

Titolo/Title	Linee guida per la taratura di misuratori di contaminazione superficiale da radionuclidi emettitori beta con nergia massima superiore a 150 keV o emettitori alfa <i>Guidelines for the calibration of surface contamination meters by beta-emetting radionuclides with a maximum energy higher than 150 keV or alpha emitters</i>
Sigla/Reference	DT-07-DT
Revisione/Revision	00
Data/Date	19-05-2017

Redazione	Approvazione	Autorizzazione all'emissione	Entrata in vigore
L'assistente del Responsabile del Sistema di Gestione	Il Direttore di Dipartimento	Il Direttore Generale	19-05-2017

INDICE

1. INTRODUZIONE	4
2. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE	4
3. RIFERIMENTI.....	5
4. TERMINI E DEFINIZIONI	6
5. APPARECCHIATURE E MATERIALI	6
5.1. CONTAMINAMETRO DA TARARE.....	6
5.2. CONTAMINAMETRO DA TARARE.....	6
5.3. SORGENTI CAMPIONE PUNTIFORMI	6
5.4. SUPPORTO DI BIANCO	6
5.5. CONTAMINAMETRO DI RIFERIMENTO	6
5.6. SCHERMATURE PIANE	7
5.7. BANCO DI LAVORO CON DISPOSITIVO PER MOVIMENTAZIONE CONTROLLATA	7
5.8. DISPOSITIVI PER LA REGISTRAZIONE DELLA LETTURA DEGLI STRUMENTI IN TARATURA	7
5.9. FOGLI DI RACCOLTA DATI (FRD)	7
6. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA	7
7. CRITERI DI ACCETTABILITÀ DEL CONTAMINAMETRO IN TARATURA	8
8. OPERAZIONI PRELIMINARI	9
9. DETERMINAZIONE DEL FONDO STRUMENTALE	9
10. MODALITÀ DI TARATURA CON IL METODO DELLA SORGENTE CENTRATA .	10
10.1. MISURAZIONI	10
10.2. DETERMINAZIONE DELL'EFFICIENZA STRUMENTALE E DELL'INCERTEZZA ASSOCIATA	11
11. MODALITÀ DI TARATURA CON IL METODO DELLE PORZIONI CONTIGUE ..	14
11.1. MISURAZIONI	14
11.2. DETERMINAZIONE DELL'EFFICIENZA CUMULATA E DELL'INCERTEZZA ASSOCIATA	15
12. RADIONUCLIDI DIVERSI DAI CAMPIONI DEL LABORATORIO	16
13. REDAZIONE DEL CERTIFICATO DI TARATURA.....	17
14. ARCHIVIAZIONE DEI DATI	18

15. RIFERIBILITA' DELLE MISURAZIONI	18
16. CONFERMA METROLOGICA.....	18
16.1. STABILITÀ DELLA SORGENTE CAMPIONE.....	18
16.2. OMOGENEITA' DELLA SORGENTE CAMPIONE.....	19

1. INTRODUZIONE

Il presente documento è stato redatto dal gruppo di lavoro ACCREDIA "Misure di contaminazione superficiale" istituito nell'aprile del 2006 (già gruppo di lavoro SIT) in risposta all'esigenza di convergere su procedure di taratura armonizzate che tenessero conto degli sviluppi nella normativa tecnica internazionale e che agevolassero i laboratori interessati ad ottenere l'accreditamento da ACCREDIA Dipartimento Laboratori di Taratura, nel campo di misura della contaminazione superficiale. Al gruppo hanno partecipato rappresentanti dei Laboratori accreditati ed esperti del settore, oltre al personale ACCREDIA.

Tale gruppo di lavoro coordinato da Sabrina Romani è costituito da: Stefano Abate, Marco Caresana, Luisella Garlati e Ornella Tambussi (Politecnico di Milano, Milano); Alberto Boccolini (Centro Interforze Studi ed Applicazioni Militari, San Piero a Grado (Pi)); Marco Capogni e Pierino De Felice (ENEA Istituto Nazionale di Metrologia delle Radiazioni Ionizzanti, Roma); Gualtiero Puerari e Sabrina Romani (SOGIN Area disattivazione di Caorso, Caorso (Pc)); Vincenzo Marzulli e Alessandro Tofani (Azienda Sanitaria Locale 6, Livorno); Gianfranco Minchillo (Joint Research Centre, Ispra (Va)) e Maria Pia Toni (ACCREDIA Dipartimento Laboratori di Taratura).

2. SCOPO E CAMPO DI APPLICAZIONE

Nel presente documento si riassumono i criteri guida per l'accreditamento di un Laboratorio nel settore di misura della contaminazione superficiale da parte di ACCREDIA Dipartimento Laboratori di Taratura. In particolare, il documento si applica alla taratura di strumenti per la misura diretta della contaminazione superficiale (nel seguito denominati "contaminometri") costituiti da una sonda ad ampia superficie associata ad un lettore sensibile alla radiazione beta con energia massima maggiore di 150 keV o alla radiazione alfa. I criteri per la taratura con radiazione fotonica (x o gamma) non sono compresi in questo documento e saranno eventualmente trattati in un documento successivo.

