



## Laboratorio Caratterizzazione dei Materiali Nucleari

**Il Laboratorio Caratterizzazione dei Materiali Nucleari ENEA è una struttura tecnico-scientifica che opera, al servizio del Paese, nel campo della manipolazione e caratterizzazione radiochimica di materiali contenenti radioisotopi.**

**Potenziali utenti: privati e Amministrazioni Pubbliche che hanno la necessità di servizi di caratterizzazione radiologica.**

Il Laboratorio, costituito agli inizi del 1994 integrando le competenze e le attrezzature dei Laboratori analitici degli impianti nucleari ENEA, è dotato di competenze praticamente uniche nel contesto nazionale.

Oltre ad eseguire misure di caratterizzazione radiologica, distruttive e non, di materiali nucleari e rifiuti radioattivi, il Laboratorio opera nello sviluppo di tecniche innovative di caratterizzazione radiologica di materiali radioattivi, nonché nella qualificazione e caratterizzazione di matrici per il condizionamento di rifiuti radioattivi ai fini dello smaltimento.

Il Laboratorio è Membro permanente del Network dei laboratori di riferimento nell'ambito della caratterizzazione radiologica di rifiuti radioattivi dei paesi membri dell'Unione Europea (ENTRAP - European Network of Testing facilities for the quality checking of RAdioactive waste Packages).

Inoltre è il Punto Nazionale di Contatto per la lotta contro il traffico illecito di materiale nucleare.

Le capacità analitiche del Laboratorio consistono nella spettrometria gamma a scansione e in geometria variabile, caratterizzazione di radionuclidi  $\alpha$  e  $\beta$ -emettitori, misure neutroniche passive e analisi elementale mediante ICP massa ed ottico. Nel seguito sono illustrate le tecniche utilizzate e la dotazione strumentale del Laboratorio.

## Spettrometria gamma

Il **Sea Radioactive Waste Gamma Analyser (SRWGA)** è un sistema per la caratterizzazione radiologica di manufatti contenenti radionuclidi  $\gamma$ -emettitori mediante spettrometria gamma a scansione e tomografia in emissione e trasmissione. Il sistema opera con un rivelatore coassiale HPGe ad alta risoluzione (XtRa, extended range), 50% efficienza relativa, refrigerato ad azoto liquido, schermato per mezzo di un cilindro di Pb di 10 cm di spessore, con due finestre di collimazione: cilindrica (1 cm di diametro e 20 cm di lunghezza) o rettangolare (dimensioni 2,5 x 10 x 20 cm). Il lato interno dello schermo è dotato di un liner di Cu, per ridurre gli effetti dei raggi di fluorescenza X del piombo.

### SRWGA

**Segmented Gamma Scanning (SGS):** il fusto è suddiviso in 11 segmenti cilindrici che vengono misurati consecutivamente; l'algoritmo di analisi permette di ricostruire la densità media e l'attività contenuta in ogni segmento.

**Angular Scanning (AS):** un singolo segmento viene misurato seguendo 60 passi angolari; l'algoritmo permette la localizzazione e la quantificazione in termini di attività di eventuali concentrazioni di attività presenti nel segmento.

**Computerised Transmission/Emission Tomography (TCT/ECT):** il fusto viene suddiviso in elementi di volume di dimensioni 5 x 5 x 10 cm, per ognuno dei quali l'algoritmo di analisi fornisce densità ed attività medie.



**ISOCS (In Situ Object Counting System)** è uno strumento da campo che permette la misura quantitativa di radionuclidi  $\gamma$ -emettitori contenuti in campioni di varia forma e natura. Il sistema ISOCS è costituito da:

- rivelatore al germanio iperpuro (HPGe) "ISOCS Characterised";
- supporto per il rivelatore e set di schermi e collimatori (30°, 90° e 180°) in piombo da 25 e 50 mm di spessore;
- InSpector 2000 Portable Spectroscopy Analyser;
- software per la taratura in efficienza (ISOCS) con 20 configurazioni geometriche predefinite (ISOCS In Situ Calibration Software);
- software di spettrometria gamma (Genie 2000) per l'analisi degli spettri acquisiti.



### ISOCS (In Situ Object Counting System)

Al rivelatore al germanio, preventivamente caratterizzato a fondo presso i laboratori di Los Alamos, è associato un software che fornisce una stima dell'efficienza di rivelazione in molte configurazioni sperimentali che l'utente deve descrivere con la maggiore accuratezza possibile. Il sistema è dotato anche di una serie di collimatori che permettono di scegliere il "puntamento" del rivelatore con un alto grado di accuratezza.

