POLITECNICO DI TORINO Dipartimento di Architettura Corso di Laurea Magistrale in Architettura anno acc. 2018-2019

$6.667 \cdot 10^{-96}$ GeV

"Produzione di una pasta a base di cemento con l'aggiunta di ossido di bismuto per la protezione dalle radiazioni ionizzanti"

PROF. GIUSEPPE ANDREA FERRO

LUCIANA RESTUCCIA Ph.D.
PRAVIN JAGDALE Ph.D.

candidato: ALBERTO FAVERO

POLITECNICO DI TORINO

Dipartimento di Architettura

Corso di Laurea Magistrale in Architettura

anno acc. 2018-2019

Tesi di Laurea Magistrale

“Produzione di una pasta a base di cemento con l’aggiunta di ossido di bismuto per la protezione dalle radiazioni ionizzanti”

Relatore:

Prof. Giuseppe Andrea Ferro

Correlatori:

Luciana Restuccia Ph.D.

Pravin Jagdale Ph.D.

Candidato:

Alberto Favero

Dicembre 2019

POLITECNICO DI TORINO
1859
1906

POLITECNICO DI TORINO

Dipartimento di Architettura

Corso di Laurea Magistrale in Architettura

anno acc. 2018-2019

Tesi di Laurea Magistrale

“Produzione di una pasta a base di cemento con l’aggiunta di ossido di bismuto per la protezione dalle radiazioni ionizzanti”

Relatore:

Prof. Giuseppe Andrea Ferro

Correlatori:

Luciana Restuccia Ph.D.
Pravin Jagdale Ph.D.

Candidato:

Alberto Favero

Dicembre 2019

A mia madre ed a mio padre,

alla mia famiglia tutta ed ai cari amici

abstract

A B S T R A C T

Con questo lavoro di tesi si è esplorata la possibilità di impiegare in una pasta a base di cemento del biossido di bismuto, Bi_2O_3, con differenti percentuali di concentrazione rispetto al peso di cemento, al fine di valutarne le capacità di assorbimento di radiazioni ionizzanti incidenti. Per perseguire tale scopo, si sono preparati quattro serie di campioni contenti il 25, il 50 ed il 75 per in peso rispettivamente di ossido di bismuto. Per confronto è stata confezionata anche una serie senza additivo. Inoltre, si è imposto che i campioni avessero spessore differente. Si sono preparati così campioni di spessori pari a 10, 40, 50 mm. In questo modo è stato possibile valutare il materiale ricombinando diversamente i campioni così tagliati. Abbiamo eseguito misure di spettrometria gamma impiegando due radionuclidi quali il ^{137}Cs ed il ^{60}Co, come sorgenti di radiazioni gamma relativamente mono spettrali calibrate da laboratorio. Questi venivano inseriti nel setup preparato avendo cura di mantenere la distanza della sorgente e del tubo fotomoltiplicatore sempre fissa. L'insieme costituente il setup prevedeva infatti, l'interposizione dei bersagli nello spazio lasciato libero tra sorgente e tubo fotomoltiplicatore caratterizzato dalla profondità limite utile per l'inserimento dei bersagli per uno spessore massimo di 100 mm e delimitato da due collimatori di sezione cilindrica. Entrambe sono caratterizzati da un diametro fuori tutto sui 50 mm, spessore di 20 mm e foro passante concentrico con diametro pari a 8 mm per il collimatore di alluminio, mentre spessore pari a 67 mm per il collimatore di piombo e foro passante concentrico pari a 6 mm circa.

Lo scopo principale dell'utilizzo dei collimatori e delle molte attenzioni poste sempre nella ricerca di un allineamento molto preciso delle varie componenti il setup, va ricercato nella volontà di ridurre i fenomeni eventualmente legati al così detto build up, in considerazione del fatto che pur avendo omogeneità teorica del materiale, sovrapponendo più campioni si ottiene una struttura multistrato costituita da spessori differenti. Inoltre, i vantaggi derivanti dall'interporre materiale assorbente con un foro passante, constano nel parzializzare l'angolo solido totale caratteristica delle nostre sorgenti cercando, così, di far arrivare al fotomoltiplicatore un pennello di radiazioni pulito, idealmente lineare e ridotto come sezione frontale. Completata la campagna di misurazioni effettuata esponendo i vari set di campioni secondo un modus operandi comune ad ogni misura acquisita, si è proceduto con la verifica dei dati e dei calcoli dei valori relativi ai coefficienti di assorbimento lineare LAC, di assorbimento massico MAC, e dei i valori relativi alle distanze HVL e TVL. Questi valori sono stati poi paragonati con quelli ottenuti programmando il software XCOM con le caratteristiche della composizione del cemento tenendo in conto delle diverse composizioni in peso anche di ossido di bismuto addizionato. Il tema sviluppato con questo elaborato risulta quindi esclusivamente centrato sulle valutazioni delle prestazioni schermanti o meno della pasta a base cementizia in funzione delle radiazioni gamma impiegate per condurre i vari test.

Le varie esperienze utili allo sviluppo di questo elaborato sono state condotte presso diversi laboratori del DiSAT, Dipartimento di Scienze Applicate e Tecnologia del Politecnico di Torino, nel periodo compreso tra maggio 2017 e dicembre 2019.

indice

INDICE

Il primo approccio. p. 24

Capitolo 1.

1.1 radiazioni g - interazioni con la materia p. 38
1.2 radioattività. dosimetria, concetti base p. 48
1.3 radioprotezione. la normativa di riferimento p. 58
1.4 i campioni esposti. metodi di valutazione p. 64

Capitolo 2.

2.1 materiale 1. cemento Portland p. 74
2.2 materiale 2. ossido di bismuto p. 92
2.3 formazione dei campioni bersaglio p. 96
2.4 analisi dei campioni. misure di spettrometria g p. 106

Capitolo 3.

3.1 prove di indetazione p. 120
3.2 analisi FE-SEM p. 126
3.3 analisi EDS p. 136
3.4 verifica delle proprietà di attenuazione p. 140

Capitolo 4.
le conclusioni.
considerazioni finali sui dati raccolti in virtù
di potenziali sviluppi futuri. p. 156

Bibliografia p. 162

Appendici p. 172

SCOPO DEL LAVORO

Lo scopo principale di questa tesi è la valutazione delle capacità di attenuazione di un cemento addizionato con un ossido di bismuto attraverso esame di spettrometria ai raggi g.

OBBIETTIVI PRIMARI RICERCATI

lo svolgimento dei lavori sono stati impostati per l'ottenimento dei seguenti risultati:

1. realizzazione di campioni in cemento tipo Portland addizionato con differenti percentuali di ossido di bismuto atti a costituire bersagli da sottoporre a studio di valutazione sulle potenzialità di assorbimento e schermatura delle radiazioni gamma incidenti;

2. valutazioni delle capacità di attenuazione del materiale costituente i vari campioni con esame di spettrometria gamma;

3. caratterizzazione chimico-fisiche del materiale con esame: FE-SEM ed EDS;

4. verifica dei dati acquisiti sulle performance di attenuazione dei campioni.

COME E' STRUTTURATA LA TESI

Per presentare il lavoro svolto nello sviluppo del tema affrontato, si è deciso di strutturare la tesi in quattro sezioni principali, suddivise in specifici paragrafi.
Il tutto è preceduto come introduzione dalla descrizione sintetica delle prime esperienze condotte nell'affrontare il tema della tesi, impiegando però nanoparticelle sintetizzate presso lo stesso laboratorio e modalità di confezionamento.
Fatto tesoro delle esperienze di queste due fasi, si è proceduto

diversamente e strutturando il lavoro come segue:

Il primo approccio. Riportiamo in sintesi le prime esperienze di laboratorio e di valutazione condotte su materiali di sintesi che, anche per tipologia di confezionamento dei bersagli, sono stati poi abbandonati.

Capitolo 1. Questa sezione è dedicata ad introdurre il tema, riportando in estrema sintesi le nozioni fondamentali legate alla materia dello studio delle radiazioni, della radioprotezione e quindi di una materia altrettanto vasta come la dosimetria. Si riporta poi l'organigramma delle organizzazioni ed enti internazionali che legiferano in materia di radioprotezione ed attività legate all'utilizzo di materiali radioattivi. Si fa quindi cenno alle specifiche normative emanate e recepite.
Rimanendo comunque centrati sul tema della schermatura delle radizioni, si affronta il tema delle diverse tipologie di barriera sviluppate.

Capitolo 2. Questa sezione è focalizzata sui materiali ed i metodi utilizzati dalla preparazione alle valutazioni dei campioni bersaglio.

Capitolo 3. Questa parte raccoglie i risultati delle varie prove compiute per valutare i campioni.

Capitolo 4. Le conclusioni: considerazioni finali sui dati raccolti in virtù di potenziali sviluppi futuri.

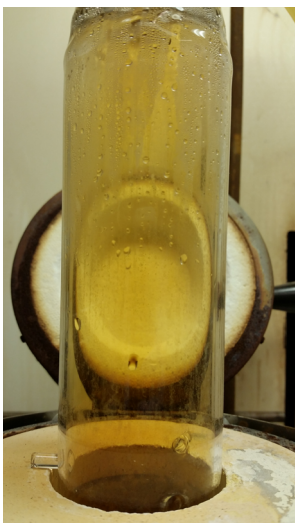
il primo approccio

due fasi di confronto fondamentali

occasione di maturazione personale

il primo approccio

PRIME ESPERIENZE DI LABORATORIO



SINTESI DI NANOPARTICELLE CONTENENTI BISMUTO

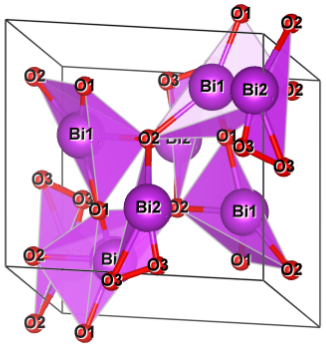
processamento pirolitico di riduzione a stato solido

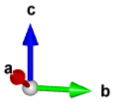
immagini del setup pronto per la sintesi di

a-Bi_2O_3 ossido di bismuto nella fase a.

Immagine del particolare del reattore in pyrex dove è possibile apprezzare i vapori carichi di ossidi di azoto da cui il colore giallastro caratteristico. Lavorazioni tutte eseguite sotto cappa aspirante. Passaggio in beker

CRONACA DE
IL PRIMO APPROCCIO





SINTESI DEI NANOMATERIALI E PREPARAZIONE DEI PRIMI BERSAGLI ESPOSTI A RAGGI X E POI A RADIAZIONI GAMMA

Il tema sviluppato nel lavorare a questa tesi è stato inizialmente affrontato partendo da quelle che possono essere ora definite come due macro fasi di discussione ed esplorazione, con presa di coscienza, via via crescente, di quelle che erano le peculiarità dei materiali e dei metodi di valutazione da adottare.
Quindi, al fine di incrementare le capacità di assorbimento di energia di un cemento nei confronti di radiazioni incidenti, è possibile vedere come in quella che indichiamo come prima fase, il lavoro sia stato da subito incentrato sulla sintesi in laboratorio di nanoparticelle basate sul bismuto per le sue già note capacità di interazione, la sua diffusione in uso nel campo specifico della ricerca sul nucleare, nonché il suo non essere tossico quanto il piombo. Basti pensare che è pratica comune impiegare cristalli di bismuto per proteggere punti sensibili, creando barriere utili a schermare meglio le strumentazioni dall'esposizione ai raggi gamma emessi di continuo magari da un reattore, ad esempio. Infatti, il bismuto attenua bene i gamma, avendo un alto coefficiente di attenuazione degli stessi. Inoltre, essendo caratterizzato da una sezione d'urto molto bassa in relazione a neutroni di tipo termico, si comporta meglio in questo caso specifico, anche del piombo. ([1.a]) Come è comune il suo impiego in medicina per preparati radiopachi destinati all'ingestione.
I nanomateriali preparati in laboratorio sono stati: il tri-ossido di bismuto nella fase alpha (α-Bi_2O_3) ed il penta-bismuto epta-ossido nitrato ($Bi_5O_7NO_3$). Conseguentemente a ciò, si è prodotta una serie di bersagli da irradiare additivando un cemento con i nanomateriali così ottenuti. Affiancati a questi, si sono prodotti una serie di bersagli prodotti introducendo bismuto metallico puro ed una con campioni scevri di additivo al fine di avere un termine di confronto.
La prima esposizione a radiazioni ionizzanti, a fini esplorativi il comportamento del materiale prodotto, ha avuto luogo in una struttura ospedaliera, impiegando una macchina per analisi tomografiche a raggi X.
Così, facendo tesoro delle esperienze sin qua collezionate, si è deciso di esplorare il materiale per valutarne correttamente le interazioni tra materiali prodotti e radiazioni, ricorrendo all'analisi basata sulla spettrometria gamma. Questa costituisce la seconda macro fase affrontata per lo sviluppo del materiale. Riportiamo quindi, come introduzione all'elaborato, un riassunto schematico del lavoro svolto per completare le due macro fasi, costituendo esse le fondamenta sulle quali poggia tutto il lavoro sviluppato in seguito per completare il tema portante della tesi.

