel campo “attività specifica” deve essere riportato il valore di MAR della misura. Il numero deve essere inserito solo in forma decimale utilizzando il punto o la virgola come separatore decimale.

Campo “unità di misura”

Il campo è obbligatorio e codificato e in esso va riportata l’unità di misura secondo i codici riportati nella tabella seguente:

| CODICE UNITA' DI MISURA | DESCRIZIONE |
|-------------------------|------------------------------------|
| % | Percentuale |
| 95TH PCT | Percentuale: 95th |
| 99TH PCT | Percentuale: 99th |
| BQ | Becquerel |
| BQ.H/M3 | Becquerel ora al metro cubo |
| BQ.S/M3 | Becquerel secondi al metro cubo |
| BQ/D | Becquerel al giorno |
| BQ/D.P | Becquerel al giorno persona |
| BQ/G | Becquerel al grammo |
| BQ/KG | Becquerel al chilogrammo |
| BQ/L | Becquerel al litro |
| BQ/M2 | Becquerel al metro quadrato |
| BQ/M2/D | Becquerel al metro quadrato giorno |
| BQ/M3 | Becquerel al metro cubo |
| BQ/KM2 | Becquerel al chilometro quadrato |

| | |
|---------|---------------------------------------|
| GBQ/KM2 | Gigabecquerel al chilometro quadrato |
| KBQ/KG | Chilobecquerel al chilogrammo |
| KBQ/KM2 | Chilobecquerel al chilometro quadrato |
| KBQ/L | Chilobecquerel al litro |
| KBQ/M2 | Chilobecquerel al metro quadrato |
| KBQ/M3 | Chilobecquerel al metro cubo |
| MBQ/D.P | Millibecquerel al giorno persona |
| MBQ/KG | Millibecquerel al chilogrammo |
| MBQ/L | Millibecquerel al litro |
| MBQ/M2 | Millibecquerel al metro quadrato |
| MBQ/M3 | Millibecquerel al metro cubo |
| NBQ/L | Nanobecquerel al litro |
| NBQ/M3 | Nanobecquerel al metro cubo |
| NGY/H | Nanogray all'ora |
| NSV/H | Nanosievert all'ora |
| UBQ/KG | Microbecquerel al chilogrammo |
| UBQ/M3 | Microbecquerel al metro cubo |
| UGY/H | Microgray all'ora |
| M | Metri |
| KG | Chilogrammi |

Campo "incertezza"

Nel campo incertezza va inserita l'incertezza della misura. Il numero deve essere inserito solo in forma decimale utilizzando il punto o la virgola come separatore decimale. Nel caso che la misura sia al di sotto della MAR il campo deve rimanere vuoto.

Campo "Unità di misura incertezza"

Il campo segue le stesse regole del campo unità di misura. Nel caso che la misura sia al di sotto della MAR il campo deve rimanere vuoto.

Campo "note"

Il campo note è facoltativo e in esso può essere riportato un testo esplicativo sulla misura.

3.2 MIDRad

Come già accennato MIDRad permette il caricamento, l'interrogazione e la modifica dei dati presenti in DBRad. Il caricamento dei dati su DBRad avviene tramite la preparazione di un file di testo CSV (Comma Separated Value) che viene letto e controllato da MIDRad.

Nome laboratorio

Regione;

Comune di prelievo;

Catchment;

Latitudine;

Longitudine; Le informazioni da inserire nel file sono strutturate in una serie di record (righe) ciascuno costituito a sua volta da una serie di ventidue singole stringhe separate da un punto e virgola; ad ogni stringa è associato uno dei campi descritti in precedenza e che qui riportiamo per comodità:

Frazione, ecc. indicativo località prelievo;

Provincia prelievo;

Codice nazione provenienza;
Identificativo analisi/campione;
Codice matrice;
Data inizio (ora inizio);
Data fine (ora fine);
Tipo campione;
Identificativo motivo campionamento;
Nuclide;
Indicatore MAR (<);
Attività specifica;
Unità di misura;
Incertezza;
Unità di misura incertezza;
Note;

Un esempio di singolo record può essere così costituito:

ISPRA;Lazio;AL;CC06LA21;18/07/2006;18/07/2006;NEPI;;41.14.22;12.20.47;;VT;169;CS-137;;0.0239;Bq/L;15;%;CONSUMO LOCALE;RN;380;

Come può notarsi due punti e virgola consecutivi indicano un campo presente nel record ma, nel caso specifico, vuoto.

Nel caso in cui il file di testo CSV debba essere creato in modo manuale si può utilizzare un file MS-Excel opportunamente predisposto da ISPRA e messo a disposizione a tutti gli utenti abilitati al popolamento della banca dati. Tale file è composto di vari fogli:

il primo (Foglio dati) fornisce un esempio di riempimento dei vari campi del foglio;

il secondo (Istruzioni e note) contiene le istruzioni per il riempimento dei vari campi;

i fogli successivi contengono le liste (Lista laboratori, Lista Regioni, Lista tipo campione, Lista comuni, Lista matrici, Lista nuclidi, Lista unità di misura, Lista contesto campionamento, Lista provenienza) dei codici da inserire per i campi del Foglio dati per i quali, come è stato esplicitato nel paragrafo relativo la contenuto informativo di DBRad, è richiesto l’inserimento opportuno di un codice.

Quando il Foglio dati è completo, si può procedere al suo salvataggio in formato CSV, ma ai fini del caricamento è importante sottolineare che il file non deve contenere nient’altro che le informazioni fino ad ora descritte; pertanto va eliminata, ad esempio, la riga delle intestazioni delle colonne, oppure righe totalmente vuote come anche colonne che non rappresentino i campi previsti.

Nel caso invece di un utente che avesse in dotazione già una propria banca dati, è necessario dotarsi di un software specifico che estragga dalla propria banca dati le informazioni richieste da DBRad strutturandole nel formato CSV richiesto.

