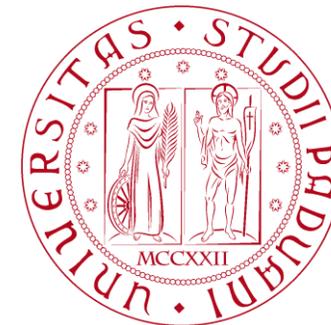


Calibrazione e come ottenerla

ricetta per la misura della concentrazione di Rn

Magda Cicerchia

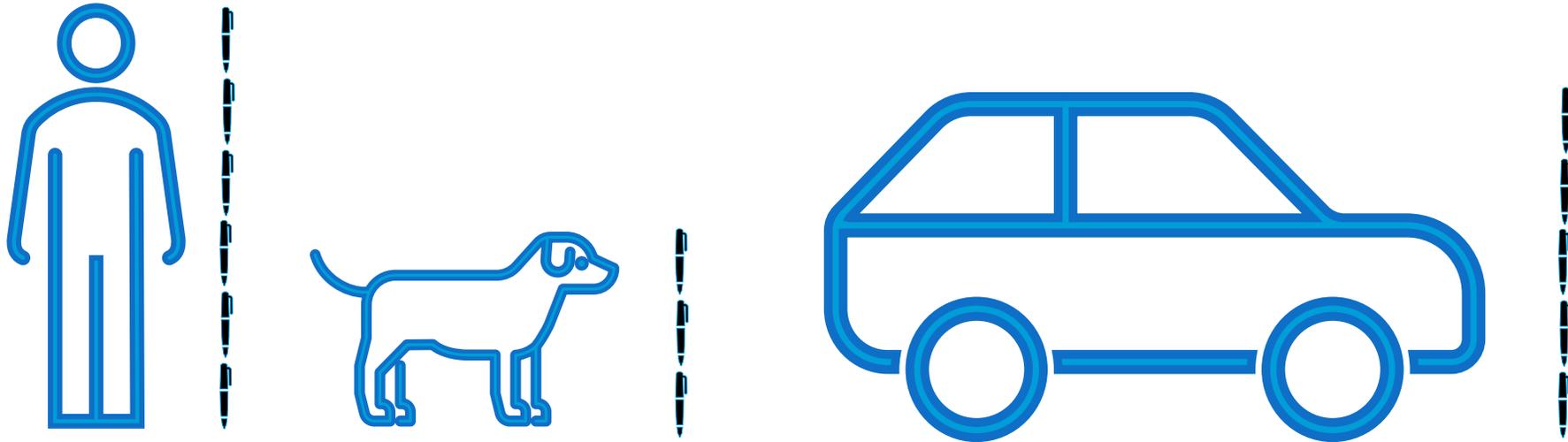
Università degli studi di Padova dipartimento di Fisica e Astronomia e INFN sezione di Padova



UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
DI PADOVA

Idea di misura indiretta e conversione di unità di misura

Vogliamo misurare l'altezza di 3 soggetti. Come facciamo?



Non abbiamo un metro a disposizione. Come facciamo?

Supponiamo di avere una penna → li misuriamo in unità di misura di "*penna*" 

Successivamente misuriamo la penna con un metro. → convertiamo le dimensioni dei nostri oggetti da unità "*penna*" a metri

E nel caso delle misure di radon?

Abbiamo un procedimento molto simile ma un po' più complesso...

Obiettivo della misura:

Valutare la quantità di radon presente in un dato ambiente

Valuteremo l'**ESPOSIZIONE del dosimetro**, cioè il prodotto tra la concentrazione di Rn e il tempo di esposizione del dosimetro ($\text{kBq}\cdot\text{h}/\text{m}^3$)

- **Concentrazione di radon:** quantità di decadimenti radioattivi per secondo per metro cubo di aria (kBq/m^3)
- **Tempo di esposizione:** tempo che il dosimetro è stato esposto all'aria contenente Radon (h)

Attenzione!!

La grandezza che possiamo misurare direttamente è il numero di tracce in un'immagine osservata al microscopio (che corrisponde a una certa porzione di dosimetro)

Procedura sperimentale

1. Esposizione dei dosimetri CR-39 → dal 1° al 3° incontro
i dosimetri sono esposti per circa 100 giorni in un luogo chiuso (da voi scelto)
2. Sviluppo chimico dei rivelatori esposti → 3° incontro – laboratorio di chimica presso i LNL
i dosimetri sono sottoposti a trattamento chimico in modo da fissare e ingrandire le tracce delle particelle alfa che li hanno colpiti
3. Lettura delle tracce mediante microscopi → 4° incontro
i dosimetri saranno letti con un microscopio ottico con ingrandimento 10x
→ per ogni dosimetro saranno fatte 10 foto, in modo da scansionare l'intero dosimetro
4. Determinazione della concentrazione → 4° incontro
 - contiamo il numero di tracce presenti su ogni sezione di dosimetro (foto) → media di più foto per avere un valore più attendibile del numero di tracce per unità di superficie
 - al valore di tracce contate va sottratto il numero di tracce contate sul dosimetro non esposto

Analisi dati

Ottenuto il numero di tracce per unità di superficie, per valutare l'**esposizione** del dosimetro al radon dobbiamo convertire tale valore in **kBq*h/m³**

1. Conteggio del numero di tracce da rivelatori esposti a quantità di Rn note → oggi
 - contiamo il numero di tracce presenti su ogni sezione di dosimetro (foto) → media di più foto per avere un valore più attendibile del numero di tracce per unità di superficie
 - al valore di tracce contate va sottratto il numero di tracce contate sul dosimetro di transito
2. Calibrazione → oggi e continuerete a casa
trovare la relazione tra numero di particelle e la quantità di radon nei rivelatori esposti a quantità di Rn note
3. Conversione numero di particelle → concentrazione di Rn → 4° incontro
conversione numero di particelle → quantità di radon usando la calibrazione fatta

Procedura sperimentale in dettaglio

Procedura sperimentale:

Esposizione dei dosimetri CR-39

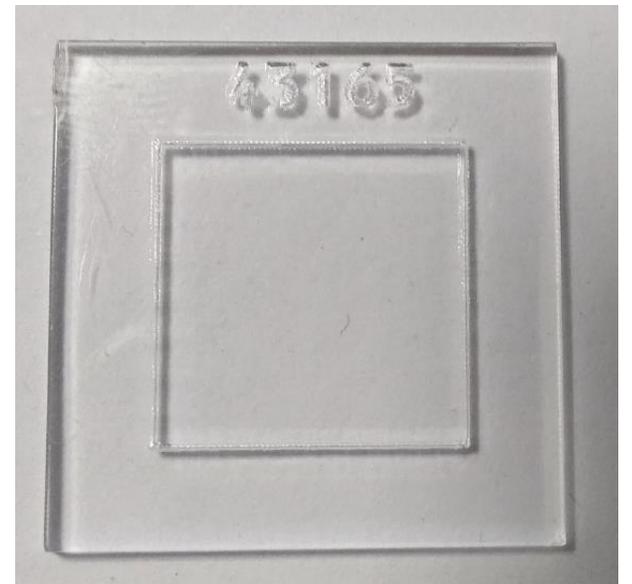
dal 1° al 3° incontro

Il dosimetro è stato posizionato in un apposito contenitore con piccole fessure tra tappo e contenitore che permettono all'aria e al radon (gas estremamente volatile) di penetrare al suo interno.