LA PREPARAZIONE DEI NANOMATERIALI

La procedura di sintesi dei due materiali ha come comune base di partenza l'utilizzo del nitrato penta-idrato di bismuto $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$, caratterizzato da un grado purezza molto elevato pari al 99.999%. Entrambe le procedure, prevedono un processo di riduzione termica detta allo stato solido, in quanto consta di trattare direttamente esponendo ad un temperatura elevata il materiale di partenza senza porlo in miscela ad esempio con un liquido od altro materiale. Ovviamente, per produrre i due materiali, i percorsi di produzione si diversificano. Riportiamo le diverse fasi caratteristiche dei due processi in estrema sintesi.

PROCESSO DI SINTESI DEL α-Bi_2O_3

Pesata la quantità utile del $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$, si procede con il collocarla all'interno di un contenitore in vetro pyrex o ceramico resistente alle alte temperature. Quest'ultimo permetterà al materiale di rimanere compatto ed esposto, circa, alle medesime condizioni di temperatura una volta collocato all'interno del reattore di processo. Tale reattore in pyrex è, a sua volta, parzialmente inserito nella fornace sospeso in maniera fissa ad un sistema di supporto. A questo punto si provvede alla chiusura del reattore, collocando il tappo sempre in pyrex dotato di due estremità formanti due tubi del diametro di circa 8 mm ai quali si sono già fissati due tubi in gomma resistente. Attraverso uno di questi tubi di gomma si alimenta il processo d'aria compressa proveniente filtrata e regolata in pressione dalla linea di alimentazione del laboratorio. Questo consente di regolarizzare l'apporto di ossigeno durante la reazione di riduzione e soprattutto agevolare l'evacuazione del vapore d'acqua in eccesso e degli ossidi di azoto. Quest'ultimi ben visibili in fase di processo flussare attraverso il reattore, finiscono per scurire l'acqua posta con la specifica funzione di primo filtro abbattitore degli stessi in un piccolo contenitore. Tutta la procedura avviene sotto cappa di aspirazione.

In relazione alle temperature di processo: queste vengono, partendo da una temperatura di 150 °C, impostate a salire con step di 150 °C per volta ogni venti minuti di processamento.

La durata del solo *curing* termico è di 1h e 30 minuti.
Alla fine, fatto raffreddare lentamente l'insieme del sistema fornace-reattore, sempre sotto cappa di aspirazione, si provvede al recupero del reattore ed all'estrazione del contenitore al suo interno con il materiale così sintetizzato.
Il fatto di procedere con cicli molto precisi sia durante il curing termico, sia nel raffreddamento dell'intero sistema, sono volutamente cercati per garantirsi maggiore omogeneità possibile della fase cristallina del materiale sintetizzato.

PROCESSO DI SINTESI DEL $Bi_5O_7NO_3$

In questo caso il processo adottato si svolge nell'arco di due giorni, in quanto prevede la produzione di un materiale detto "precursore", un bismuto ossi-nitrato indicato come BiN.

Giorno 1 - FORMAZIONE DEL PRECURSORE BiN.

Anche in questo caso si procede con il pesare la quantità utile del $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ per procedere alla formazione del precursore. Collocatala quindi all'interno di un piccolo crogiolo ceramico del diametro di circa 60 mm e lo si cala all'interno della fornace elettrica collocata sempre sotto cappa. Qua inizia il primo trattamento termico della durata compresa tra i 20 ed i 30 minuti, in funzione del quantitativo trattato, ad una temperatura di 160 °C. Per l'intera durata di questa prima fase, la fornace viene tenuta aperta, al fine di permettere una rapida evacuazione di vapore acqueo. Dopo questa prima fase, si procede quindi ad incrementare la temperatura, innalzandola a 200 °C. Anche in questo caso la fornace viene mantenuta aperta verificando la fuoriuscita di vapori dal colore bruno-giallastro, caratteristici dei fumi degli ossidi d'azoto liberatisi al salire della temperatura. Passando alla terza fase di curing termico, la temperatura viene ulteriormente aumentata sino ai 300 °C. Ora il coperchio della fornace viene abbassato per mantenere un equilibrio termico necessario al trattamento della durata di due ore. Al termine di quest'ultima fase di *curing* termico, si procede con lo spegnere la fornace, bloccandone il coperchio senza mai aprirlo e lasciando la macchina a raffreddare sino al giorno successivo.

Giorno 2 - FORMAZIONE DEL $Bi_5O_7NO_3$

Prima operazione è quella di recuperare dalla fornace il crogiolo per verificare la qualità e quindi il peso del materiale precursore formatosi.
Concluse le operazioni di verifica si riduce a pestello il materiale alla consistenza di polvere ultra fina. Per gli interscambi termici che dovrà subire il materiale, più il materiale è ridotto finemente e maggiore sarà l'efficacia del processo termico successivo.
Collocato il materiale così polverizzato in un crogiolo ceramico (di solito si è ricorsi al 3/40) si porta la temperatura della fornace a 400 °C, mantenendo il coperchio sollevato. Il processo ha una durata di tre ore, terminate le quali si spegne la fornace, si chiude il coperchio e si lascia raffreddare naturalmente.

LA RESA DEI DUE PROCESSI

Entrambe i processi così condotti e partendo da un materiale comune tanto ricco in acqua, vanno preparati stimando una resa finale di circa il 50%. Quindi, pesato una certa quantità iniziale si otterrà probabilmente un poco meno della mena di materiale cercato.

In relazione al caso specifico del processo in due giorni per la produzione del $Bi_5O_7NO_3$, la percentuale lievita dovendo subire anche il materiale precursore un trattamento termico di riduzione.

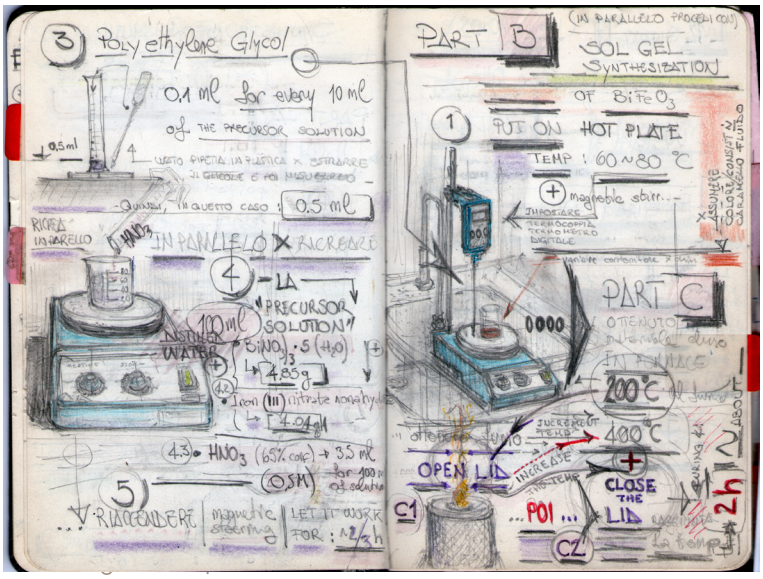
Quindi, a scopo orientativo, riporto alcuni dei dati acquisiti in fase sperimentale, relativi al peso del materiale di partenza, del precursore ottenuto e del $Bi_5O_7NO_3$ alla fine ottenuto:

- Peso iniziale di $Bi(NO_3)_3 \cdot 5H_2O$ = 30.06 g circa

- Peso di precursore BiN ottenuto dopo il primo giorno = 15.61 g

- Peso di $Bi_5O_7NO_3$ finale = 15.75 g

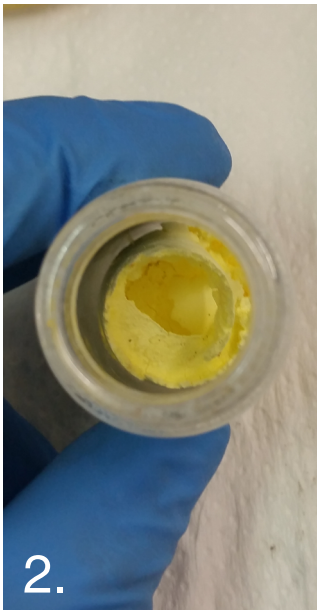
- La resa finale stimata di circa il 50 % = confirmed.

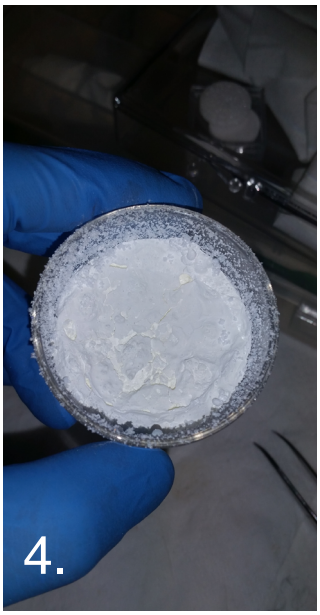


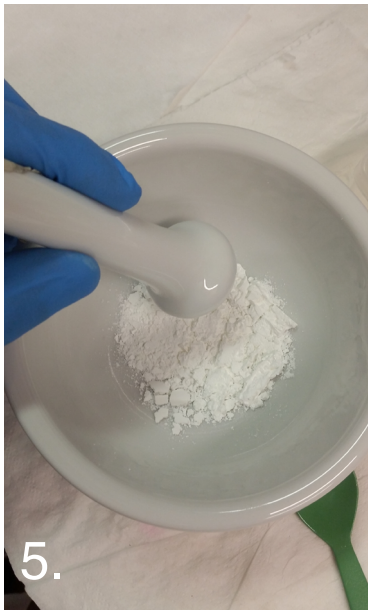
1. particolari dei processi di sintesi in corso. 1a. liberazione dei fumi di ossidi di azoto; 1b. di la sintesi di α-Bi_2O_3, particolare del reattore in pyrex con processo di formazione in corso.