3.2.1 Caricamento dei dati

Per caricare dati su DBRad ci si collega al sito web “www.radia.apat.it,”



si entra nell'area riservata (vedi menù a sinistra) e si inseriscono le credenziali di accesso fornite dall'ISPRA (login e password),



si giunge così alla seguente schermata



Come è evidente, l'opzione "invio file dati per caricamento massivo" consente il popolamento di DBRad mentre l'opzione "interrogazione database misure" consente di interrogare la banca dati, di estrarre e quindi salvare i dati astratti sul proprio computer.

Se si è pronti per caricare dei dati (in altre parole se il file CSV è stato predisposto) si entra nella sezione invio file dati per caricamento massivo"

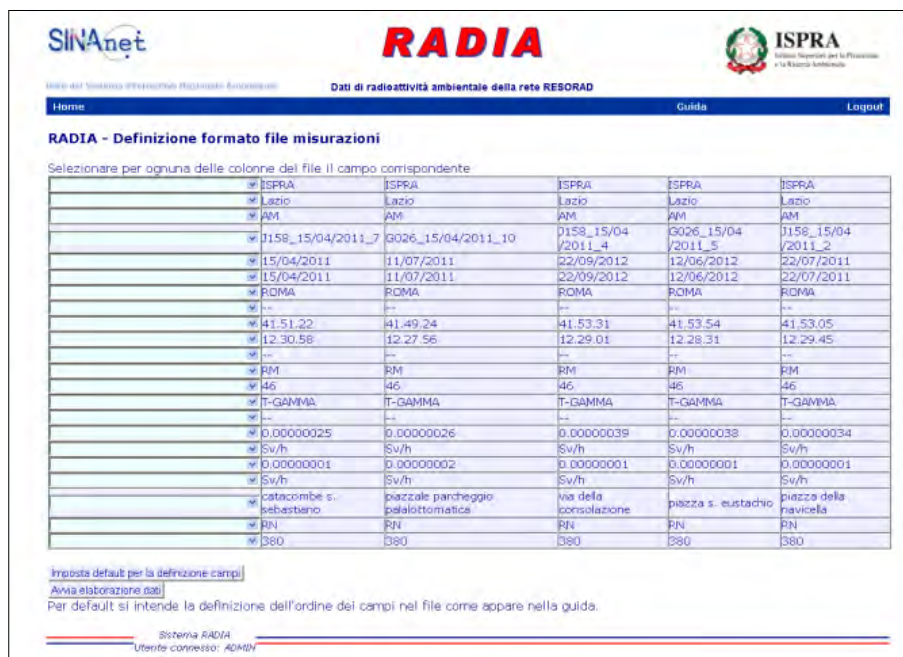


Si seleziona il file da caricare tramite il comando come evidenziato dalla schermata seguente.



Quindi si carica il file tramite il comando [Carica File](#)

Il sistema visualizza i dati relativi al file caricato:



Nel file sono presenti, nella prima colonna, una serie di menù a tendina (a sinistra) e a seguire, sempre in colonna, i dati relativi ai primi cinque record del file CSV caricato. Le tendine riportano i campi di DBRad e attraverso di esse va effettuata l'associazione con i campi del file CSV. Se è stato rispettato l'ordine del file originario predisposto da ISPRA è sufficiente selezionare [Imposta default per la definizione campi](#) per ottenere direttamente le associazioni tra campi, altrimenti occorre effettuare le associazioni per ogni singolo campo. Nella figura seguente è riportato un esempio dell'associazione completa

SilVAnet **RADIA** ISPRA Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale

Info del Sistema Informativo Nazionale Ambientale **Dati di radioattività ambientale della rete RESORAD**

Home Guida Logout

RADIA - Definizione formato file misurazioni

Selezionare per ognuna delle colonne del file il campo corrispondente

| | | | | | |
|--------------------------------------------|-------------------------|-------------------------------------|------------------------|---------------------|------------------------|
| NOME LABORATORIO | ISPRA | ISPRA | ISPRA | ISPRA | ISPRA |
| REGIONE | Lazio | Lazio | Lazio | Lazio | Lazio |
| TIPO CAMPIONE | AM | AM | AM | AM | AM |
| IDENTIFICATIVO ANALISI CAMPIONE | 1159_15/04/2011_7 | G026_15/04/2011_10 | D158_15/04/2011_4 | G026_15/04/2011_5 | D158_15/04/2011_2 |
| DATA INIZIO | 15/04/2011 | 11/07/2011 | 22/09/2012 | 12/06/2012 | 22/07/2011 |
| DATA FINE | 15/04/2011 | 11/07/2011 | 22/09/2012 | 12/06/2012 | 22/07/2011 |
| COMUNE DI PRELIEVO | ROMA | ROMA | ROMA | ROMA | ROMA |
| CATCHMENT | -- | -- | -- | -- | -- |
| LATITUDINE | 41.51.22 | 41.49.24 | 41.53.31 | 41.53.54 | 41.53.05 |
| LONGITUDINE | 12.30.58 | 12.27.56 | 12.29.01 | 12.28.31 | 12.29.45 |
| FRADONE, ECC. INDICATIVO LOCALITÀ PRELIEVO | -- | -- | -- | -- | -- |
| PRODOTTA PRELIEVO | RM | RM | RM | RM | RM |
| CODICE MATRICE | 46 | 46 | 46 | 46 | 46 |
| RAZIONUCLEIDE | T-GAMMA | T-GAMMA | T-GAMMA | T-GAMMA | T-GAMMA |
| INDICATORE MAR | -- | -- | -- | -- | -- |
| ATTIVITÀ SPECIFICA | 0.00000025 | 0.00000026 | 0.00000039 | 0.00000038 | 0.00000034 |
| UNITÀ MISURA | Sv/h | Sv/h | Sv/h | Sv/h | Sv/h |
| INCERTEZZA | 0.00000001 | 0.00000002 | 0.00000001 | 0.00000001 | 0.00000001 |
| UNITÀ MISURA INCERTEZZA | Sv/h | Sv/h | Sv/h | Sv/h | Sv/h |
| NOTE | catacombe s. sebastiano | piazzale parcheggio palatottomatica | via della consolazione | piazza s. eustachio | piazza della navicella |
| COMUNO DEL CAMPIONAMENTO | RN | RN | RN | RN | RN |
| CODICE NAZIONE PROVENIENZA | 380 | 380 | 380 | 380 | 380 |

[Imposta default per la definizione campi](#)
 Avvia elaborazione dati
 Per default si intende la definizione dell'ordine dei campi nel file come appare nella guida.

