AGENZIA NAZIONALE PER LE NUOVE TECNOLOGIE, L'ENERGIA E LO SVILUPPO ECONOMICO SOSTENIBILE

ISSN/0393-3016

LA QUALITÀ DEL SERVIZIO DI MISURAZIONE DEL RADON DELL'ENEA

Basi tecniche e calibrazione 2012

M. CALAMOSCA, S. PENZO, E. CONSOLI

ENEA – Istituto di Radioprotezione Centro Ricerche "Ezio Clementel", Bologna

RT/2012/25/ENEA



LA QUALITÀ DEL SERVIZIO DI MISURAZIONE DEL RADON DELL'ENEA Basi tecniche e calibrazione 2012

M. CALAMOSCA, S. PENZO, E. CONSOLI ENEA – Istituto di Radioprotezione Centro Ricerche "Ezio Clementel", Bologna

RT/2012/25/ENEA

I Rapporti tecnici sono scaricabili in formato pdf dal sito web ENEA alla pagina http://www.enea.it/it/produzione-scientifica/rapporti-tecnici

I contenuti tecnico-scientifici dei rapporti tecnici dell'ENEA rispecchiano l'opinione degli autori e non necessariamente quella dell'Agenzia.

The technical and scientific contents of these reports express the opinion of the authors but not necessarily the opinion of ENEA.

LA QUALITÀ DEL SERVIZIO DI MISURAZIONE DEL RADON DELL'ENEA

Basi tecniche e calibrazione 2012

M. CALAMOSCA, S. PENZO, E. CONSOLI

Riassunto

Fin dal 2002 il Servizio Radon ENEA dell'Istituto di Radioprotezione fornisce all'utente il proprio dispositivo brevettato di campionamento passivo del radon, che annualmente sottopone a qualificazione partecipando ad uno o più interconfronti internazionali presso riconosciuti centri di taratura. Grazie alle sue specifiche progettuali alcuni controlli di qualità possono essere evitati, mantenendo un elevato standard di qualità, indicato dai valori tipici di incertezza della misura e dai risultati degli interconfronti. Tuttavia in vista dei futuri limiti di riferimento ipotizzabili sulla base delle proposte ad es. contenute nel documento WHO 2009, il Servizio considera la necessità di ridurre ulteriormente l'incertezza di misura nel campo delle concentrazioni inferiori a 100 Bq/m³. Allo scopo si è rivalutato l'intero bilancio delle incertezze associate alla misura, a seguito di un'invasiva operazione di riparazione dell'hardware del sistema di lettura. Il lavoro presenta le grandezze analizzate con le modifiche introdotte per ottimizzare il sistema. In particolare vengono dettagliate le tipiche specifiche esclusive del nostro sistema di misurazione, ad es.: il fattore di risposta (sensibilità) non costante, ma dipendente in modo non lineare dalla distribuzione dell'asse minore delle tracce; un nuovo algoritmo che determina l'asse minore della traccia dai parametri di immagine, determinato con programmi messi a punto da Nikesic and Yu e dal nostro Servizio; la misurazione della densità di tracce di fondo intrinseco e di transit direttamente sul singolo rivelatore di CR-39; l'alto valore del parametro sensibilità, in condizioni standard superiore a 4,0 tracce cm⁻² kBq⁻¹m³h⁻¹. Si sono ottimizzati i processi più critici nella fase di lettura dei rivelatori, quali il controllo dell'illuminamento del FOV, il settaggio dell'autofocus, la determinazione automatica del numero di FOV da analizzare, così da migliorare la precisione legata alla statistica Poissoniana dei decadimenti. Analizzando con nuovi programmi un totale di 584 rivelatori, utilizzati negli interconfronti, si è ottenuta la curva di sensibilità in funzione dei parametri della distribuzione delle tracce, in tal modo permettendo di esprimere la qualità dell'esposizione attraverso la relativa incertezza estesa espressa con una probabilità di copertura del 95%.

Parole chiave: Radon, Garanzia di qualità, Calibrazione, Servizio, Interconfronti

ASSESSMENT OF THE RADON MEASUREMENT SERVICE QUALITY

2012 calibration

Summary

Since 2002 the ENEA Radon Service provides the customer with it's own patented CR-39 passive radon measurement device, which is yearly qualified by participating at one or more international intercomparisons, at different calibration Laboratories. Due to its design, some quality assurance steps can be avoided, without reducing the measurement quality, stressed by its related overall uncertainty and confirmed by the top-down approach. Nevertheless to meet the implicit WHO (2009) proposal of reducing the value of the permitted radon concentration both in dwellings and in workrooms, the uncertainty of the radon gas measurement in the range below 100 Bq/m³ must be improved. To get this result a complete analysis of all the sources of the uncertainties bucket has been performed again after an invasive repairing action performed on the readout system. All these variables will be analytically discussed in this paper, together with the modifications added to improve the response quality. Some characteristics peculiar to our measuring system can be stressed just very now, viz.: our measuring system adjusts its response factor (sensitivity) on the track minor axis distribution, related to the removed layer; a new way to assess the actual track minor axis from its optical microscopic image has been performed by using the programs developed by Nikesic and Yu, and by our Service; the intrinsic and transit background is directly measured by read-outing the detector shielded surface; the usual sensitivity is normally above 4.0 tracks $cm^{-2}kBq^{-1}m^{3}h^{-1}$, actually one of highest value available for this type of measurement. It is possible to further increase the total scanning area, both of the central and background Fields Of View (FOV), so that the intrinsic Poissonian uncertainty can be significantly decreased. A total of 584 detectors, belonging to all the intercomparison sets, were analyzed to elicit the actual sensitivity dependence on the 95th percentile of the track minor axis distribution, and at the same time providing a way to assess the exposure ultimate extended uncertainty with 95 % coverage probability.

Keywords: Radon, Quality Assurance, Calibration, Service, Intercomparison

INDICE

1.	INTRODUZIONE	7
2.	DETTAGLIO DELLE AZIONI EFFETTUATE	9
	 2.1. Sistema di acquisizione e digitalizzazione delle immagini dalla telecamera 2.2. Parametri di regolazione dell'illuminazione del FOV (settaggio NI PCI-1409) 2.3. Software di controllo del sistema di lettura dei rivelatori e di analisi delle tracce 2.4. Programma FORTRAN di analisi finale (BKD2012 1409 IMSL) 	9 10 13 14
3.	RELAZIONE TRA DIAMETRO EFFICACE E PMI	15
4.	CALIBRAZIONE DEL SISTEMA DI MISURAZIONE TRAMITE LA DETERMINAZIONE IN CONDIZIONI DI TARATURA DEL PARAMETRO SENSIBILITÀ (SENS)	17
	 4.1. Andamento dello spettro dei diametri efficaci 4.2. Relazione tra diametro D_{5%} e D_{95%}	18 19 20 20
	 4.4. Determinazione regressione asimolica sensibilità vis. D93% con intervatio flaticiate 4.5. Determinazione incertezza del parametro Sensibilità 4.6. Determinazione finale dell'incertezza composta di SENS mediante analisi di Monte Carlo	22
5.	VERIFICA DELLA QUALITÀ DEL NUOVO SISTEMA	25
	5.1. Risultati degli interconfronti con la nuova funzione di sensibilità (analisi top-down)	25
In	certezza di misura dell'esposizione indicata nel rapporto di prova	29
6.	CONCLUSIONI	31
	6.1. La nuova qualità del Servizio Radon ENEA6.2. La riproducibilità del Servizio Radon ENEA	31 34
A	PPENDICE A: PRECEDENTI INTERVENTI SUL SISTEMA DI LETTURA DEI RIVELATORI CR39	38
A	PPENDICE B: ALBUM IMMAGINI TRACCE SIMULATE PER ATTACCHI CHIMICI DA 5 A 8 ORE	41
A	PPENDICE C: SPETTRI DIAMETRI EFFICACI DI TUTTI GLI INTERCONFRONTI	77
Bl	IBLIOGRAFIA	85

1. INTRODUZIONE

Durante l'anno 2011 l'intero sistema di lettura ed analisi delle tracce dei rivelatori esposti al radon è stato revisionato praticamente in tutte le sue componenti, se si eccettua la parte meccanica del microscopio ottico (MO), la cui revisione era stata portata a termine in precedenza (vedi appendice A e verbale del 22/2/2011 (1)). Gli obiettivi di questi interventi, su un sistema che si era dimostrato nel tempo comunque soddisfacente, sono stati dettati dalla necessità sia di ottimizzare e documentare tutte le procedure critiche del sistema in conformità ai criteri di validazione indicati nella EN ISO/IEC 17025:2005 (2), sia di ridurre ulteriormente l'incertezza di misura alle basse esposizioni; è infatti a livello di concentrazioni di ²²²Rn attorno ai 100 Bq/m³ che si sta focalizzando l'interesse della radioprotezione dai radionuclidi di origine naturale a seguito del riconoscimento da parte del WHO (3) dell'aumento del rischio dovuto all'esposizione al radon, confermato dalle più autorevoli direttive internazionali (4, 5).

I punti su cui ci si è concentrati per realizzare tali obiettivi, sono in ordine di importanza i seguenti:

- 1. la corrispondenza tra immagine ottica e dimensioni reali della traccia, ottenuta tramite una relazione algebrica, biunivoca, indipendente dallo spessore rimosso, tra uno dei parametri descrittivi della traccia ottica e la dimensione reale dell'asse minore, che definiamo d'ora innanzi come il diametro efficace o di Nikezic.
- 2. L'abbandono dell'utilizzo dell'area della traccia falsa come parametro di controllo della stabilità dell'illuminamento medio del campo visivo (FOV = Field Of View).
- 3. La determinazione sperimentale diretta del numero di tracce efficaci che risultano sovrapposte (Overlapping), procedura finalizzata al miglioramento dell'accuratezza del misurando "densità di tracce".
- 4. L'aumento, automatizzato, della superficie di lettura della parte centrale del rivelatore, finalizzata a ridurre la componente di incertezza Poissoniana del misurando "densità di tracce".
- 5. La riduzione del coefficiente di variazione del parametro sensibilità (SENS), ottenuto confrontando il risultato della regressione asintotica con l'analisi basata su nuovi coefficienti di valutazione della qualità dei risultati simulati in tutti gli interconfronti a cui il Servizio ha partecipato, il cui numero è nel frattempo aumentato fino a 13.
- 6. L'impiego della analisi Monte Carlo per la valutazione di particolari casi di propagazione dell'incertezza.
- 7. La sostituzione di alcune funzioni o subroutine messe a punto dal ns. Servizio con algoritmi equivalenti, ma la cui riferibilità risulta tracciabile in quanto appartenenti alla libreria matematica IMSL.

Questi obiettivi sono stati raggiunti attraverso due serie di azioni, la prima riguardante le modifiche nel processo di acquisizione ed analisi delle immagini, la seconda attraverso la revisione sistematica di tutti i programmi di analisi FORTRAN, utilizzati sia in fase di calibrazione che di routine.

Per quanto riguarda i sottosistemi d'acquisizione dell'immagine analogica e di analisi dell'immagine digitalizzata, le variazioni convalidate ed inserite nel sistema, sono le seguenti:

- 1. Sostituzione della scheda (NI 1407, canale 0) della telecamera utilizzata fino al 1/02/2012 (rivelatori attaccati il 25/01/2012) con la scheda NI 1409, di cui si utilizzano 3 canali su 4: il canale 2 per la lettura del FOV, il canale 3 per il controllo dell'illuminamento medio del FOV, ed il canale 1, invariato, per la lettura del codice, con la seconda telecamera. Il segnale video proveniente dalla telecamera del MO viene a questo scopo sdoppiato, in modo d'essere analizzato contemporaneamente in due modalità diverse.
- 2. Con la possibilità di analisi del FOV in due diverse modalità è stato superato l'impiego della traccia "falsa" di riferimento per controllare la stabilità dell'illuminazione del CCD. Questa tecnica consisteva nell'utilizzare la presenza fissa lungo il cammino ottico di una interferenza, la cui dimensione dipende dal livello di illuminamento, come un esposimetro; il nuovo

approccio, che analizza la media dei livelli di grigio corrispondenti allo sfondo dell'immagine acquisita con il canale 3, realizza una procedura più robusta della precedente (non sempre si ha a disposizione una traccia falsa) e soprattutto restituisce un parametro correlato con l'illuminamento medio dell'intero FOV, che si dimostra più stabile e sensibile.

- 3. Studiando i livelli di grigio tipici delle tracce, dello sfondo del campo e dei difetti eventualmente presenti sul rivelatore, si sono ottimizzati i parametri delle Look-Up Table (LUT) dei due canali utilizzati per l'analisi del FOV ed il livello di riferimento di illuminamento per ottenere immagini, una volta focalizzate, di dimensioni fedeli a quelle reali. Inoltre ottimizzando i parametri che regolano l'illuminazione (Black/White), si è migliorata la corrispondenza tra le tracce lette dal ns. sistema e quelle teoriche ricavate dagli studi di Nikesic, a parità di energia, di angolo d'incidenza e di attacco chimico.
- 4. Si è completamente modificata la subroutine (VI) del controllo della luce iniziale adattandolo alla nuova sistemazione del hardware (TESTACCETTAZIONELUCE.VI).
- 5. Il contributo delle tracce sovrapposte al valore del misurando densità di tracce viene determinato sperimentalmente (ripetendo l'analisi delle immagine al termine della loro acquisizione), tramite l'aggiunta allo SCRIPT di 3 nuovi sottoprogrammi, che identificano le configurazioni di tracce dovute a sovrapposizioni di 2, 3 e 4 tracce, ed infine determinano il numero totale di tracce da aggiungere entro valori massimi e minimi imposti teoricamente (YAMAUCHI.VI) da un'analisi probabilistica.
- 6. Viene modificato il settaggio della soglia binaria, ed il numero di erosioni utilizzate nel VI di libreria Remove Small Particle. Eventuali modifiche o controlli sono stati resi programmabili e controllabili dal pannello iniziale.
- 7. In ANALISINUOVA2PROVA.VI sono stati eliminati tutti i frame che riguardano la movimentazione del rivelatore lungo i due assi planari, inserendo nel programma una lista di movimentazione, che può essere più agevolmente controllata e modificata. Questa modifica rende molto più agevole qualunque variazione della traiettoria della scansione dei FOV.