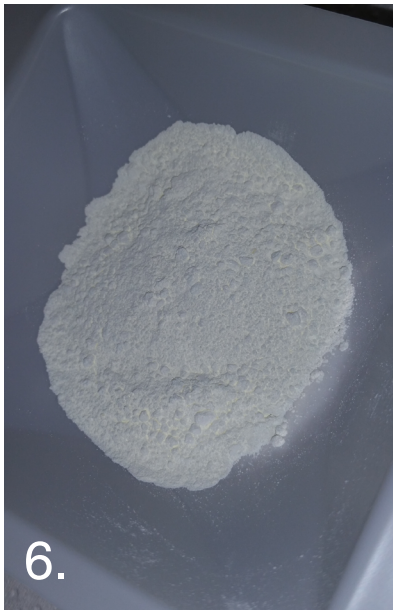
2. e 3. l'ossido di bismuto come appare appena estratto dal reattore nel contenitore di formazione e poi recuperato

4., 5. e 6. l'eptaossinitrato appena estratto e poi ridotto



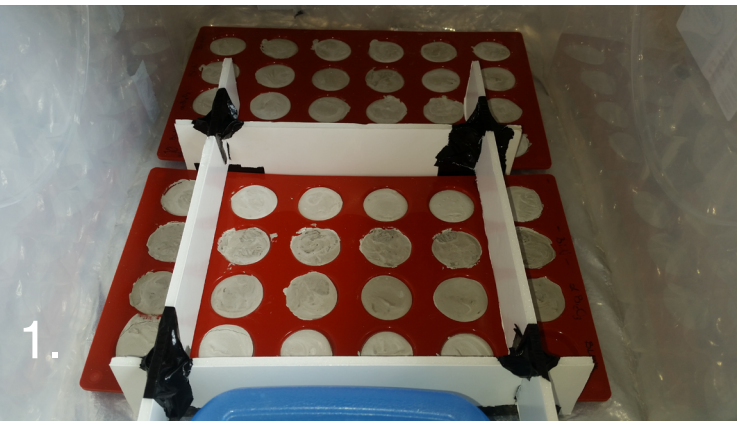






preparazione dei campioni bersaglio

laboratorio cementi, DiSAT


1.

2.

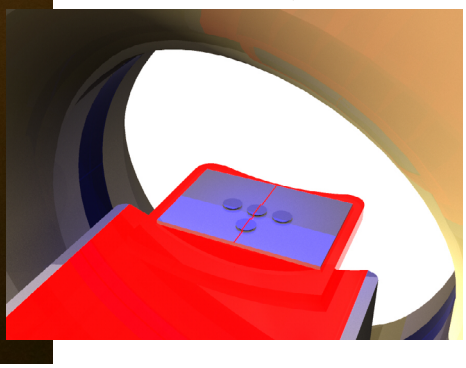
3.

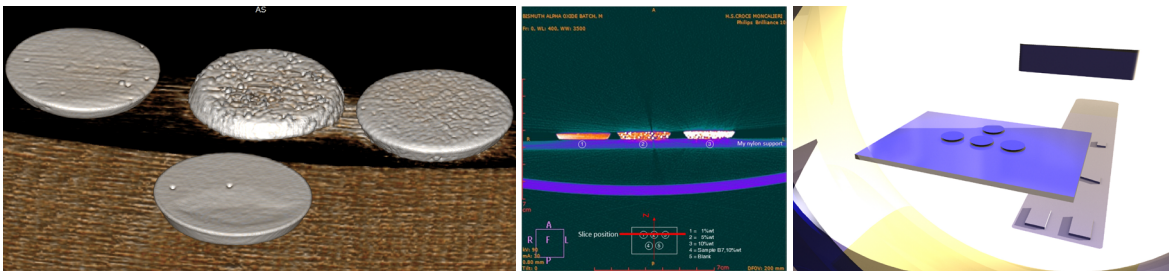
4.

LA PREPARAZIONE DEI PRIMI CAMPIONI

Presso il Laboratorio Cementi del DiSAT è stato possibile sotto la guida del Prof. Jean-Marc Tulliani ed assistiti dal Dott. Daniele Ziegler, creare i vari impasti cementizi, confezionando così le diverse serie di campioni variamente addizionati coi materiali sintetizzati in precedenza. Praticamente da subito, si è dovuto affrontare le problematiche relative alla scarsa idrosolubilità delle nanoparticelle. E soprattutto, si è cercato con tempi variamente lunghi di miscelazione per sonicazione in immersione, di ovviare alla loro rapida tendenza a frazionarsi e quindi poi precipitare. La pratica non è stata favorita nemmeno dalle alte temperature estive caratteristiche di fine giugno, che imponevano tempistiche molto ristrette per il compiersi delle varie operazioni necessarie alla preparazione e colatura dell'impasto. Infatti, in funzione del piccolo volume dei campioni, il rischio era di sprecare materiale. Per tali ragioni, l'impasto preparato è stato colato molto rapidamente negli stampi siliconici già predisposti su vassoi in nylon. Questo ha consentito l'altrettanto rapido inserimento in un box di maturazione di materiale plastico (fig. 1), appositamente coibentato ed allestito con buona scorta di contenitori ricolmi di acqua così da ovviare al problema della temperatura ambiente tanto elevata. L'insieme di tali scelte ha consentito di creare le varie serie di campioni senza compromettere le scorte dei nanomateriali sintetizzati.
Dopo il periodo canonico di ventotto giorni di maturazione in immersione completa in acqua, i campioni sono stati sottoposti a verifiche dimensionali (fig. 2) e di peso e, quindi, a cinque giorni di trattamento termico in un forno elettrico finalizzato alla loro asciugatura (fig. 3 e 4).

La macchina per analisi tomografiche a raggi X utilizzata per la prima esperienza d'esposizione. (X-Ray CT Scanner Philips Brilliance Mod. 10)





Estrapolazione dal materiale prodotto per valutare i dati ottenuti a seguito dell'esame tomografico. Si sono processati i file DICOM con vari software e si è proceduto anche per verifiche dimensionali del setup rimodellando la macchina utilizzata per un eventuale modello di calcolo di deconvoluzione.

LA PRIMA ESPOSIZIONE

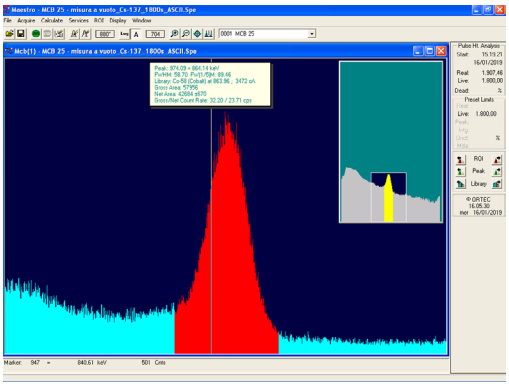
I dati acquisiti con questo esame hanno evidenziato che le differenti nanoparticelle di bismuto venivano variamente a reagire in funzione della percentuale in peso di concentrazione con le quali si erano preparati i diversi campioni. I vari campioni o zone precise degli stessi, si sono dimostrati maggiormente radiopachi in funzione di una percentuale più elevata di nanomateriali aggiunti. Questo, in generale, ci ha dato la conferma delle potenzialità del materiale impiegato per lo scopo per il quale era stato inizialmente preso in considerazione. Inoltre, questo tipo di analisi è stata particolarmente utile, acquisito un minimo d'esperienza nell'utilizzo dei file in formato DICOM, (Digital Imaging and Communications in Medicine), per osservare nel volume di ogni singolo bersaglio la distribuzione che il materiale così radiopaco dimostrava aver assunto. Basandoci quindi sull'osservazione dei vari campioni analizzati, si è potuto stabilire che i materiali sintetizzati confermavano le proprietà descritte di scarsissima idrosolubilità e la tendenza a sedimentare nonostante tempi più o meno lunghi di sonicazione impiegata. Altra peculiarità osservata come ricorrente nei vari campioni, è quella di aggregarsi formando piccoli grumi, probabilmente a seguito dei processi di idratazione del cemento e come concausa la scarsa idrosolubilità.

prove di spettrometria gamma: la prima esperienza

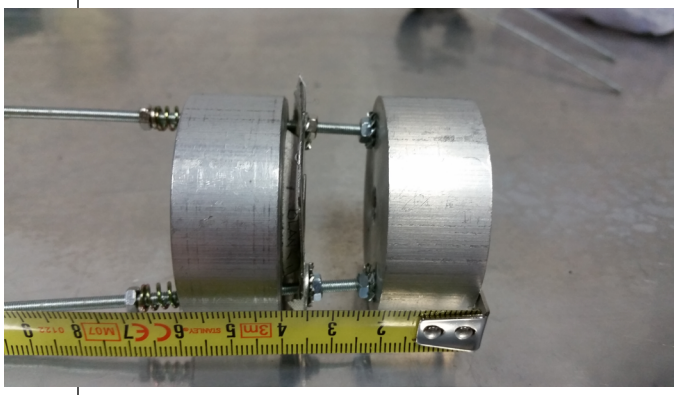
laboratorio di fisica nucleare e subnucleare , DiSAT

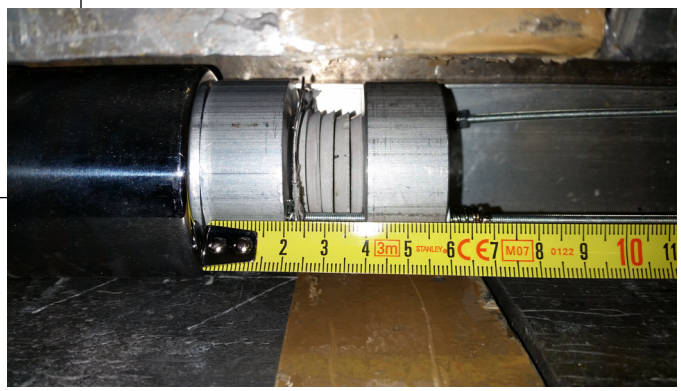
PRIMA ESPERENZIA DI SPETTROMETRIA GAMMA

Presso il Laboratorio Fisica Nucleare e Subnucleare del DiSAT è stato possibile grazie alla gentile disponibilità del Prof. Felice Iazzi sperimentare le qualità dei vari campioni preparati.
Si è proceduto così ad allestire vari setup, provando ed acquisendo un minimo di esperienza sulle varie combinazioni possibili, verificando anche eventuali fenomeni di build-up legati al voler testare più campioni sovrapposti per costituire un dato spessore finale. Inoltre, si sono eseguite campagna di raccolta dati esponendo i campioni singolarmente e poi raggruppati costituendo spessori crescenti, con l'esposizione a sorgenti diverse quali ^{22}Na, ^{137}Cs e ^{60}Co.
Questo per aver riscontro completo in funzione anche di spettri energetici



caratteristici differenti. Il materiale via via ricombinato e testato con le tre sorgenti, indipendentemente dagli spessori e pur dimostrandosi capace di essere relativamente più efficace nello schermare in funzione della presenza % in peso di bismuto presente, si è dimostrato comunque fallace nello schermare le radiazioni anche le più deboli. Ed i conteggi effettuati ne hanno poi dimostrato anche la disomogeneità nel comportamento per singolo campione, pure in funzione della zona esposta.

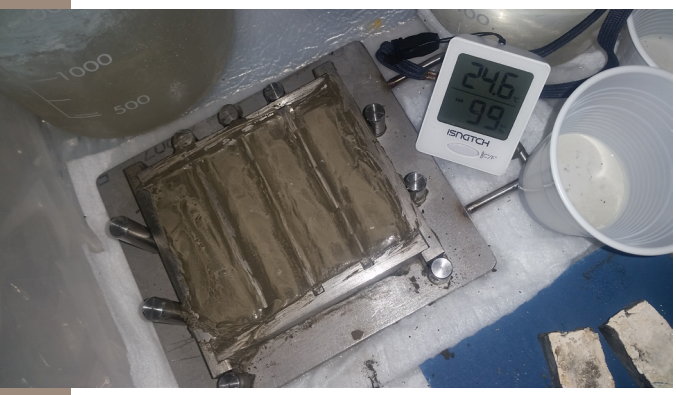




Primo approccio alla spettrometria gamma.
Le varie prove di esposizione dei vari campioni, tentado vari setup e configurazioni varie relative alle schermature, alle sorgenti, al numero di campioni.