## Misure neutroniche passive

Si tratta di due sistemi di misura, uno fisso (NPDH) e l'altro trasportabile (SSNC), adatti alla caratterizzazione radiologica di materiali  $\alpha$ -contaminati.

I neutroni emessi dalla sorgente (ad es. un manufatto contenente rifiuti radioattivi) vengono termalizzati attraverso uno spessore di polietilene ad alta densità e rivelati come emissioni di protoni ottenuti mediante la reazione nucleare  ${}^3\text{He}(n,p){}^3\text{H}$  in rivelatori a  ${}^3\text{He}$ .

Particolari tecniche di trattamento dei segnali generati nei rivelatori (Neutron Coincidence Counting e Neutron Multiplicity Counting) consentono di prescindere dalle emissioni spurie di neutroni e di conteggiare esclusivamente quelli generati per fissione spontanea da alcuni radioisotopi del Cf, del Cm e del Pu caratterizzati da numero di massa pari.

### NPDH

#### (Neutron Passive Detection Head)

Il sistema NPDH per la misura del contenuto di fissile dei rifiuti radioattivi condizionati in fusti di tipo petrolifero da 220 litri è stato progettato in modo che il fusto in esame sia monitorato da 64 tubi ad  ${}^3\text{He}$  (40 circondano la superficie cilindrica del fusto, 12 sono paralleli alla base superiore e 12 sono paralleli alla base inferiore).



### SSNC

#### (Small Samples Neutron Counter)

Il sistema è costituito da una doppia schiera di rivelatori ad  ${}^3\text{He}$  collegati ad un Neutron Coincidence Counter per la misura del contenuto di fissile in campioni di piccole dimensioni.

## Scintillazione liquida

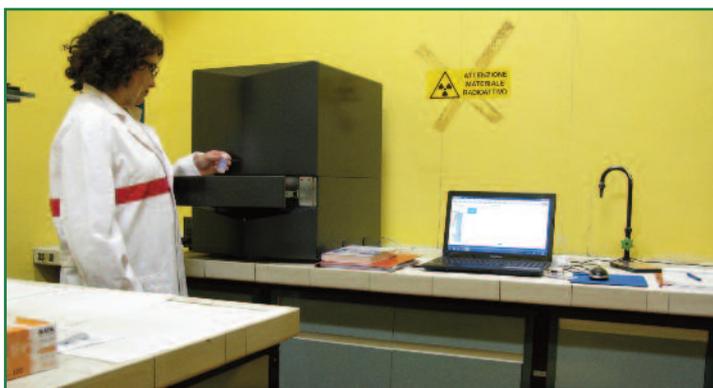
Si tratta di un sistema di misura da laboratorio che permette la caratterizzazione radiologica di soluzioni contenenti radionuclidi  $\beta$ -emettitori: un'aliquota del campione da caratterizzare viene portata in soluzione nel cosiddetto mix di scintillazione, la risposta del sistema è proporzionale alla concentrazione di  $\beta$ -emettitori presenti nell'aliquota e, se questa è rappresentativa, nell'intero campione.

Lo scintillatore liquido Hidex 300 SL utilizza 3 fotomoltiplicatori disposti a  $120^\circ$  tra loro, utilizzando la tecnologia TDCR (Triple to Double Coincidence Ratio). Questa tecnologia ha il vantaggio di essere un facile e valido metodo per ottenere l'efficienza di conteggio dei campioni senza l'ausilio di alcuna sorgente radioattiva sia esterna che interna.

### HIDEX 300 SL

Il Sistema LSC si basa sulla capacità di trasformare gli eventi radioattivi (generalmente  $\beta$ ) in impulsi di luce che vengono rivelati e trasformati in conteggi. Lo strumento utilizza l'algoritmo di calcolo numerico TDCR per la valutazione dei conteggi e dell'efficienza.

Il sistema è dotato di un separatore  $\alpha/\beta$  che permette sia il conteggio indipendente degli  $\alpha$  e  $\beta$ -emettitori, sia il conteggio contemporaneo con possibilità di separazione dei due spettri.



## Spettrometria alfa

Le tecniche di spettrometria alfa hanno l'obiettivo di determinare l'attività per unità di massa dei radioisotopi  $\alpha$ -emettitori presenti in campioni di suolo, materiali vari (cementizi, ferrosi), o campioni liquidi. L'obiettivo della misura può essere raggiunto mediante la misura diretta delle particelle alfa, oppure determinando la massa dell'elemento di interesse per unità di massa del campione, mediante tecniche di chimica analitica, ricavando la massa dei radionuclidi sulla base della composizione isotopica dell'elemento stesso.