Per quanto riguarda la revisione o realizzazione di nuovi programmi FORTRAN indirizzati a implementare alcune specifiche da inserire nel sistema di misurazione del radon o ad ottimizzare le analisi di routine, vengono di seguito brevemente elencati i programmi realizzati e le piattaforme utilizzate, il cui stato di validazione è stato portato ad un livello sufficiente, per poterne fare un uso affidabile e provato:

- 1. Tutti i programmi FORTRAN descritti in questo verbale sono stati compilati con F77 in ambiente ABSOFT Pro Fortran 10.2, per Mac OS X Intel, a cui è stata aggiunta recentemente la libreria IMSL. Si tratta di una piattaforma a 64 bit, in grado di ottenere ottime prestazioni, sia come velocità di esecuzione che come approssimazione di calcolo. Per alcune applicazioni di analisi di immagine si è utilizzato IMAGEJ (6), un'applicazione molto nota, scaricabile liberamente dalla rete.
- 2. Per ottenere la rappresentazione visiva al microscopio ottico (rendering) delle tracce realizzate con i programmi FORTRAN di Nikezic (7, 8, 9), è stato messo a punto un programma in FORTRAN, TRACK.f, che partendo dai dati di uscita del programma TRACK_VISION (9), ricrea le condizioni ottiche del MO; l'uscita del programma fornisce per ogni traccia una griglia (20x41) di pixel con i valori di grigio della traccia, per tutte le tracce potenzialmente osservabili con 4 tempi di attacco chimico, rappresentativi del nostro range di lavoro. Il programma tiene anche conto del diverso livello medio di grigio delle tracce osservato al variare delle condizioni dell'attacco chimico. L'uscita del programma fornisce anche il testo sorgente di una macro per IMAGEJ, che crea immagini TIFF di tutte le tracce potenzialmente osservabili nel range di spessore rimosso da noi utilizzato. Tali immagini sono state poi analizzate in ambiente Labview con il medesimo script utilizzato nella lettura standard dei rivelatori, parametrizzando le variabili soglia ed erosione, al fine di trovare la relazione

ottimale tra il diametro di Nikezic ed uno o più dei parametri forniti in uscita dal programma di analisi d'immagine di IMAQ (Labview 6.1, NI).

- 3. La necessità di verificare la qualità complessiva della risposta dei rivelatori esposti negli interconfronti al variare di molteplici parametri, ha richiesto l'automazione dell'intero processo di determinazione della sensibilità (processo di taratura), che in precedenza veniva svolto manualmente con un impegno di almeno una settimana di lavoro. Allo scopo si è messo a punto un nuovo programma FORTRAN CALIB1409IMSL.f, che partendo dalle uscite del programma di Labview di analisi di immagini di tutti i 584 rivelatori, elabora tutti i passi necessari alla determinazione della relazione tra la sensibilità ed il D_{95%} (regressione asintotica, non passante per lo zero), ed infine permette un confronto quantitativo sulla qualità di una partecipazione virtuale agli interconfronti. A ragione dell'estensione e complessità del programma e di alcune importanti novità inserite nelle subroutine, i dettagli del programma saranno oggetto di una pubblicazione a parte, limitandoci nel presente documento ad una breve sintesi.
- 4. Alcuni passaggi di maggior criticità dell'analisi finale dei dati sperimentali eseguita con il programma FORTRAN riguardano la valutazione delle incertezze dei misurandi e la loro propagazione all'incertezza dei valori finali presentati nel rapporto di misura, in particolare la quantità Esposizione. Alcune tecniche da noi tradizionalmente utilizzate sono state sostituite con procedure tipiche della tecnica bootstrap, utilizzando una procedura Monte Carlo, in particolare in occasione della propagazione dell'incertezza di D_{95%} e di SENS. In questa occasione è stato introdotto l'uso della libreria matematica IMSL, che ha poi finito per essere utilizzata per tutte le subroutine e funzioni dove era presente l'equivalente IMSL.
- 5. L'ultimo programma realizzato, BKD2012-1409 IMSL, consiste nella completa revisione del programma di analisi dei dati BKD2011, e delle sue successive modifiche ed integrazioni, con il recepimento di tutte le modifiche indicate nel verbale del 5 marzo 2012 (10). Può essere presentato anche come la versione semplificata di CALIB1409IMSL, in quanto utilizza una delle principali subroutine di questo programma, ANALISIBKD(0), opportunamente modificata.

2. DETTAGLIO DELLE AZIONI EFFETTUATE

2.1. Sistema di acquisizione e digitalizzazione delle immagini dalla telecamera

Fino al 1/2/2012, ovvero fino al completamento delle letture dei clienti dell'attacco del 25/01/2012, il sistema di lettura automatico dei rivelatori acquisiva i FOV dei rivelatori attraverso la scheda monocanale a 256 bit NI PCI-1407. A partire dal successivo attacco (27/02/2012), le letture dei rivelatori sono effettuate con la telecamera collegata al PC mediante la scheda NI PCI-1409 (sempre a 256 bit, ma a 4 canali), utilizzando 2 canali per l'analisi del FOV, ovvero il canale 2 per la lettura delle tracce e il canale 3 per il settaggio iniziale ed il controllo a posteriori della stabilità dell'illuminazione del CCD durante la lettura. Il canale 1 continua ad essere utilizzato dalla seconda telecamera per la lettura del codice numerico di identificazione del rivelatore.

Le modifiche dovute a questo intervento sono pertanto le seguenti:

- Non si utilizza più la scheda NI PCI-1407, che rimane comunque installata nel PC.
- Il segnale analogico proveniente dalla telecamera viene sdoppiato con un adattatore BNC a T in due segnali di pari potenza (ma ridotta rispetto all'ingresso), che sono collegati al canale 2 e canale 3 della scheda NI PCI-1409.
- Per prevenire disturbi nel segnale in uscita, è stata realizzata una schermatura della telecamera e del cablaggio in uscita con una adeguata rete metallica (gabbia di Faraday).

2.2. Parametri di regolazione dell'illuminazione del FOV (settaggio NI PCI-1409)

L'obiettivo era quello di fissare l'intervallo ottimale B/W (B = livello del nero, W = livello massimo del bianco o livello massimo di illuminamento del pixel) per il canale 2 della scheda NI PCI-1409 destinata alla lettura dei rivelatori.

Per verificare la dipendenza dell'annerimento dei pixel delle tracce dal valore dello spessore rimosso, in condizioni di illuminamento costante del CCD, è stata analizzata la risposta, in termini di istogramma dei valori di grigio, dei FOV relativi al test eseguito nel nostro laboratorio con 4 diversi valori di spessore rimosso di CR-39 (corrispondenti a 5, 6, 7 e 8 ore di attacco chimico nelle condizioni standard, NaOH 6,25 N, 70°C).



Figura n. 1. Tipica distribuzione dei grigi delle tracce e dello sfondo nelle condizioni di lettura standard (canale 3, B/W = 0/740 mV).



Figura n. 2. Regolazione finale delle LUT utilizzate per il canale 2 (lettura rivelatore in rosso) e per il canale 3 (controllo illuminamento CCD in blu).

La figura n. 1 confronta l'andamento della distribuzione dei livelli di grigio per 4 FOV, campionati da 4 rivelatori ad alta esposizione e diverso spessore rimosso. Si noti come all'aumentare dello spessore rimosso le tracce tendono a annerirsi maggiormente (spostamento

verso il canale 0) oltre ad essere più grandi (crescita dell'area della zona a sinistra dell'istogramma). Gli istogrammi sono stati ottenuti analizzando le immagini del canale 3 della scheda NI PCI-1409, con un settaggio B e W pari rispettivamente a 0 e a 740 mV. La regolazione della LUT del canale 3 (vedi figura n. 2) è stata finalizzata ad ottenere un'informazione sul segnale presente sia nella zona di minore (sfondo) che di maggiore attenuazione dell'illuminamento. In tal modo si rende possibile la verifica della costanza dell'illuminamento del CCD controllando la distribuzione spettrale della zona dello sfondo, che corrisponde al secondo picco, molto pronunciato, presente alla destra dell'istogramma. Il valore di riferimento è stato impostato su un valore medio di 154,4 ADU (con una DS di 3,1 ADU, vedi figura n. 1), corrispondente ad un voltaggio di 446 mV.

Considerando tutti i campi centrali di tutti i rivelatori esposti ad alta esposizione con i 4 tempi di attacco chimico, l'andamento della distribuzione dei grigi cumulativa nelle condizioni di lettura standard (picco dello sfondo su 154,4 ADU, canale 3, LUT lineare con B/W 0/740 mV) è mostrata in figura n. 3 per il caso delle 6 ore di attacco chimico. Per i rivelatori dei test 5-h, 7-h e 8-h si ottengono delle distribuzioni analoghe (vedi grafici di figura n. 4).



Figura n. 3. Somma della distribuzione dei grigi delle tracce (linea verde) e dello sfondo (linea blu) di tutti i rivelatori attaccati per 6 h con un'esposizione di 3555 kBq h/m^3 (canale 3, B/W = 0/740 mV).

Dai grafici ottenuti per il test 4 spessori (vedi figura n. 4) si ricavano i settaggi B/W per il canale 2. L'analisi utilizza i quattro spettri dei grigi delle tracce al netto dello sfondo, in modo da determinare per ogni distribuzione i valori di minimo e di massimo. Il valore di Black (B) è stato determinato come la media tra i valori minimi dei livelli di grigio che rappresentano le tracce per le 5-h, 6-h, 7-h e 8-h; il valore medio è risultato uguale a 39,5 ADU, corrispondente a 117 mV, che abbiamo arrotondato a 120 mV.

Il valore di White (W) è ricavato dalla media tra le intersezioni a sinistra del picco che rappresenta lo sfondo con l'asse x (per le 5-h, 6-h, 7-h e 8-h) e i valori massimi dei livelli di grigio che rappresentano le tracce (per le 5-h, 6-h, 7-h e 8-h). Quest'ultimo valore corrisponde ad un livello di grigio di 126 ADU, corrispondente a 367 mV, che abbiamo arrotondato a 370 mV.

Riassumendo i nuovi settaggi sono i seguenti:

- Canale 3 scheda PCI-1409 (controllo illuminazione FOV): $B \div W = 0 \div 740 \text{ mV}$;
- Canale 2 scheda PCI-1409 (lettura rivelatori): $B \div W = 120 \div 370 \text{ mV}$.





2.3. Software di controllo del sistema di lettura dei rivelatori e di analisi delle tracce

La struttura del linguaggio di programmazione di Labview (ambiente di programmazione grafica) ha permesso di eseguire con molta efficacia una serie di variazioni ed ottimizzazioni del programma lavorando all'interno delle singole SUBVI. In particolare sono state eseguite le seguenti operazioni:

- 1. Sostituzione di "LUCE270.VI" con "CONTROLLO LUCE ISTOGRAMMA.VI": il nuovo script acquisisce l'immagine dal canale 3 della scheda NI 1409 e in uscita fornisce l'istogramma dell'illuminamento di tutti i pixel del campo di lettura, in particolare evidenziando lo sfondo del campo, rappresentato dal picco più a destra nell'istogramma dei livelli di grigio. Nelle condizioni di lettura standard, il valore medio di questo picco deve essere pari ad un livello di grigio di 155 ADU.
- 2. Sostituzione di "ANALISI CON MESSA A FUOCO+BKD2.VI" con "ANALISI NUOVA2 PROVA.VI". Le modifiche apportate sono le seguenti:
 - Il settaggio iniziale dell'illuminazione del rivelatore è attuato tramite "CONTROLLO LUCE ISTOGRAMMA.VI", anziché "LUCE270.VI" (vedi punto precedente).
 - Per ogni FOV (sia centrale che di fondo) si misura il valore medio del livello di grigio dell'istogramma corrispondente alla zona dello sfondo ("ISTOG LUCE CH3.VI").
 - Lo script di lettura dei rivelatori ("SCRIPT BASE 11.VI") è sostituito dal nuovo "SCRIPT 2012.VI" dove viene eliminato il frame di stampa dei dati relativi alla traccia falsa in testa all'elenco dei parametri delle tracce.
 - Accorpamento delle operazioni di lettura (script) e di stampa in un unico sottoprogramma (KERNEL 0.VI per il campo n. 0 e KERNEL 1.VI per i restanti campi).
 - Accorpamento delle icone relative al percorso di lettura in un unico sottoprogramma ("PATH2012.VI").
 - Accorpamento in un unico sottoprogramma (VI) degli spostamenti degli assi sia per la zona centrale (65/105 campi) che per quella del fondo ("SPOSTAMENTI ASSI 65 FOV.VI", "SPOSTAMENTI ASSI 105.VI" e "BKD1 SENZA FRAME").
 - Inserimento di un nuovo script per l'analisi della sovrapposizione delle tracce (SCRIPT OVERLAP 2012.VI). Lo script viene eseguito al termine della lettura dei campi di fondo: inizia calcolando il numero, l'area media e il perimetro medio delle tracce circolari (PARAMETRI SOVRAP.VI), quindi calcola il numero di tracce sovrapposte sperimentali, dividendo il numero di tracce sovrapposte (doppie, triple, quadruple, etc.) per l'area media delle tracce circolari (OVERLAPPING6.VI). Infine limita il valore minimo e massimo delle tracce da aggiungere confrontando la sua stima con la previsione teorica (YAMAUCHI.VI), valutata con l'approccio di Yamauchi (11) opportunamente modificato sulla base dei parametri area media e deviazione standard della traccia circolare.
 - Inserimento della opzione automatica di aumentare il numero dei campi centrali da analizzare da 65 a 105. Nella versione precedente l'opzione era selezionata solo con l'apposito pulsante posto sul pannello iniziale, mentre ora, oltre a questa possibilità, è stata inserita la soglia di 4 tracce per campo, testata sul campo 0 e che eventualmente attiva l'opzione in automatico.
 - Inserimento sul pannello iniziale del controllo che abilita la proiezione sul video delle immagini sia dei campi centrali che di quelli di fondo.
 - Inserimento sul pannello iniziale del controllo per selezionare la soglia di binarizzazione (default: 0-250) da utilizzare nello script di lettura.
- 1. Sostituzione di "ANALISI CON PICK&PLACE+BKD2.VI" con "ANALISI CON PICKANDPLACE 2012.VI". Le modifiche apportate sono le seguenti:
 - Sostituzione di "ANALISI CON MESSA A FUOCO+BKD2.VI" con "ANALISI NUOVA2 PROVA.VI".
 - Inserimento della opzione automatica di aumentare il numero dei campi centrali da analizzare da 65 a 105, con una soglia di 4 tracce per campo, valutate sul campo 0.