Questo, come già ben evidenziato dalla tomografia a raggi X, a riprova della distribuzione casuale del materiale potenzialmente assorbente le radiazioni all'interno del volume del campione bersaglio.
Ed il tutto va ricercato nelle difficoltà incontrate già in fase di realizzazione dell'impasto cementizio dei campioni.

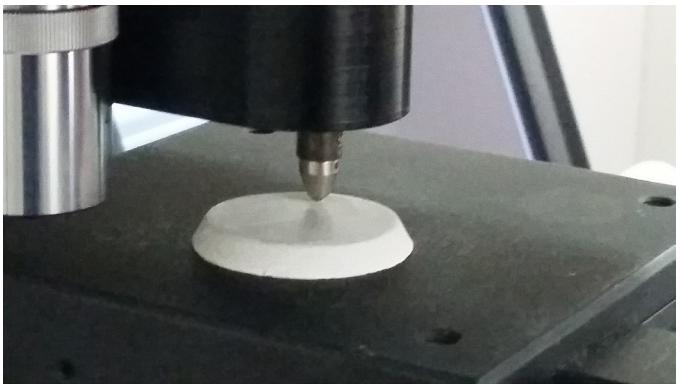
prove di caratterizzazione laboratorio di ricerca:
centro sui rischi e durabilità nelle costruzioni.
DiSEG

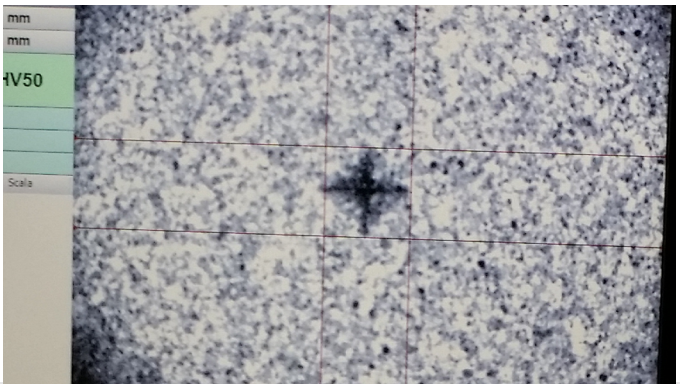


Si è potuto continuare ad accumulare esperienze ed informazioni sul materiali anche operando presso i laboratorio di ricerca del DiSEG, provando ad affinare la tecnica di preparazione dei campioni. Si è proceduto quindi al confezionamento di prismetti in pasta di cemento per eseguire anche dei test esplorativi le caratteristiche meccaniche dell'impasto contenente varie percentuali in peso di ossido di bismuto puro.

Questa è stata la prima occasione per sperimentare il materiale in queste condizioni. Infatti, in considerazione dei costi e delle tempistiche necessarie al confezionamento dell'ossido α-Bi_2O_3, si è optato da qua in poi per la conduzione delle varie esperienze impiegando l'equipollente Bi_2O_3 disponibile e pronto uso presso i laboratori del DiSAT.

Queste ultime esperienze hanno consolidato la convinzione a procedere diversamente dando luogo al materiale utilizzato al completamento del lavoro di tesi, come illustrato nei capitoli qua a seguire.





capitolo 1

le radiazioni gamma

interazioni con la materia

concetti base di dosimetria

sguardo alle normative

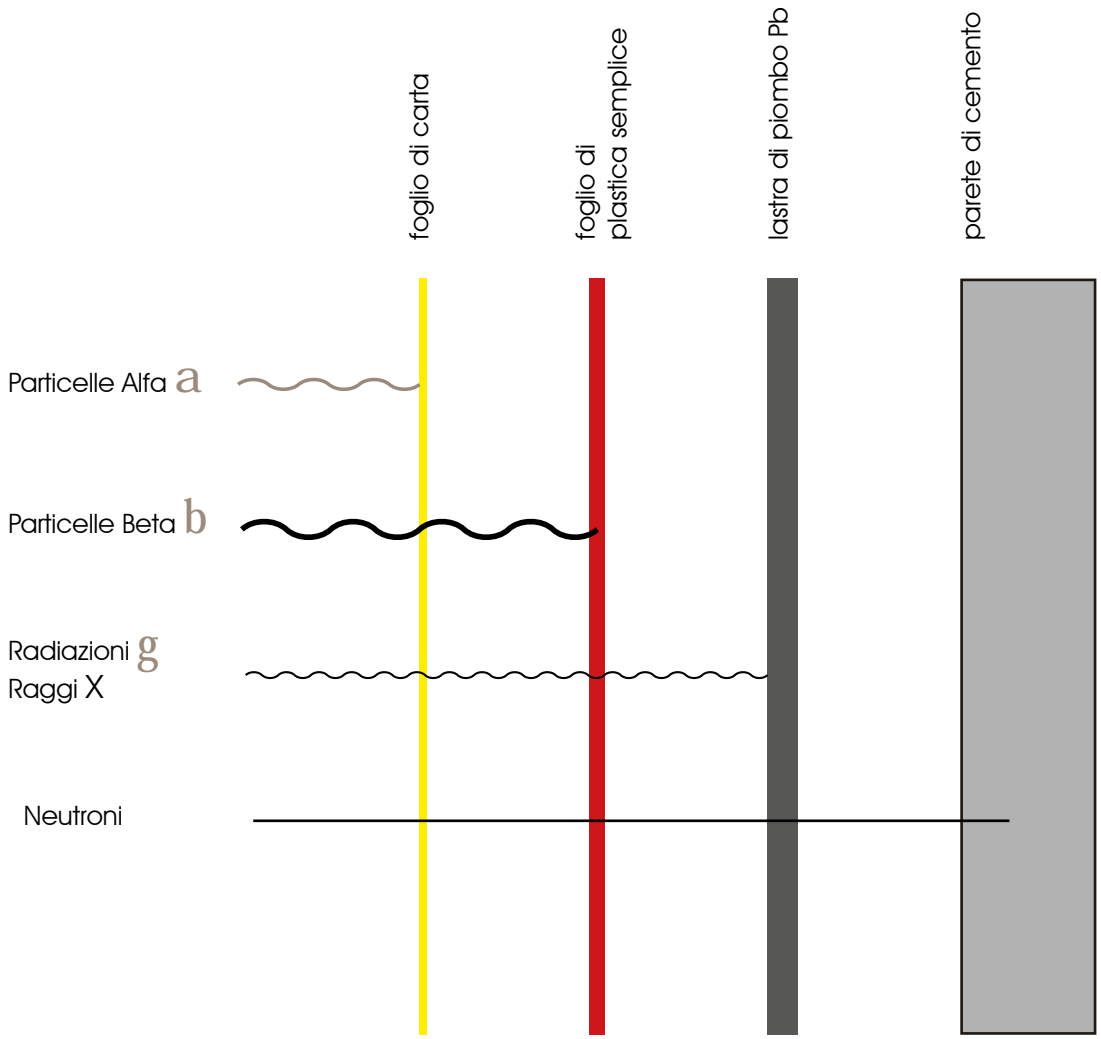
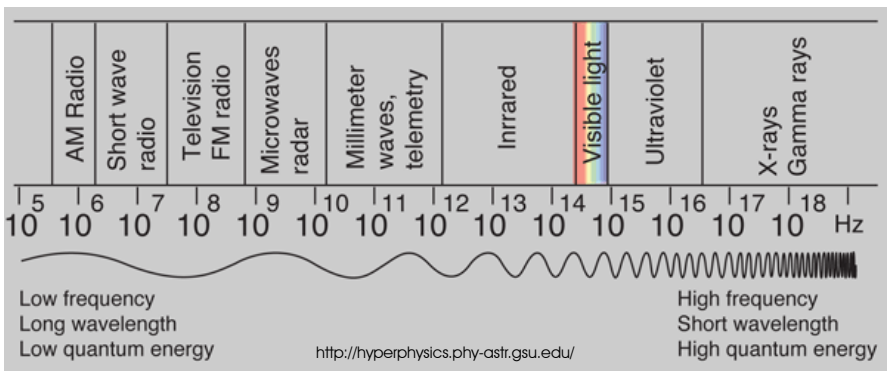


Fig.1.1-1 : Rappresentazione schematica ed indicativa delle capacità di penetrazione di radiazioni di natura ed energia differente a confronto.

Fig.1.1-2 : FONTE immagine: http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/



RADIAZIONI GAMMA INTERAZIONI CON LA MATERIA

1.1

LE RADIAZIONI g

Avendo valutato le capacità d'attenuazione dei campioni prodotti con un'analisi di spettrometria gamma, riassumiamo sinteticamente le caratteristiche di queste radiazioni.

Le radiazioni g sono radiazioni elettromagnetiche indicate, in maniera intercambiabile, anche con il termine di fotoni g poichè, similmente alle radiazioni X ed alla luce nei vari spettri del visibile o meno, risultano senza massa e carica propria. Tra l'altro il confine fra radiazioni X più energetiche e radiazioni gamma più deboli è relativamente labile.

Le energie che le caratterizzano sono particolarmente elevate, tipicamente collocate intorno a valori di 1 MeV e via via superiori. Basti pensare che a livello astronomico i valori possono superare valori nell'ordine di grandezza del TeV e di PeV. Infatti, tali radiazioni si originano a seguito di processi di transizione nucleare, di decadimento e sono emessi dal nucleo di un atomo posto in eccitazione in seguito a fenomeni di cattura o disintegrazione neutronica ad esempio. Ed usualmente tali processi vanno ad interessare i legami di forza forte (forza nucleare forte) e di forza elettromagnetica. Quindi, proprio due delle quattro interazioni fondamentali e, quindi, più forti forze alla base della coesione dei nuclei e della materia in generale. Da cui l'energia tanto elevate poi emesse anche con rilascio di radiazioni g, affinchè certi fenomeni di interazione possano verificarsi.

La loro tipica frequenza si colloca intorno a valori di 1020 Hz e superiori. Mentre la lunghezza d'onda ha valori di $\lambda < 10^{-12}$ m. Anche per tali fattori, insieme alla mancanza di carica e massa oltre all'elevata energia posseduta, risultano particolarmente penetranti nei materiali impattati.

Tali radiazioni sono inoltre inquadrate fra quelle ionizzanti. Nello specifico, le radiazioni g ionizzano prevalentemente in modo detto indiretto.
Possono poi risultare, in funzione dei diversi possibili fattori di rischio d'esposizione specifici del momento, capaci d'interagire in modo pericoloso con i tessuti organici, fornendo dosi di radiazioni anche letali per le cellule e quindi l'organismo attraversato.

LE RADIAZIONI IONIZZANTI

Sono rappresentante da tutte quelle radiazioni che causano la ionizzazione degli atomi costituenti la sostanza incontrata sul loro percorso allontanando degli elettroni dagli atomi della sostanza stessa.
Questo può avvenire in funzione del trasferimento di un certo quantitativo di energia agli atomi irradiati. E tale quantitativo soglia prende il nome di energia di ionizzazione, un valore specifico per ogni atomo, che usualmente si attesta su valori di energia che partono dai 10 eV (dove ricordiamo: 1 eV=1.0622 10^{-22} J). ([1.1.a]) Infatti, l'energia cinetica posseduta, viene trasferita parzialmente od in toto dalla fase di contatto iniziale.

Ad esempio, sono definite radiazioni ionizzanti le particelle subatomiche come i fotoni, gli elettroni, i neutroni, i positroni, i nuclei di atomi qualora, magari accelerati in seguito a fenomeni naturali od artificialmente in laboratori di ricerca o reattori per la produzione di energia, si trovassero ad attraversare un qualche materiale.

Va ricordato, comunque, che questa energia può essere trasferita anche da quelle che sono le particelle od energie venutesi a loro volta a generare con il primo impatto con il medium incontrato dalla radiazione incidente. E che si avranno una varietà di modalità di interazioni, specifiche e direttamente conseguenti a quelle che sono le caratteristiche specifiche del materiale irradiato, dalla tipologia e dal livello di energia propria della radiazione incidente sul materiale stesso.