Sistema RADIA
 Utente connesso: ADMIN

Se i campi sono congruenti con i dati si seleziona [Avvia elaborazione dati](#) e il sistema effettuerà una serie di controlli sui dati che si stanno inserendo. Ad esempio, come detto in precedenza, nel caso di superamento di un valore di Reporting Level della raccomandazione della Commissione Europea 200/473/Euratom, viene visualizzato un messaggio di avvertimento.

3.2.2 Interrogazione DB

Questa procedura dà la possibilità di consultare e scaricare i dati presenti nel DB ed è sempre disponibile ad ogni utente. Precisiamo che ogni utente può visualizzare tutta la banca dati ma ovviamente può inserire e/o modificare solo dati di propria appartenenza. Entrando nel menù “Interrogazione database misure” si apre la seguente finestra:

SilVAnet **RADIA** ISPRA Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale

Info del Sistema Informativo Nazionale Ambientale **Dati di radioattività ambientale della rete RESORAD**

Home Guida Logout

RADIA - Database delle misure

Immettere il criterio della ricerca

Contesto del campionamento:

Laboratorio:

Matrice (primo livello):

Matrice (secondo livello):

Radionuclide:

Tipo campione:

Regione:

Provincia:

Comune di rilevazione:

Identificativo Analisi Campione:

Escludere valori MAR:

Data inizio rilevazione: Selezione (gg-mm-aaaa) Data fine rilevazione: Selezione (gg-mm-aaaa)

[Esegui ricerca](#)

• [Pagina iniziale](#)

Sistema RADIA
 Utente connesso: ADMIN

che permette, inserendo le proprie scelte nei campi con menù a tendina o liberi, di interrogare il database. Se, ad esempio, si effettua la seguente ricerca:

il sistema restituisce le seguenti informazioni:

| Identificativo campione | Laboratorio | Matrice | Tipo Campione |
|-------------------------|-------------------------------------------|------------------------------|---------------|
| 11-0260 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0260 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0269 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0263 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0274 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0277 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0280 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |
| 11-0281 | LABORATORIO SERVIZIO MISURE RADIOMETRICHE | PTS (Polveri Totali Sospese) | Ambientale |

Da questa pagina, può effettuarsi una nuova ricerca, inserire un nuovo campione oppure esportare i dati estratti in formato ms-excel o in un file compresso.

Nel caso si volessero modificare informazioni relative ad un campione, è sufficiente “cliccare” il codice campione opportuno presente nella colonna “Identificativo campione” e si aprirà la seguente schermata (per il campione, ad esempio, 11-0260):

Cliccando sui simboli ✖ o ✎ si può rispettivamente cancellare il record relativo alla misura o all'intero campione oppure modificare i dati corrispondenti.

3.3 Il processo della validazione dati

Per validazione dei dati non si intende il processo di verifica della correttezza del valore dell'informazione contenuto nella banca dati in quanto tale valore viene assunto come già validato dal fornitore dei dati. In questo caso per "validazione" si intende il processo attraverso cui si valuta se l'informazione può essere considerata consona alle finalità per le quali è stata prodotta; è la conferma del soddisfacimento dei requisiti relativi a un determinato impiego, ottenuta a seguito di analisi e supportata da evidenza oggettiva. La validazione dei dati consisterà, quindi, nell'insieme delle attività di controllo eseguite manualmente o automaticamente sui valori numerici dei dati rilevati dalla rete RESORAD.

I criteri di validazione e i limiti di accettabilità dei dati potranno essere variabili in funzione degli obiettivi della rete RESORAD e del conseguente utilizzo dei dati da essa prodotti. (Ad esempio serie temporali di interesse potranno essere validate con criteri adottati per la validazione dei singoli dati che concorrono al monitoraggio della radioattività ambientale.)

Le tecniche di controllo di qualità cercano di minimizzare il numero di dati non validi mentre la validazione cerca di evitarne l'utilizzo e l'archiviazione.

La validazione di base delle singole analisi deve essere eseguita al più presto possibile, preferibilmente dopo la loro produzione, al fine di individuare tempestivamente malfunzionamenti strumentali ed evitare il conseguente accumulo di dati non validi. Il dato marcato come non valido è escluso dalle elaborazioni statistiche e non viene diffuso.

La qualità dei dati è, in generale, responsabilità del soggetto che li fornisce; in un contesto nazionale, come quello della rete RESORAD, in cui operano Laboratori diversi è altresì importante garantire la qualità, comparabilità e omogeneità dei dati raccolti. A questo fine è buona pratica effettuare esercizi di interconfronto tra i Laboratori.

3.3.1 Attività di controllo eseguite dai produttori di dati

In generale le attività di controllo, eseguite dal personale qualificato operante presso i Laboratori produttori di dati ai fini della validazione, iniziano nella fase di accettazione del campione e terminano con l'emissione del rapporto di prova dell'analisi e l'archiviazione del dato.