- Inserimento sul pannello iniziale di un controllo per selezionare la soglia di binarizzazione (default: 0-250) da utilizzare nello script di lettura.
- 2. Modifica di "MESSA A FUOCO.VI": in precedenza il programma metteva a fuoco rivelatori solo con spessore > 1262 μ m; ora con "TEST MESSA A FUOCO.VI" automaticamente si possono mettere a fuoco tutti i rivelatori incluso il caso di rivelatori sottili (fino a 1150 μ m).

2.4. Programma FORTRAN di analisi finale (BKD2012 1409 IMSL)

A seguito delle modifiche del sistema di misurazione del radon del Servizio, si è resa necessaria una profonda revisione del programma di analisi finale dei dati di lettura dei rivelatori. Si tratta di un programma scritto in linguaggio FORTRAN F77, sviluppato in casa e oggetto di revisioni periodiche a partire dal 2002, che lo hanno reso abbastanza complesso.

Le principali variazioni eseguite in questa occasione consistono nei seguenti punti:

- modifica sostanziale della struttura del programma tramite la definizione di un programma principale (MAIN) composto dalle seguenti 6 subroutine primarie, che hanno il compito di eseguire tutte le funzioni del programma: LETTURA, CANCELLAFOV, INTERVALLO, ANALISI, VALESP, RISULTATI.
- Eliminazione della subroutine utilizzata per calcolare l'area media della traccia falsa di riferimento come indicatore a posteriori dell'illuminamento dei FOV dei rivelatori.
- Ottimizzazione della relazione tra il diametro di Nikezic ed uno dei parametri utilizzati dall'analisi di immagine di Labview (PARTICLE ANALYSIS.VI), il PMI. Questa relazione è stata ottenuta attraverso un approccio originale, che verrà descritto nel paragrafo successivo; nelle condizioni finali scelte per la binarizzazione delle tracce (0-250) la migliore curva di regressione è risultata la seguente regressione asintotica:

$$D_e = 72,53 \cdot (1 - e^{-0.0235 \cdot PMI}), \qquad R^2 = 0.969$$

- Affinamento del calcolo dell'area efficace del FOV (sia centrale che di fondo) mediante una valutazione più accurata della frazione di area del campo da scartare, ottenuta tenendo conto oltre che dell'effetto di bordo, anche della presenza delle aree delle tracce false e delle altre immagini cospicue (attribuibili ad es. a sporcizia, graffi, etc.) che, seppur eliminate, contribuiscono a ridurre il valore di tale misurando.
- Miglioramento del calcolo del numero delle tracce efficaci, grandi e piccole mediante l'inserimento dell'opzione dell'utilizzo di una distribuzione delle tracce non più solo gaussiana, ma in alternativa log-normale, qualora la deviazione standard risulti paragonabile con il valor medio del numero di tracce.
- Ridefinizione della stima delle tracce da aggiungere a causa del fenomeno della sovrapposizione, utilizzando il nuovo approccio sperimentale inserito nell'analisi con Labview. L'uscita del programma di lettura Labview fornisce per ogni rivelatore il valore medio dell'area (S_c) di tutte le tracce risultate circolari (CIRC<1,06), la sua deviazione standard ed il perimetro medio. Quindi per ogni campo fornisce il numero di tracce da aggiungere, ricavato sperimentalmente dal quoziente tra l'integrale delle aree di tracce sovrapposte e l'area media (S_c) delle tracce circolari, il valore medio teorico delle tracce da aggiungere considerando la probabilità di doppie e triple, ed il suo intervallo fiduciale (± 1 DS) (OVERLAPTMAX, OVERLAPTMIN). Tutte queste variabili vengono inserite nel PRG BKD2012 1409 IMSL tramite la subroutine LETTURA.
- Modifica del calcolo delle incertezze. L'incertezza estesa sull'esposizione, che veniva calcolata con un fattore di copertura k=1, viene ora valutata precisamente sulla base dei gradi di libertà efficaci, con un fattore di copertura equivalente alla probabilità del 95%, corrispondente ad un k circa uguale a 2.
- Modifica della funzione che lega il D_{5%} al D_{95%}
- Modifica della funzione che lega lo spessore rimosso al D_{95%}.
- Modifica della funzione che lega la sensibilità al D_{95%}.
- Modifica della procedura di calcolo della propagazione delle incertezze per valutare u_{D95%} e u_{SENS}.

• Conferma del valore di circolarità massima (1,15) il cui superamento determina una delle condizioni di non accettabilità della traccia.

3. RELAZIONE TRA DIAMETRO EFFICACE E PMI

Il problema di associare un parametro connesso con le dimensioni della traccia, misurabile con l'analisi di immagine al MO, con l'effettiva lunghezza dell'asse minore dell'ellissi che disegna il contorno del foro della traccia sulla superficie finale del rivelatore, costituisce uno dei punti principali su cui si basa l'affidabilità del processo di misurazione del nostro Servizio Radon. Sottolineamo questo concetto ricordando che il misurando diametro efficace è funzionalmente dipendente dalle condizioni di attacco chimico; la risposta caratteristica del dispositivo di campionamento ENEA-IRP porta ad una distribuzione di diametri efficaci, legata da una parte alla distribuzione in energia ed incidenza delle particelle alfa che entrano nel rivelatore, questi due fattori essendo costanti, e dall'altra allo spessore rimosso dall'attacco chimico. La sensibilità della misura della densità di tracce attaccate chimicamente risulta dipendente dall'attacco chimico stesso, o meglio da come si sono formate le tracce, e quindi in ultima analisi dal parametro che ci definisce la distribuzione dei diametri efficaci. Per queste ragioni il dettaglio di questo paragrafo è stato particolarmente curato.

Per ottenere una valutazione robusta del diametro efficace dall'immagine ottica abbiamo effettuato una ricerca per identificare la migliore relazione biunivoca esistente con i parametri forniti dall'analisi delle immagini binarie, in particolare verificandone la validità su tutto il campo dei possibili spessori rimossi dei rivelatori, la cui variazione dipende essenzialmente dalle condizioni di attacco chimico. Allo scopo è stata ottimizzata la relazione tra il diametro efficace (o di Nikezic) ed i parametri utilizzati dall'analisi di immagine di Labview (PARTICLE ANALYSIS.VI) per un insieme di tracce simulanti le tracce ottenute nel test 4 spessori, nelle condizioni di osservazione al MO del settaggio finale del nostro sistema di lettura.

Utilizzando il criterio dell'angolo critico (12, 13, 14), si sono individuate le tracce di particelle alfa che potevano essere rilevate con i 4 tipi di attacco chimico di cui si aveva una verifica sperimentale. Nella fattispecie si è trattato delle tracce alfa chimicamente attaccate per una durata rispettivamente di 5, 6, 7 e 8 ore, corrispondenti ad uno spessore rimosso nominale di 7,5 μ m, 9,0 μ m, 10,5 μ m e 12 μ m. La simulazione della geometria tridimensionale (fisica) di queste tracce e della loro visione ottica al MO è stata eseguita numericamente, utilizzando i programmi freeware TRACK_TEST e TRACK_VISION sviluppati da Nikezic e Yu (7, 9): il primo programma produce degli output con cui viene descritto il contorno tridimensionale del foro nel rivelatore in seguito ad un attacco chimico corrispondente allo spessore rimosso ipotizzato e sulla base di un rapporto V_T/V_B individuabile tra diverse scelte. Nel nostro caso si è scelto la formulazione di Durrani (15):

$$V = \frac{V_T}{V_B} = 1 + (A_1 \bullet e^{(-B_1 \bullet Y)} + A_2 \bullet e^{(-B_2 \bullet Y)}) \bullet (1 - e^{(-B_3 \bullet Y)})$$

con A₁=11,45, A₂=4,0, B₁=0,339, B₂=0,044 e B₃=1,27.

Il programma fornisce anche il Diametro efficace in μ m, che per questo motivo chiamiamo anche diametro di Nikesic.

Il secondo programma (TRACK_VISION) calcola il livello di trasmissione di luce (<u>B</u>rightness of <u>E</u>lements, BE), normalizzati a 1, per ognuno degli elementi quadrangolari o triangolari che risultano coprire interamente tutta la superficie del rivelatore interessata alla proiezione perpendicolare su di essa del contorno della traccia: in questo modo si ottiene l'aspetto ottico, digitalizzato, della traccia sulla superficie del rivelatore. Un programma FORTRAN da noi sviluppato (TRACK) trasformava questi dati in una matrice bidimensionale di livelli di grigio tenendo conto delle specifiche del nostro sistema di lettura al MO: in particolare si è considerato inizialmente l'effetto dell'ingrandimento e la dimensione dei pixel del ns. CCD (Sony, ICX259AL, 1/3", 6,50 µm (H) x 6,25 µm (V)). In questo primo approccio l'intervallo di BE da 0 a 1 veniva fatto

corrispondere all'intera scale dei grigi 0-255, e inoltre non si è tenuto conto dell'effetto sull'annerimento delle tracce dovuto all'attacco chimico. Nella Figura 5 osserviamo la distribuzione dei livelli di illuminamento dei pixel delle tracce nelle 4 condizioni di spessore rimosso testate. Le distribuzioni sono ottenute nelle condizioni finali di settaggio della LUT (120-370 mV) per il canale 2 di lettura delle tracce. I valori di grigio si riferiscono a 1040 FOV, ovvero a tutti i 16 rivelatori per ogni attacco, e mostrano la frequenza dei grigi senza lo sfondo (è quindi normalizzato a meno del valore del 255^{mo} ADU). I risultati di questa analisi mostrano come l'annerimento delle tracce aumenti con lo spessore rimosso. Quindi più sono profonde le tracce più queste risultano opache. Utilizzando i grafici mostrati nella figura 5, possiamo rappresentare le distribuzioni dei grigi delle sole tracce, attraverso la regressione polinomiale indicata dalla linea continua blu; queste regressioni ci permettono di valutare direttamente l'intercetto a sinistra (X0), che risulta un parametro di fitting.



Figura n. 5. Distribuzioni dei grigi delle tracce (in mV) dei rivelatori attaccati con diversi spessori rimossi, al netto dello spettro di sfondo. La polinomiale di regressione permette di determinare gli intercetti sull'ascisse X0, XF.

Per le 5 ore, 6 ore, 7 ore e 8 ore si sono ottenuti i seguenti valori di mV minimo, rispettivamente 158 mV, 140 mV, 126 mV e 114 mV. Per l'intercetto a destra si è valutato fosse più congruente utilizzare un valore unico: si è pertanto scelto il valore di 394 mV, valore al di sopra del quale la probabilità di grigi appartenenti alle tracce risulta inferiore a 0,5% per tutti i 4 test. Attenuazioni così deboli sono completamente mascherate dalla distribuzione dello sfondo, se periferiche. Utilizzando questi parametri si è modificato il programma TRACK, in modo da ottenere una visione delle tracce fedele a quelle osservabili con il ns. MO. Tramite la messa a punto di un'apposita Macro di ImageJ le uscite di questo programma FORTRAN sono state utilizzate per produrre tutta la serie di immagini tiff delle tracce potenzialmente utilizzabili del test 4 spessori con differenze rispetto a quelle reali praticamente trascurabili. Tutte le immagini così prodotte sono presentate in appendice B. L'analisi di tutte queste immagini con il medesimo script di Labview utilizzato nel programma ANALISINUOVA2PROVA.VI ha permesso di scegliere il PMI (Intercetto medio perpendicolare) come unico e migliore parametro per la determinazione del diametro efficace (D) o di Nikesic (vedi figura n. 6).

La relazione ottenuta nelle condizioni finali di analisi (soglia 0-250, erosione 3) è risultata la seguente:

$$D_e = 72,54 \bullet (1 - e^{-0.0235*PMI})$$



Figura n. 6. Regressione non lineare del Diametro di Nikesic sul parametro PMI. Simulazione delle tracce del test 4 spessori (da 5 a 8 h di attacco chimico, nelle condizioni standard 70°C, 6,25N).

Rispetto al verbale precedente (Prot. ENEA/2011/50440/IRP-DOS del 23 settembre 2011) tale relazione è molto migliorata, grazie alla più efficace e realistica simulazione numerica delle tracce visibili al MO.

4. CALIBRAZIONE DEL SISTEMA DI MISURAZIONE TRAMITE LA DETERMINAZIONE IN CONDIZIONI DI TARATURA DEL PARAMETRO SENSIBILITÀ (SENS)

L'operazione di calibrazione presentata in questo verbale consiste nella ottimizzazione della curva caratteristica del nostro sistema di misurazione del radon, che viene realizzata con la taratura del parametro sensibilità (SENS); SENS nel nostro sistema di misurazione non è costante, ma dipende dalla distribuzione delle dimensioni delle tracce, il cui andamento è una proprietà del dispositivo passivo di misurazione; la distribuzione varia unicamente in relazione ai parametri che determinano le dimensioni finali delle tracce osservabili sulla superficie del CR-39, nella fattispecie primariamente le condizioni di attacco chimico. Ne consegue che il processo di misurazione del radon adottato contempla i seguenti sei misurandi:

- la distribuzione dei diametri efficaci delle tracce, descritta dai parametri D_{95%} e D_{5%};
- il numero di tracce efficaci, appartenenti alla distribuzione (D_{5%} ≤ D ≤ D_{95%}), presente nella zona centrale del rivelatore (N_{eff,c});
- l'area netta totale della zona centrale efficace e quindi leggibile (A_{tot,c});
- il numero di tracce efficaci, appartenenti alla distribuzione (D_{5%} ≤ D ≤ D_{95%}), presente nella zona di misurazione del fondo del rivelatore (N_{eff,bkd});
- l'area netta totale della zona di misurazione del fondo del rivelatore efficace e quindi leggibile (A_{tot,bkd});
- Il numero di tracce efficaci non conteggiate perché risultate >D_{95%}, in quanto sovrapposte (N_{eff,sov}).