Molto in generale, quindi, si suddividono le radiazioni in due macro-categorie in base alla loro capacità di essere direttamente o meno capaci di ionizzare il materiale irradiato.

PRINCIPALI MECCANISMI DI INTERAZIONI LEGATI ALLA IONIZZAZIONE

LE RADIAZIONI DIRETTAMENTE IONIZZANTI

Esse sono caratterizzate dall'avere un'energia sufficiente tale da consentir loro di interagire direttamente con l'energia di legame nucleo-elettrone, vincendo quindi le forze di Coulomb che li caratterizzano.

Troviamo ad esempio: particelle accelerate, elettroni ad alta energia, radiazioni alpha come nuclei di ^{4}He, radiazioni beta quindi positroni, nuclei.

(1.1.a.): Ricordiamo che restan validi sempre i concetti contenuti nella legge di conservazione dell'energia. Quindi, il quantitativo di energia di prima ionizzazione viene assorbita dall'energia cinetica che caratterizza la particella, ad esempio, che si trovasse ad impattare ed attraversare il materiale. In funzione poi del tipo di materiale impattato e del tipo ed energia della radiazione si avranno valori ed interazioni differenti.

Vediamo così come queste siano particelle caricate([1.1.b]) ed il trasferimento di energia, la sua cessione al materiale nel primissimo impatto od in fase di attraversamento, avvenga in modo diretto. E ciò vale per ogni successiva interazione.

LE RADIAZIONI INDIRETTAMENTE IONIZZANTI

In questo caso, si hanno particelle non cariche, come lo sono i fotoni, ad alta energia, ed i neutroni che sono elettricamente neutri. Ed il fenomeno della ionizzazione avviene perché causato dalle interazioni che avvengo in un secondo momento tra il materiale e le particelle che vengono liberate come risultato delle interazioni fra materiale e le radiazioni che lo attraversano. Ecco perché le particelle generate dall'attraversamento del materiale prendono il nome di particelle cariche secondarie.
L'assorbimento avviene per fenomeni legati all'elettromagnetismo nel caso di fotoni e nucleari nel caso dei neutroni.

Riportiamo già qua, che ai fini del nostro lavoro, tali radiazioni quali i fotoni ad alta energia come raggi X e raggi γ ad esempio, sono difficilmente schermabili se confrontati con fotoni a bassa energia ed a particelle cariche che magari annichiliscono scaricando già al primo impatto tutta la loro energia. Infatti, le interazioni che si hanno con l'interazione dei fotoni con un materiale possono variare molto, a seconda che questi siano in grado di attraversarlo in toto, (in funzione sempre quindi della loro natura, dell'energia posseduta e della natura del materiale), o solo fino ad un certo punto.

(1.1.b.): una particella dotata di carica finisce con l'interagire quando attraversa i vari campi elettrici generati dagli elettroni e dai nuclei attorno ai quali sciamano, producendo fenomeni legati a questi che vengono schematizzati come collisioni fra particelle.

i principali effetti di interazione fra radiazioni gamma e materia

Nel focalizzarci sul lavoro di analisi condotto per approfondire le caratteristiche di assorbimento del materiale costituente i nostri campioni, richiamiamo, brevemente, i meccanismi direttamente legati all'interazione del materiale con le radiazioni gamma utilizzate nelle prove di valutazione di spettrometria. I processi di tipo elettromagnetico coinvolti nell'interazione fra queste radiazioni ed un medium qualsiasi attraversato sono in teoria una dozzina, ma solo tre avvengono quando le energie coinvolte sono al di sotto dei 10 MeV, proprio come nel nostro caso. Infatti, le sorgenti utilizzate hanno picchi energetici caratteristici contenuti.

Quindi, i tre fenomeni di potenziale interazione tra materiale e le radiazioni gamma con energia al di sotto dei 10 MeV sono i seguenti:

- l'effetto fotoelettrico,
- l'effetto Compton
- il fenomeno della formazione di coppie.

E possono essere riassunte come segue:

L'EFFETTO FOTOELETTRICO

Si parla di effetto fotoelettrico quando l'energia posseduta da un fotone viene completamente assorbita nell'impatto da un elettrone di un dato nucleo atomico provocandone l'espulsione. Questo avviene però se l'energia scaricata nell'impatto risulterà superiore, od almeno pari, all'energia di legame propria di quell'elettrone. All'atto dell'allontanamento dell'elettrone si ha che il livello di energia cinetica da esso posseduta, sarà pari all'energia residuale derivante dall'impatto, in funzione sempre della grandezza dell'energia di legame condivisa con l'atomo di appartenenza.

Tale fotoelettrone dissiperà la propria energia attraversando il materiale più o meno profondamente, ovviamente sempre in funzione delle specificità del materiale stesso, ed inducendo in esso fenomeni di agitazione tali da portare alla ionizzazione del materiale incontrato.

Tali fenomeni sono dominati dai principi complessi della meccanica quantistica. E nello specifico, quindi, limitandoci solo a riportarlo per completezza, si parlerà di equazioni della funzione d'onda di Dirac per gli elettroni atomici, sviluppate per il calcolo della sezione trasversale fotoelettrica. Quest'ultima è riportata come direttamente funzione del numero atomico del materiale bersaglio e l'energia del fotone che collide. Quindi, questo suggerisce che i fenomeni come l'effetto fotoelettrico si vadano a manifestare maggiormente in presenza di un valore di Z più elevato, mentre crolli bruscamente in caso di radiazioni fotoniche incidenti

più energetiche.

Ne risulta quindi che usare materiali dotati di un numero atomico particolarmente alto, risulterà una soluzione particolarmente efficace nell'attenuare radiazioni dotate di una bassa energia. Nello specifico della nostra esperienza, ricordiamo che l'atomo di bismuto ha numero atomico Z= 83 ed allo scopo di valutarne le potenzialità schermanti si sono usate radiazioni gamma a bassa energia.

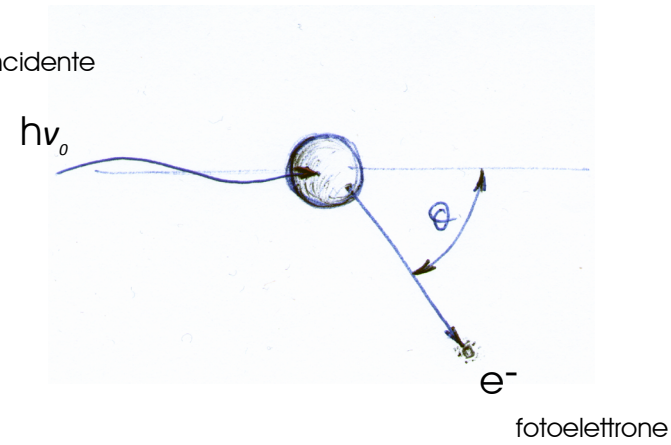


Fig.1.1-3 : L'effetto fotoelettrico, rappresentazione schematica. Risulta prevalente in presenza di un materiale caratterizzato da un numero atominoc Z elevato e dell'esposizione a radiazioni gamma di bassa energia

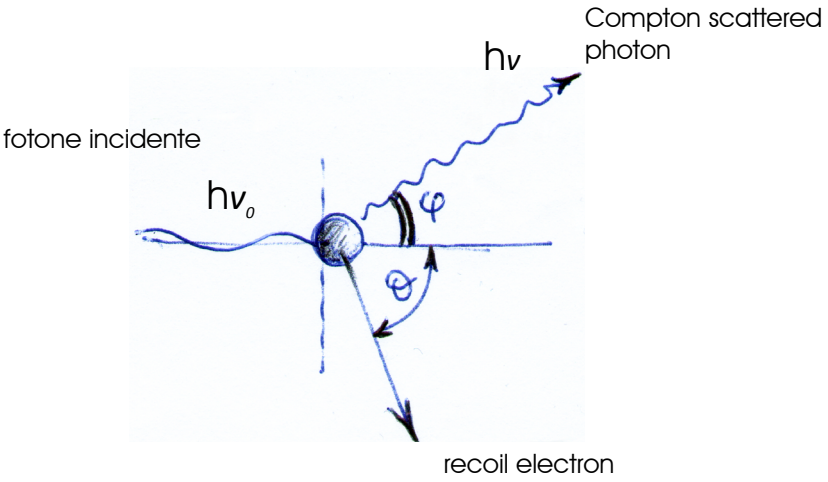
L'EFFETTO COMPTON

L'effetto Compton, dal nome del suo scopritore Arthur Holly, detto anche scattering Compton, è un fenomeno che si concretizza con l'avvenuto allontanamento, o col termine inglese scattering, di tipo elastico di un fotone della radiazione incidente con elettroni che presentino un legame relativamente debole con gli atomi del materiale colpito.

All'atto dell'impatto fra un fotoni in arrivo ed un elettrone, si ha l'emanazione di un altro fotone caratterizzato da un livello energetico relativamente più basso del fotone iniziale. Questo è dovuto al fatto che essendo l'urto di tipo elastico, non ci sono masse che vadano a "deformarsi", per così dire, dissipando in qualche maniera energia, ma un elettrone che semplicemente acquisisce questo quid di energia in concomitanza dell'urto con il fotone incidente.

Quindi, l'energia del fotone in arrivo viene trasferita in parte ad un elettrone impattato ed in parte per la formazione di un altro fotone emesso quindi con un'energia più bassa rispetto a quella del fotone genitore.

Caratteristica di tale fenomeno è di presentarsi quasi indipendentemente dal numero atomico caratteristico del materiale bersaglio dei fotoni incidenti. Inoltre, diminuisce in funzione del crescere dell'energia del fotone della radiazione incidente. Mentre risulta comunque proporzionale al numero degli elettroni concentrati per unità di volume di materiale impattato.



Tab.1.2-4: L'effetto Compton, rappresentazione schematica.

LA PRODUZIONE DI COPPIE

E' un fenomeno direttamente dipendente dal livello di energia posseduta dai fotoni delle radiazioni incidenti. Si può iniziare a parlare di possibile presenza del fenomeno intorno ad valori appena superiori al megaelectronvolt sino, via via implementando l'energia, arrivare a trovarlo come il fenomeno preponderante una volta superata la soglia dei 5MeV. Ma, ovviamente, visto la materia e le possibili varie interazioni, anche questo è un semplificare molto.

Questo tipo di fenomeno scaturisce dall'interazione di un fotone che all'atto dell'impatto con il materiale, nell'immediate vicinanze del campo coulombiano di un nucleo, viene completamente assorbito ed altrettanto immediatamente compaiono una coppia costituita da un elettrone ed un protone. Il livello di energia dissipata nell'impatto, completamente anelastico, è proporzionale all'angolo di uscita del fotone reimmesso in ambiente a seguito dell'impatto. Inoltre, la lunghezza d'onda propria di quest'ultimo sarà diversa da quella del fotone impattato

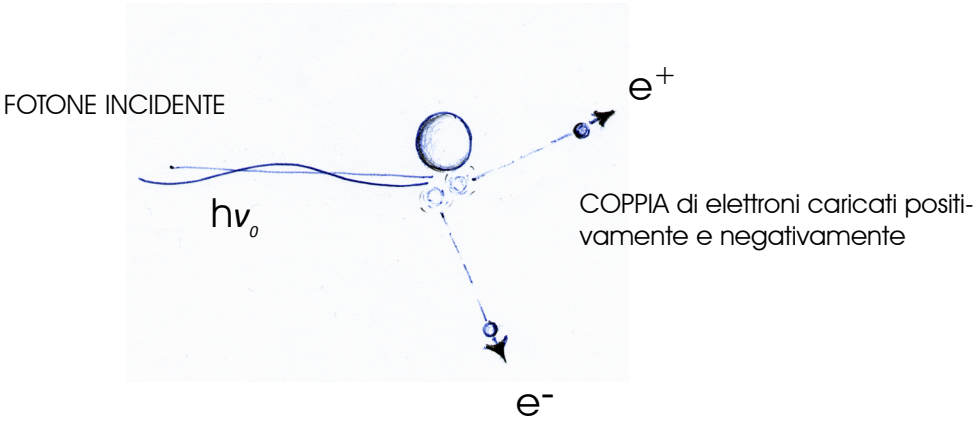
Invece il protone emesso, appena esaurito il moto annichilisce ed emette all'istante due fotoni gamma di annichilazione, emessi in direzioni opposte e caratterizzati da un'energia iniziale tipica di 0.511 MeV.