Il documento riporta nella prima parte i riferimenti normativi, l'elenco e la descrizione delle apparecchiature e dei materiali necessari, le prescrizioni di sicurezza, i criteri di accettabilità degli strumenti in taratura, le operazioni preliminari da effettuare. Segue la descrizione delle modalità di taratura dei contaminometri. In particolare, vengono descritti due diversi metodi di taratura, il metodo della sorgente centrata rispetto alla sonda (§10) e il metodo delle porzioni contigue (§11). Nell'ultima parte sono descritti i requisiti che assicurano la riferibilità delle misure effettuate dal Laboratorio ed i criteri per l'esecuzione delle verifiche di conferma metrologica.

Si osservi che:

qualora il Laboratorio disponga di una sorgente campione di area attiva maggiore di quella della sonda dello strumento da tarare e quindi tale da coprire tutta la superficie attiva della sonda, si raccomanda l'utilizzo del *metodo della sorgente centrata* rispetto alla sonda (§10);

qualora il Laboratorio disponga di una sorgente campione di area attiva inferiore a quella della sonda dello strumento da tarare e quindi non in grado di coprire tutta la superficie attiva della sonda, si raccomanda l'utilizzo del *metodo delle porzioni contigue* (§11);

il Laboratorio, anche qualora non lo utilizzi di norma durante le tarature, è tenuto a conoscere il metodo delle porzioni contigue, definendo in modo chiaro nelle sue procedure interne i limiti derivanti dalla sua esclusione.

3. RIFERIMENTI

Le norme e i documenti di riferimento per l'accreditamento dei laboratori sono contenuti in LS-09. Si riportano nel seguito altri documenti relativi all'argomento trattato.

- EA-4/02, "Evaluation of the Uncertainty of Measurement in Calibration", 2013.
- ISO 7503-1:2016, "Measurement of radioactivity -- Measurement and evaluation of surface contamination -- Part 1: General principles".
- ISO 7503-3:2016, "Measurement of radioactivity -- Measurement and evaluation of surface contamination -- Part 3: Apparatus calibration".
- ISO 8769:2016, "Reference sources -- Calibration of surface contamination monitors -- Alpha-, beta- and photon emitters".
- ISO/IEC 98-3:2008, "Uncertainty of measurement - Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement".
- National Physical Laboratory, Measurement Good Practice Guide No. 14, "The Examination, Testing and Calibration of Portable Radiation Protection Instruments", ISSN 1368-6550, 1999.
- UNI/CEI 70098-3:2016, "Incertezza di misura - Parte 3: Guida all'espressione dell'incertezza di misura".
- UNI/EN/ISO 10012:2004, "Sistemi di gestione della misurazione - Requisiti per i processi e le apparecchiature di misurazione".
- De Felice P., Del Corona A., Marzulli V., Minchillo G., Tofani A., Vasselli R., Vocino V., Zucca S., "La misurazione della contaminazione superficiale: standardizzazione dei metodi di misura e taratura della strumentazione", Atti del Convegno Nazionale dell'Associazione Italiana di Radioprotezione (AIRP): La radioprotezione nella ricerca, la ricerca in radioprotezione, Catania, 15-17 settembre 2005.
- Abate S., Boccolini A., Capogni M., Caresana M., De Felice P., Garlati L., Marzulli V., Minchillo G., Puerari G., Romani S., Tambussi O., Tofani A., Toni M.P., "Riferibilità ai campioni primari e procedure di taratura dei contaminometri", Atti del XXXIII Congresso Nazionale di Radioprotezione, Associazione Italiana di Radioprotezione, Torino, 20-23 settembre 2006.
- Abate S., Capogni M., Caresana M., De Felice P., Garlati L., Marzulli V., Minchillo G., Puerari G., Romani S., Tambussi O., Tofani A., Toni M.P., "Stato di avanzamento dell'attività di definizione e verifica sperimentale di procedure di taratura dei contaminometri", Atti del Convegno Nazionale di Radioprotezione, Associazione Italiana di Radioprotezione, Vasto Marina, 1-3 ottobre 2007.
- De Felice P., Fiore L., Minchillo G., Vasselli R., Vocino V., "Dispositivo per taratura di monitori portatili della contaminazione superficiale", Atti del Convegno Nazionale di Radioprotezione, Associazione Italiana di Radioprotezione, Vasto Marina, 1-3 ottobre 2007.

4. TERMINI E DEFINIZIONI

Si seguono le definizioni contenute nei riferimenti, in particolare nelle norme ISO 8769:2016, ISO 7503-1:2016 e ISO 7503-3:2016. Si fa presente, tuttavia, che i simboli adottati nella presente guida differiscono da quelli adottati nella norma ISO 7503-3:2016.

5. APPARECCHIATURE E MATERIALI

Nel seguito si riporta l'elenco e la descrizione delle apparecchiature e dei materiali che dovrebbero costituire la dotazione di un Laboratorio di taratura di contaminometri nel campo di misura coperto dalla presente guida. Alcune delle apparecchiature e dei materiali elencati possono essere facoltativi come si deduce dalla descrizione delle procedure di taratura.

5.1. CONTAMINAMETRO DA TARARE

Il contaminometro da tarare è costituito da una sonda, che contiene il rivelatore, associata ad un lettore.

5.2. CONTAMINAMETRO DA TARARE

Le sorgenti campione piane estese utilizzate dal Laboratorio devono soddisfare i requisiti riportati nelle norme ISO 8769:2016, ISO 7503-1:2016 e ISO 7503-3:2016.

5.3. SORGENTI CAMPIONE PUNTIFORMI

Le sorgenti campione puntiformi (opzionali) sono da utilizzarsi per le conferme metrologiche e per lo studio del profilo di risposta delle sonde. Si raccomandano almeno due sorgenti puntiformi (es. ^{90}Sr - ^{90}Y e ^{241}Am).