Questi misurandi tramite la curva caratteristica fornita da SENS concorrono alla valutazione della grandezza esposizione (ESP) attraverso la relazione:

$$ESP = \frac{\frac{N_{eff,c} + N_{eff,sov}}{0,90 \bullet A_{tot,c}} - \frac{N_{eff,bkd}}{0,90 \bullet A_{tot,bkd}}}{SENS(D_{95\%})}$$

Il processo di taratura è stato condotto analizzando tutti i rivelatori esposti nel DPT TRANSIT (16) nell'ambito di tutti gli interconfronti storicamente sostenuti: NRPB 2004, NRPB 2005, HPA 2006, APAT 2006, HPA 2007, HPA 2008, HPA 2009, HPA 2010, BFS 2010, NIRS 2010, BFS 2011, HPA 2011 e NIRS 2011. A questo gruppo di rivelatori è stato aggiunto l'insieme di 64 rivelatori, esposti nella camera radon del Servizio a 4 diversi livelli di esposizione, e attaccati chimicamente per 4 diverse durate, rispettivamente 5 h, 6 h, 7 h e 8 h, nelle nostre condizioni di attacco chimico standard (70°C, NaOH 6,25 N), per un totale di 584 rivelatori.

L'acquisizione delle immagini dei FOV dei rivelatori è stata effettuata con il sistema di analisi automatica PC-MO del Servizio, gestito dal programma Labview "ANALISI CON PICKANDPLACE 2012" con l'ottica posta alla distanza di lavoro corrispondente al piano ottimale di messa a fuoco (Dz=0). Le immagini dei campi, dopo essere state considerate soddisfacenti, vengono rianalizzate con il programma ANALISIFILE1409.VI, identico ad ANALISINUOVA2PROVA.VI, ma senza l'acquisizione di immagine, e con variazioni opportune dei parametri (soglia di binarizzazione e numero di erosioni) di analisi morfometrica delle tracce oggetto di ottimizzazione.

L'analisi degli output di tutti i 584 rivelatori è stata effettuata con il nuovo programma FORTRAN "CALIB1409IMSL-1.f", che partendo dalla lettura dei rivelatori effettua tutti i passaggi intermedi fino ad arrivare alla valutazione della qualità della partecipazione del Servizio agli interconfronti; i principali passi di questo programma sono i seguenti:

- valutazione della relazione D_{5%} vs. D_{95%} con una nuova subroutine ANALISIDIAM, dove in particolare è stata implementata la determinazione dei rivelatori outlier utilizzando la procedura di Rosner (17) e la scelta del fitting tra 3 diversi andamenti: lineare, parabolico passante per l'origine e parabolico non passante per l'origine;
- valutazione della curva della sensibilità in funzione di D_{95%} e della relativa incertezza, utilizzando la procedura di linearizzazione della curva di regressione asintotica indicata da Snedecor and Cochram (18), modificata in modo da automatizzare completamente questo passaggio all'interno del programma CALIB1409IMSL;
- determinazione delle esposizioni con le relative incertezze (con il 95% di probabilità di copertura);
- valutazione dello score (indice della qualità della partecipazione che tiene conto della precisione e accuratezza per ogni livello di esposizione) ottenuto per ogni interconfronto;
- valutazione del coefficiente di correzione (k_c) medio, massimo e minimo e della sua incertezza, della precisione e accuratezza media, massima e minima, per tutti gli interconfronti.

Nella subroutine VALSENS che valuta la SENS per ogni interconfronto tramite una regressione lineare pesata, si è verificata la significatività (α =0,05) dell'esposizione di transito, attraverso l'analisi dei dispositivi appositamente utilizzati per tale scopo. Si tenga presente che per gli interconfronti le condizioni di trasporto dei rivelatori sono diverse rispetto al nostro standard, in quanto nella maggior parte dei casi i rivelatori vengono spediti già installati all'interno dei contenitori. Rispetto al passato si è maggiormente curata la valutazione di questa esposizione, che è poi stata utilizzata nella subroutine SCORE per valutare la qualità della misurazione del radon del Servizio nei 13 interconfronti.

4.1. Andamento dello spettro dei diametri efficaci

La tabella n. 1 riporta i valori dei parametri delle distribuzioni dei diametri efficaci nei 17 test. I valori riportati nella tabella corrispondono ai valori medi ed alle deviazioni standard di tutti i rivelatori appartenenti ai test, con l'esclusione degli outlier identificati utilizzando la procedura di Rosner (17), sulla base della dispersione dei parametri $D_{5\%}$ e $D_{95\%}$ (t-Student all'1%).

Nell'appendice C sono presentati gli andamenti degli spettri dei diametri efficaci relativi a tutti gli interconfronti.

		5 5 95 /05		
Test	D95%	u(D _{95%})	D5%	u(D _{5%})
1050	[µm]	[µm]	[µm]	[µm]
NRPB 2004	14,24	0,18	9,21	0,16
NRPB 2005	12,81	0,24	8,60	0,15
HPA 2006	13,24	0,20	8,86	0,17
APAT 2006	13,02	0,20	8,70	0,14
HPA 2007	14,78	0,31	9,60	0,22
HPA 2008	14,05	0,23	9,26	0,15
HPA 2009	13,34	0,22	8,93	0,14
HPA 2010	13,72	0,12	9,05	0,11
BFS 2010	16,66	0,48	10,90	0,19
NIRS 2010	13,28	0,25	8,84	0,20
BFS 2011	14,30	0,20	9,21	0,12
HPA 2011	16,95	0,46	11,24	0,30
NIRS 2011	17,13	0,42	11,10	0,19
Attacco 5 h	11,96	0,31	8,30	0,10
Attacco 6 h	14,23	0,15	9,35	0,29
Attacco 7 h	16,10	0,34	10,52	0,29
Attacco 8 h	18,20	0,73	11,89	0,36

Tabella n. 1. Parametri della distribuzione dei diametri efficaci ottenuti per determinare la relazione del $D_{5\%}$ in funzione del $D_{95\%}$.

4.2. Relazione tra diametro $D_{5\%} e D_{95\%}$

La figura n. 7 presenta la relazione parabolica che lega D_{5%} al D_{95%}.



Figura n. 7. Andamento di $D_{5\%}$ in funzione di $D_{95\%}$.

La curva di regressione che meglio interpola i dati è la seguente parabola passante per l'origine:

$$D_{5\%} = 0,033 \bullet D_{95\%}^{2} - 0,396 \bullet D_{95\%} + 8,28 \qquad r^{2} = 0,994 \qquad s_{yx} = 0,089$$

Questa relazione, inserita nel programma FORTRAN di analisi ("BKD2012 1409 IMSL.f"), viene adoperata per ottimizzare dal punto di vista statistico la determinazione della finestra di integrazione del numero di tracce efficaci, uno dei misurandi impiegati per valutare il numeratore della densità di tracce.

4.3. Relazione tra spessore rimosso (SR) e $D_{95\%}$

La relazione tra lo spessore rimosso SR, misurato gravimetricamente solo per alcuni test, e $D_{95\%}$ è risultata la seguente:

$$SR = 0,780 \bullet D_{95\%} - 1,89$$
 $r^2 = 0,983$

I dati da cui si ricava la relazione per SR sono riportati in tabella n. 2. Anche questa relazione è inserita nel programma FORTRAN di analisi ("BKD2012 1409 IMSL.f").

Tabella n. 2. Valori degli spessori rimossi (SR), per i test in cui tale valore è stato misurato								
gravimetricamente, e dei D _{95%} utilizzati per determinare la relazione tra SR e D _{95%} .								
Test	SR [µm]	u(SR) [µm]	D _{95%} [µm]	u(D _{95%}) [µm]				
NRPB 2004	9,27	0,42	14,24	0,18				
NRPB 2005	7,68	0,17	12,81	0,24				
Test attacco 5 ore	7,73	0,14	11,96	0,31				
Test attacco 6 ore	9,17	0,17	14,23	0,15				
Test attacco 7 ore	10,76	0,30	16,10	0,34				
Test attacco 8 ore	12,27	0,23	18,20	0,73				

4.4. Determinazione regressione asintotica Sensibilità vs. D_{95%} con intervallo fiduciale

Per ognuno dei 17 test è stata determinata la relazione lineare tra la densità superficiale di tracce e l'esposizione, il cui coefficiente di regressione rappresenta la sensibilità, SENS, del sistema, mediante il programma FORTRAN "CALIB1409IMSL-1.f".

La tabella n. 3 riporta i valori di SENS e $D_{95\%}$ insieme alle relative incertezze, mentre la figura n. 8 ne mostra l'andamento.

	ii ui selisiolilla coli lilcellezze	(k=1) e comspondenti valon	ui D _{95%} .	
Test	SENS	u(SENS)	D95%	u(D _{95%})
1051	$[(tracce cm^{-2})/(kBq h m^{-3})]$	$[(\text{tracce cm}^{-2})/(\text{kBq h m}^{-3})]$	[µm]	[µm]
NRPB2004	3,984	0,054	14,24	0,18
NRPB2005	3,653	0,050	12,81	0,24
HPA2006	3,779	0,053	13,24	0,20
APAT2006	3,439	0,041	13,02	0,20
HPA2007	4,180	0,059	14,78	0,31
HPA2008	4,113	0,057	14,05	0,23
HPA2009	3,908	0,053	13,34	0,22
HPA2010	3,975	0,050	13,72	0,12
BFS2010	4,092	0,039	16,66	0,48
NIRS2010	3,377	0,052	13,28	0,25
BFS2011	3,343	0,032	14,30	0,20
HPA2011	4,345	0,030	16,95	0,46
NIRS2011	4,302	0,050	17,13	0,42
Attacco 5 h	3,00	0,11	11,96	0,31
Attacco 6 h	3,93	0,13	14,23	0,15
Attacco 7 h	4,24	0,14	16,10	0,34
Attacco 8 h	4,32	0,14	18,20	0,73

Tabella n. 3. Valori di sensibilità con incertezze (k=1) e corrispondenti valori di D_{95%}

La figura n. 9 riporta la stessa regressione, senza l'interconfronto BfS del 2011, in quanto è stato infine considerato un outlier. La decisione di non considerare la risposta (SENS) ottenuta nel corso dell'interconfronto eseguito presso il BfS nel 2011 è stata presa dopo avere verificato tutte le possibili cause di inaccuratezza della misurazione del servizio; in particolare il lotto del 2011 era

stato inviato al BfS nelle condizioni standard di trasporto del Servizio, differentemente da quanto accade per la generalità degli interconfronti. All'edizione del 2012, dove abbiamo partecipato con entrambe le versioni di trasporto, le risposte del servizio sono risultate coincidenti. Per cui non abbiamo trovato alcuna giustificazione per la sottostima del 2011, che tra l'altro è stata una delle motivazioni che ci hanno portato a riesaminare tutto il nostro insieme di procedure, come documentato nel presente verbale. Dal punto di vista meramente statistico la risposta BfS 2011 è risultata un outlier molto significativo (P<10⁻²⁵).



Figura n. 8. Andamento della sensibilità in funzione delle caratteristiche dell'attacco chimico, rappresentato dal $D_{95\%}$ (tutti gli interconfronti).



Figura n. 9. Andamento della sensibilità in funzione delle caratteristiche dell'attacco chimico, rappresentato da $D_{95\%}$ (tutti gli interconfronti eccetto BfS2011).

La relazione tra la sensibilità ed il $D_{95\%}$ risulta non lineare (vedi figure n. 8 e n. 9); si tratta di una regressione asintotica, che può essere linearizzata, ed interpolata con una regressione lineare multipla, dopo un'opportuna approssimazione (18).

La regressione asintotica ottenuta senza l'interconfronto BfS-2011 risulta:

$$SENS(D_{95\%}) = 4,34 \cdot (1 - \exp^{-0.61 \cdot (D_{95\%} - 10,1)}), \quad r^2 = 0.871 \quad s_{yx} = 0.148.$$

Questa relazione è inserita nel programma FORTRAN BKD2012 1409 IMSL.

4.5. Determinazione incertezza del parametro Sensibilità



La figura n. 10 mostra gli andamenti delle incertezze standard di SENS.

Figura n. 10. Andamento delle curve di confidenza (± 1 DS) della sensibilità vs D_{95%}.

Le curve della figura n. 10 che delimitano la cintura di confidenza \pm 1 DS "da regressione" sono state calcolate utilizzando l'espressione per il calcolo dell'intervallo fiduciale della regressione asintotica linearizzata (18); nel calcolo sono considerati i 17 punti indipendenti di taratura, corrispondenti alle serie di esposizioni appartenenti agli interconfronti ed al test diversi spessori.

Il coefficiente di variazione minimo dell'incertezza (COV, P=68%) è risultato pari al 1,1%, in corrispondenza di un $D_{95\%}=15,0 \mu m$; tale distribuzione di diametri di traccia è determinata da uno spessore rimosso di bulk material di 9,8 μ m, ottenibile in condizioni standard con un attacco chimico della durata di 6,5 h.

La procedura per valutare l'incertezza appena descritta non è conservativa in quanto non tiene conto dell'incertezza associata alla grandezza $D_{95\%}$ di cui SENS è funzione. La propagazione dell'incertezza in questo caso veniva in precedenza valutata con un metodo pseudo grafico, che in questa occasione si è sostituito con una procedura statistica basata sul campionamento casuale utilizzando la tecnica di Monte Carlo.