La spettrometria alfa viene utilizzata per misurare radionuclidi naturali emettitori alfa (polonio, uranio, torio) e antropici (plutonio, americio, nettunio) in campioni marini (acqua, sedimenti) e atmosferici (pioggia radioattiva asciutto e bagnato, aerosol atmosferici). Gli elementi vengono prima separati e purificati chimicamente prima di essere elettrodepositati o precipitati al fine di rilevare le particelle alfa emesse.

Il sistema è predisposto per analisi su campioni di qualsiasi provenienza, dalle matrici ambientali ai materiali sospetti di traffico illecito.

Le analisi di spettrometria alfa sono fondamentali nell'ambito delle salvaguardie e della security in generale, dato che i campioni per essi rilevanti contengono, nella quasi totalità, radionuclidi alfa emettitori.



### Camera Alfa CENTAURUS mod. 1001

Capacità della camera a vuoto per rivelatori a grande area fino a 1200 mm<sup>2</sup>

Conteggio di fondo  $\leq 1$  conteggio/h sopra 3 MeV

Dimensioni camera: 62 x 69 x 70 mm

Dimensione massima del campione:  $\varnothing$  51 mm

Ampiezza in uscita: 0-8 V

Rivelatore PIPS A-600-23AM, area 600 mm<sup>2</sup>, spessore 140  $\mu$ m, risoluzione 23 keV.

## Analisi elementale

La Spettroscopia Atomica di Emissione secondo la tecnologia Torcia al Plasma (ICP), sia con modalità di rivelazione Ottica (OES o AES) oppure Massa (MS), si basa principalmente sulla determinazione qualitativa e quantitativa di opportuni analiti attraverso l'interazione luce-materia. Queste tecniche analitiche trovano applicazione in tutti quei processi in cui viene richiesta la determinazione di metalli pesanti e, nel caso del ICP-MS, alla quasi totalità degli elementi della tavola periodica, lantanidi ed attinidi compresi.

### Plasma 40 Sequential ICP-OES Spectrometer

Spettrometro ICP ad emissione di tipo sequenziale in grado di analizzare fino a 20 elementi al minuto.

È dotato di torcia in quarzo al plasma di Ar, con generatore di radiofrequenze a 40 MHz.

Il monocromatore copre un range spettrale che va da 160 ad 800 nm, permettendo l'analisi di circa 80 elementi chimici. La risoluzione spettrale a 320 nm è di circa 0,019 nm, mentre i limiti di rivelabilità possono raggiungere in alcuni casi anche alcuni ppb ( $\mu$ g/l).





## VG Elemental – PlasmaQuad (PQ I) ICP-MS Spectrometer

Lo Spettrometro PlasmaQuad è uno spettrometro ICP con torcia in quarzo al plasma di Ar e generatore di radiofrequenze a 27,12 MHz. Lo spettrometro è accoppiato ad un rivelatore di massa di tipo quadrupolare, con un sistema da vuoto formato da pompe rotative di tipo Edward e, per l'ultra-vuoto spinto, una coppia di pompe diffusive di tipo Blazer. Il rivelatore di masse quadrupolare possiede un range tra 0 e 300 amu, permettendo in linea teorica l'analisi di tutti gli elementi della tavola periodica. La risoluzione è di circa 0,1 amu nel range indicato, mentre è circa 0,3 amu fuori dal range. La velocità di analisi è 35 elementi in 2 minuti. I limiti di rivelabilità sono dell'ordine di pochi ppb ( $\mu\text{g/l}$ ) e possono raggiungere in alcuni casi anche l'ordine dei ppt ( $\text{ng/l}$ ).

## Analisi per Attivazione Neutronica

L'Analisi Strumentale per Attivazione Neutronica (INAA) è caratterizzata da una capacità informativa elevata, tanto da permettere la determinazione simultanea di circa 50 elementi, presenti sia come macrocostituenti sia in ultra traccia, senza trattamenti chimico-fisici dei campioni. L'Analisi per Attivazione Neutronica si è molto sviluppata di recente e presenta, per un gran numero di elementi, una sensibilità ineguagliabile (fino a  $10^{-12}$  g). La sua importanza deriva dalla necessità di analizzare elementi di rilevanza ambientale presenti però in tracce o, addirittura, in ultra-tracce nei campioni. Una tipica analisi con questa tecnica si svolge in 3 fasi distinte: attivazione (sottoporre a bombardamento neutronico il campione contenente gli isotopi stabili degli elementi presenti), isolamento (dosaggio differenziale dei singoli radioisotopi che originano l'emissione gamma) e determinazione quantitativa (rilevazione dei raggi gamma eseguita mediante rivelatori a cristallo).