5.4. SUPPORTO DI BIANCO

Il supporto di bianco è costituito da una piastra dello stesso materiale e spessore della sorgente campione piana estesa utilizzata dal laboratorio, ma senza l'introduzione di radionuclidi. Esso deve essere utilizzato per la determinazione del fondo strumentale del contaminometro in misura.

5.5. CONTAMINAMETRO DI RIFERIMENTO

Il contaminometro di riferimento del Laboratorio è costituito da una sonda, che contiene il rivelatore, associata ad un lettore. Il rivelatore deve essere caratterizzato da elevata stabilità a lungo termine (come ad es. contatori proporzionali a gas sigillato). Il contaminometro di riferimento deve essere utilizzato per le verifiche metrologiche sulle sorgenti campione piane estese.

5.6. SCHERMATURE PIANE

Tali schermature debbono essere tali da assorbire totalmente la radiazione alfa o beta emessa dalla sorgente. Esse sono realizzate con materiale (metallico o plastico) e spessori adeguati alle radiazioni emesse da ciascuna sorgente campione. Sono dotate di un foro avente una superficie $\leq 5 \text{ cm}^2$. Vengono utilizzate per verifiche metrologiche di omogeneità delle sorgenti campione piane estese.

5.7. BANCO DI LAVORO CON DISPOSITIVO PER MOVIMENTAZIONE CONTROLLATA

Tale dispositivo deve permettere il posizionamento della sonda del contaminometro da tarare rispetto alla sorgente campione (piana estesa o puntiforme) utilizzata, con riproducibilità e incertezza note ed adeguate.

Esso deve essere realizzato con materiale plastico o metallico e deve avere le seguenti caratteristiche principali:

- essere adattabile per l'utilizzo con le diverse caratteristiche geometriche degli strumenti in taratura;
- consentire di avvicinare la superficie della sonda del contaminometro a quella della sorgente fino ad una distanza di 3 mm;
- consentire il posizionamento dello strumento rispetto alla sorgente con incertezza $\leq 0,5 \text{ mm}$ (contenendo, così, la componente d'incertezza del coefficiente di taratura dovuta al posizionamento).

5.8. DISPOSITIVI PER LA REGISTRAZIONE DELLA LETTURA DEGLI STRUMENTI IN TARATURA

Le letture dello strumento in taratura possono essere acquisite mediante dispositivi digitali (come ad es. macchine fotografiche digitali, web-cam, etc) o manuali (basati sull'acquisizione e l'inserimento dei dati da parte dell'operatore in fogli di raccolta dati opportunamente predisposti). I dispositivi digitali sono da preferirsi in quanto consentono di fornire un'evidenza della registrazione e la possibilità di controlli a posteriori.

5.9. FOGLI DI RACCOLTA DATI (FRD)

Tutti gli altri moduli cartacei o elettronici, compilati manualmente, in modo automatico o in modalità mista, necessari per la registrazione dei dati rilevanti per la taratura. Tutti i moduli devono essere opportunamente validati.

6. PRESCRIZIONI DI SICUREZZA

Con riferimento al rischio da radiazioni ionizzanti, devono essere rispettate le prescrizioni di sicurezza dell'Esperto Qualificato affisse in Laboratorio.

In particolare, le sorgenti devono essere conservate negli appositi contenitori, in armadi chiusi e utilizzate per il tempo strettamente necessario all'esecuzione delle operazioni previste. Inoltre, particolare cura deve essere posta nel non scalfire la superficie delle sorgenti campione onde evitare sia lo spargimento di materiale radioattivo che il deterioramento delle sorgenti stesse.

7. CRITERI DI ACCETTABILITÀ DEL CONTAMINAMETRO IN TARATURA

Prima di eseguire la taratura del contaminometro occorre verificare che siano soddisfatti i criteri di accettabilità di seguito specificati.

Prima di accendere lo strumento accertarsi che:

- 1) la sonda di misura sia sensibile alla radiazione beta con energia massima >150 keV o alla radiazione alfa, in base alle specifiche tecniche del costruttore;
- 2) il valore W dell'area sensibile della sonda di misura, determinato in base alle specifiche tecniche del costruttore, sia compatibile con l'area attiva della sorgente campione disponibile presso il laboratorio considerando il metodo di taratura utilizzato. Il valore W può essere anche determinato mediante uno dei metodi seguenti:
 - i) geometricamente, mediante misurazioni di lunghezza effettuate direttamente sulla sonda, includendo la superficie di eventuali griglie poste sulla finestra della sonda stessa,
 - ii) caratterizzando la superficie della sonda con una sorgente puntiforme, costruendo il profilo di risposta mediante scansione (su richiesta o in casi particolari);
- 3) lo strumento sia dotato di idonee batterie con stato di carica adeguato;
- 4) lo strumento non risulti danneggiato da un esame esterno;
- 5) la sonda (se basata su un rivelatore a gas) sia caricata con il gas secondo le indicazioni del costruttore e gli eventuali serbatoi di gas (metano, butano) siano carichi, in caso contrario provvedere alla ricarica utilizzando il tipo di gas e le modalità operative indicate dal costruttore.