Ribadiamo ulteriormente, che tali fenomeni di interazione sono sempre legati direttamente al livello di energia caratterizzante la radiazione incidente. E possiamo così avremo che:

- L'effetto fotoelettrico risulterà il fenomeno più probabile per energie nell'ordine di qualche centinaio di keV

- L'effetto Compton è il fenomeno che statisticamente può risultare come quello più probabile indipendentemente dal livello di energia; risulta un fenomeno che si può considerare quasi come prevalente al di sopra di qualche centinaio di keV ed oltre qualche centinai di MeV;

- La produzione di coppie avviene solo per energie al di sopra dei 1.022 MeV



Tab.1.2-6: L'effetto della formazioni di coppie, rappresentazione schematica.

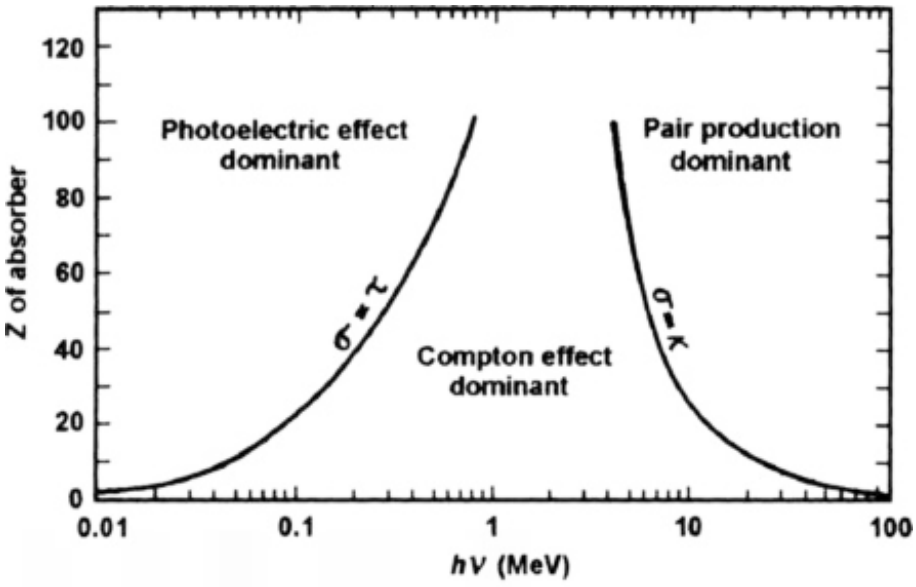


Fig.1.1-10 : Dominance regions for the three gamma-ray absorption processes. This summarizes the domains of interaction of the main gamma-ray absorption processes as a function of gamma-ray energy and absorber Z-value.
Fonte-Source: Sciencedirect.com, Web: https://www.sciencedirect.com/topics/chemistry/compton-effect

I PRINCIPALI EFFETTI DI INTERAZIONIE OSSERVANDO IL FENOMENO "PIU' DA VICINO"
SCHEMI E FORMULE IN SINTESI

EFFETTO FOTOELETTRICO

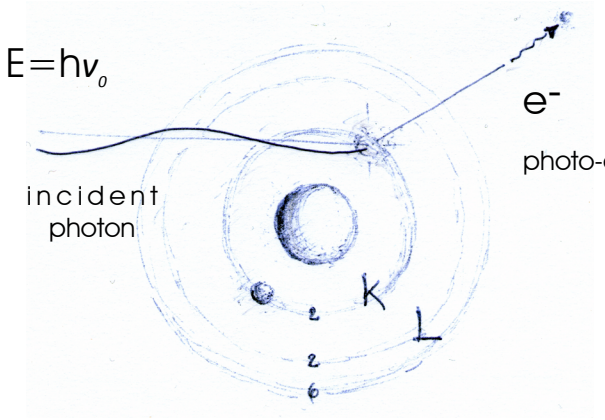


Fig.1.1-7 :

EFFETTO COMPOTON

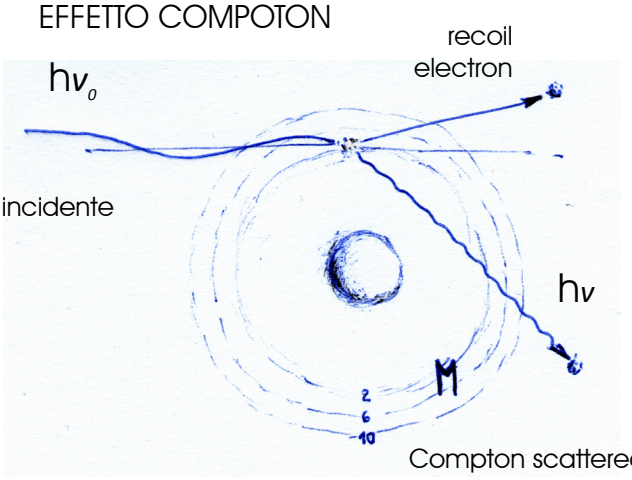


Fig.1.1-8 :

FORMAZIONE DI COPPIE

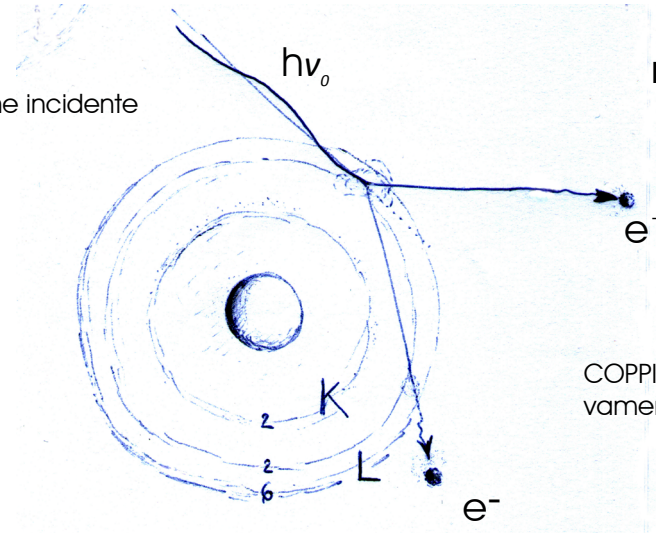


Fig.1.1-9 :

COPPIA di elettroni caricati positivamente e negativamente

RADIOATTIVITA' DOSIMETRIA, CONCETTI BASE 1.2

La dosimetria di radiazioni ionizzanti nasce dalla necessità di comprendere l'interazione qualitativa e quantitativa delle energie rilasciate nell'interazione delle radiazioni con la materia colpita e, eventualmente, attraversata. E nonostante le intrinseche difficoltà nel fornire una corretta interpretazione del fenomeno, la dosimetria fa uso di grandezze specifiche, non stocastiche, dette appunto grandezze dosimetriche, con la finalità prima di tutelare operatori, pubblico o pazienti che per lavoro, necessità o casualità, vengano a trovarsi esposti all'azione di radiazioni incidenti, soprattutto se queste sono radiazioni ionizzanti.

Quindi, la dosimetria delle radiazioni ionizzanti è fondamentale al fine di progettare e, più genericamente, pianificare la radioprotezione del personale nei luoghi di lavoro, siano essi impianti industriali di vario tipo, centrali per la produzione di energia, laboratori di ricerca, reparti o sale ospedaliere, in generale, quindi, ovunque si operi a contatto più o meno diretto di sorgenti che emettano un flusso di radiazioni ionizzanti con livelli potenzialmente pericolosi per la salute delle persone. Basti pensare poi, quanto sia fondamentale il ruolo di tale materia, ai fini dei trattamenti nelle terapie oncologiche, siano esse legate alle cure di tipo radioterapico o di tipo chemioterapico, per non danneggiare il paziente trasferendo la quantità ritenuta giusta ai tessuti da curare. Inoltre, questa materia è di fondamentale interesse per quanto riguarda le attività in ambito aerospaziale. Anche in questo specifico settore, la ricerca è finalizzata alla sopravvivenza in condizioni di operatività ottimale nello spazio dell'uomo, vista l'assenza delle difese naturalmente garantite dal nostro pianeta.

Quindi, le grandezze fondamentali della dosimetria devono tener in conto che esistono radiazioni di varia natura, che interagiscono in maniera diversa causando, quindi, effetti differenti nell'entrare in contatto con i tessuti di un organismo in generale e che possono risultare più o meno intensi, nello specifico, a seconda poi anche di quale organo si trovano a colpirne i tessuti. Negli anni si sono così, mano a mano, venute a perfezionare anche le normative e le indicazioni suggerite dai vari enti competenti in materia, ovviamente, sempre allo scopo di tutelare la salute delle persone eventualmente sottoposte all'azione di radiazioni ionizzanti.

Va sottolineato sin d'ora che tale disciplina ha le proprie unità di misura di riferimento, fondamentali per la radioprotezione, la radioterapia e la radiodiagnostica, diverse da quelle destinate alle misure di radioattività che sono finalizzate alla misura delle attività dei radionuclidi, per quanto siano tenute sempre in conto.

In presenza di radiazioni ionizzanti, ricordiamo emesse da una data sorgente in maniera omnidirezionale, si avrà che una data porzione di esse, un pennello quindi direttamente dipendente dall'angolo solido e dalla distanza con il soggetto bersaglio, colpirà i tessuti del soggetto trasferendo una certa quantità di energia. Quando queste radiazioni si troveranno ad impattare e, probabilmente, ad attraversare i diversi strati di tessuti organici incontrati, gli atomi costituenti i tessuti stessi saranno eccitati o ionizzati con possibili conseguenti modificazioni alle strutture molecolari delle cellule. La gravità di tali alterazioni e dei danni conseguenti sono quindi legati al livello di energia e dal tipo di radiazione che avrà raggiunto i tessuti. Inoltre, altri fattori fondamentali sono il tempo di esposizione, la superficie esposta e la profondità alla quale sono penetrate le radiazioni cedendo tutta la loro energia.
Quindi, facendo anche riferimento alle indicazioni presenti nelle raccomandazioni ICRP 26 ed ICRP 103 ([1.2.a]), ribadiamo che gli effetti delle radiazioni a livello biologico non possono essere semplicemente pensati come direttamente proporzionali all'energia direttamente rilasciate nei tessuti e negli organi raggiunti dalle radiazioni. Vanno infatti tenuti in debito conto anche le modalità, il percorso attraverso l'organismo, quindi quali organi sono stati raggiunti ed il tipo e la quantità di energia ceduta. Troviamo così tabelle relative ad indicazioni quali il LET, $L\infty$, *linear energy transfer*, e w_r , *weighting factor*, fattore di ponderazione o fattore di qualità. Il primo è l'energia che viene rilasciata al momento del raggiungimento della superficie del tessuto organico da parte della radiazione in relazione alla profondità, detta range di penetrazione([1.2.b]). La sua unità di misura è [keV μm^{-1}], (a volte riportato in [MeV mm^{-1}]).