4.6. Determinazione finale dell'incertezza composta di SENS mediante analisi di Monte Carlo

La procedura utilizzata per valutare l'incertezza composta di SENS si basa sulle seguenti considerazioni: $D_{95\%}$ è un parametro statistico, ricavato dalla funzione inversa (FINVERSA) del trinomio che risulta fornire la migliore regressione (Curva rossa figura n.11) della distribuzione cumulativa dei diametri efficaci. Per il singolo rivelatore l'incertezza u($D_{95\%}$) viene calcolata con una procedura Monte Carlo, utilizzando 10000 storie (vedi figura n. 12). Nel caso della operazione di calibrazione si dispone di 584 valori di $D_{95\%}$ ed altrettanti valori di incertezza. Differentemente dal caso del singolo rivelatore, per mostrare l'andamento tipico della incertezza composta di SENS, occorre determinare il valore medio dell'incertezza con cui si ricava $D_{95\%}$ e i suoi valori minimi e

massimi, limitandoci a \pm 1 deviazione standard. La determinazione degli intervalli fiduciali tipici di SENS può essere pertanto eseguita sulla base di una parametrizzazione del valore di u(D_{95%}).



Figura n. 11. Distribuzione di frequenza (curva blu) e cumulativa (curva rossa) dei diametri efficaci

Nel caso della taratura finale si è ottenuto un valore medio di $u(D_{95\%}) = 0,227 \,\mu m$ con una deviazione standard di 0,093 μm . Con questi parametri, u(SENS) viene valutata come la deviazione standard dell'insieme di valori di SENS, ottenuti prima campionando in modo random su una gaussiana $N(D_{95\%}, u(D_{95\%}))$ 10000 valori di $D_{95\%}$ quindi valutando per ognuno di essi tramite la regressione asintotica il valore di SENS e, infine, sommando il valore ottenuto con l'incertezza di SENS, anch'essa campionata in modo random da una distribuzione gaussiana $N(SENS(D_{95\%}))$.



Figura n. 12. Rappresentazione della procedura Monte Carlo per la determinazione dell'incertezza u(D_{95%}).

Le curve di confidenza della figura 10, indicate con u(Monte Carlo), mostrano l'incertezza composta standard della sensibilità che risulta includendo l'incertezza su $D_{95\%}$ ottenuta con questo metodo, nel caso del valore di u($D_{95\%}$) = 0,227 µm.

Nei grafici di figura 13, 14 e 15 sono mostrati gli andamenti degli intervalli fiduciali (P=0,95 e P=0,99) del parametro SENS per i 3 valori di incertezza di D_{95%} parametrizzati, rispettivamente pari a 0,132 µm, 0,227 µm, 0,320 µm. La parte b) del grafico mette in evidenza gli andamenti delle cinture di confidenza LL_{5%} ÷ UL_{5%}, LL_{1%} ÷ UL_{1%} nel range di D_{95%} normalmente utilizzato nel sistema di misurazione del radon del Servizio.



SENS($D_{95\%}$) calcolata con una incertezza u($D_{95\%}$)=0,134 µm.



Figura n. 14. Andamento delle curve di confidenza al 5% (LL_{5%}-UL_{5%}) e al 1% (LL_{1%}-UL_{1%}) della curva caratteristica SENS(D_{95%}) calcolata con un'incertezza u(D_{95%})=0,227 µm.



Figura n. 15. Andamento delle curve di confidenza al 5% (LL_{5%}-UL_{5%}) e al 1% (LL_{1%}-UL_{1%}) della curva caratteristica SENS($D_{95\%}$) calcolata con un'incertezza u($D_{95\%}$)=0,320 µm.

La conoscenza dell'andamento dell'incertezza del misurando SENS, così ottenuta, permette di stabilire le specifiche ottimali di attacco chimico, nelle attuali condizioni di calibrazione: il valore minimo del coefficiente di variazione (COV) di SENS con un intervallo di copertura k=1, vedi grafico figura 10, è risultato pari al 0,91%, in corrispondenza di D_{95%}=15,5 μ m. Tale distribuzione si realizza con uno spessore rimosso di bulk material di 10,2 μ m, ottenibile con un attacco chimico della durata di 6,8 h nelle condizioni standard di normalità e temperatura (6,25 N, 70°C).

Le analisi mostrate nei grafici delle figure 13 e 15 permettono analoghe considerazioni che vengono riassunte nella seguente tabella n. 5:

				2010
u(D _{95%})	min COV SENS	D _{95%}	min COV SENS	D _{95%}
[µm]	P=95%	[µm]	P= 99%	[µm]
0,134	1,48%	15,2	1,94%	15,2
0,227	1,79%	15,6	2,35%	15,5
0,320	2,07%	15,8	2,72%	15,8

Tabella n. 5. Andamento dei minimi delle incertezze relative (COV) della sensibilità (SENS) in funzione dell'incertezza del misurando $D_{95\%}$.

Si noti come all'aumentare dell'incertezza sui parametri le condizioni di ottimizzazione di attacco chimico si spostino effettivamente verso spessori rimossi più alti; tuttavia lo spostamento è compreso fra $15,2 \mu$ m e $15,8 \mu$ m, un intervallo limitato, che permette di considerarlo come condizione di ottimizzazione ideale in quanto comunque robusto rispetto alla maggior parte delle situazioni incontrabili.

5. VERIFICA DELLA QUALITÀ DEL NUOVO SISTEMA

5.1. Risultati degli interconfronti con la nuova funzione di sensibilità (analisi top-down)

La tabella n. 6 mostra i risultati della simulazione della partecipazione a tutti gli interconfronti nazionali ed internazionali, effettuati dal 2004 ad oggi, con l'attuale calibrazione. Accanto ai valori di esposizione "vera" (5^a colonna) sono mostrati i valori medi e la deviazione standard delle esposizioni misurate, e i due indici di qualità utilizzati negli interconfronti per la valutazione della qualità della partecipazione dei Servizi, nella fattispecie il valore assoluto dell'accuratezza percentuale e la precisione percentuale.

Il criterio per la definizione della qualità è quello adottato dal HPA fino al 2011 (19), che distingue 6 livelli di qualità ad iniziare dal migliore (A) via via decrescendo fino al peggiore (F). Per inciso i risultati di questa analisi sono ottenuti automaticamente attraverso la scrittura di un file d'uscita "SCORE", appositamente aggiunto all'interno del programma "CALIBRAZIONE 1409 IMSL-1.f".

Con la sintesi, che mostriamo in tabella n. 7, dei risultati precedentemente illustrati, si può meglio apprezzare la robustezza del nostro sistema di misurazione del radon, identificabile nei valori medi dei COV di precisione e accuratezza complessivi mostrati.

La precisione percentuale si distribuisce in modo normale, con un valore della media delle medie pari al 7,1 % (DS=2,0%), mentre il limite di confidenza al 1% (P<0,01) si posiziona al 12,8%. Si tenga presente che la principale sorgente di aumento di tale parametro è il livello di esposizione, che ne determina la dispersione statistica poissoniana.

	L ivello di	Media	DS	Esposizione	Preci-	Accura-	0119-
Test	Esposizione	ESP	ESP	vera	sione	tezza	Qua- lità
1	Laposizione	[kBq m ⁻³ h]	[kBq m⁻³ h]	[kBq m ⁻³ h]	%	%	IIta
	Transit	0,0	0,0	-	-	-	
NRPB	Bassa	110	9	112	8,1%	1,4%	
2004	Media	316	17	321	5,3%	1,5%	
2004	Alta	2301	68	2289	3,0%	0,5%	
	Risultati				5,4%	1,1%	Α
	Transit	6,6	9,8	-	-	-	
NRPR	Bassa	145	25	150	17,4%	3,2%	
2005	Media	279	21	278	7,5%	0,5%	
2003	Alta	1830	54	1745	3,0%	4,9%	
	Risultati				9,3%	2,9%	Α
	Transit	21,8	18,7				
НРА	Bassa	175	22	177	12,6%	1,0%	
2006	Media	302	25	320	8,4%	5,6%	
2000	Alta	1705	88	1719	5,2%	0,8%	
	Risultati				8,7%	2,5%	Α
	Transit	48,3	21,5				
	Bassa	201	22	217	11,1%	7,1%	
APAT	Media 1	969	29	987	3,0%	1,9%	
2006	Media 2	1100	45	1217	4,1%	9,6%	
	Alta	1857	93	1938	5,0%	4,2%	
	Risultati				5,8%	5,7%	Α
	Transit	4,1	6,8				
	Bassa	144	22	140	15,3%	2,6%	
ПРА 2007	Media	254	16	255	6,1%	0,3%	
2007	Alta	1946	85	1913	4,3%	1,7%	
	Risultati				8,6%	1,6%	Α
	Transit	19,0	9,7				
	Bassa	185	22	165	12,1%	12,1%	
	Media	329	19	330	5,8%	0,5%	
2008	Alta	1502	38	1436	2,5%	4,6%	
	Risultati				6,8%	5,7%	Α
	Transit	18,9	9,0				
	Bassa	110	15	109	13,7%	1,0%	
HPA 2000	Media	411	28	390	6,8%	5,4%	
2009	Alta	1751	29	1680	1.6%	4,2%	
	Risultati				7,4%	3,5%	Α
-	Transit	31,3	32,8				
	Bassa	219	23	226	10,7%	3.2%	
HPA	Media	796	42	750	5,2%	6,1%	
2010	Alta	1502	67	1470	4.5%	2.2%	
	Risultati				6.8%	3.8%	Α
	Transit	22,5	34.6		,	,	
	Bassa	194	17	234	8.5%	17.0%	
BFS	Media esp. 1	1165	50	1224	4.3%	4.8%	
2010	Media esp. 2	1241	27	1330	2.1%	6.7%	
_010	Alta	2891	65	3023	2.2%	4.4%	
	Risultati		~-		4,3%	8,2%	Α

Tabella n. 6. Risultati della partecipazione agli interconfronti simulata con l'attuale calibrazione. All'esposizione (ESP) media è sottratta l'esposizione di transito. La classificazione (qualità) risponde ai vecchi criteri HPA (19).

Segue tabella	n. 6						
Test	Livello di Esposizione	Media ESP [kBq m ⁻³ h]	DS ESP [kBq m ⁻³ h]	Esposizione vera [kBq m ⁻³ h]	Preci- sione %	Accura- tezza %	Qua- lità
	Transit	8,7	12,4				
NIRS	Bassa	97,7	13	102	12,9%	4,3%	
2010	Alta	901	56	990	6.2%	9.0%	
	Risultati				9,6%	6,6%	Α
	Transit	6,7	6,7				
	Bassa	190	12	241	6,6%	21,1%	
BFS	Media esp. 1	1487	47	1796	3,2%	17,2%	
2011	Media esp. 2	1488	29	1849	2,0%	19,5%	
	Alta	2816	79	3294	2,8%	14,5%	
	Risultati				3,6%	18,1%	С
	Transit	16,2	6,6				
	Esp. 1	114	10	112	8,6%	1,9%	
нра	Esp. 2	367	26	382	7,1%	4,2%	
2011	Esp. 3	890	39	902	4,3%	1,4%	
2011	Esp. 4	1515	31	1516	2,1%	0,2%	
	Esp. 5	2206	66	2174	3,0%	1,5%	
	Risultati				5,0%	1,7%	Α
	Transit	31,1	0,0				
NIRS	Bassa	92,6	22	102	23,8%	9,2%	
2011	Media	459	25	441	5,5%	4,1%	
2011	Alta	868	30	875	3,4%	0,8%	
	Risultati				10,9%	4,7%	В

In questa analisi si è adoperato il parametro in grado di rappresentare l'accuratezza della risposta del sistema di misurazione del Servizio Radon, ovvero il valore assoluto del coefficiente di variazione dell'accuratezza, così definito:

$$COV_{acc} = \frac{\left| \overline{(ESP_{mis} - ESP_{vera})} \right|}{ESP_{vera}} \quad con \ \overline{ESP_{mis}} = \sum_{i=1}^{n} \frac{ESP_{mis,i}}{n}$$

Sempre nella tabella n. 7 vediamo come la media delle medie di questo indice passi dal valore del 4,8% al 4,0 %, rispettivamente tenendo conto ed escludendo l'interconfronto eseguito preso il BfS nel 2011.

La statistica di colonna 4 individua l'opportunità di utilizzare una distribuzione log-normale al posto della gaussiana. In quest'ultimo caso otteniamo un valore mediano assolutamente di eccellenza, pari al 3,5%. Interessante notare come il limite superiore (P<0,01) sia individuato nel 17,1%, non tanto distante dal valore di 18,1% ottenuto in occasione del test BfS2011.

Un altro criterio per valutare la qualità del servizio è quello che utilizza il coefficiente di correzione k_c :

$$k_c = \frac{\overline{ESP_{mis}}}{ESP_{vera}}$$
 con $\overline{ESP_{mis}} = \sum_{i=1}^{n} \frac{ESP_{mis,i}}{n}$

Nel caso $k_c \sin < 1$ o > 1 la misura rispettivamente sottostima o sovrastima l'esposizione. L'andamento di k_c nei 59 livelli di esposizione utilizzati in questa calibrazione è mostrato nell'istogramma della figura n. 16.

Il valore medio di k_c risulta pari a 0,980, con una DS = 0,066. Quindi il nostro sistema di misurazione sottostima leggermente, senza che k_c sia significativamente diverso da 1. La peggiore

sottostima è risultata con un k_c pari al 0,789 (21%), mentre la peggior sovrastima ha un $k_c=1,121$ (12%).

Tabella n. 7. Andamento degli indici di qualità, mediati sul singolo test, utilizzati per valutare la partecipazione agli
interconfronti. Le ultime 2 colonne presentano i risultati senza il test BfS2011, considerato un outlier. Nel caso della
distribuzione log normale, risultata migliore, il livello medio di accuratezza si riduce ad un valore del COV del 3,5%.