## Sistema AntiCompton

Impiegato per l'analisi qualitativa e quantitativa di campioni, per conoscere la natura di campioni incogniti sequestrati.



## Misure in campo

Oltre ai sistemi trasportabili ISOCS e SSNC, il Laboratorio è dotato di un Multicanale portatile Inspector 1000.

Si tratta un sistema portatile che alloggia una sonda neutronica ed un rivelatore di radiazione gamma. Il sistema è costituito da:

- Rivelatore GM – Rivelatore interno Geiger-Müller per misure di alte dosi;
- Sonda gamma LaBr – 1,5" x 1,5" 8000 cps/mrem/h  $\pm$  3,5%. Range energia: 30 keV – 1,4 MeV. Risoluzione energetica: 3,5% a 662 keV ( $^{137}\text{Cs}$ );
- Sonda neutroni – Rivelatore esterno  $^3\text{He}$  (8 cm di lunghezza attiva - 2 atm); sensibilità intrinseca dei neutroni  $\approx$  1%, peso: 1,36 kg.

Questo strumento ha caratteristiche di notevole affidabilità e rapidità nella risposta e può essere efficacemente utilizzato per ispezioni in campo.



### Multicanale Portatile Canberra Mod. Inspector 1000

Misure di dose, rateo di dose e modalità trovasorgente

Identificazione nuclidi, acquisizione, analisi spettri gamma e rivelazione neutroni

Rivelatore Geiger-Müller interno

Sonda gamma La-Br

Sonda neutroni  $^3\text{He}$ .

## Formulazione e qualificazione matrici cementizie per il condizionamento di rifiuti radioattivi

Il Laboratorio è attrezzato per l'esecuzione di prove di qualificazione, resistenza e durabilità attraverso procedure normate, organizzate ed elaborate in conformità agli standard nazionali inerenti i laboratori di ricerca e di prova.

Il Laboratorio opera in accordo con i criteri di condizionamento dei rifiuti radioattivi stabiliti dal documento di riferimento nazionale Guida Tecnica n. 26 – ENEA-DISP (ora ISPRA) e dall'organo internazionale di controllo IAEA.

Le proprietà chimiche, fisico-meccaniche e radiologiche delle matrici di condizionamento vengono determinate tramite opportuni test su "provini" di laboratorio o prototipi di manufatti in opportuna scala, simulanti i rifiuti condizionati. Gli elementi radioattivi presenti nel rifiuto "originale" (U, Th), vengono sostituiti nei provini di laboratorio mediante "simulanti chimici" (La, Ce, Nd) che ne riproducano le proprietà chimiche necessarie alla qualificazione del processo.

Attualmente le prove, previste dalla Guida Tecnica n. 26, sono le seguenti:

- "preparazione e stagionatura provini"
- "resistenza ad immersione"
- "resistenza a compressione"
- "resistenza a cicli termici"
- "resistenza alla fiamma"
- "lisciviabilità"
- "resistenza all'irraggiamento"
- "resistenza all'attacco microbiologico".

In aggiunta alle prove prescritte dalla Guida Tecnica citata, si effettuano prove per la determinazione di alcune proprietà strutturali, fisiche chimiche e meccaniche di particolare interesse:

- "calore di idratazione del cemento"
- "tempo di presa"
- "resistenza ad ambienti aggressivi"
- "permeabilità all'acqua sotto pressione"
- "finezza e porosità di Blaine"
- "test di lisciviazione".

### Resistenza a compressione Pressa Tecnotest KC

La Pressa Tecnotest KC è una macchina per la prova di compressione in conformità alla Norma UNI EN 12390-4.

È possibile determinare la resistenza alla compressione, con un incremento di carico costante, di provini di calcestruzzo indurito a differenti formule di impasto, secondo la norma UNI EN 12390-3.



### Resistenza a cicli termici Camera Climatic Challenge CH 250 C

La Camera Climatica è in grado di effettuare un numero programmato di cicli termici con temperature variabili in funzione del tempo da -40 a +40 °C, con variazione dell'umidità relativa da 0 al 90%.

Si valuta la resistenza alla degradazione di vari provini di calcestruzzo indurito a differenti formule d'impasto, in accordo alla norma UNI 7087-2002.

Le degradazioni per effetto dei cicli termici programmabili possono essere valutate osservando le variazioni delle caratteristiche meccaniche e chimico-fisiche.