Le **particelle alfa** prodotte **dal decadimento del Rn-222** e dal decadimento dei suoi figli interagiscono con il rivelatore modificandone la struttura e **creando delle tracce**.

Attenzione!!

Le lastrine presentano delle tracce di fondo dovute ad imperfezioni legate al processo di produzione per le due facce.



Procedura sperimentale:

importanza del dosimetro non esposto

Oltre ai dosimetri esposti avete anche un paio di dosimetri che sono stati mantenuti sigillati nelle bustine per il trasporto: **dosimetri non esposti**.

Analogamente vedremo che anche per i dosimetri con esposizione nota avremo il dosimetro non esposto di riferimento: **dosimetro di transito**.

Perché questo tipo di dosimetri è importante?

Tutte le procedure di inserimento dei dosimetri negli appositi contenitori e il loro trasporto alle sedi di esposizione al Rn danno origine ad un'**esposizione accidentale**. → Ne teniamo conto valutando l'esposizione di tali rivelatori.

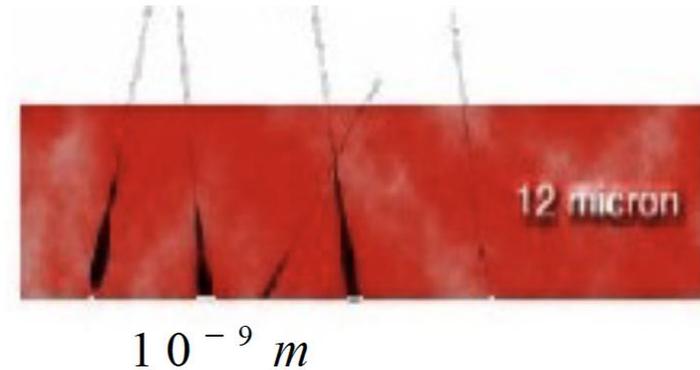
Procedura sperimentale: Sviluppo chimico dei rivelatori esposti

3° incontro – laboratorio
di chimica presso i LNL

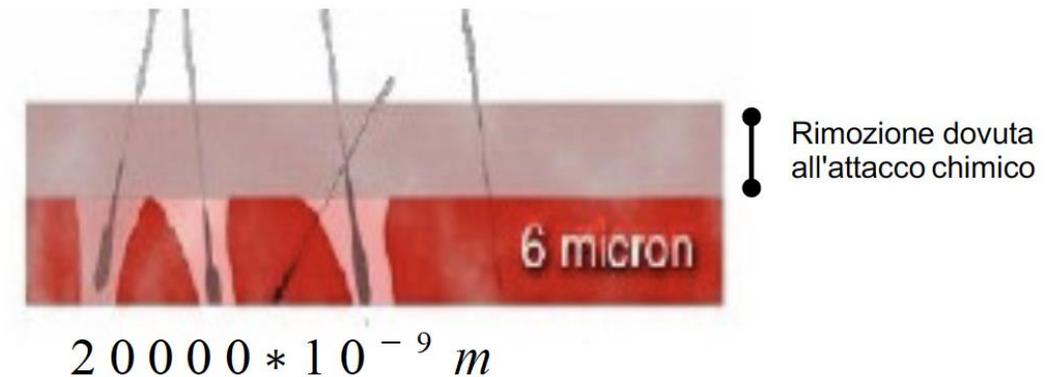
Le particelle alfa che interagiscono con il dosimetro lo danneggiano creando delle **tracce nanometriche**.

Attraverso un **trattamento chimico** (che sarà fatto a Legnaro – prossimo incontro) con una soluzione molto corrosiva (**NaOH**) le **tracce diventano più grandi** (~ 100 nm) e quindi **visibili al microscopio ottico**.

Prima dell'attacco chimico



Dopo l'attacco chimico



Procedura sperimentale:

Visualizzazione delle tracce con microscopio

4° incontro

Per visualizzare le tracce "leggiamo" i dosimetri con un microscopio con ingrandimento 10x

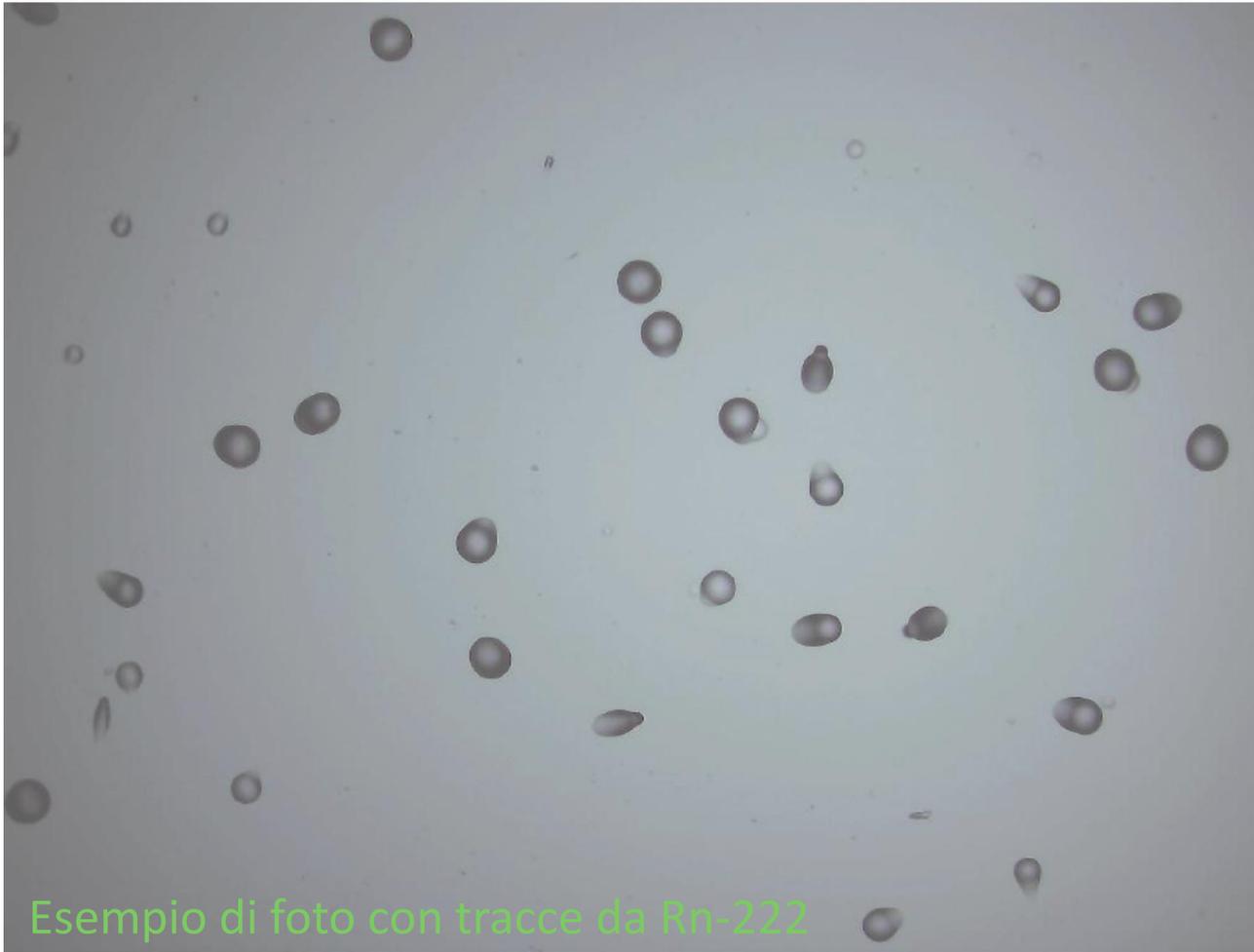
Per ciascun dosimetro salviamo 10 foto, che corrispondono ad altrettante regioni del rivelatore.