Durante la fase di accettazione del campione l'operatore è incaricato ad accertare la corrispondenza tra il verbale di prelievo ed il campione stesso, effettuata, quindi, delle verifiche di conformità (es. matrice, quantità di campione, numero aliquote, n° verbale di prelievo, indicazione del punto di prelievo).

Una volta effettuata l'analisi viene emesso un report di analisi, in genere prodotto da uno strumento, questo è controllato dai tecnici incaricati, se sono registrate eventuali incongruenze o non conformità sono effettuati approfondimenti o se necessario l'analisi sarà ripetuta.

Queste attività di controllo richiedono esperienza sui sistemi di misura, ma anche sul comportamento e sulla distribuzione spazio-temporale dei radionuclidi analizzati; sono da considerarsi al contempo empiriche e deterministiche.

Conclusi i controlli ed eventuali approfondimenti il responsabile di Laboratorio emette il rapporto di prova validato, con conseguente archiviazione del dato prodotto.

3.3.2 Attività di controllo "automatiche" del sistema RADIA

Nel sistema RADIA sono previsti una serie di controlli automatici effettuati al momento del caricamento dei dati tramite l'applicativo MIDRad. Il riscontro di errori da parte del sistema impedisce il caricamento del record e quindi l'inserimento del DBRad di dati non validi.

Di seguito sono elencati i controlli automatici implementati in MIDRad:

- compilazione errata o mancante di campi codificati o obbligatori (laboratorio, regione, comune, attività, ecc);

- compatibilità tra matrice e unità di misura: (es. particolato atmosferico: accettato solo Becquerel (multipli o sottomultipli) per unità di volume);
- non compilazione contemporanea dei campi MAR e incertezza o unità di misura incertezza;
- compilazione contemporanea dei campi MAR e incertezza o unità di misura incertezza;
- compatibilità tra le unità di misura dell'attività e dell'incertezza;
- duplicazione misura per lo stesso campione;
- verifica che l'attività sia superiore all'incertezza;
- per dati antecedenti al 1985 è restituito un messaggio di attenzione;
- superamento dei Reporting Levels definiti nella raccomandazione 2000/473/Euratom (riportati nella tabella sottostante); in caso positivo è restituito un messaggio di attenzione;

| Matrice | Reporting Levels (2000/473/Euratom) | | |
|-----------------------------------|----------------------------------------|----------------------------------------|--------------------------|
| | Cs-137 | Sr-90 | Beta totale |
| Particolato Atmosferico | 0,03 Bq m ⁻³ | - | 0,005 Bq m ⁻³ |
| Acque superficiali ^(a) | 1,0 Bq l ⁻¹ | - | 0,6 Bq l ⁻¹ |
| Latte | 0,5 Bq l ⁻¹ | 0,2 Bq l ⁻¹ | - |
| Acqua potabile | 0,1 Bq l ⁻¹ | 0,06 Bq l ⁻¹ | - |
| Dieta mista | 0,2 Bq d ⁻¹ p ⁻¹ | 0,1 Bq d ⁻¹ p ⁻¹ | - |

^(a) per le acque superficiali il beta totale è da intendersi come beta residuo (beta totale al netto dell'attività del K-40)

- per la “dose gamma in aria” è consentito un identificativo codice campione nullo.

Nel caricamento massivo dei dati, tramite file csv, il sistema effettua i controlli sopracitati e se individua delle non conformità restituisce un messaggio di errore all'utente con indicazione puntuale delle righe del file in cui è stato riscontrato il problema e i dettagli dello stesso.

Occorre inoltre segnalare che per alcune matrici e alcuni radionuclidi sono stati inseriti nel sistema dei valori soglia, in particolare sono stati riportati i livelli notificabili (reporting level) indicati nella raccomandazione 473/2000/EURATOM, l'eventuale superamento di un dato di uno di questi limiti comporta la restituzione da parte del sistema, in fase di caricamento, di un “warning”, un messaggio di attenzione, in cui si richiede all'utente se è certo di voler caricare il record.

Di seguito è riportato un esempio della schermata di RADIA che può comparire in caso di errori e warning:

The screenshot shows the RADIA web interface. At the top, there are logos for SINA.net, RADIA, and ISPRA. Below the navigation bar, the main content area displays the following information:

RADIA - Controllo formato file misurazioni PROVA.csv

Valori di attenzione riscontrati nel file:

- Riga 9 - valore comunicato=8.77E-01 reporting level= 03

Errori riscontrati nel file:

- Riga 1 - Laboratorio campionamento ISPRA non riconosciuto dal sistema per la vostra utenza -1
- Riga 2 - Identificativo del campione non definito
- Riga 3 - Data di fine minore di quella di inizio: 01/01/2013 04/01/2013
- Riga 4 - L'unità di misura non ammessa per la matrice
- Riga 5 - Record non ammissibile: nessun valore di MAR e nessun valore di incertezza/unità di misura incertezza
- Riga 6 - Incertezza presente con MAR, definita
- Riga 7 - Valore duplicato per il campione 2918 e radionuclide CS-137
- Riga 8 - Valore duplicato per il campione 2918 e radionuclide CS-137

Record totali: 19, record con errori: 8

Cliccare qui per inserire i dati senza errori (quelli marcati come "warning" verranno inseriti).

• [Menu iniziale](#)

Systema RADIA
Utente connesso: ADMIN

Il caricamento di record con errori non è consentito, l'utente deve, quindi, provvedere alla risoluzione del problema e poi effettuare un nuovo caricamento.

3.3.3 *Attività di controllo “manuali” sul DBRad*

Gli operatori di ISPRA effettuano controlli sui dati inseriti nel DBRad, interrogando il DB ed estraendo dati di interesse. L'obiettivo è quello di identificare singoli dati o serie di dati anomali e il rispetto di eventuali limiti o valori soglia. L'individuazione di eventuali dati anomali, comporta, innanzitutto, una verifica con il produttore dei dati e successivamente la decisione in merito alla validità del dato. Questi controlli sono effettuati periodicamente dal personale ISPRA.