Una volta effettuate con esito positivo tutte le verifiche previste nei punti precedenti (da a ad e), collegare la sonda, il lettore e, se previsto, l'elaboratore elettronico (PC) utilizzando i cavi di collegamento in dotazione e secondo le indicazioni fornite dal costruttore, e procedere accendendo lo strumento e verificando che:

- eventuali schermi protettivi siano stati rimossi dalla sonda dello strumento;
- lo strumento sia stato acceso per un tempo necessario (non inferiore a 30 min) prima dell'uso per attendere che il valore del fondo si stabilizzi secondo indicazioni del costruttore;
- i risultati dei test di buon funzionamento previsti dal costruttore, incluso quello relativo all'alimentazione dello strumento, diano esito positivo in base alle indicazioni del costruttore;
- la lettura di fondo dello strumento non sia superiore a tre volte il valore dichiarato dal costruttore;

- il valore di fondo non aumenti quando lo strumento sia esposto a una sorgente diretta e intensa di luce (applicabile a strumenti con sonde a scintillazione e fotomoltiplicatore).

Se tutte le verifiche sopra riportate abbiano avuto esito positivo, si procede con la taratura, in caso contrario dovranno essere seguite le azioni previste dal sistema di gestione della qualità del Laboratorio.

8. OPERAZIONI PRELIMINARI

Compilare il FRD riportando almeno le seguenti informazioni:

- 1) codice che identifica univocamente la taratura;
- 2) data della taratura;
- 3) denominazione del committente;
- 4) estremi e data della richiesta di taratura;
- 5) tipo di rivelatore (es. contatore proporzionale);
- 6) modello, costruttore e matricola dello strumento, della sonda e del lettore (se scollegabili);
- 7) modalità operativa (es. alfa o alfa-beta-gamma);
- 8) area attiva della sonda (W);
- 9) distanza tra sonda e sorgente campione piana estesa;
- 10) radionuclide utilizzato, radiazione considerata, energia media;
- 11) codice ed area attiva della sorgente campione piana estesa;
- 12) rateo di emissione superficiale, angolo solido, data di riferimento ed identificativo specificati nel certificato della sorgente campione;
- 13) incertezza tipo relativa ($k=1$) del rateo di emissione superficiale di cui al punto l).

9. DETERMINAZIONE DEL FONDO STRUMENTALE

La presente procedura si applica alla determinazione del fondo strumentale, sia prima che dopo l'effettuazione delle letture con la sorgente campione, come descritto nel seguito.

Utilizzando il supporto di bianco (vedi punto 5.4), eseguire un numero n ($n \geq 10$) di letture del fondo strumentale, F_i , e riportare i dati nell'apposita sezione del FRD.

Calcolare il valore medio, \bar{F} :

$$\bar{F} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n F_i \quad (1)$$

Determinare lo scarto tipo e lo scarto tipo della media della prima serie di letture di fondo:

$$u_F = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (F_i - \bar{F})^2}{n-1}} \quad (2)$$

$$u_{\bar{F}} = \frac{u_F}{\sqrt{n}} \quad (3)$$

10. MODALITÀ DI TARATURA CON IL METODO DELLA SORGENTE CENTRATA

10.1. MISURAZIONI

10.1.1 Aggiornare, dalla data di riferimento a quella della misura, il valore del rateo di emissione della sorgente campione piana estesa specificato nel FRD:

$$E_{2\pi} = E_{2\pi}^0 \cdot e^{-\lambda\Delta t} \quad (4)$$

dove:

$E_{2\pi}$: rateo di emissione (s^{-1}) su un angolo solido di 2π sr, aggiornato alla data di misura;

$E_{2\pi}^0$: rateo di emissione (s^{-1}) su un angolo solido di 2π sr, alla data di riferimento indicata nel certificato di taratura della sorgente campione;

λ : costante di decadimento (s^{-1}) del radionuclide considerato;

Δt : tempo trascorso (s) dalla data di riferimento alla data della taratura.

10.1.2 Eseguire n letture del fondo strumentale iniziale ($F1_i$) ($n \geq 10$), come descritto in §9. Applicare le equazioni (1) (2) e (3) alla serie iniziale di letture di fondo, ottenendo $\bar{F1}$, u_{F1} e $u_{\bar{F1}}$.

10.1.3 Posizionare la sorgente campione piana estesa in modo tale che l'area attiva della sorgente campione sia totalmente coperta dalla superficie attiva della sonda, possibilmente facendo coincidere i rispettivi centri geometrici (Figura 1).

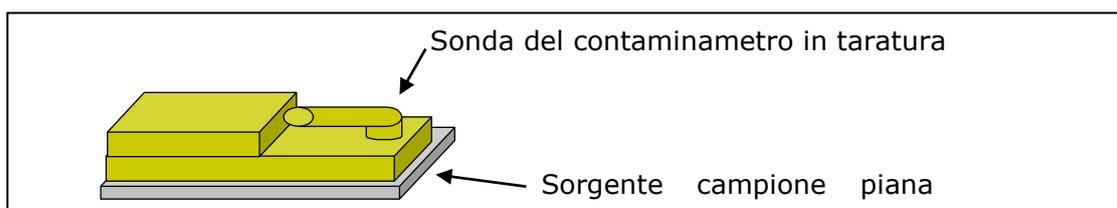


Figura 1 - Rappresentazione schematica del metodo di taratura della sorgente centrata.