Tali foto saranno utilizzate per l'**identificazione delle tracce**.



Procedura sperimentale: contiamo le tracce

oggi e 4° incontro

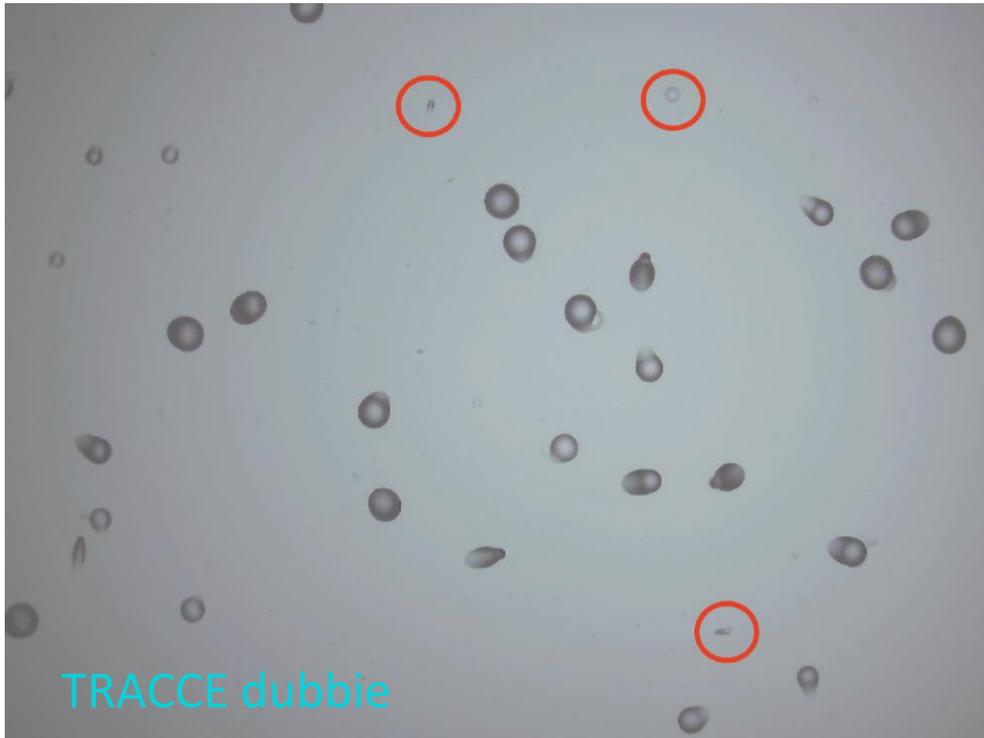


Esempio di foto con tracce da Rn-222

- Come riconoscere le tracce?
Quali tracce devo contare quali no?
- Da cosa dipende la loro forma?

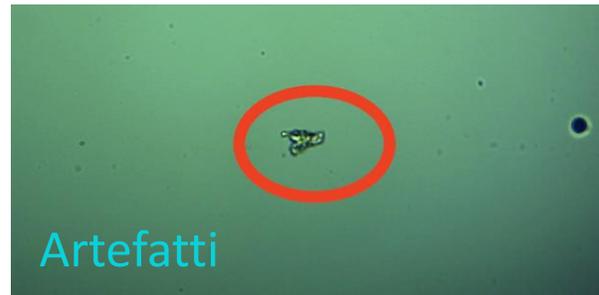
Procedura sperimentale: contiamo le tracce: come riconoscere le tracce?

oggi e 4° incontro



Nelle immagini, oltre alle tracce prodotte dalle particelle alfa emesse dal Rn, ci sono anche **tracce che hanno una diversa origine.**

Ad esempio, possono comparire degli artefatti: imperfezioni della matrice plastica