SEZIONE F

VALUTAZIONE DELLA DOSE ALLA POPOLAZIONE

| |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Rev. 1 del 25/03/2016 |
| Autori |
| Francesco Bochicchio (ISS) Cristina Nuccetelli (ISS) Giancarlo Torri (ISPRA) Sonia Fontani (ISPRA) Alessandro Magliano (Ministero della Salute) Alessandro Di Giosa (ARPA Lazio) Maria Clivia Losana (ARPA Piemonte) Mauro Magnoni (ARPA Piemonte) |

Note

Revisioni

| n. | data | Oggetto modifica |
|----|------------|-------------------------------|
| 0 | 30/06/2014 | Correzione refuso paragrafo 5 |
| | | |
| | | |
| | | |

Sommario

| | | |
|-----|------------------------------------------------------------------------|------|
| 1 | Introduzione | F-6 |
| 2 | Quadro normativo | F-7 |
| 3 | Matrici, esposizioni e radionuclidi..... | F-8 |
| 4 | Calcolo dei valori medi per area delle concentrazioni di attività..... | F-9 |
| 4.1 | Particolato atmosferico..... | F-9 |
| 4.2 | Acqua superficiale..... | F-9 |
| 4.3 | Acqua potabile | F-10 |
| 4.4 | Latte | F-10 |
| 4.5 | Dieta mista | F-11 |
| 5 | Valutazione della dose efficace | F-12 |

ACRONIMI

APAT – Agenzia per la Protezione dell’Ambiente e per i Servizi tecnici (ora ISPRA)

APPA – Agenzie per la protezione dell’ambiente delle province autonome

ARPA, ARTA – Agenzie regionali per la protezione dell’ambiente

CE – Commissione Europea

CRI – Croce Rossa Italiana

DBRad – Data Base di radioattività ambientale

DSA – Direzione per la Salvaguardia Ambientale

EML – Environmental Measurements Laboratory

EN – Norme Europee

ENEA – Ente per le Nuove Tecnologie, l’Energia e l’Ambiente

EPA – Environmental Protection Agency

INMRI – Istituto di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti

IRSA – Istituto di Ricerca Sulle Acque

CNR – Consiglio Nazionale delle Ricerche

ISO – International Organization for Standardization

ISPRA – Istituto Superiore per la Protezione e la Ricerca Ambientale

ISS – Istituto Superiore di Sanità

MATTM – Ministero dell’Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare

MIDRad – Modulo Interscambio Dati di Radioattività

NORM – Naturally Occurring Radioactive Materials

RADIA – Sistema di trasferimento e archiviazione dati di radioattività ambientale

REM DB– Radioactivity Environmental Monitoring Data Base della Commissione Europea presso il Joint Research Center di Ispra (VA)

RESORAD – REte nazionale di SORveglianza della RADioattività ambientale

SINA – Sistema Informativo Nazionale Ambientale

UNI – Ente Nazionale Italiano di Unificazione

Premessa

Il Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare-Direzione Generale per le Valutazioni Ambientali (DVA) e l'ISPRA hanno stipulato una Convenzione avente per oggetto il supporto tecnico alla DSA (ora DVA) all'elaborazione di linee guida ed indirizzi metodologici.

La Convenzione include la linea di attività "Prevenzione dai rischi dell'esposizione a radiazioni ionizzanti", che a sua volta include la tematica "Implementazione di un sistema nazionale di monitoraggio della radioattività ambientale".

Nell'ambito della tematica sopra citata, attraverso una preventiva consultazione con tutte le Agenzie regionali e provinciali per la protezione ambientale e gli enti qualificati, quali l'Istituto Superiore di Sanità (ISS), l'Agenzia nazionale per le nuove tecnologie, l'energia e lo sviluppo economico sostenibile-Istituto Nazionale di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti (ENEA-INMRI) e la Croce Rossa Italiana (CRI), sono state individuate sedici specifiche attività prioritarie (task).

Per la realizzazione delle task sono state stipulate apposite convenzioni tra l'ISPRA e le ARPA, APPA, l'ENEA-INMRI e la CRI e un accordo con l'ISS. Nell'allegato tecnico alle convenzioni sono state individuate le compagini e i coordinatori delle task.

Per questa task, dato il particolare argomento trattato, la Direzione generale della prevenzione del Ministero della Salute ha partecipato ai lavori e ha contribuito alla stesura del documento.

Il presente documento rappresenta il prodotto della task 01.01.06 "Valutazione della dose alla popolazione". Alla realizzazione della task, coordinata dall'ISS, hanno contribuito ISPRA, Ministero della Salute, ARPA Piemonte e ARPA Lazio .

1 Introduzione

Nell'ambito della radioprotezione la dose, ed in particolare la dose efficace, rappresenta la grandezza fondamentale per valutare la significatività dell'esposizione di individui della popolazione alle radiazioni ionizzanti, pur con i noti limiti e incertezze che la dose efficace ha ai fini di una valutazione quantitativa del rischio di effetti sanitari stocastici di singoli individui.

L'obiettivo generale di questa task è quello di definire le modalità di valutazione della dose efficace alla popolazione a seguito delle esposizioni alla radioattività presente nell'ambiente e negli alimenti anche al fine di inviare le relative informazioni alla Commissione Europea, come previsto dalla normativa vigente. Ai fini della valutazione della dose sono considerati i dati derivanti dal monitoraggio della radioattività ambientale e negli alimenti della REte nazionale di SORveglianza della RADioattività ambientale (RESORAD) e delle reti regionali. I dati radiometrici sono raccolti (a partire da quelli del 2004) nella banca dati DBRad gestita dell'ISPRA nell'ambito della rete del Sistema Nazionale Informativo Ambientale SINAnet.