10.1.4 Eseguire m letture L_i ($m \geq 10$) del segnale fornito dalla sonda.

10.1.5 Calcolare il valore medio \bar{L} :

$$\bar{L} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m L_i \quad (5)$$

10.1.6 Determinare lo scarto tipo u_L e lo scarto tipo della media $u_{\bar{L}}$:

$$u_L = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (L_i - \bar{L})^2}{m-1}} \quad (6)$$

$$u_{\bar{L}} = \frac{u_L}{\sqrt{m}} \quad (7)$$

10.1.7 Eseguire n letture del fondo strumentale finale ($F2_i$) ($n \geq 10$), come descritto in §9. Applicare le equazioni (1) (2) e (3) alla serie finale delle letture di fondo, ottenendo $\overline{F2}$, u_{F2} e $u_{\overline{F2}}$.

10.1.8 Effettuare un test di compatibilità tra la lettura di fondo iniziale $\overline{F1}$ e quella finale $\overline{F2}$, ovvero:

$$\frac{|\overline{F2} - \overline{F1}|}{\sqrt{u_{\overline{F1}}^2 + u_{\overline{F2}}^2}} < 1 \quad (8)$$

10.1.9 In caso di verifica della relazione (8), determinare il valore di fondo come media aritmetica di $\overline{F1}$ e $\overline{F2}$:

$$\overline{F} = \frac{\overline{F1} + \overline{F2}}{2} \quad (9)$$

10.1.10 In caso contrario, ripetere la misura, accertarsi dell'anomalia e, qualora essa persistesse, interrompere la taratura e operare secondo quanto previsto dal Sistema di Qualità del Laboratorio in caso di non conformità.

10.1.11 Lo scarto tipo associato a \overline{F} è determinato da:

$$u_{\overline{F}} = \sqrt{\frac{1}{4}u_{\overline{F1}}^2 + \frac{1}{4}u_{\overline{F2}}^2} \quad (10)$$

10.1.12 Verificare che tutti i valori misurati o calcolati siano stati registrati nel FRD.

10.2. DETERMINAZIONE DELL'EFFICIENZA STRUMENTALE E DELL'INCERTEZZA ASSOCIATA

10.2.1 Il risultato della taratura di un contaminometro è rappresentato dall'efficienza strumentale e dall'incertezza ad essa associata. Calcolare l'efficienza strumentale ε :

$$\varepsilon = \frac{S \cdot (\bar{L} - \bar{F})}{W \cdot E_{2\pi}} \quad (11)$$

in cui:

S: area attiva della sorgente campione piana estesa (cm²);

W: area attiva della sonda (cm²).

10.2.2 Il coefficiente di sensibilità $c_{\bar{L}}$ relativo alla lettura con sorgente campione è dato da:

$$c_{\bar{L}} = \frac{\varepsilon}{\bar{L} - F} \quad (12)$$

Il numero di gradi di libertà è dato da $\nu_{\bar{L}} = m - 1$.

Il coefficiente di sensibilità $c_{\bar{F}}$ relativo alla misura del fondo è dato da:

$$c_{\bar{F}} = -\frac{\varepsilon}{\bar{L} - F} = -c_{\bar{L}}. \quad (13)$$

Il numero di gradi di libertà associati è dato da $\nu_{\bar{F}} = n - 1$.

Lo scarto tipo statistico totale è dato da:

$$u_{stat} = \sqrt{u_{\bar{F}}^2 + u_{\bar{L}}^2}. \quad (14)$$

10.2.3 Lo scarto tipo della lettura è legato alla risoluzione della lettura dello strumento e valutato come:

$$u_{lettura} = \frac{\text{risoluzione}}{2\sqrt{3}} \quad (15)$$

nell'ipotesi di una distribuzione di probabilità rettangolare.

Il valore di risoluzione della lettura varia a seconda del tipo di indicazione dello strumento stesso. Se lo strumento visualizza la lettura con un indicatore su scala lineare, l'operatore in genere commette errori di parallasse piuttosto ridotti. Se lo strumento visualizza il dato con un indicatore su una scala logaritmica, l'errore di lettura mediamente aumenta. Se, infine, lo strumento è digitale, non sono da valutare altre fonti di incertezza associate alla lettura, se non quelle legate alla risoluzione (digit) dello strumento. Pertanto:

- se lo strumento ha scala lineare, si considera la distanza tra le due tacche entro cui cade la misura e la si divide per 3 per ottenere la risoluzione della lettura;
- se lo strumento ha scala logaritmica, si considera la distanza tra le due tacche entro cui cade la misura e la si divide per 2 per ottenere la risoluzione della lettura;
- se lo strumento è a lettura digitale, la risoluzione che compare nell'Eq. 15 è semplicemente quella dello strumento.

Il coefficiente di sensibilità per la lettura con sorgente è pari a quello di cui all'Eq. 12.

Il coefficiente di sensibilità per la lettura del fondo è pari a quello di cui all'Eq. 13.

Nell'ipotesi che il valore dell'intervallo (risoluzione) sia stimato in modo da evitare sottostime, si può considerare conservativamente un numero di gradi libertà $\nu_{lettura} = 100$.

10.2.4 L'incertezza tipo del rateo di emissione della sorgente campione, $u_{E_{2\pi}}$, si ricava dal certificato della sorgente stessa. Il coefficiente di sensibilità, $c_{E_{2\pi}}$, è pari a:

$$c_{E_{2\pi}} = -\frac{\varepsilon}{E_{2\pi}} \quad (16)$$

Il numero di gradi libertà è da considerarsi $\nu_{E_{2\pi}} = 100$.