Un valore elevato di LET significa alta densità di ionizzazione e, di conseguenza, un'alta probabilità di creare dei danni a livello biologico nei tessuti organici raggiunti.
Per quanto riguarda il fattore di qualità o di ponderazione w_r, è di estrema utilità per mettere subito in evidenza quali siano le radiazioni o le particelle che possono maggiormente esser la causa dello scaturire di effetti biologici indesiderati.
Caso tipico, per esempio, sono le particelle alfa. Esse sono radiazioni la cui energia non è molto elevata e possono essere schermate con facilità. Infatti, per fermarne la corsa, assorbendone in toto l'energia, basta semplicemente un foglio di carta. Ed è proprio questa peculiarità di annullarsi appena vengono a contatto con il materiale rilasciando tutta la loro energia, a porle in vetta nella classifica delle radiazioni per il rischio derivante dall'esporvisi. Riportiamo due tabelle relative ai fattori di ponderazione per i vari tipi di radiazioni ed energie come riportato nelle ICRP citate.

Radiation type	**Radiation weighting factor, w_R**
Photons	1
Electrons, muons	1
Protons, charged pions	2
Alpha particles fission fragments, heavy ions	20
Neutrons	A continuous function of neutron energy

Fonte: www.nucleonica.com

(1.2.a.): Tratteremo ancora nel cap 1.3. Riferimento alle indicazioni ICRP di riferimento citate: 1.) ICRP Publication 72. Annals of the ICRP 26, 1996, Pergamon Press;
(1.2.b.): con "range" si indica la capacità di una radiazione di penetrare profondamente la materia. Il valore riportato è una distanza media. Tale valore sarà tanto più elevato, quanto più sarà elevato il livello di energia posseduto dalla radiazione.

Type of radiation, R	Energy range	Quality or weighting factor, w_R
Photons, electrons	All energies	1
Neutrons	<10 keV	5
	10–100 keV	10
	100 keV–2 MeV	20
	2–20 MeV	10
	>20 MeV	5
Protons	<20 MeV	5
Alpha particles, fission fragments, heavy nuclei		20

Tab.1.2-1 et Tab. 1.2-2: Valori del fattore di qualità o ponderazione w_r in funzione della tipologia di radiazione e dell'ordine di grandezza della stessa in termini di energia.
Fonte: Nucleonica, Web: www.nucleonica.com, su base dati Normative e regolamentazioni ICRP citati

Da queste tabelle emerge evidente come radiazioni quali le β o quelle γ, essendo difficilmente assorbibili, hanno valori bassi, proseguono infatti il loro cammino attraverso i tessuti rilasciando localmente poca energia.

I CONCETTI DI DOSE E GLI EFFETTI BIOLOGICI CONSEGUENTI L'IRRADIAZIONE

DOSE ASSORBITA

Per definizione, la dose assorbita è la quantità di energia da irradiazione assorbita per unità di massa di materiale. L'unità di misura di riferimento è il gray [Gy]. Con essa si rappresenta un joule di energia assorbita per chilogrammo di materiale irradiato. [03]
Quindi, avremo che: [1 gray] = [1 Gy] = [1J kg^{-1}]. E si scrive la relazione:

$$\mathbf{D} = \Delta E/\Delta m \qquad \text{, dose assorbita [D] = [Gy]}$$

E' possibile altresì incontrare l'espressione sopra riportata in riferimento alla dose assorbita da una massa di tessuti organici, riferendoci, ad esempio, alla dose media assorbita in ambito medico da un organo irradiato. La formula risulterà quindi scritta, nello specifico, aggiungendo pedice "T" per indicare il riferimento ai tessuti organici. Inoltre, la dose di energia assorbita dai tessuti viene trasformata come il rateo di dose di energia assorbita e, quindi, l'unità di misura diviene [Gy s-1], [mGy hr-1]. Questo, perché in medicina, in radioterapia ad esempio, risulta fondamentale poter calcolare l'energia trasferita ad un organo in un dato tempo di esposizione. Ed ecco come in questo caso viene riportata la formula:

$$D_T = \delta E_t / \delta m_t \qquad \text{, rateo di dose assorbita [DT] = [Gy } s^{-1}\text{]}$$

Uno dei problemi riscontrati nello specifico di questa grandezza dosimetrica è che, a parità di dose assorbita, ma dovuta a radiazioni di tipo diverso, sullo stesso

tessuto o meno, si potrebbero ottenere dei risultati non attesi. La dose assorbita, infatti, non è una grandezza sufficiente a predire il livello di interazione di un certo tipo di radiazione con un materiale in generale. Tanto meno può rappresentare il grado di pericolosità o comunque del danno apportato a tessuti organici, e sempre indipendentemente dal tipo di radiazione ionizzante. Basti pensare, come abbiamo visto all'inizio di questo stesso capitolo, in riferimento ai valori di LET specifici, al grado di pericolosità, a parità di dose, che le radiazioni alfa possono costituire per un tessuto organico, ad esempio, rispetto ad una radiazione beta o gamma. Infatti, in questo caso preso in considerazione è tipico della letteratura. Il medesimo valore di dose assorbita potrebbe infatti esser la causa di diversi effetti biologici, anche degenerativi, in funzione del potenziale di ionizzazione caratteristico di quel tipo di radiazione. Quindi, in sintesi, il solo valore di dose assorbita non evidenzia tale rischi legato alla relazione dose-effetti, quando si prenda in considerazione tipologie diverse di radiazioni ionizzanti. Basti pensare anche solo alle differenze in essere fra particelle alfa, neutroni, radiazioni X e gamma.

Da ciò la necessità di introdurre un'altra grandezza, che tenesse conto degli effetti prodotti nel materiale irradiato, per prevenire situazioni di danno biologico: la dose equivalente.

EFFICACIA BIOLOGICA RELATIVA, TRASFERIMENTO LINEARE DI ENERGIA

Tale necessità ha portato via via alla verifica e definizione degli effetti biologici derivanti dall'esposizione alle radiazioni ionizzanti, in funzione del loro tipo, dall'energia trasferita, del tempo di esposizione, legandoli alle specifiche sensibilità all'azione delle radiazioni di tessuti biologici diversi costituenti, a loro volta, i vari organi. In tal modo si è potuto osservare come a parità di energia fornita con una radiazione di riferimento ([1.2.c]), l'energia depositata nei tessuti organici portava alla manifestazione di effetti biologici uguali o magari più o meno gravi. Quindi, gli effetti biologici indotti da una dose assorbita dai tessuti dipendono dalla efficacia biologica relativa, EBR, di una radiazione.

La EBR è definita come il rapporto tra l'entità degli effetti biologici indotti, a parità di dose assorbita, da quella radiazione e l'entità dello stesso tipo di effetti indotti dalla radiazione di riferimento. ([1.2-d])

La differenza di EBR fra i diversi tipi di radiazioni risulta essere piuttosto elevata. Tipi diversi di radiazione ionizzanti, raggi X, raggi gamma, neutroni e particelle alfa e beta sono tutte caratterizzate da una propria efficacia biologica relativa correlata sempre al valore della propria specifica LET. Ed in tal modo, nelle tabelle di riferimento contenute sempre nelle ICRP è possibile leggere che i valori di LET di particelle cariche secondarie generate da fotoni, siano minori rispetto a quelli di particelle cariche secondarie generate da neutroni veloci e delle particelle alfa. Inoltre, la diversa risposta di un organismo biologico alle radiazioni ionizzanti al variare del LET delle radiazioni che lo colpiscono, è direttamente connesso alle capacità rigenerative dell'organismo stesso fintantoché la dose di energia fornita rimanga sotto una soglia minima. Infatti, aumentando il valore di LET si avrebbe una corrispondente aumento nella deposizione di energia ionizzante nei tessuti irradiati. Questo è visto come un aumento della densità di ionizzazione

(1.2.c.): Per la radiazione di riferimento si ricorre usualmente a raggi X nell'ordine di grandezza di qualche centinaio di [keV] o dai raggi gamma emessi da una sorgente di Co-60 da 1.2 MeV circa.

localizzato nei tessuti dove viene rilasciata tutta l'energia della dose. Nel caso specifico, tanto è maggiore la densità di ionizzazione, tanto maggiore è l'energia assorbita localmente dai tessuti irradiati e tanto maggiore saranno le probabilità di danneggiamento delle strutture cellulari, sino ad incorrere a fenomeni di mutazione od all'annichilazione delle parti. A valori quindi di efficacia biologica elevata corrispondono valori maggiori della densità di ionizzazione prodotta nelle zone irradiate.

DOSE EQUIVALENTE OD EQUIVALENTE DI DOSE

Quindi, la dose equivalente od equivalente di dose viene così definito dalla:

$H = D \cdot Q$, dose equivalente $[H] = [J\ kg^{-1}] = [Sv]$

Questa formula nelle ICRP si ritrova scritta come:

$H_{T,R} = D_{T,R} \cdot w_R$, dose equivalente $[H_{T,R}] = [J\ kg^{-1}] = [Sv]$

$H_{T,R}$ si può leggere come la dose equivalente in un tessuto biologico T, mentre i fattori w_R , weighting factor, già introdotto in questo capitolo sempre riferendoci alle ICRP, ed il Q, fattore di qualità della radiazione, si equivalgono. [03]

Come si nota, l'unità di misura qua riportata $[J\ kg^{-1}]$ sarebbe ancora corrispondente al [Gy] come per la dose assorbita essendo i fattori w_R ed il Q adimensionali (**1.2.d**), ma è stato imposto nel SI come dimensione della dose equivalente il sievert, [Sv]. Tale scelta scaturisce dall'esigenza di distinguere e caratterizzare un valore numerico, affinché subito fornisse all'operatore l'idea del rischio biologico relativo all'esposizione di tale dose di energia.

Quindi, per meglio illustrare tale scelta, bisogna considerare come il fattore correttivo sia sempre espressione funzione del valore $L\infty$, il LET, e del w_R. Inoltre, periodicamente tali valori vengono aggiornati dagli organismi preposti. Usualmente, come già riportato con le tabelle XX e XY, si ritrovano contenuti nelle raccomandazioni delle ICRP. Così, avremo che una eventuale dose assorbita D, pari ad 1 Gy di particelle alfa ed una dose di raggi X con dose assorbita D sempre pari ad 1 Gy, daranno luogo rispettivamente a dosi equivalenti diverse, indicando all'operatore un fattore di rischio per i tessuti biologici più realistico:

$D_{alfa} = 1$ Gy, forniscono valore di dose equivalente: $H_{alfa} = D \cdot w_R = (1 \cdot 20) = 20$ Sv

$D_{raggi\ X} = 1$ Gy, forniscono valore di dose equivalente: $H_{raggi\ X} = D \cdot w_R = (1 \cdot 1) = 1$ Sv

Con questo semplice esempio, dovrebbe apparire ora più chiaro l'intento degli organismi preposti alla regolamentazione in materia, per rendere subito leggibile il potenziale effetto derivante dalla diversa efficacia biologica di una data dose di energia trasferita.

Si ritrovano nella ICRP 2008 valori del valore di qualità wR di una radiazione

(1.2.d.): dipendente dall'efficacia biologica relativa EBR della radiazione, quindi dalla tipologia e dalla quantità di energia irradiata per tener conto degli effetti globali di ionizzazione.

ionizzante incidente posti in relazione al trasferimento lineare di energia LET, $L\infty$, specifico della radiazione ionizzante in essere.

Si ha poi il rateo di dose equivalente. Questo dato indica semplicemente il rateo con il quale la dose equivalente viene ricevuta dai tessuti biologici nell'unità di tempo.