Come si vedrà nel seguito, viene proposto un approccio graduale rispetto al raggiungimento del suddetto obiettivo generale. In questa prima fase sarà considerato un sottoinsieme di tutte le possibili esposizioni della popolazione alle radiazioni ionizzanti, in particolare rivolto alla radioattività artificiale, tenendo in considerazione i dati attualmente raccolti dalle reti di monitoraggio, per poi estendere, nei prossimi aggiornamenti, le esposizioni (nonché le matrici e i radionuclidi) prese in esame.

In particolare nel Capitolo 2 verrà analizzato il quadro normativo di riferimento, sia quello attuale che quello prossimo, mentre nel Capitolo 3 verranno specificate le matrici, le esposizioni e i radionuclidi per i quali verranno poi definite, nel Capitolo 4, le modalità di calcolo dei valori medi per area delle concentrazioni di attività e, nel Capitolo 5, il calcolo delle corrispondenti dosi efficaci impegnate.

Le valutazioni svolte in questo documento non riguardano situazioni incidentali o di emergenza nucleare o radiologica, per le quali si rimanda ai rispettivi documenti di competenza.

2 Quadro normativo

Il quadro normativo nazionale risulta attualmente delineato dal D.Lgs. 230/95 e s.m.i., il quale prevede, all'art. 106 comma 1, che *“L'ANPA, in collaborazione con l'ISPESL e con l'Istituto Superiore di Sanit , anche sulla base dei dati forniti dagli organi del servizio sanitario nazionale competenti per territorio, effettua la stima dei diversi contributi all'esposizione della popolazione derivanti dalle attività disciplinate dal presente decreto, dandone annualmente comunicazione al Ministero della Sanit , anche ai fini delle indicazioni da adottare affinché il contributo delle pratiche all'esposizione dell'intera popolazione sia mantenuto entro il valore più basso ragionevolmente ottenibile, tenuto conto dei fattori economici e sociali”* e al comma 2 dello stesso articolo 106 prevede che *“Il Ministero della Sanit co unica alla o issione Europea i risultati delle stime di cui al comma 1.”*

Va ovviamente tenuto presente che vi sono stati dei cambiamenti normativi che hanno comportato conseguenti modifiche delle strutture citate rispetto al 1995 (l'ANPA è confluita in APAT e attualmente in ISPRA; l'ISPESL è confluito in INAIL; il controllo della radioattività ambientale, regolato dall'art.104 del D.Lgs.230/95 s.m.i. è stato trasferito dalle strutture del SSN alle ARPA).

Risulta comunque evidente da questo articolo del D.Lgs. 230/95 s.m.i. che la normativa vigente non richiede che sia valutata la dose per tutte le possibili esposizioni della popolazione a radiazioni ionizzanti, ma solo per quelle disciplinate dal decreto, che sono prevalentemente legate alle pratiche con sorgenti artificiali di radioattività. Va, inoltre, sottolineato che attualmente la normativa risulta per molti aspetti differenziata per esposizioni a sorgenti artificiali, sorgenti naturali (es. radon) e a materiali radioattivi di origine naturale (NORM). Bisognerà, inoltre, tener conto delle modifiche che verranno apportate alla normativa italiana attuale a seguito del recepimento della Direttiva 2013/59/Euratom in materia di radioprotezione, previsto entro l'8 febbraio del 2018.

In ambito internazionale, oltre agli articoli 35 e 36 del trattato Euratom che delineano in generale gli obblighi di monitoraggio della radioattività (e che sono ovviamente stati considerati nella normativa italiana), va tenuta presente la raccomandazione della Commissione Europea 200/473/Euratom (*“sull'applicazione dell'articolo 36 del trattato Eurato riguardante il controllo del grado di radioattivit ambientale allo scopo di determinare l'esposizione dell'insieme della popolazione”*), che fornisce indicazioni specifiche sul monitoraggio della rdioattività. Tale raccomandazione trova applicazione nel documento *“Linee guida per il monitoraggio della radioattività”* (ISPRA – Manuali e Linee Guida 83/2012) elaborato nell'ambito del Sistema Nazionale per la Protezione dell'Ambiente da un gruppo di lavoro composto da esperti di ISPRA, ARPA/APPA, ISS e Ministero della Salute.

3 Matrici, esposizioni e radionuclidi

In questo capitolo sono specificate le matrici, le esposizioni e i radionuclidi per i quali verrà poi riportato il metodo di calcolo della dose efficace.

Per quanto riguarda i radionuclidi, si è deciso di limitarsi, in questa prima versione, a quelli di origine artificiale, tenendo conto sia della normativa vigente citata nel Capitolo 2 che dei dati raccolti dalla rete nazionale di sorveglianza della radioattività ambientale (RESORAD) e dalle reti regionali.

Le esposizioni ai materiali radioattivi di origine naturale (NORM) non sono considerate in questo documento, per la valutazione della dose alla popolazione. La valutazione della dose per i lavoratori e per i gruppi critici è affrontata nella task 03.02.01 “*Valutazione impatto da NORM*” elaborato nell’ambito di questa Convenzione.