TEST		A courstazza	Accuratezza	Logaritmo
	Precisione	nercentuale	percentuale	accuratezza
11201	percentuale	assoluta	assoluta	percentuale assoluta
		assoluta	senza BfS 2011	senza BfS 2011
NRPB2004	5,45%	1,14%	1,14%	-4,472
NRPB2005	9,27%	2,87%	2,87%	-3,549
HPA2006	8,70%	2,48%	2,48%	-3,698
APAT2006	5,83%	5,69%	5,69%	-2,866
HPA2007	8,58%	1,57%	1,57%	-4,155
HPA2008	6,82%	5,70%	5,70%	-2,864
HPA2009	7,37%	3,54%	3,54%	-3,341
HPA2010	6,81%	3,83%	3,83%	-3,262
BFS2010	4,29%	8,23%	8,23%	-2,497
NIRS2010	9,55%	6,62%	6,62%	-2,716
BFS2011	3,63%	<u>18,1%</u>	-	-
attacco5 h	8,12%	4,65%	4,65%	-3,069
attacco6 h	7,63%	2,94%	2,94%	-3,528
attacco7 h	6,23%	3,28%	3,28%	-3,417
attacco8 h	6,45%	4,37%	4,37%	-3,130
HPA2011	5,03%	1,71%	1,71%	-4,069
NIRS2011	10,9%	4,68%	4,68%	-3,062
Media	7,10%	4,79%	3,96%	3,49%
DS	1,96%	3,90%	1,94%	1,72 (S _g)
$UL_{1\%}$	12,8%	16,2%	9,61%	17,1%
$LL_{1\%}$	1,38%	-6,62%	-1,70%	0,71%
$UL_{5\%}$	11,3%	13,1%	8,06%	11,1%
LL _{5%}	2,94%	-3,49%	-0,15%	1,10%



Figura n. 16. Istogramma dei valori medi dei coefficienti di correzione ottenuti in tutti i livelli di esposizione utilizzati nella calibrazione presentata in questo verbale.

5.2. Incertezza di misura dell'esposizione indicata nel rapporto di prova

Il bilancio completo delle incertezze così determinate permette di definire compiutamente (20) il valore di gradi di libertà associati alla determinazione della grandezza finale, Esposizione, che appare nel rapporto di prova redatto dal Servizio Radon. La determinazione dei gradi di libertà fornisce il parametro necessario per valutare l'incertezza composta esattamente con un coefficiente di copertura corrispondente alla probabilità P=0,95, invece di utilizzare il valore approssimato di default k=2. Le incertezze così valutate accompagnano la misura della grandezza Esposizione nei rapporti di prova.

Tutti questi valori ottenuti in un benchmark molto robusto, quale quello eseguito nel corso di questa calibrazione, consentono di prevedere l'andamento tipico della qualità della misura in funzione del livello di esposizione.

Nel grafico di figura n. 17 osserviamo l'andamento del coefficiente di variazione dell'incertezza composta (P=0,95) della grandezza esposizione in tutti i rivelatori utilizzati nella calibrazione con eccezione dei transiti e dei rivelatori utilizzati nel test 5 h. L'esclusione dei transiti segue l'esigenza di non inserire valori di incertezza estremamente elevati, in quanto si tratta di misure al limite o sotto l'esposizione minima rilevabile. Il test a 5 ore ha un'incertezza elevata in quanto risente dell'aumento dell'incertezza di SENS (vedi figura n. 9); la sua esclusione si giustifica in quanto la condizione di 5 h di attacco chimico è al di fuori del nostro range di lavoro.

L'andamento mostrato presenta ancora delle anomalie (APAT 2006, HPA 2006 e NRPB 2005) dovute a più cause (alcune sono state illustrate in precedenti verbali, ad es. il fondo atipico dei rivelatori impiegati nel 2006). Una volta eliminati alcuni di questi dati otteniamo l'andamento presentato nel grafico di figura n. 18.







Figura n. 18. Andamento del coefficiente di variazione dell'incertezza composta (P=0,95) della grandezza esposizione dei rivelatori utilizzati nel grafico precedente, senza i valori anomali che graficamente sono individuabili nella figura 17. Il grafico log-log permette di individuare una significativa curva di regressione.

I dati presentati su scala logaritmica-logaritmica risultano interpolabili con una buona correlazione da una funzione di potenza, ancor più eccellente se considerata nel range $150\div3000$ kBq h m⁻³. Sotto i 150 kBq h m⁻³ l'incertezza sale più rapidamente a causa della forte influenza dell'errore poissoniano composto della grandezza N_{eff,c}–N_{eff,bkd}, mentre sopra i 3000 kBq h m⁻³ si comincia a sentire l'effetto dell'overlapping. Il valore dell'incertezza percentuale (P=0,95) per una esposizione di 100 kBq h m⁻³, equivalente ad una concentrazione media di 46 Bq m⁻³ in 3 mesi di esposizione (2191,5 h), risulta pari al 20 %.

Se gli stessi dati vengono interpolati più liberamente, così come mostriamo nella figura n. 19, l'effetto di overlapping risulta teoricamente prevedibile con grande evidenza. Qual è il significato di una incertezza che all'aumentare del livello di esposizione trova un minimo e poi comincia a crescere? Quali grandezze influenzano questo comportamento? Alla prima domanda la risposta è la seguente: all'aumentare dell'esposizione aumentano proporzionalmente il numero di tracce per FOV, e quindi l'errore percentuale poissoniano tende a diminuire; quando il fenomeno di overlapping diventa significativo, la crescita del numero di tracce per FOV diminuisce fino ad annullarsi, mentre contemporaneamente l'area efficace del FOV si contrae. Inoltre l'incertezza sul numero di tracce da sovrapporre diventa sempre più importante.

Questo comportamento è tipico di tutti i rivelatori a tracce a stato solido, ed è particolarmente importante per rivelatori ad alta sensibilità come il nostro. Dove fosse prevedibile una esposizione molto alta, oltre i 10000 kBq h m⁻³, sarebbe opportuno ridurre la dimensione delle tracce e la sensibilità di misurazione, riducendo i tempi di attacco chimico e limitando lo spessore rimosso a non più di 8 μ m.

L'incertezza riferita all'insieme dei rivelatori di calibrazione, in quanto tarati, risulta significativamente più bassa non dovendosi aggiungere la quota di variabilità dovuta alla valutazione individuale di SENS per ciascun rivelatore. Pertanto i valori di incertezza che mostriamo nella figura n. 20 sono sicuramente peggiori di quelli finora mostrati, ma rappresentano l'effettiva qualità del ns. sistema di misurazione testato in campo. Si noti anche la crescita dell'incertezza alle alte esposizioni, già prevista dal nostro set di taratura.



Figura n. 19. Stesso andamento del coefficiente di variazione dell'incertezza composta (P=0,95) della grandezza esposizione della figura 18, mostrata in un range più esteso e con una regressione più realistica, che non va a zero e che introduce l'effetto di overlapping.



Figura n. 20. Andamento del coefficiente di variazione dell'incertezza composta (P=0,95) della grandezza esposizione dei rivelatori utilizzati dai nostri utenti durante l'anno 2012.

6. CONCLUSIONI

6.1. La nuova qualità del Servizio Radon ENEA

A conclusione dell'azione complessiva di calibrazione 2012, descritta in questo rapporto, si presenta nella tabella n. 8 il quadro riassuntivo della risposta del Servizio Radon ENEA nelle attuali condizioni del sistema di lettura ed analisi dei rivelatori di CR-39 nelle prove sostenute in occasione degli interconfronti nazionali ed internazionali sui rivelatori passivi a tracce a cui si è partecipato con l'attuale nostro dispositivo in uso (16).

I valori ottenuti al termine di questa calibrazione sono confrontati con i risultati ufficiali ottenuti dal Servizio, e con quelli ottenuti con la calibrazione della fine del 2010 (verbale Prot. ENEA/2011/10474/IRP-DOS del 22-2-2011, (1)).

Tabella n. 8. Confronto tra i risultati del Servizio ottenuti ufficialmente nel corso degli interconfronti e quelli ottenuti con l'attuale calibrazione (2012) e con quella del 2011. La classificazione della qualità del test risponde al criterio HPA prima del 2012 (19).

TEST		Risultati ufficiali		calibra	Risultati azione 20	i)11 (1)	Risultati calibrazione 2012		
	Р	А	Q	Р	А	Q	Р	А	Q
NRPB 2004	8,5%	9,6%	А	5,3%	0,7%	Α	5,4%	1,1%	А
NRPB 2005	9,2%	3,8%	А	10,8%	3,4%	В	9,3%	2,9%	А
APAT 2006	6,0%	-12,4%	В	5,6%	3,7%	А	5,8%	5,7%	А
HPA 2006	5,8%	-10,6%	В	8,5%	3,0%	А	8,7%	2,5%	А
HPA 2007	6,5%	-3,5%	А	7,8%	6,2%	А	8,6%	1,6%	А
HPA 2008	9,0%	7,8%	А	7,5%	5,9%	А	6,8%	5,7%	А
HPA 2009	7,3%	2,7%	А	9,5%	3,6%	А	7,4%	3,5%	А
BFS 2010	3,5%	-6,4%	А	3,4%	1,3%	А	3,6%	3,8%	А
NIRS 2010	9,1%	5,9%	А	8,1%	7,8%	А	9,6%	6,6%	А
HPA 2010	5,6%	3,7%	А	-	-	-	6,8%	8,2%	А
BFS 2011	4,6%	-14,6%	В	-	-	-	3,6%	18,1%	С
NIRS 2011	7,9%	11,8%	В	-	-	-	10,9%	4,7%	В
HPA 2011 ⁽¹²⁾	5,1%	1,8%	А	-	-	-	5,0%	1,7%	А

P=precisione; A=accuratezza; Q=qualità.

Infine la tabella n. 9 mostra la valutazione dei risultati della nostra partecipazione agli interconfronti con l'attuale calibrazione secondo i nuovi criteri che HPA (21) ha introdotto nel corso di quest'anno accanto a quelli del NIRS (22) che si rifanno ai criteri del NAPT (23). Le valutazioni in questo caso vengono fornite per ciascun livello di esposizione. E' chiaro che i diversi criteri hanno pro e contro: ad esempio l'indice E_n adottato dal NIRS sembra troppo accomodante per scarse precisioni, penalizzando quelle buone.

La figura n. 21 mostra graficamente il risultato già presentato nella 6^a colonna della tabella 9, ovvero l'andamento in termini di errore di misurazione, definito come la radice quadrata della somma dei quadrati del COV di precisione e del COV di accuratezza, per ogni livello di esposizione in tutti gli interconfronti a cui si è partecipato. E' chiaramente riscontrabile l'anomalia della ns. partecipazione al BfS 2011, non risolta alla luce dell'attuale calibrazione.

Sulle cause di questa mancanza di accuratezza si è ritenuto opportuno non investigare ulteriormente essendo stati pubblicati nel frattempo i risultati della nostra partecipazione all'interconfronto BfS 2012, che mostriamo nella tabella n. 10. A questo interconfronto abbiamo partecipato con due set di 35 dispositivi ciascuno, inviati al centro di taratura con modalità di

trasporto differenti: il primo con le modalità standard con cui forniamo il servizio agli utenti, ovvero con i rivelatori separati dal DPT e trasportati protetti dalle due pellicole e dal portarivelatori, il secondo come avviene per gli interconfronti, ovvero con il rivelatore già inserito nel DPT, ma con il DPT chiuso e all'interno di buste impermeabili al radon.

Come si vede dai risultati mostrati in tabella n. 10 la partecipazione è positiva, ma continua la sottostima delle esposizioni in questo centro, mentre non si osservano differenze tra il primo ed il secondo set.