10.2.5 Conservativamente si può assumere l'incertezza relativa delle aree S e W pari a 1%. Infatti, nell'ipotesi di semplice determinazione delle aree mediante misurazioni di lunghezza con righello graduato, l'incertezza sulla lettura è di 1 mm su una lunghezza tipica di 10 cm.

I coefficienti di sensibilità c_S e c_W sono dati da:

$$c_S = \frac{\varepsilon}{S} \quad (17)$$

$$c_W = -\frac{\varepsilon}{W} \quad (18)$$

Il numero di gradi libertà è da considerarsi $\nu_{C_S} = 100$ e $\nu_W = 100$.

10.2.6 L'incertezza tipo composta di ε , $u(\varepsilon)$, è data dalla seguente espressione:

$$u(\varepsilon) = \sqrt{c_L^2 \cdot (u_{stat}^2 + u_{letturaL}^2 + u_{letturaF}^2) + c_{E_{2\pi}}^2 \cdot u_{E_{2\pi}}^2 + c_S^2 \cdot u_S^2 + c_W^2 \cdot u_W^2} \quad (19)$$

10.2.7 Il numero di gradi di libertà effettivi associati all'incertezza tipo composta è dato da:

$$\nu_{eff} = \frac{u^4(\varepsilon)}{\sum_{i=1}^h \frac{(c_i u(X_i))^4}{\nu_i}} \quad (20)$$

in cui $i=1...h$ è l'indicatore di ciascuno dei parametri che compongono l'equazione dell'efficienza.

10.2.8 L'incertezza estesa $U(\varepsilon)$ associata ad ε è l'incertezza tipo composta moltiplicata per un fattore di copertura k desunto dai dati in Tabella 1 e che per una distribuzione "t" con un numero di gradi di libertà pari a ν_{eff} corrisponde a un livello di confidenza approssimativamente del 95%.

$$U(\varepsilon) = k \cdot u(\varepsilon) \quad (21)$$

Tabella 1 - Fattori di copertura k corrispondenti a un livello di confidenza approssimativamente del 95%, per diversi valori dei gradi di libertà effettivi ν_{eff} .

ν_{eff}	1	2	3	4	5	6	7	8	10	20	50	∞
k	13,97	4,53	3,31	2,87	2,65	2,52	2,43	2,37	2,28	2,13	2,05	2

11. MODALITÀ DI TARATURA CON IL METODO DELLE PORZIONI CONTIGUE

11.1. MISURAZIONI

11.1.1 Aggiornare, dalla data di riferimento a quella della misura, il valore del rateo di emissione della sorgente campione piana estesa specificato nel FRD:

$$E_{2\pi} = E_{2\pi}^0 \cdot e^{-\lambda\Delta t} \quad (22)$$

dove:

$E_{2\pi}$: rateo di emissione (s^{-1}) su un angolo solido di 2π sr, aggiornato alla data di misura;

$E_{2\pi}^0$: rateo di emissione (s^{-1}) su un angolo solido di 2π sr, alla data di riferimento indicata nel certificato di taratura della sorgente campione;

λ : costante di decadimento (s^{-1}) del radionuclide considerato;

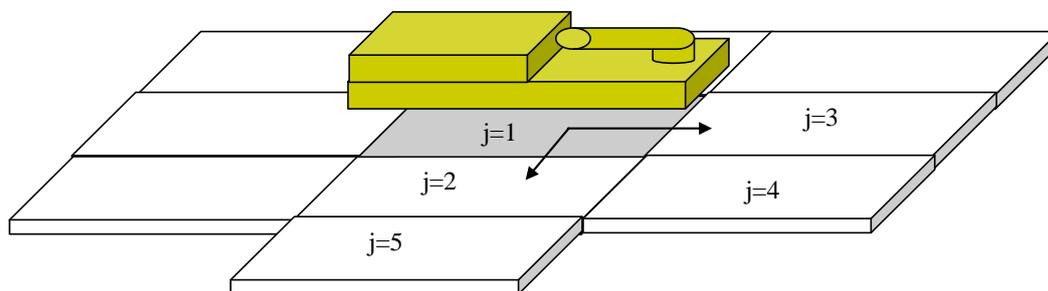
Δt : tempo trascorso (s) dalla data di riferimento alla data della taratura.

11.1.2 Eseguire n letture del fondo strumentale iniziale (F_{1i}) ($n \geq 10$), come descritto in §9. Applicare le equazioni (1) (2) e (3) alla serie iniziale di letture di fondo, ottenendo $\overline{F_1}$, u_{F_1} e $u_{\overline{F_1}}$.

11.1.3 Posizionare la sorgente campione piana estesa con il centro geometrico sovrapposto a quello dell'area attiva della sonda. Eseguire m letture L_i ($m \geq 10$). Ripetere le stesse operazioni per le varie posizioni periferiche j previste dal reticolo in Figura 2, secondo il metodo cosiddetto "delle porzioni contigue".

Il numero di porzioni contigue che il laboratorio deve utilizzare risulta definito allorché, allontanando il centro della sorgente campione dal centro della sonda, la lettura media rilevata è pari al fondo medio.

Figura 2 - Rappresentazione schematica del metodo delle porzioni contigue. La posizione $j=1$ è quella immediatamente al di sotto della sonda, centrata rispetto a questa. La sorgente campione piana estesa viene tralata nelle direzioni indicate dalle frecce.