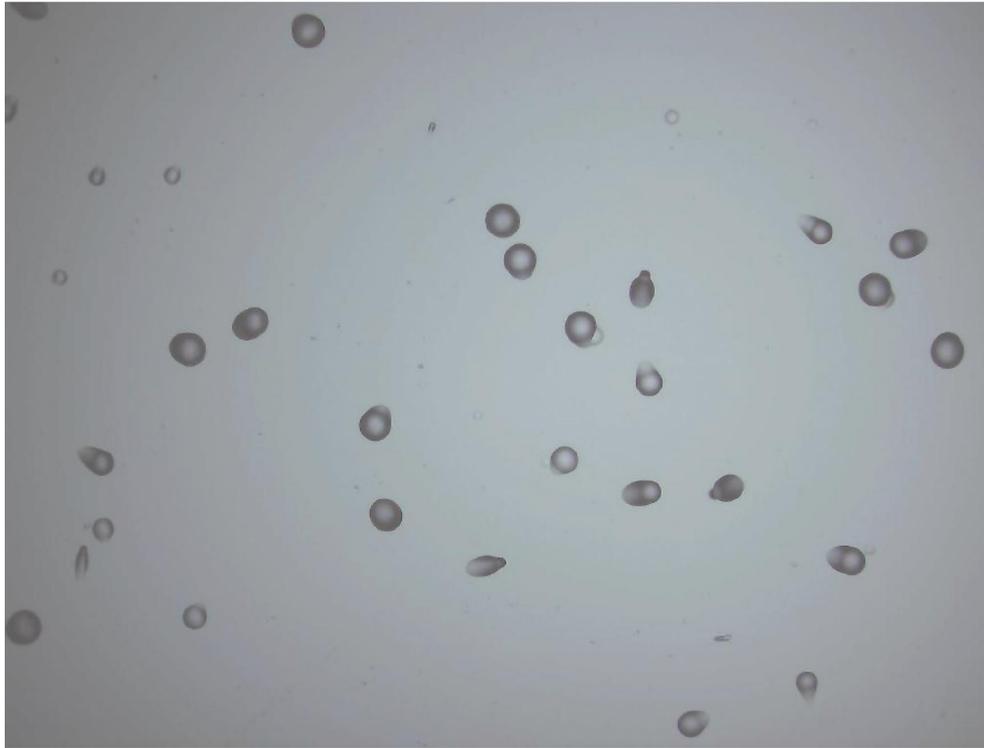


Le tracce molto piccole e di forma irregolare probabilmente vengono da impurità del dosimetro
→ non ci interessano

Procedura sperimentale:

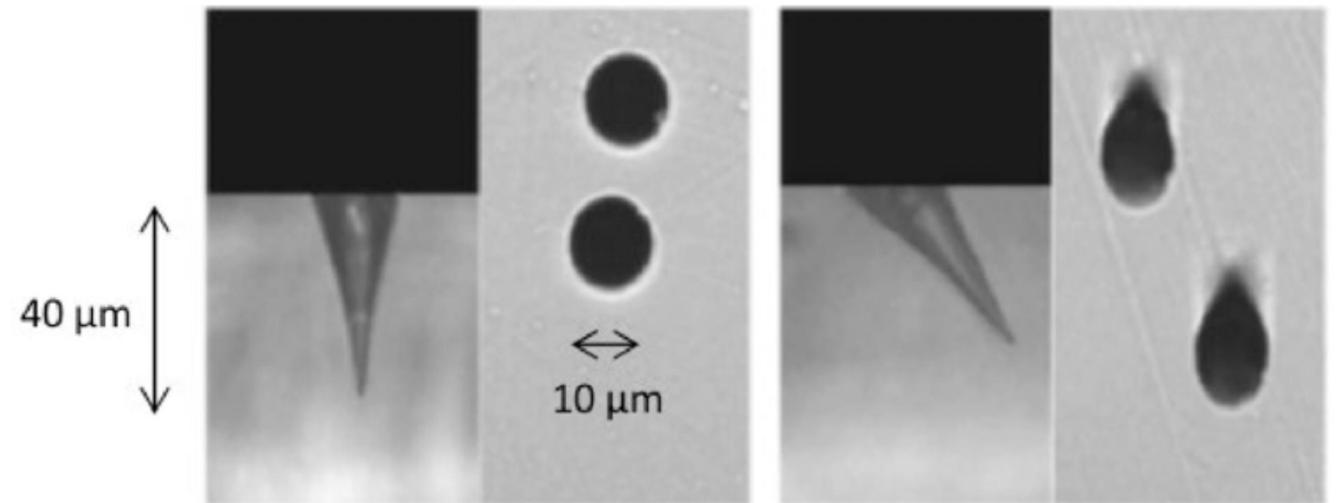
contiamo le tracce: da cosa dipende la loro forma?

oggi e 4° incontro



Le tracce da Rn-222:

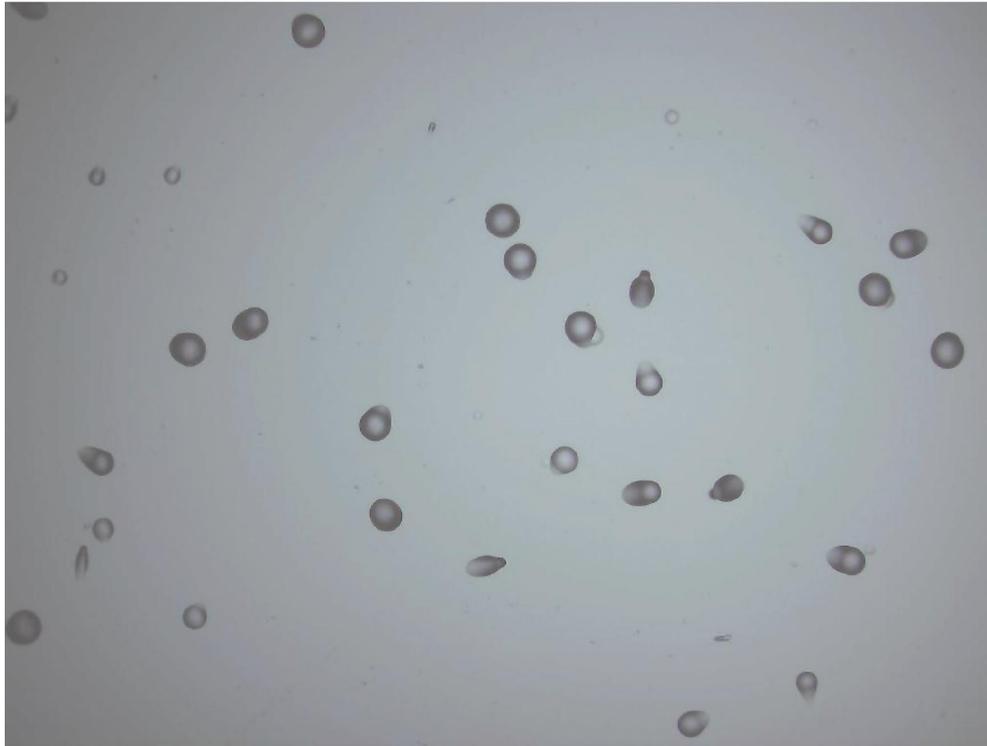
- Hanno **forma tonda o ellittica** → a seconda della direzione con cui colpiscono il dosimetro
- Possono avere **dimensioni e colore diversi** → a seconda di quanta energia rilasciano



Procedura sperimentale:

contiamo le tracce: quante tracce contate?

oggi e 4° incontro



Ecco alcune risposte dal nostro team:

- Antonio: 32
- Sabine: 32
- Filippo: 33
- Christian: 34

Ogni strumento di misura (per esempio, il nostro occhio) tende a discriminare il **segnale** (tracce buone) dal **rumore** (artefatti) in modo leggermente diverso. Questo si traduce in **incertezza di misura**.