	Valori m	edi e D	S	Espos	sizioni	Ducat	•	Crite	rio	Crite	rio
TEST	Esposizioni misurate		vere		Preci-	Accura-	HPA 2012		NIRS 2012		
	(kBq h	1 m^{-3}		(kBq	$h m^{-3}$)	sione	tezza	E mis	Q	En	Q
NPPR	Bassa	110	9	112	6	8,10%	1,40%	8,2%	А	-0,18	Ι
2004	Media	316	17	321	16	5,30%	1,50%	5,5%	А	-0,21	Ι
2004	Alta	2301	68	2289	114	3,00%	0,50%	3,0%	А	0,09	Ι
	Bassa	145	25	150	8	17,40%	3,20%	17,7%	В	-0,19	Ι
NRPB	Media	279	21	278	14	7,50%	0,50%	7,5%	А	0,04	Ι
2005	Alta	1830	54	1745	87	3,00%	4,90%	5,7%	А	0,83	Ι
НРА	Bassa	175	22	177	9	12,60%	1,00%	12,6%	В	-0,08	Ι
2006	Media	302	25	320	16	8,40%	5,60%	10,1%	В	-0,61	Ι
2000	Alta	1705	88	1719	86	5,20%	0,80%	5,3%	А	-0,11	Ι
	Bassa	201	22	217	11	11,10%	7,10%	13,2%	В	-0,65	Ι
АРАТ	Media 1	969	29	987	49	3,00%	1,90%	3,6%	А	-0,32	Ι
2006	Media 2	1100	45	1217	61	4,10%	9,60%	10,4%	В	-1,54	II
	Alta	1857	93	1938	97	5,00%	4,20%	6,5%	А	-0,60	Ι
НРА	Bassa	144	22	140	7	15,30%	2,60%	15,5%	В	0,17	Ι
2007	Media	254	16	255	13	6,10%	0,30%	6,1%	A	-0,05	I
2007	Alta	1946	85	1913	96	4,30%	1,70%	4,6%	A	0,26	<u>I</u>
HPA	Bassa	185	22	165	8	12,10%	12,10%	17,1%	В	0,85	l
2008	Media	329	19	330	17	5,80%	0,50%	5,8%	A	-0,04	l
2000	Alta	1502	38	1436	72	2,50%	4,60%	5,2%	A	0,81	<u> </u>
	Bassa	110	15	109	5 20	13,70%	1,00%	13,7%	в	0,06	I
HPA	Media	411	28	390	20	6,80%	5,40%	8,/%	А	0,61	1
2009	Alta	1751	29	1680	84	1,60%	4,20%	4,5%	А	0,80	Ι
НРА	Bassa	219	23	226	11	10,70%	3,20%	11,2%	В	-0,27	Ι
2010	Media	796	42	750	38	5,20%	6,10%	8,0%	А	0,81	Ι
2010	Alta	1502	67	1470	74	4,50%	2,20%	5,0%	A	0,32	Ι
DEC	Bassa	194	17	234	14	8,50%	17,00%	19,0%	В	-1,82	II
BFS	Media esp. 1	1165	50	1224	43	4,30%	4,80%	6,4%	A	-0,89	l
2010	Media esp. 2	1241	27	1330	47	2,10%	6,70%	7,0%	A	-1,64	
NUDG	Alta	2891	65	3023	106	2,20%	4,40%	4,9%	A	-1,06	<u> </u>
NIRS	Bassa	98	13	102	/	12,90%	4,30%	13,6%	В	-0,27	1
2010	Alta	901	56	990	39	6,20%	9,00%	10,9%	В	-1,30	II
DEC	Bassa	190	12	241	14	6,60%	21,10%	22,1%	С	-2,77	II
BFS	Media esp. 1	1487	47	1796	63	3,20%	17,20%	17,5%	В	-3,93	II
2011	Media esp. 2	1488	29	1849	65	2,00%	19,50%	19,6%	В	-5,07	II
	Alta	2816	79	3294	115	2,80%	14,50%	14,8%	B	-3,43	II
	Esp. 1	114	10	112	3,36	8,60%	1,90%	8,8%	A	0,19	I
HPA	Esp. 2	367	26	382	11,5	7,10%	4,20%	8,2%	A	-0,53	l
2011	Esp. 3	890	39	902	27,5	4,30%	1,40%	4,5%	A	-0,25	l
	Esp. 4	1515	31	1516	45,5	2,10%	0,20%	2,1%	A	-0,02	l
	Esp. 5	2206	66	2174	65,6	3,00%	1,50%	3,4%	A	0,34	1 T
NIRS	Bassa	92,6	22	102	6	23,80%	9,20%	25,5%	C	-0,41	l T
2011	Media	459	25	441	11	5,50%	4,10%	6,9%	A	0,66	1
	Alta	868	30	875	27	3,40%	0,80%	3,5%	Α	-0,17	I

Tabella n. 9. Verifica della qualità del Servizio con i risultati ottenuti con l'attuale calibrazione secondo i criteri di classificazione aggiornati dal HPA nel 2012 (21) e di quelli utilizzati dal NIRS (22).

Dobbiamo ritenere a questo punto plausibile l'ipotesi che esistano differenze significative tra i centri di taratura, le cui esposizioni vengono rivendicate con incertezze attorno al 5% (k=1); questa affermazione ha comunque una conseguenza positiva, mettendo in evidenza l'importanza di effettuare test di calibrazione o interconfronti presso più centri, in tal modo verificando più realisticamente la riproducibilità del proprio sistema di misurazione.



Figura n. 21. Errore percentuale di misurazione (criterio HPA 2012) per tutti i livelli di esposizione e per tutti gli interconfronti inseriti nell'attuale calibrazione.

Tabella n. 10	. Risultati	del Servizio	ottenuti	ufficialmente	nel	corso	dell'interconfronto	eseguito	nel
2012 presso il	BfS (24).								

TEST BfS 2012	Risultati ufficiali set 1		Risultati ufficiali set 2	
Esposizione	Precisione	Accuratezza	Precisione	Accuratezza
Bassa	6,6%	-8,1%	9,2%	-14,3%
Media bassa	2,8%	-11,2%	2,7%	-9,3%
Media alta	2,9%	-9,8%	2,1%	-7,5%
Alta	2,2%	-5,0%	2,8%	-4,4%
Media	3,6%	-8,5%	4,2%	-8,9%
Classe di merito	А		A	

6.2. La riproducibilità del Servizio Radon ENEA

La partecipazione costante ai principali interconfronti nazionali ed internazionali che si sono tenuti da quando è nato il Servizio di misurazione Radon dell'ENEA (2002), ci permette di potere effettuare una calibrazione utilizzando gli 11 set di rivelatori esposti in altrettanti interconfronti internazionali, organizzati dal 2004 al 2011. Per il 2012 abbiamo già pronti altri 3 set, 2 esposti al BfS 2012 e l'ultimo al HPA 2012. E' poi probabile che anche quest'anno effettueremo un controllo in Giappone (NIRS).

Come conseguenza abbiamo delle tarature effettuate su più centri ed in condizioni di esposizione abbastanza diversificate. In particolare sono state utilizzate esposizioni che vanno da 90 kBq h m⁻³ fino a 3200 kBq h m⁻³, vedi figura n. 22 e figura n. 25, con concentrazioni medie da un minimo sotto 1000 Bq m⁻³ ad un massimo di 20000 Bq m⁻³ (vedi figura n. 24). Per tutte le esposizioni HPA-NRPB abbiamo anche il valore del fattore di equilibrio, il cui range (vedi figura n. 26) abbraccia l'intero campo dei possibili valori, ovvero da 0,1 a circa 1.

La variazione della temperatura (figura n. 27) e dell'umidità relativa (figura n. 28) tendono a variare in modo rispettivamente trascurabile e significativo.

Questa estensione dei vari fattori utilizzati, che possono anche essere causa di variazione della risposta degli ATD, costituisce uno dei punti di forza della calibrazione presentata in questo lavoro, in quanto implicitamente ne testimonia la robustezza rispetto alle loro variazioni; in altri termini, più statistici, si usa definire questa specifica come la riproducibilità del sistema di misurazione.



Figura n. 22. Livelli di esposizione utilizzati negli interconfronti a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).



Figura n. 23. Durata dei livelli di esposizione utilizzati negli interconfronti a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).
Occorre infine ribadire che il concetto di riproducibilità vale anche e soprattutto sul valore di incertezza, ma meglio sarebbe parlare in questo caso di errore, sul valore di esposizione "vero".

Ogni Istituto che effettua gli interconfronti dispone di una camera di calibrazione, ed in teoria dovrebbe avere effettuato un interconfronto tra le diverse camere di taratura. Dovrebbe tra l'altro avere l'accreditamento 17025.



Figura n. 24. Valori di concentrazione media di ²²²Rn dei livelli di esposizione utilizzati negli interconfronti a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).



Figura n. 25. Distribuzione delle esposizioni di ²²²Rn negli interconfronti a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).

Al momento dei 4 istituti che hanno ospitato gli interconfronti, il BfS possiede questo tipo di accreditamento, rilasciato dal DAKKS, mentre INMRI è il l'istituto primario italiano.



Figura n. 26. Distribuzione del fattore di equilibrio registrato durante le esposizioni degli interconfronti (HPA-NRPB) a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).



Figura n. 27. Distribuzione dei valori del parametro ambientale temperatura durante le esposizioni di una parte degli interconfronti a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).



Figura n. 28. Distribuzione dei valori del parametro ambientale umidità relativa durante le esposizioni di una parte degli interconfronti a cui ha partecipato il Servizio Radon ENEA dal 2004 al 2011 con il proprio dispositivo di campionamento passivo (transit).

APPENDICE A PRECEDENTI INTERVENTI SUL SISTEMA DI LETTURA AUTOMATICA DEI RIVELATORI CR-39

A metà novembre 2010 è stato eseguito un'importante miglioramento del sistema di alimentazione dell'illuminazione del MO utilizzato nell'impianto di lettura automatica dei rivelatori di CR-39 del Servizio Radon. Alcuni dettagli di tale intervento vengono descritti successivamente. L'impianto di lettura così modificato è stato provato preliminarmente su una serie di rivelatori esposti nel corso di interconfronti internazionali. Durante tale verifica si è osservato che in condizioni di costanza di illuminazione del FOV, documentata dalla congruenza dell'area della cosiddetta traccia falsa (283 pixel²), che costituiva il precedente metodo di settaggio e controllo dell'illuminamento del FOV, la distribuzione delle tracce risultava traslata verso valori sia di diametri efficaci che di aree significativamente più bassi.

Si procedeva pertanto a verificare il corretto funzionamento del sistema di messa a fuoco automatica del rivelatore, composto dalla parte meccanica del MO UNIVERSAL R (Zeiss, 1960), dal comparatore Mitutoyo e dal motor stepper. In data 1 dicembre 2010, in occasione di un test di calibrazione del comparatore Mitutoyo, si osservava che la causa del difettoso funzionamento della messa a fuoco era riconducibile alla rottura di uno dei pignoni della movimentazione fine localizzato a livello dell'ultimo ingranaggio prima del settore a cremagliera di traslazione lineare (vedi foto n. 1).



Figura n. A-1. Foto del dispositivo meccanico di messa a fuoco del MO.

Il pezzo guastatosi, per evidenti segni di usura, è stato smontato, rifatto presso la ditta specializzata Micro Ingrana (Pontecchio Marconi), ed infine reinstallato sul MO. In seguito a questo intervento il microscopio ottico è stato pertanto completamente smontato e rimontato, sfruttando l'occasione per effettuare una manutenzione straordinaria e completa del sistema di lettura.

Nel corso di tale operazione si è proceduto alla pulizia ed ingrassaggio di tutte le parti meccaniche del microscopio, rispettivamente con petrolio bianco e con grasso speciale (Molykote) per cuscinetti. Una volta ripristinata la funzionalità del microscopio sono stati eseguiti tutti i necessari controlli e modifiche previsti in situazioni di variazione critica dei parametri che concorrono all'incertezza della misurazione, così come era sicuramente da considerarsi la serie di

operazioni eseguite sull'impianto di lettura dei rivelatori per la loro evidente invasività. Tra tutti i punti verificati, sono da menzionare per la loro importanza le seguenti operazioni:

- centratura del cammino ottico, dalla lampada alla telecamera, secondo la procedura di Kolher;
- verifica della planarità e ortogonalità del piano porta oggetti;
- verifica della verticalità dell'asse di movimentazione della messa a fuoco;
- determinazione della distanza di lavoro (WD) dell'obbiettivo utilizzato (Achrostigmat 5X, Zeiss);
- determinazione, sulla base della WD e della profondità di campo del sistema ottico utilizzato, della distanza di lavoro ottimale per la lettura dei rivelatori di CR-39;
- definizione di una nuova funzione che permette di valutare l'asse minore delle sezioni reali dei fori a livello della superficie del rivelatore (che definiamo come diametro minore efficace, D) dai parametri primari e secondari delle tracce analizzate dal programma Labview di analisi di immagine;
- analisi delle distribuzioni di D in funzione dello spessore rimosso.

In questa occasione è stata rifatta la calibrazione del sistema (13), con la valutazione, tramite l'analisi di tutti i rivelatori utilizzati fino ad allora negli interconfronti, della relazione tra la sensibilità (S) ed il $D_{95\%}$, che non stiamo a presentare in quanto sono state poi ulteriormente modificate come descritto in questo lavoro.

Dettaglio delle azioni effettuate sulla parte hardware sull'impianto di analisi tracce

a) Sistema di lettura (MO)

- Smontaggio, pulizia e montaggio di tutte le componenti sia ottiche che meccaniche.
- Pulizia delle piastre di movimentazione degli assi di traslazione dei rivelatori.
- Nuovo posizionamento e centratura della lampada (secondo la SOP RN/SLA/10/1/CENTRLAM).
- Centratura del cammino ottico sull'oculare e sulla telecamera (schermo PC), (secondo la SOP RN/SLA/10/0/CENTRLAM).
- Inserimento e fissaggio in sicurezza del vetro smerigliato (con la funzione di diffusore) tra lampada e primo collettore.
- Inserimento di un filtro blu sopra il diaframma di campo e di una lente nella parte inferiore del blocco condensatore (per la riduzione delle aberrazioni cromatiche).
- Modifica del valore di apertura del diaframma di campo (da 4,0 a 3,5).
- Modifica dell'apertura del diaframma del condensatore e della centratura del fascio luminoso.
- Verifica e miglioramento della planarità del piano porta-rivelatori nelle direzioni x e y.
- Centratura del rivelatore nel porta-oggetti del MO.

b) Sistema di messa a fuoco automatica

- Miglioramento della precisione della meccanica di rotazione attuata dal motor stepper nel dispositivo di traslazione verticale del porta-oggetti.
- Nuova calibrazione del motor stepper (SOP RN/SLA/10/0/CALMOT).
- Verifica dell'affidabilità del comparatore e nuova calibrazione (SOP RN/SLA/10/0/CALCOMP).

c) Sistema di controllo dell'illuminazione del MO

Un aumento dell'instabilità della tensione di alimentazione della lampada ad incandescenza che costituisce la sorgente luminosa del MO, ha reso necessario una sostanziale modifica del circuito elettronico di regolamentazione dell'illuminamento del FOV.

Il sistema funziona tramite una correzione a retroazione del valore di tensione di alimentazione, indirizzata al mantenimento del valore di riferimento della cosiddetta traccia falsa. Il programma di analisi legge l'area della traccia falsa di riferimento, modifica la tensione di alimentazione secondo una curva tensione-area reimpostata sulle nuove caratteristiche del sistema, fino al raggiungimento del valore di riferimento di area. Da questa premessa nasce la necessità di un controllo remoto con un opto isolatore, pilotato da Labview.



Figura n. A-2. Schema del circuito di controllo tensione della lampada del MO.