11.1.4 Per ogni posizione j calcolare il valore medio \bar{L}_j :

$$\bar{L}_j = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m L_{ji} \quad (23)$$

11.1.5 Determinare lo scarto tipo u_{L_j} per la lettura relativa alla j -esima porzione contigua:

$$u_{L_j} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (L_{ji} - \bar{L}_j)^2}{m-1}} \quad (24)$$

Calcolare lo scarto tipo del valor medio:

$$u_{\bar{L}_j} = \frac{u_{L_j}}{\sqrt{m}} \quad (25)$$

11.1.6 Eseguire n letture del fondo strumentale finale ($F2_i$) ($n \geq 10$), come descritto in §9. Applicare le equazioni (1) (2) e (3) alla serie finale delle letture di fondo, ottenendo $\bar{F}2$, u_{F2} e $u_{\bar{F}2}$

11.1.7 Effettuare un test di compatibilità tra la lettura di fondo iniziale $\bar{F}1$ e quella finale $\bar{F}2$ come descritto in §10.1.8.

11.1.8 Verificare che tutti i valori misurati o calcolati siano stati registrati nel FRD.

11.2. DETERMINAZIONE DELL'EFFICIENZA CUMULATA E DELL'INCERTEZZA ASSOCIATA

11.2.1 Il risultato della taratura di un contaminometro è rappresentato dall'efficienza cumulata e dall'incertezza ad essa associata.

Calcolare l'efficienza strumentale ε_j per la j -esima porzione contigua:

$$\varepsilon_j = \frac{S \cdot (\bar{L}_j - \bar{F})}{W \cdot E_{2\pi}} \quad (26)$$

in cui:

S : area attiva della sorgente campione piana estesa (cm²);

W : area attiva della sonda (cm²).

Determinare l'efficienza cumulata ε_{cum} :

$$\varepsilon_{cum} = \sum_{j=1}^k \varepsilon_j \quad (27)$$

dove k è il numero di porzioni contigue utilizzato.

11.2.2 Applicare quanto previsto dal §10.2.1 al §10.2.5 per ciascuna componente ε_j , calcolando così lo scarto tipo u_j associato a ciascuna porzione.

L'incertezza tipo composta è data dalla seguente espressione:

$$u(\varepsilon_{cum}) = \frac{S}{W} \sqrt{\sum_{j=1}^k u_j^2 + c_S^2 \cdot u_S^2 + c_W^2 \cdot u_W^2} \quad (28)$$

in cui:

$$c_S = \frac{\varepsilon_{cum}}{S} \quad (29)$$

$$c_W = -\frac{\varepsilon_{cum}}{W} \quad (30)$$

e u_j è lo scarto tipo composto associato all'efficienza della singola porzione, calcolata secondo l'Eq. 26.

11.2.3 Il numero di gradi di libertà effettivi associati all'incertezza tipo composta è dato da:

$$\nu_{eff} = \frac{u^4(\varepsilon_{cum})}{\sum_{i=1}^n \frac{(c_i u(X_i))^4}{\nu_i}} \quad (31)$$

in cui $i=1...n$ è l'indicatore di ciascuno dei parametri che compongono l'espressione dell'efficienza cumulata.

11.2.4 L'incertezza estesa $U(\varepsilon_{cum})$ associata a ε_{cum} è l'incertezza tipo composta moltiplicata per un fattore di copertura k (Tabella 1) che, per una distribuzione "t" con un numero di gradi di libertà pari a ν_{eff} , corrisponde a un livello di confidenza approssimativamente del 95%.

12. RADIONUCLIDI DIVERSI DAI CAMPIONI DEL LABORATORIO

A partire dai risultati ottenuti per le sorgenti campione (§5.2), il laboratorio può anche determinare l'efficienza strumentale per radionuclidi diversi. In questo caso, la determinazione dell'efficienza strumentale per le radiazioni emesse da un particolare radionuclide si basa sulla combinazione delle efficienze associate alle radiazioni emesse dalle sorgenti campione utilizzate dal Laboratorio, in funzione del particolare schema di decadimento.

Per esempio, l'efficienza per la radiazione beta dell' ^{90}Y , emettitore beta puro, di energia massima pari a 2280 keV, può essere determinata mediante l'efficienza $\varepsilon_{\text{Sr-Y}}$ per le radiazioni emesse dalla miscela $^{90}\text{Sr}/^{90}\text{Y}$ e l'efficienza per la radiazione del ^{36}Cl , entrambe radiazioni di riferimento.

Infatti:

$$\varepsilon_{\text{SrY}} = \frac{\varepsilon_{\text{Sr}} + \varepsilon_{\text{Y}}}{2} \quad (32)$$

L'energia massima della radiazione beta del ^{36}Cl (709 keV) è infatti prossima a quella dello ^{90}Sr (546 keV) e si può quindi assumere:

$$\varepsilon_Y = 2\varepsilon_{\text{SrY}} - \varepsilon_{\text{Cl}} \quad (33)$$

L'incertezza sull'efficienza associata al radionuclide in questione è la composizione delle incertezze associate alle efficienze ottenute mediante la taratura con le radiazioni di riferimento.