Ci sono varie strategie per ridurre l'incertezza. Per esempio: si possono fare tante misure e come valore misurato se ne prende la **media**.

Procedura sperimentale:

Determinazione della concentrazione (n. di tracce)

oggi e 4° incontro

Per ogni dosimetro (esposto, di calibrazione o non esposto):

1. Contare in ciascuna delle 10 viste (foto) le tracce presenti
questo conteggio va fatto da ogni membro del gruppo singolarmente
2. Valutare il numero medio di tracce per foto
media numero di tracce per foto: $\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$
dove N è il numero dei partecipanti al gruppo
e x_i il numero di tracce viste dal singolo ragazzo/a
3. Riportare tali valori in una tabella

| Dosimetro | Esposizione [Bq h m ⁻³] | Foto | N. tracce | Media |
|--------------|--|------|-----------|-------|
| 10209 | _____ | 1 | | _____ |
| | | 2 | | |
| | | 3 | | |
| | | 4 | | |
| | | 5 | | |
| | | 6 | | |
| | | 7 | | |
| | | 8 | | |
| | | 9 | | |
| | | 10 | | |

Procedura sperimentale:

Determinazione della concentrazione (n. di tracce)

oggi e 4° incontro

Per ogni dosimetro (esposto o di calibrazione o non esposto):

1. Contare in ciascuna delle 10 viste (foto) le tracce presenti
questo conteggio va fatto da ogni membro del gruppo singolarmente

2. Valutare il numero medio di tracce per foto
media numero di tracce per foto: $\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$
dove N è il numero dei partecipanti al gruppo
e x_i il numero di tracce viste dal singolo ragazzo/a

3. Riportare tali valori in una tabella

4. Valutare il numero medio di tracce per dosimetro

numero medio di tracce: $\bar{x} = \frac{1}{10} \sum_{j=1}^{10} x_j$

dove x_j è il valor medio delle tracce per singola foto (la media fatta nel punto 2.)

➤ per i dosimetri (esposto o di calibrazione) va sottratto il numero di tracce del dosimetro non esposto.

A questo punto abbiamo calcolato il numero di tracce di particelle alfa a cui è stato esposto ciascun dosimetro

Ma qual è l'esposizione del dosimetro (kBq*h/m³)???

Calibrazione in dettaglio

Calibrazione = utilizzo di uno standard di misurazione per determinare il rapporto tra il valore misurato e il valore reale

Calibrazione:

dosimetri esposti a concentrazioni note di Rn

Alcuni **dosimetri**, perfettamente identici ai nostri, sono stati **esposti a 5 diverse concentrazioni (note) di Rn** utilizzando un **camera a Radon** al politecnico di Milano.

Successivamente sono stati sviluppati chimicamente in modo analogo a quanto faremo con i nostri.

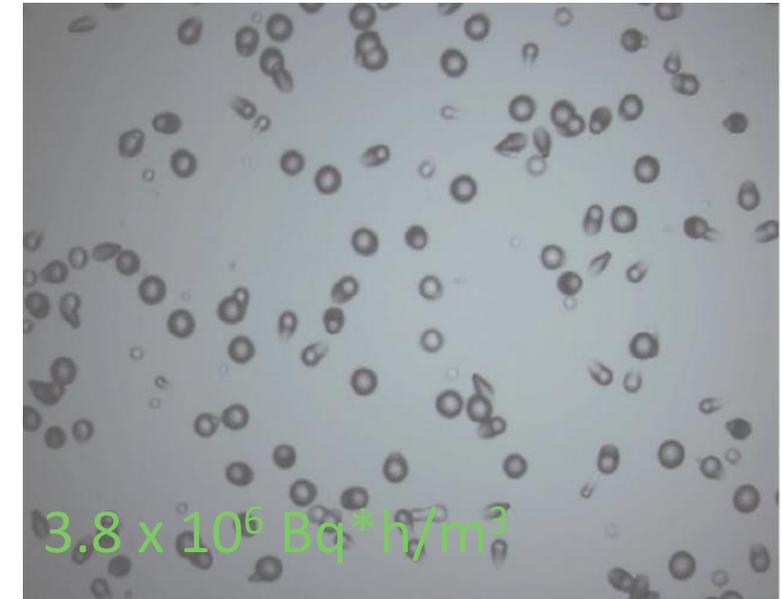
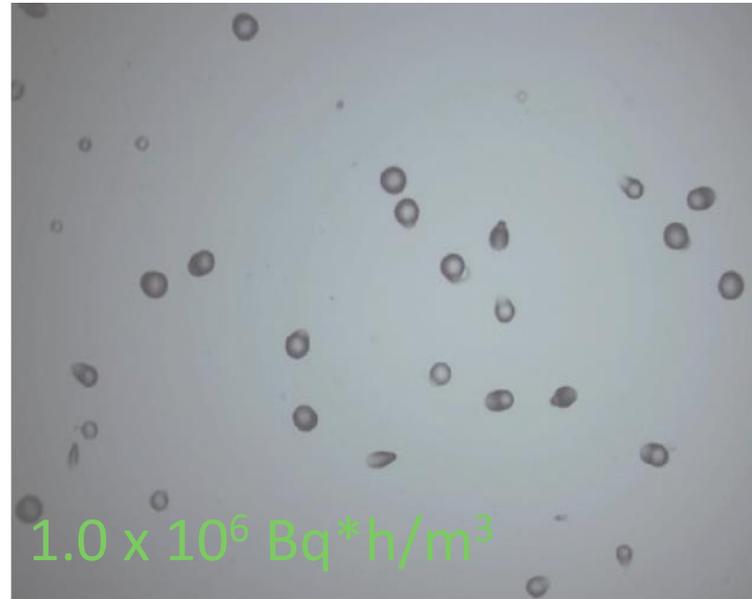
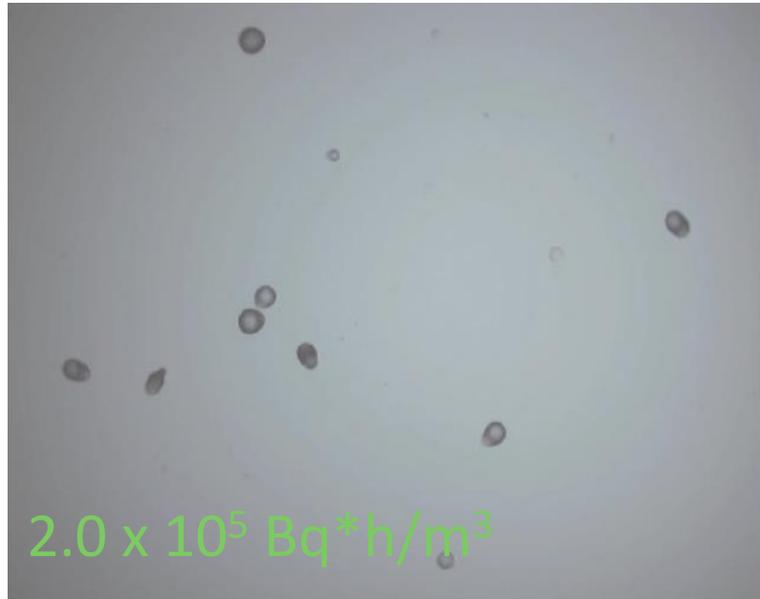
| Esposizione (kBq*h/m ³) | Incertezza |
|-------------------------------------|---------------------|
| 0.560×10^3 | 0.057×10^3 |
| 1.179×10^3 | 0.119×10^3 |
| 1.418×10^3 | 0.143×10^3 |
| 1.962×10^3 | 0.197×10^3 |
| 2.672×10^3 | 0.268×10^3 |