Per quanto riguarda le matrici, vengono prese in esame le matrici previste dalla Raccomandazione 2000/473/Euratom, e riportate anche nell’appendice A del rapporto EC *Environmental Radioactivity in the European Community 2004-2006*, RADIATION PROTECTION No.161, EUR 23950 EN, 2009, le cui tabelle riassuntive sono riportate in forma sintetica nella tabella sottostante riprese nonché utilizzate nelle *Linee guida per il monitoraggio della radioattività* (ISPRA - Linee guida e Manuali 83/2012).

| Tabella riepilogativa dei radionuclidi, delle frequenze di campionamento e misura delle principali matrici per la rete fitta e la rete diradata | | | | | | |
|-------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------|-------------------------------|----------------------------------------------|
| Matrice | Rete fitta | | | Rete diradata | | |
| | Radionuclidi/ tipologia misura | Frequenza di campionamento | Frequenza di misura | Radionuclidi/ tipologia misura | Frequenza di campionamento | Frequenza di misura |
| Particolato atmosferico | Cs-137, beta totale | Giornaliero | Mensile | Cs 137, Be-7 | Giornaliero | Giornaliero (allarme) Mensile (andamento) |
| Deposizione umida e secca* | Cs-137 | Mensile | Mensile | Cs-137, Sr-90 | Mensile | Mensile (Cs-137) Semestrale (Sr-90) |
| Aria | Dose gamma assorbita | In continuo | In continuo (restituzione dati mensile) | Dose gamma assorbita | In continuo | In continuo (restituzione dati mensile) |
| Acque superficiali | Cs-137, beta residuo | Trimestrale (acque dolci) Semestrale (acque marine) | Trimestrale (acque dolci) Semestrale (acque marine) | Cs-137, beta residuo | Mensile | Mensile |
| Acque potabili | H-3, Cs-137, Sr-90, naturali alfa totale beta totale | Semestrale (grandi acquedotti) >6 mesi piccoli acquedotti) | Semestrale (grandi acquedotti) >6 mesi piccoli acquedotti) | H-3, Cs-137, Sr-90, naturali, alfa totale beta totale | Mensile (grandi acquedotti) | Mensile (grandi acquedotti) |
| Latte | Cs-137, Sr-90 | Mensile | Mensile (Cs-137) Trimestrale (Sr-90) | Cs-137, Sr-90, K-40 | Mensile | Mensile |
| Dieta mista (singoli alimenti) | Cs-137 | Trimestrale | Trimestrale | Cs-137 | Mensile | Mensile |
| Dieta mista (pasto completo) | Cs-137, Sr-90 | Mensile/Trimestrale | Trimestrale | Cs-137, Sr-90 | 15gg/Trimestrale | Trimestrale |

(*) La deposizione umida e secca non è indicata nella raccomandazione 200/473/Euratom.

E’ bene sottolineare che, ai fini della individuazione delle matrici e dei radionuclidi da misurare, non vengono prese in esame le esposizioni (e le relative problematiche) derivanti da situazioni di emergenza nucleare o radiologica. In tali casi appositi organi stabiliscono di volta in volta quali radionuclidi misurare e in quali matrici.

4 Calcolo dei valori medi per area delle concentrazioni di attività

Ai fini della valutazione della dose alla popolazione è necessario calcolare i valori medi delle concentrazioni di attività dei diversi radionuclidi nelle diverse matrici per il tempo considerato e per l'area geografica di interesse. In questo rapporto sono prese come riferimento le aree macroregionali così come definite dalla Commissione Europea e precisamente:

- Nord: Valle d'Aosta, Piemonte, Lombardia, Veneto, Friuli-Venezia Giulia, Province autonome di Trento e Bolzano, Liguria ed Emilia-Romagna;
- Centro: Toscana, Marche, Umbria, Abruzzo, Molise, Lazio e Sardegna;
- Sud: Campania, Puglia, Basilicata, Calabria, Sicilia.

Sono di seguito riportati gli algoritmi per il calcolo dei valori medi delle concentrazioni di attività per le matrici prese in considerazione. L'intervallo di tempo per il quale calcolare i valori delle medie delle concentrazioni di attività viene generalmente riferito a un anno.

4.1 Particolato atmosferico

La concentrazione di attività media di un radionuclide nel particolato atmosferico nell'area geografica di interesse è data dalla media aritmetica delle medie pesate per il tempo di campionamento del particolato nei punti di prelievo/misura compresi nell'area geografica di interesse:

$$\bar{A} = \frac{1}{N_l} \sum_{l=1}^{N_l} \frac{\sum_{i=1}^{N_{ml}} a_{i,l} \Delta t_{i,l}}{\sum_{i=1}^{N_{ml}} \Delta t_{i,l}}$$

dove:

\bar{A} = media della concentrazione di attività nell'area di interesse;

N_l = numero dei punti di prelievo/misura dell'area geografica di interesse;

$a_{i,l}$ = valore della concentrazione di attività della misura i -esima riferita all'intervallo di campionamento $\Delta t_{i,l}$ nel punto di prelievo l ;

N_{ml} = numero di misure effettuate nel punto di prelievo l .

4.2 Acqua superficiale

Per le acque superficiali non sono calcolati i valori delle concentrazioni di attività per le macroregioni, ma solo quelle relative ai singoli punti di prelievo/misura, come medie aritmetiche delle misure effettuate nel tempo considerato.

$$\bar{S} = \frac{1}{N_m} \sum_{i=1}^{N_m} S_i$$

dove:

\bar{S} = media della concentrazione di attività media del punto di prelievo/misura

S_i = valore della concentrazione di attività della misura i -esima

N_m = numero di misure effettuate nel periodo T (per le finalità di questo rapporto 1 anno)

4.3 Acqua potabile

La concentrazione di attività media di un radionuclide (ovvero alfa totale, beta totale) nell'acqua potabile nell'area geografica di interesse è data dalla media aritmetica delle medie pesate per il periodo di campionamento delle misure dei punti di prelievo/misura compresi nell'area geografica di interesse.

$$\bar{W} = \frac{1}{N_l} \sum_{l=1}^{N_l} \left(\frac{\sum_{i=1}^{N_{ml}} w_{i,l} \Delta t_{i,l}}{\sum_{i=1}^{N_{ml}} \Delta t_{i,l}} \right)$$

dove:

\bar{W} = media della concentrazione di attività nell'area di interesse;

N_l = numero dei punti di prelievo/misura dell'area geografica di interesse;

$w_{i,l}$ = valore della concentrazione di attività della misura i -esima riferita all'intervallo di campionamento $\Delta t_{i,l}$ nel punto di prelievo l ;

N_{ml} = numero di misure effettuate nel punto di prelievo l .