13. REDAZIONE DEL CERTIFICATO DI TARATURA

Il certificato di taratura deve essere conforme alle vigenti prescrizioni della normativa di riferimento e di ACCREDIA, di seguito si specificano i principali dati che è necessario riportare nel certificato con particolare riferimento alla particolare tipologia di taratura descritta nel documento:

- 1) modalità operativa (es. alfa o alfa-beta-gamma);
- 2) data della taratura;
- 3) denominazione del committente;
- 4) estremi della richiesta di taratura e data della richiesta;
- 5) tipo di rivelatore (es. contatore proporzionale);
- 6) modello, costruttore, matricola dello strumento, della sonda e del lettore;
- 7) identificazione del FRD in cui è stata riportata l'operazione di taratura;
- 8) area attiva della sonda (W);
- 9) distanza tra strumento e sorgente campione;
- 10) radionuclide utilizzato, radiazione considerata, energia media;
- 11) codice della sorgente campione, area attiva della sorgente campione;
- 12) rateo di emissione superficiale della sorgente campione, con angolo solido e data di riferimento;
- 13) sigla del campione di prima linea del Laboratorio;
- 14) data del certificato, organismo che ha emesso il certificato e codice del certificato;
- 15) codice della procedura operativa interna utilizzata per eseguire la taratura;
- 16) valore di efficienza strumentale ottenuta;
- 17) valore dell'incertezza estesa associata;
- 18) legenda dei simboli utilizzati;
- 19) descrizione sintetica delle modalità di taratura (opzionale).

14. ARCHIVIAZIONE DEI DATI

La seguente documentazione deve essere archiviata:

- file del FRD completo di tutti i dati utilizzati per la taratura;
- file del certificato di taratura;
- copia cartacea del certificato di taratura;
- copia cartacea del FRD;
- il registro di Laboratorio;
- documentazione di carattere gestionale, gestita secondo le stesse procedure utilizzate per le altre attività svolte in ambito ACCREDIA.

15. RIFERIBILITA' DELLE MISURAZIONI

Il Laboratorio deve utilizzare sorgenti campione piane estese corredate di un certificato di taratura emesso da un Istituto Metrologico Nazionale operante nel quadro dell'accordo CIPM-MRA o da un laboratorio di taratura accreditato da Organismi di accreditamento (AB) firmatari dell'accordo EA-MLA o ILAC.MRA.

Il certificato deve riportare il valore del rateo di emissione espresso in numero di particelle emesse per unità di tempo in un angolo solido specificato (di norma 2π sr) e l'incertezza ad esso associata. L'intervallo di taratura delle sorgenti campione raccomandato è 4 anni con verifiche intermedie adeguate che il laboratorio provvederà a svolgere attraverso un contaminometro di riferimento. L'intervallo di taratura raccomandato per tale contaminometro è di 2 anni. Nel caso in cui anche una soltanto delle operazioni di conferma abbia dato esito negativo, la sorgente campione dovrà essere ritarata anche prima del periodo di 4 anni.

La tipologia e la periodicità raccomandate per le verifiche intermedie sono descritte nella sezione 16.

16. CONFERMA METROLOGICA

16.1. STABILITÀ DELLA SORGENTE CAMPIONE

Per ciascuna sorgente campione utilizzata dal Laboratorio si segue la seguente procedura.

- Mediante il contaminometro di riferimento viene effettuata una misura del valor medio di fondo, B (media di 10 acquisizioni).
- Si effettua, quindi, la misura del valor medio della lettura della sorgente campione, S , con la stessa centrata rispetto alla sonda (media di 10 acquisizioni).
- Si calcola il valore netto, $N=S-B$ della lettura della sorgente campione.
- Si confrontano i valori di B e N con un intervallo di accettabilità, stabilito in condizioni ottimali e coerente con l'incertezza del valore del rateo di emissione della sorgente campione considerata.

- In caso di esito negativo della verifica, è necessario individuare la causa della deviazione osservata valutando indipendentemente la stabilità della sorgente campione e quella del contaminometro di riferimento e adottare le opportune azioni correttive.

La prova va ripetuta per tutte le sorgenti campione utilizzate nell'ambito dell'accreditamento e deve essere effettuata con cadenza trimestrale.

La prova deve essere anche svolta prima dell'invio di una sorgente campione per effettuarne la taratura e al rientro della sorgente stessa, per verificare che la sorgente non abbia subito alcun deterioramento.

16.2. OMOGENEITA' DELLA SORGENTE CAMPIONE

Per ciascuna sorgente campione utilizzata dal Laboratorio si segue la seguente procedura.

- Mediante il contaminometro di riferimento viene effettuata una misura del valor medio di fondo, B (media di 10 acquisizioni).
- Successivamente, si pone una schermatura adeguata al tipo di sorgente (per materiale, spessore e dimensioni) tra la sorgente stessa ed il contaminometro. La schermatura è posizionata in modo da selezionare (ad esempio) una porzione centrale del misuratore. Il foro (quadrato o rettangolare) nello schermo ha superficie di circa 5 cm².
- Si effettua, quindi, la misura del valor medio della lettura della sorgente campione, S , (media di 10 acquisizioni).
- Si spostano in modo solidale la schermatura ed il misuratore in modo da campionare una seconda porzione (totalmente disgiunta dalla precedente) della sorgente campione e si ripetono le misurazioni.
- Tutti i dati sono riportati in un foglio di lavoro.
- Si ripete il punto precedente più volte avendo cura di selezionare con la schermatura porzioni sempre disgiunte della sorgente campione piana estesa di taratura.
- Si calcolano i valori netti.
- Si verifica che lo scarto tipo del valor medio dei valori netti sia inferiore al 10%.

Tale verifica va eseguita con cadenza annuale.