Per ciascuna di queste esposizioni possiamo contare il numero di tracce.

Calibrazione:

dosimetri esposti a concentrazioni note di Rn



Ogni immagine corrisponde a un dosimetro esposto a una diversa concentrazione (quantità) di radon → più radon c'è più tracce vediamo.

Calibrazione:

costruiamo a curva di calibrazione

oggi

Per costruire una curva di calibrazione è necessario avere più punti di calibrazione.

Per ciascun punto di calibrazione (=dosimetro con esposizione nota):

1. Contare in ciascuna delle 10 viste (foto) le tracce presenti
questo conteggio va fatto da ogni membro del gruppo singolarmente
2. Valutare il numero medio di tracce per foto
media numero di tracce per foto: $\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i$, dove N è il numero dei partecipanti al gruppo e x_i il numero di tracce viste dal singolo ragazzo/a
3. Riportare tali valori in una tabella
4. Valutare il numero medio di tracce per dosimetro
numero medio di tracce: $\bar{x} = \frac{1}{10} \sum_{j=1}^{10} x_j$, dove x_j è il valor medio delle tracce per singola foto (la media fatta nel punto 2.)

Calibrazione:

costruiamo a curva di calibrazione

oggi

Per costruire una curva di calibrazione è necessario avere più punti di calibrazione.

Valutato il numero medio di tracce per ciascun dosimetro.
Per ciascun punto di calibrazione (=dosimetro con esposizione nota):

- Sottrarre al valore di tracce del dosimetro esposto il numero di tracce del dosimetro di transito.
- Preparare una tabella in cui viene associato a questo **valore medio di tracce** il corrispondente **valore di esposizione**

| Dosimetro | Esposizione [Bq h m ⁻³] | Foto | N. tracce | Media |
|-----------|-------------------------------------|------|-----------|-------|
| 10209 | _____ ± _____ | 1 | | |
| | | 2 | | |
| | | 3 | | |
| | | 4 | | |
| | | 5 | | |
| | | 6 | | |
| | | 7 | | |
| | | 8 | | |
| | | 9 | | |
| | | 10 | | |

Calibrazione:

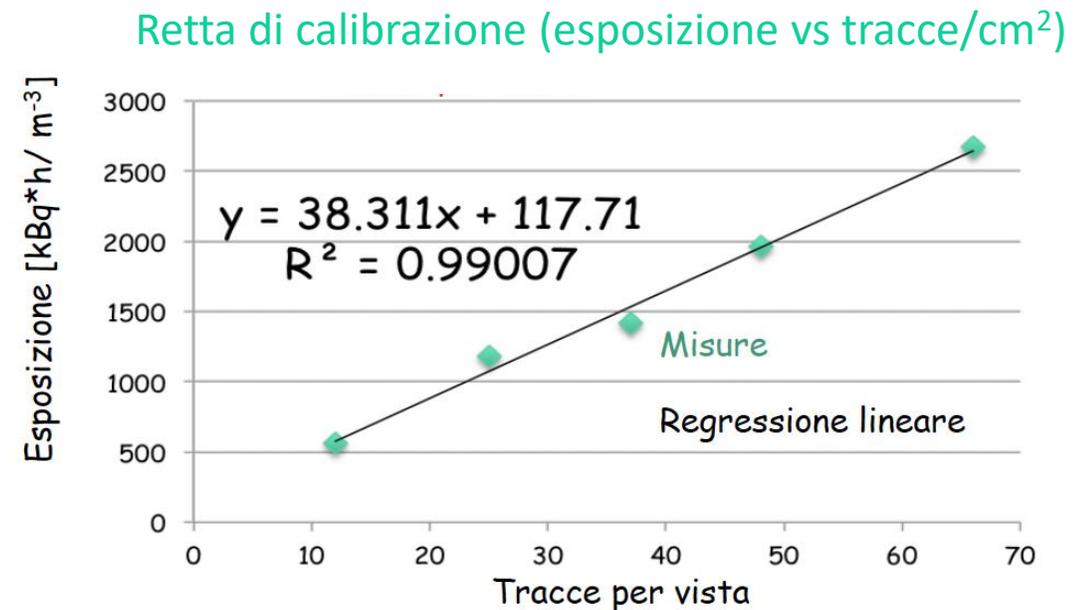
costruiamo a curva di calibrazione: esempio dagli anni precedenti

| Numero di tracce medio per vista | Esposizione [kBq h m ⁻³] | Incertezza esposizione [kBq h m ⁻³] |
|----------------------------------|--------------------------------------|---|
| 12 | 0,560 × 10 ³ | 0.057 × 10 ³ |
| 25 | 1.179 × 10 ³ | 0.119 × 10 ³ |
| 37 | 1.418 × 10 ³ | 0.143 × 10 ³ |
| 48 | 1.962 × 10 ³ | 0.197 × 10 ³ |
| 66 | 2.672 × 10 ³ | 0.268 × 10 ³ |

Il numero di tracce che osserviamo dipende da quante particelle alfa hanno attraversato il dosimetro (concentrazione di Rn nell'aria) e al tempo di esposizione → quindi è proporzionale all'esposizione.