Le modifiche principali apportate in questo intervento sono state le seguenti (vedi schema figura n. A-

- 2):
- Sostituzione del circuito interno di fornitura di tensione continua e costante (costituito dal trasformatore interno, il relativo circuito di raddrizzamento e l'integrato 7805 h) con una tensione continua esterna prodotta da un alimentatore da laboratorio; in tal modo si ottiene la possibilità di ingramentare e diminuira l'amissione di luce senze use di filtri aggiuntivi un miglior controlle termine
- incrementare o diminuire l'emissione di luce senza uso di filtri aggiuntivi, un miglior controllo termico delle condizioni di alimentazione, l'assenza di ripple significativo e in definitiva un miglioramento generale della stabilità della tensione di alimentazione.
- Mantenimento dell'amplificatore di potenza TIP 130 (Darlington) e del foto diodo optoisolante TIL 111.
- L'alimentatore esterno, capace di due uscite indipendenti, fornisce la tensione, disaccoppiata dalla tensione di alimentazione della lampada, per il funzionamento di una ventola di raffreddamento posizionata sopra il Darlington.
- Tutto il circuito è stato testato, a lungo termine, tramite la registrazione dei principali valori circuitali attuata interfacciando l'alimentatore con una scheda AMUX (NI).

d) Pick&Place

- Rettifica delle feritoie del rack porta rivelatori.
- Centratura e fissaggio del rack porta rivelatori.
- Centratura del rivelatore nelle diverse componenti del sistema: rack porta-rivelatori, telecamera lettura codice.

APPENDICE B ALBUM IMMAGINI TRACCE SIMULATE PER ATTACCHI CHIMICI DA 5 A 8 ORE

Legenda

Figura n. B-1. Immagini tracce alfa da 1,5 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	42
Figura n. B-2. Immagini tracce alfa da 2,0 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	43
Figura n. B-3. Immagini tracce alfa da 3,0 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	44
Figura n. B-4. Immagini tracce alfa da 4,0 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	45
Figura n. B-5. Immagini tracce alfa da 5,0 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	46
Figura n. B-6. Immagini tracce alfa da 6,0 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	47
Figura n. B-7. Immagini tracce alfa da 7,0 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	48
Figura n. B-8. Immagini tracce alfa da 7,6 MeV dopo 5 ore di attacco chimico	49
Figura n. B-9. Immagini tracce alfa da 1,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	50
Figura n. B-10. Immagini tracce alfa da 1,5 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	51
Figura n. B-11. Immagini tracce alfa da 2,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	52
Figura n. B-12. Immagini tracce alfa da 3,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	53
Figura n. B-13. Immagini tracce alfa da 4,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	54
Figura n. B-14. Immagini tracce alfa da 5,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	55
Figura n. B-15. Immagini tracce alfa da 6,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	56
Figura n. B-16. Immagini tracce alfa da 7,0 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	57
Figura n. B-17. Immagini tracce alfa da 7,6 MeV dopo 6 ore di attacco chimico	58
Figura n. B-18. Immagini tracce alfa da 1,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	59
Figura n. B-19. Immagini tracce alfa da 1,5 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	60
Figura n. B-20. Immagini tracce alfa da 2,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	61
Figura n. B-21. Immagini tracce alfa da 3,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	62
Figura n. B-22. Immagini tracce alfa da 4,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	63
Figura n. B-23. Immagini tracce alfa da 5,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	64
Figura n. B-24. Immagini tracce alfa da 6,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	65
Figura n. B-25. Immagini tracce alfa da 7,0 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	66
Figura n. B-26. Immagini tracce alfa da 7,6 MeV dopo 7 ore di attacco chimico	67
Figura n. B-27. Immagini tracce alfa da 1,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	68
Figura n. B-28. Immagini tracce alfa da 1,5 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	69
Figura n. B-29. Immagini tracce alfa da 2,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	70
Figura n. B-30. Immagini tracce alfa da 3,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	71
Figura n. B-31. Immagini tracce alfa da 4,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	72
Figura n. B-32. Immagini tracce alfa da 5,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	73
Figura n. B-33. Immagini tracce alfa da 6,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	74
Figura n. B-34. Immagini tracce alfa da 7,0 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	75
Figura n. B-35. Immagini tracce alfa da 7,6 MeV dopo 8 ore di attacco chimico	76



Figura n. B-1. Immagini delle tracce alfa da 1,5 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-2. Immagini delle tracce alfa da 2,0 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-3. Immagini delle tracce alfa da 3,0 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-4. Immagini delle tracce alfa da 4,0 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-5. Immagini delle tracce alfa da 5,0 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-6. Immagini delle tracce alfa da 6,0 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-7. Immagini delle tracce alfa da 7,0 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-8. Immagini delle tracce alfa da 7,6 MeV nel CR-39 dopo 5 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-9. Immagini delle tracce alfa da 1,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-10. Immagini delle tracce alfa da 1,5 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-11. Immagini delle tracce alfa da 2,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-12. Immagini delle tracce alfa da 3,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-13. Immagini delle tracce alfa da 4,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-14. Immagini delle tracce alfa da 5,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-15. Immagini delle tracce alfa da 6,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-16. Immagini delle tracce alfa da 7,0 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-17. Immagini delle tracce alfa da 7,6 MeV nel CR-39 dopo 6 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-18. Immagini delle tracce alfa da 1,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-19. Immagini delle tracce alfa da 1,5 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-20. Immagini delle tracce alfa da 2,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-21. Immagini delle tracce alfa da 3,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-22. Immagini delle tracce alfa da 4,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-23. Immagini delle tracce alfa da 5,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-24. Immagini delle tracce alfa da 6,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-25. Immagini delle tracce alfa da 7,0 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-26. Immagini delle tracce alfa da 7,6 MeV nel CR-39 dopo 7 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-27. Immagini delle tracce alfa da 1,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-28. Immagini delle tracce alfa da 1,5 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-29. Immagini delle tracce alfa da 2,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-30. Immagini delle tracce alfa da 3,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.


Figura n. B-31. Immagini delle tracce alfa da 4,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-32. Immagini delle tracce alfa da 5,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-33. Immagini delle tracce alfa da 6,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-34. Immagini delle tracce alfa da 7,0 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.



Figura n. B-35. Immagini delle tracce alfa da 7,6 MeV nel CR-39 dopo 8 ore di attacco chimico con NaOH, 6,25 N, a 70°C.

APPENDICE C: SPETTRI DIAMETRI EFFICACI DI TUTTI GLI INTERCONFRONTI

Legenda

Figura n. C-1. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto NRPC-2004	78
Figura n. C-2. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto NRPC-2005	78
Figura n. C-3. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto HPA-2006	78
Figura n. C-4. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto APAT-2006	79
Figura n. C-5. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto HPA-2007	79
Figura n. C-6. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto HPA-2008	79
Figura n. C-7. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto HPA-2009	80
Figura n. C-8. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto HPA-2010	80
Figura n. C-9. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto BfS-2010	80
Figura n. C-10. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto NIRS-2010	81
Figura n. C-11. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto BfS-2011	81
Figura n. C-12. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto HPA-2011	81
Figura n. C-13. Distribuzione dei diametri efficaci interconfronto NIRS-2011	82
Figura n. C-14. Distribuzione dei diametri efficaci attacco 5 ore	82
Figura n. C-15. Distribuzione dei diametri efficaci attacco 6 ore	82
Figura n. C-16. Distribuzione dei diametri efficaci attacco 7 ore	83
Figura n. C-17. Distribuzione dei diametri efficaci attacco 8 ore	83
Figura n. C-18. Distribuzione dei diametri efficaci tutti gli interconfronti	84
Figura n. C-19. Distribuzione dei diametri efficaci tutti i test diversi attacchi	84



Figura n. B-1. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto NRPB del 2004. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-2. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto NRPB del 2005. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-3. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto HPA del 2006. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-4. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto APAT del 2006. 4 livelli di Esposizione. 32 rivelatori.



Figura n. C-5. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto HPA del 2007. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-6. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto HPA del 2008. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-7. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto HPA del 2009. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-8. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto HPA del 2010. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-9. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto BfS del 2010. 4 livelli di Esposizione. 28 rivelatori.



Figura n. C-10. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto NIRS del 2010. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-11. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto BfS del 2011. 4 livelli di Esposizione. 28 rivelatori.



Figura n. C-12. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto HPA del 2011. 5 livelli di Esposizione. 40 rivelatori.



Figura n. C-13. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico utilizzato per l'interconfronto NIRS del 2011. 3 livelli di Esposizione. 30 rivelatori.



Figura n. C-14. Distribuzione (interpolata) dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico di 5 h utilizzato per il test diversi spessori 4 livelli di Esposizione. 16 rivelatori.



Figura n. C-15. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico di 6 h utilizzato per il test diversi spessori 4 livelli di Esposizione. 16 rivelatori.



Figura n. C-16. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico di 7 h utilizzato per il test diversi spessori 4 livelli di Esposizione. 16 rivelatori.



Figura n. C-17. Distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute con le condizioni di attacco chimico di 8 h utilizzato per il test diversi spessori 4 livelli di Esposizione. 16 rivelatori.



Figura n. C-18. Confronto tra tutte le distribuzioni dei diametri efficaci delle tracce ottenute in tutti gli interconfronti.



Figura n. C-19. Andamenti interpolati delle distribuzione dei diametri efficaci delle tracce ottenute nel test diversi spessori.

BIBLIOGRAFIA

- 1. Calamosca M. e S. Penzo. Verbale di "Valutazione sensibilità del sistema di misurazione del radon: aggiornamento al 22 febbraio 2011". Prot. ENEA/2011/10474/IRP-DOS del 22 febbraio 2011.
- 2. UNI CEI EN ISO/IEC 17025:2005 Requisiti generali per la competenza dei laboratori di prova e taratura, Settembre 20005
- 3. WHO, 2009. WHO Handbook on Indoor Radon: a Public Health Perspective. WHO Press, Geneva, 2009.
- 4. European Commission, Proposal for a COUNCIL DIRECTIVE laying down basic safety standards for protection against the dangers arising from exposure to ionizing radiation Draft presented under Article 31 Euratom Treaty for the opinion of the of the European Economic and Social Committee, 2011.
- 5. ICRP, 2010. Lung Cancer Risk from Radon and Progeny and Statement on Radon. ICRP Publication 115, Ann. ICRP 40(1), 2010.
- 6. ImageJ Image Processing and Analysis in Java. http://rsb.info.nih.gov/ij/
- 7. Nikezic D. and K.N. Yu. Computer program TRACK_TEST for calculating parameters and plotting profiles for etch pits in nuclear track materials. Comput. Phys. Comm. 174, 160-165, 2006.
- 8. Nikezic D. and K.N. Yu. Calculations of track parameters and plots of track openings and wall profiles in CR-39 detector, Radiat. Meas. 37 595-601, 2003.
- 9. Nikezic D. and K.N. Yu. Computer program TRACK_VISION for simulating optical appearance of etched tracks in CR-39 nuclear track detector. Comput. Phys. Comm. 178, 591-595, 2008.
- 10. Calamosca M. e S. Penzo. Verbale di "Valutazione sensibilità del sistema di misurazione del radon; aggiornamento al 5 Marzo 2012", Prot. ENEA/2012/12589/IRP-DOS.
- 11. Yamauchi, T. Studies on the nuclear tracks in CR-39 plastics. Radiat. Meas. 36(1-6): 73-81, 2003.
- Calamosca, M., Penzo S. and Gualdrini G. "Servizio Dosimetrico Radon Enea. Efficienza di rivelazione delle radiazioni α di un SSNTD (CR-39) in funzione dell'energia e dell'angolo d'incidenza", Atti del Convegno Nazionale di Radioprotezione AIRP: "Dosimetria personale ed ambientale", La Maddalena, 26-28 settembre 2001, RT/AMB/2001/20.
- 13. Calamosca, M., Penzo S. and Gualdrini G. " Experimental determination of CR-39 counting efficiency to alpha particles to design the holder of a new radon gas dosemeter ", Radiat. Meas., 36, 217-219, 2003.
- 14. Calamosca, M., Penzo, S. and Gualdrini, G. "The features of the new radon gas CR-39 dosemeter developed at the ENEA IRP", Radiat. Meas., 36 221-224, 2003.
- 15. Durrani S.A. and R.K. Bull. Solid State Nuclear Track Detection. Principles, Methods and Applications, Pergamon Press, 1987
- 16. Calamosca M. e S. Penzo. Brevetto per invenzione industriale #MI2006A000703: "Dispositivo di campionamento passivo per rivelatori di tracce nucleari per la valutazione della esposizione di radon in aria senza impiego di rivelatore per le esposizioni di transito". Depositato in data 10/4/2006.
- 17. Rosner B. Percentage Points for a Generalized ESD Many-Outlier Procedure, *Technometrics*, 25(2), pp. 165-172. May 1983.
- 18. Snedecor, G.W. and W.G. Cochram. Statistical Methods. VI edition, The Iowa State University Press, Ames, Iowa, 1969.
- 19. Howarth C.B. Results of the 2006 Health Protection Agency Intercomparison of Passive Radon Detectors HPA-RPD-053, 2009.
- 20. UNI CEI ENV 13005 "Guida all'espressione dell'incertezza di misura", Luglio 2000.
- 21. Daraktchieva Z., C.B. Howarth and R. Algar. Results of the 2011 HPA Intercomparison of Passive Radon Detectors HPA-CRCE-033, 2012.
- 22. Janik M., T. Ishikawa, Y. Omori, N. Kavasi. Technical Report on the 4rd International Intercomparisons for Integrating Radon/Thoron Detectors with the NIRS Radon/Thoron Chambers. NIRS, May 25, 2012.
- 23. National Association for Proficiency Testing. Examining the Why's and How's of Proficiency Testing: <u>http://www.proficiency.org/Portals/0/ExamineWhyandHowsV2.pdf</u>.
- Foerster E., T. Beck, H. Buchröder and V. Schmidt. Instruments to Measure Radon Activity Concentration or Exposure to Radon – Interlaboratory Comparison 2012. BfS-SW-13/12 urn:nbn:de:0221-201209149412 Salzgitter, September 2012.

Edito dall' **ENEN** Servizio Comunicazione

Lungotevere Thaon di Revel, 76 - 00196 Roma

www.enea.it

Stampa: Tecnografico ENEA - CR Frascati Pervenuto il 26.11.2012 Finito di stampare nel mese di dicembre 2012