Si noti che laddove il periodo di campionamento fosse uguale per tutte le misure, \bar{W} risulterebbe la media aritmetica di tutte le misure effettuate nell'area macroregionale.

4.4 Latte

La concentrazione di attività media di un radionuclide nel latte, nell'area geografica di interesse è data dalla media aritmetica delle medie pesate per il periodo di campionamento della misura dei punti di prelievo/misura compresi nell'area geografica di interesse.

$$\bar{M} = \frac{1}{N_l} \sum_{l=1}^{N_l} \left(\frac{\sum_{i=1}^{N_{ml}} m_{i,l} \Delta t_{i,l}}{\sum_{i=1}^{N_{ml}} \Delta t_{i,l}} \right)$$

dove:

\bar{M} = media della concentrazione di attività nell'area di interesse;

N_l = numero dei punti di prelievo/misura dell'area geografica di interesse;

$m_{i,l}$ = valore della concentrazione di attività della misura i -esima riferita all'intervallo di campionamento $\Delta t_{i,l}$ nel punto di prelievo l ;

N_{ml} = numero di misure effettuate nel punto di prelievo l .

Si noti che laddove il periodo di campionamento fosse uguale per tutte le misure, \bar{M} risulterebbe la media aritmetica di tutte le misure effettuate nell'area macroregionale.

4.5 Dieta mista

La concentrazione di attività media di un radionuclide nella dieta mista, nell'area geografica di interesse è data dalla media aritmetica delle medie pesate per il periodo di campionamento della misura dei punti di prelievo/misura compresi nell'area geografica di interesse.

$$\bar{D} = \frac{1}{N_l} \sum_{l=1}^{N_l} \left(\frac{\sum_{i=1}^{N_{ml}} d_{i,l} \Delta t_{i,l}}{\sum_{i=1}^{N_{ml}} \Delta t_{i,l}} \right)$$

dove:

\bar{D} = media della concentrazione di attività nell'area di interesse;

N_l = numero dei punti di prelievo/misura dell'area geografica di interesse;

$d_{i,l}$ = valore della concentrazione di attività della misura i -esima riferita all'intervallo di campionamento $\Delta t_{i,l}$ nel punto di prelievo l ;

N_{ml} = numero di misure effettuate nel punto di prelievo l .

Si noti che laddove il periodo di campionamento fosse uguale per tutte le misure, \bar{D} risulterebbe uguale alla media aritmetica di tutte le misure effettuate nell'area macroregionale.

5 Valutazione della dose efficace

Come già anticipato, ai fini della valutazione della dose efficace non sono viene considerato, in questo rapporto, il contributo dei radionuclidi di origine naturale relativamente alla dose assorbita in aria, nonché il contributo dei radionuclidi di origine naturale nell'acqua potabile, nel latte e negli altri alimenti. Relativamente alla dose assorbita in aria, in condizioni normali (non emergenza) si è considerato trascurabile il contributo dell'irraggiamento esterno dovuto alla presenza di radionuclidi artificiali. Sono, pertanto, considerati i seguenti radionuclidi:

| Matrice | Radionuclidi | Tipologia di esposizione |
|-------------------------|------------------------------|--------------------------|
| Particolato atmosferico | Cs-137, Beta totale (Sr-90) | inalazione |
| Acque superficiali | Cs-137, Beta residuo (Sr-90) | Ingestione |
| Acqua potabile | H-3, Cs-137, Sr-90 | ingestione |
| Latte | Cs-137, Sr-90 | ingestione |
| Dieta mista | Cs-137, Sr-90 | ingestione |

Una volta ottenuto il valore della concentrazione dei radionuclidi per l'area di riferimento (es. macroregione) come indicato nel capitolo precedente, è possibile calcolare la dose efficace dalla:

$$E = E_{Particolato\ atmosferico} + E_{Acqua\ Superficiale} + E_{Acqua\ potabile} + E_{Latte} + E_{Dieta\ mista}$$

Le singole componenti della dose efficace sono date dalla

$$E_x = \sum_j h(g)_j A_j \cdot R_g$$

dove:

$h(g)_j$ – Coefficienti di dose per unità di introduzione del radionuclide i (Sv Bq⁻¹);

A_j – Concentrazione di attività del radionuclide j di interesse per unità di volume (Bq m⁻³, Bq l⁻¹, Bq kg⁻¹, Bq d⁻¹ p⁻¹);

R_g – Consumo annuale (m³, kg, l, 365 giorni in caso di dato espresso come Bq d⁻¹ p⁻¹)

A titolo di esempio sono riportati nella tabella seguente i valori dei coefficienti di dose per unità di attività e i consumi annuali utilizzati dalla Commissione Europea.

| Matrice | Radionuclide | Coefficiente di dose | Consumo annuale |
|-------------------------|----------------------|-----------------------|---------------------|
| Particolato atmosferico | Cs-137 | 4.6 10 ⁻⁹ | 8030 m ³ |
| | Beta totale (Sr-90) | 2.4 10 ⁻⁸ | |
| Acque superficiali | Cs-137 | 1.3 10 ⁻⁸ | 60 l |
| | Beta residuo (Sr-90) | 2.8 10 ⁻⁸ | |
| Acqua potabile | H-3 | 1.8 10 ⁻¹¹ | 600 l |
| | Cs-137 | 1.3 10 ⁻⁸ | |
| Latte | Sr-90 | 2.8 10 ⁻⁸ | 200 l |
| | Cs-137 | 1.3 10 ⁻⁸ | |
| Dieta mista | Cs-137 | 1.3 10 ⁻⁸ | 365 d |
| | Sr-90 | 2.8 10 ⁻⁸ | |