La curva di calibrazione è quindi una retta
([regressione lineare](#))

A partire dalla tabella preparata, costruiamo un **grafico** con in ascissa il numero di tracce ed in ordinata l'esposizione



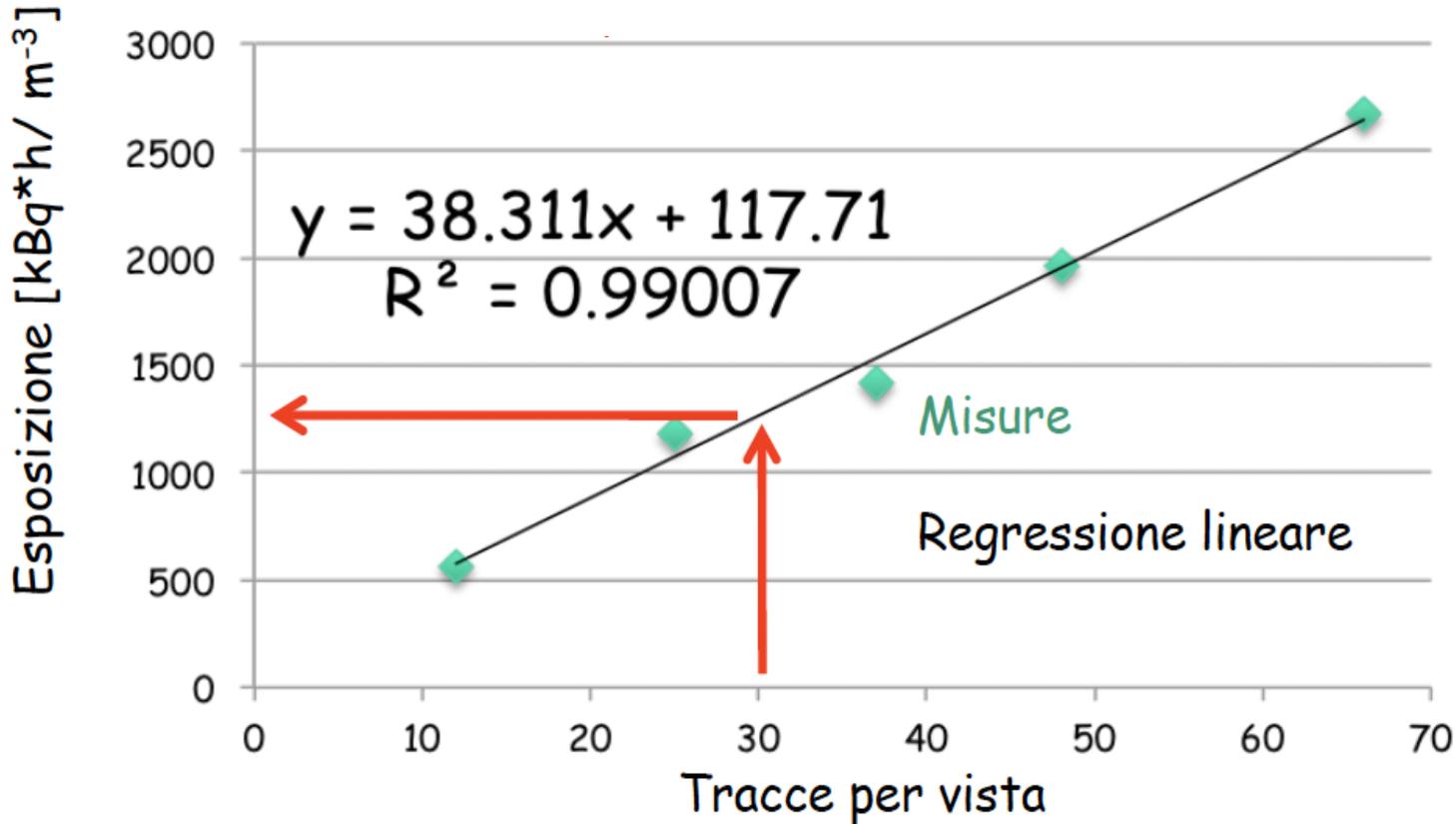
Analisi dati

Conversione del numero di
particelle (per i dosimetri esposti)
in concentrazione di Rn

Analisi dati: dalla curva di calibrazione alla misura

4° incontro

Retta di calibrazione (esposizione vs tracce/cm²)



1. **Valutiamo il numero di tracce nei dosimetri** che abbiamo esposto (contiamo le tracce nelle foto, togliamo il numero di tracce presenti nel dosimetro non esposto)
2. **Usando la retta di calibrazione estraiamo il valore di esposizione** corrispondente al numero di tracce
il valore medio del numero di tracce è il valore in ascissa da utilizzare nella curva di calibrazione

Cosa faremo oggi?

Calibrazione dei dosimetri tramite i
dosimetri ad esposizione nota

Lavoro di oggi:

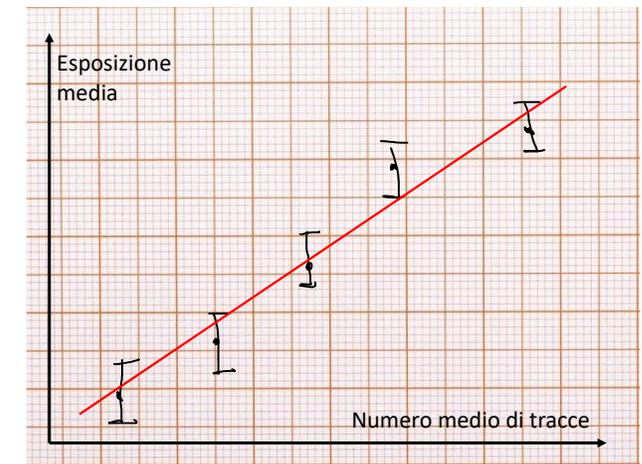
Calibrazione dei dosimetri a esposizione nota

Ciascun gruppo dovrà prendere in considerazione **5 valori di esposizione** (5 punti di calibrazione) + il valore del **dosimetro di transito**. Per ciascuno di essi:

- contare le tracce di **almeno 3 foto**, ma se riuscite potete contare le tracce **su tutte le 10 foto**
le foto vanno scaricate da: <https://pandora.infn.it/public/radiolab-dosimetri-it>
- valutare il valor medio di tracce per dosimetro esposto (slide [22-23](#))
- nella scheda tecnica cercare il valore di esposizione a Milano con la relativa incertezza

| | Valore | Inc* | Inc % |
|--|-----------|----------|--------|
| Concentrazione media (Bq m ⁻³) | 13526 | 1406 | 10.40% |
| Esposizione (Bq h m ⁻³) | 1.261E+06 | 1.31E+05 | 10.40% |

- valutare la curva di calibrazione:
asse x: numero di tracce medio sottratto del numero di tracce blank
asse y: concentrazione media
- disegnare i punti di calibrazione sulla carta millimetrata
→ provare a disegnare una retta che li interpola al meglio



Lavoro per casa:

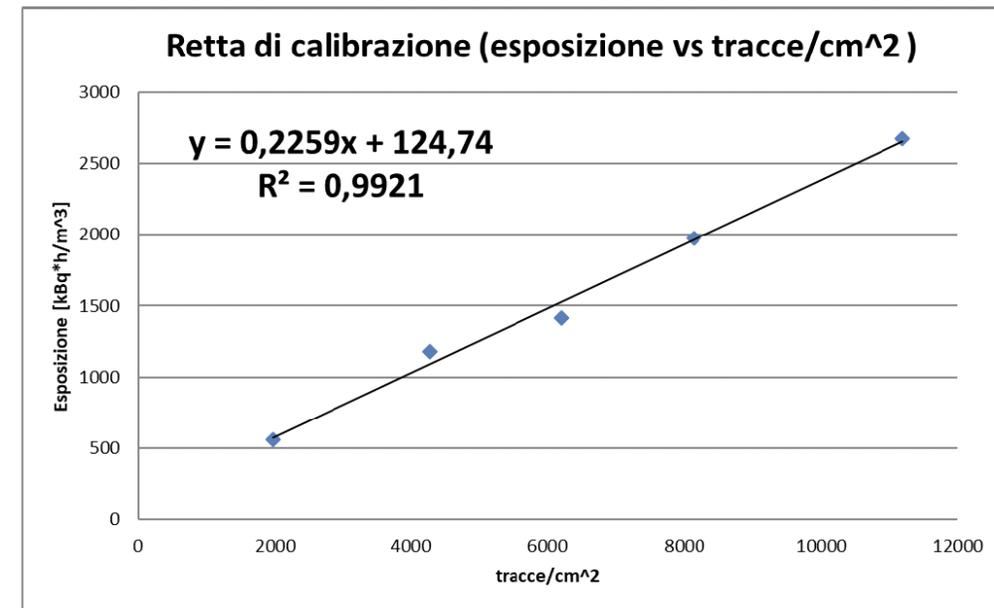
Calibrazione dei dosimetri a esposizione nota con excel

Ripetere la valutazione della curva (retta) che meglio interpola i nostri dati attraverso un foglio di calcolo.

Per ottimizzare il valore della nostra calibrazione:

- Aumentiamo il numero di foto da cui valutiamo il valore di esposizione per ciascun punto di calibrazione se non siamo riusciti a contare le tracce da tutte le foto (10 per ogni dosimetro, quindi 60 foto in tutto) → facciamo a casa questo lavoro
- Valutiamo la retta di interpolazione in modo più corretto (matematicamente): [interpolazione lineare](#) possiamo sfruttare la funzione *interpolazione lineare* di excel per ottenere la retta migliore

Un esempio preso da RADIOLAB degli anni scorsi:



una nota prima di concludere:
Dove siamo nel nostro percorso PCTO Radiolab?

Misura del radon con CR-39 – comprendo come funziona il mio rivelatore: CALIBRAZIONE!

Esposizione del Rivelatore

1. Registrare il numero del rivelatore CR-39.
2. Alloggiare il rivelatore all'interno della camera bianca in gas inerte.
3. Posizionare il contenitore all'interno di un esposto a una quantità di radon determinata (in Bq) per un tempo determinato.

dopo un tempo definito

Trattamento Chimico

Favorisco la modifica della superficie in modo controllato immergendo i CR-39 in una sostanza altamente erosiva (NaOH) a temperatura controllata per un tempo determinato, per aumentare le dimensioni delle tracce, e rendercele così osservabili al microscopio.

Conteggio e Analisi dati

1. Parte I

- a. Fotografare diverse zone del rivelatore CR-39 (circa 10 zone) con l'uso del microscopio.
- b. Contare e registrare il numero di tracce per ciascuna delle 10 foto → Fare la media.

Attenzione all'ingrandimento!

2. Parte II

Utilizzando la carta millimetrata, realizzo un grafico.
Confronto:

**concentrazione del radon ($Bq \cdot h/m^3$)
VS conteggio di tracce.**

Questo processo lo ripeto per 5 concentrazioni di radon diverse.

Misura del radon con CR-39 – per ogni gruppo del progetto Radiolab

Esposizione del Rivelatore

dopo ~100 gg

1. Registrare il numero del rivelatore CR-39.
2. Alloggiare il rivelatore all'interno del contenitore e chiuderlo.
3. Portarlo fino alla posizione di misura chiuso dentro l'apposito sacchetto.
4. Posizionare il contenitore senza il sacchetto in un'area adeguata lontana da corrente d'aria



Trattamento Chimico

Modifica della superficie in modo controllato immergendo i CR-39 in una sostanza altamente erosiva a temperatura controllata, per aumentare la superficie dei segni, e rendere osservabili le tracce.

Conteggio e Analisi dati

1. Parte I

- a. Fotografare 10 (dieci) diverse zone del rivelatore CR-39 Utilizzando il microscopio.
- b. Salvare i foto e contare e registrare il numero di tracce per ciascuna delle 10 foto.

Attenzione all'ingrandimento!

2. Parte II

- Con l'aiuto della curva di calibrazione associata ad ogni conteggio di tracce un valore di concentrazione di radon, rilevata del CR-39 in una determinata posizione.

Occhio! e il bianco?

Grazie dell'attenzione

Calibrazione:

regressione lineare – qualche formula per i più temerari

| Numero di tracce medio per vista | Esposizione [kBq h m ⁻³] |
|----------------------------------|--|
| X ₁ = 12 | Y ₁ = 0,560 × 10 ³ |
| X ₂ = 25 | Y ₂ = 1.179 × 10 ³ |
| X ₃ = 37 | Y ₃ = 1.418 × 10 ³ |
| X ₄ = 48 | Y ₄ = 1.962 × 10 ³ |
| X ₅ = 66 | Y ₅ = 2.672 × 10 ³ |

$$\bar{x} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N x_i \quad \bar{y} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N y_i \quad S_{xx} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (x_i - \bar{x})^2$$

$$S_{xy} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})(x_i - \bar{x}) \quad S_{yy} = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^N (y_i - \bar{y})^2$$

$$Pendenza = \frac{S_{xy}}{S_{xx}} \quad Intercetta = \bar{y} - (Pendenza) * \bar{x} \quad R^2 = \frac{S_{xy} * S_{xy}}{S_{xx} * S_{yy}}$$

A titolo di esempio:

$$\bar{x} = \frac{1}{5} (12 + 25 + 37 + 48 + 66) = 37,6$$

$$S_{xx} = \frac{1}{5} [(12 - 37,6)^2 + (25 - 37,6)^2 + (37 - 37,6)^2 + (48 - 37,6)^2 + (66 - 37,6)^2] = 345,84$$