$dH_T / dt = w_R \cdot (dD_{T,R} / dt)$, rateo di dose equivalente [Sv s^{-1}] o [mSv h^{-1}]

Tuttavia, anche in questo caso bisogna sottolineare come gli effetti indotti su un organismo biologico da una data dose di radiazioni, non sia direttamente proporzionale all'energia assorbita. Infatti anche a parità di dose di energia equivalente, quello che produce effetti differenti è la tipologia della radiazione se ionizzante o meno. Basti pensare, ad esempio, come un certo valore X di Sv possa generare effetti anche molto diversi su un organismo biologico se le radiazioni sono delle semplici radiazioni infrarosso o delle radiazioni gamma. Nel primo caso, avremo sempre una cessione di un valore di X J di energia per kg, portando, probabilmente, ad un semplice incremento localizzato della temperatura dei tessuti colpiti dell'organismo irradiato. Invece, nel caso di radiazioni gamma, si potrebbe arrivare al danneggiamento localizzato di tessuti o, peggio, alla morte dell'organismo bersaglio.
Fondamentale quindi, risulta sempre e comunque ragionare sulle caratteristiche della radiazione nel loro complesso, soprattutto se queste sono radiazioni ionizzanti come lo sono le radiazioni gamma.

DOSE EFFETTIVA o EFFICACE

Essendo un organismo biologico caratterizzato da una molteplicità di organi specializzati, è cosa normale avere tessuti cellulari specifici, spesso dotati di velocità di moltiplicazione e sostituzione differente rispetto ad altri organi. Se questo è ovviamente un vantaggio evolutivo per un regolare funzionamento di un dato organismo nel suo complesso, in caso di esposizione a radiazioni ionizzanti, si potrebbe assistere a risultati infausti per l'organismo colpito. Infatti, tessuti dall'attività tanto accelerata spesso sono anche molto sensibili alle radiazioni. E se subiscono alterazioni indotte dalle radiazioni a livello genetico, potrebbero replicare in maniera molto veloce anche cellule tumorali. Quindi, avremo tessuti che si mostreranno più o meno sensibili all'azione delle radiazioni ionizzanti. Per tali ragioni è stata introdotta la grandezza dosimetrica della dose effettiva E. Essa è ottenuta ricorrendo ai coefficienti di correzione suggeriti nelle ICRP in relazione al tipo di organo eventualmente colpito.

$E = \sum_T (w_T \cdot H_T)$, dose effettiva od efficace [E] = [J kg^{-1}] = [Sv]

I valori del fattore w_T per effettuare la correzione, sono tutti tabellati (ICRP 103, 2007, Recommended tissue weighting factors). Si noti come i coefficienti correttivi w_T di peso assegnati per tipo di organo, diano come somma un totale di 1. Questo per indicare che su tutto il corpo la Dose Effettiva E è uguale alla Dose Equivalente H.

Tissue	w_T	Σw_T
Bone marrow (red), Colon, Lung, Stomach, Breast, Remainder tissues ((*))	0.12	0.72
Gonads	0.20	0.08
Bladder, Oesophagus, Liver, Thyroid	0.04	0.16
Bone Surface, Brain, Salivary glands, Skin	0.01	0.04
	Total	1.00
((*)) : Remainder tissues: Adrenals, Extrathoracic (ET) region, Gall bladder, Heart, Kidneys, Lymphatic nodes, Muscle, Oral mucosa, Pancreas, Prostate, Samll intestine, Spleen, Thymus, Uterus/cervix.		

Tab.1.2-3: Valori del fattore correttivi w_T di peso assegnati per tipo di organo secondo le ICRP 103, 2007, Recommended tissue weighting factors.
Fonte: Nucleonica, Web: www.nucleonica.com

GLI EFFETTI BIOLOGICI CONSEGUENTI L'IRRADIAZIONE

Anche questo argomento è materia di studi specialistici avanzati, base della radiobiologia, con tali e tanti addentellati in ambiti che spaziano fra la fisica, la biologia, la chimica organica degli interscambi a livello molecolare e non solo, della medicina nucleare etc, da farne veramente una branca delle scienze biologiche caratterizzata dall'essere molto interdisciplinare. Inoltre, si pensi anche all'importanza di tale materia ricopra da anni ormai, vista la diffusione in ogni settore produttivo e della ricerca di analisi compiute ricorrendo ad apparati integranti radionuclidi attivi come il ^{60}Co, il ^{137}Cs, ...od anche macchine radiografiche a raggi X. Quindi, anche solo per diffusione, oltre che per varietà dei settori diversi coinvolti, si ha una popolazione di lavoratori potenzialmente a rischio di esposizione a radiazioni ionizzanti molto vasta e diversificata.

Ci limitiamo quindi, come per le pagine precedenti, al prender atto dell'esistenza di tali e tanti fenomeni, tentando di riportare l'essenziale, riferendoci sempre ad una bibliografia specialistica, costituita soprattutto di elaborati di Enti Nazionali ufficiali anche di carattere divulgativo. Questo sempre con la volontà di equipaggiarsi almeno di uno strumento minimo utile interpretativo di una realtà tanto complessa. Ovviamente, sempre, nella propria ottica legata ad un eventuale approccio progettuale o, comunque, di valutazione di un insieme di fenomeni con livello di coscienza maggiore.

Si individuano così, fondamentalmente, due macro-categorie relative agli effetti indotti dall'esposizione diretta all'azione delle radiazioni ionizzanti:

1.) Effetti stocastici

2.) Effetti deterministici

I primi sono riconducibili a fattori di esposizione legati ad energie per le quali non viene individuato un valore di soglia, relativamente più basso di quello che potrebbero indurre effetti deterministici, ma comunque capace di manifestare effetti tali da manifestarsi poi come leucemie o tumori massivi. Quindi, la probabilità di comparsa di effetti conseguenti all'esposizione alle radiazioni ionizzanti è basato su considerazioni legate ad una probabilità, quindi statistiche.
Va sottolineato come in questi casi, venga considerato che il tessuto esposto abbia cellule vive, capaci di riprodursi ma, dopo vari cicli in un periodo di tempo caratterizzato da una latenza più o meno ampia, stimabile magari in anni o generazioni, potrebbero degenerare provocando l'insorgere di forme tumorali. La probabilità che ciò accada è maggiore in funzione della dose ricevuta. Quindi, il così detto tempo di latenza diventa una delle caratteristiche peculiari di tali fenomeni conseguenziali all'assorbimento di radiazioni ionizzanti. Inoltre, tali effetti possono manifestarsi indipendentemente dal valore di dose assorbita. In un organismo poi, non tutti i tessuti poi risultano sensibili alle radiazioni allo stesso modo. ([1.2.e]). Inoltre, se l'evento porterà alla riproduzione di cellule mutate nell'organismo ospite, parleremo di effetti somatici, mentre se la mutazione verrà trasmesso alla discendenza con il manifestarsi nell'organismo figlio si parlerà di effetti genetici.
In questo specifico ambito, il tempo di esposizione pur in generale essendo cosa cruciale non comporta un valore così fondamentale per la manifestazione o meno dei fenomeni. Infatti, anche in caso di esposizioni nel tempo relativamente di breve durata potrebbe sussistere la probabilità che il fenomeno si manifesti.

Gli effetti deterministici sono invece riconducibili a fattori di esposizione caratterizzati da valori soglia energetici che, in generale, sono caratterizzati da valori più elevati. Inoltre, l'esposizione a determinate energie, relative a quella data tipologia di radiazione provocherà, con sue specifiche ricorrenti modalità, dei fenomeni a carico di un dato tessuto od organi, sempre in funzione anche del tempo di esposizione, della distanza quindi anche della disposizione geometria caratteristica dell'evento. Ecco perchè vengono indicati come effetti deterministici, poichè esiste comunque un nesso causale direttamente legato e conseguenziale dell'evento espositivo.

Per questa tipologia di effetti esistono tabelle che riportano valori soglia dove vengono riportati anche gli effetti direttamente conseguenziali all'evento. Ricordando poi i discorsi introduttivi sui concetti di dose, la durata limite, sempre in funzione del livello soglia superato e di quanto questo sia stato superato, si evidenzia prima con l'insorgenza di danni ai tessuti esposti, ma diversamente a seconda del tipo di tessuto. ([1.2.e]).

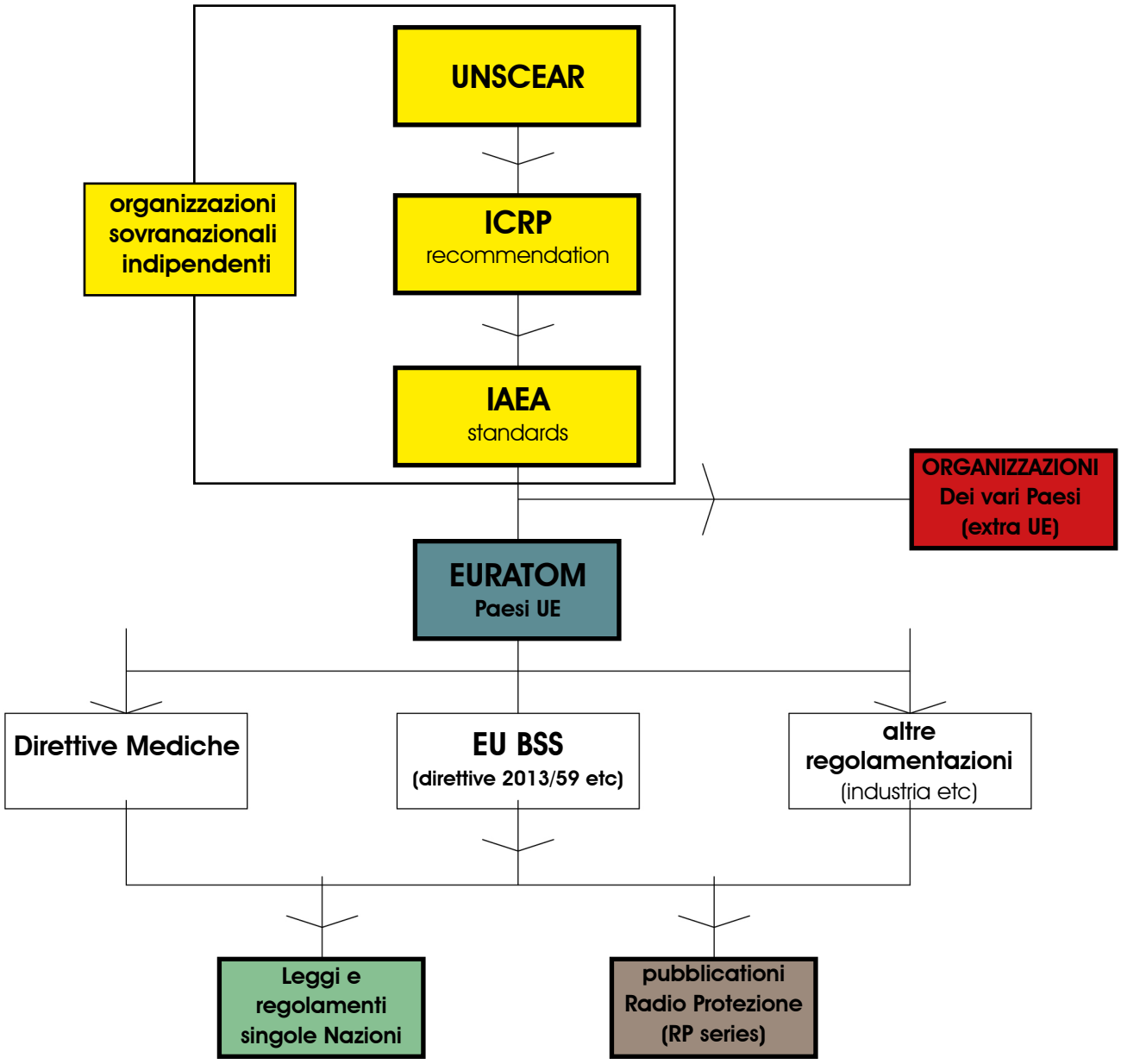
Troviamo anche livelli soglia che non devono esser mai superati, indipendentemente

dal tempo di esposizione, pena la morte non solo delle cellule di quel dato tessuto raggiunte dalle radiazioni, ma anche dell'intero organismo esposto. Inoltre, i vari processi di ionizzazione che trasferiscono una certa quantità di energia nelle cellule dei tessuti raggiunti, posso indurre reazioni tali da manifestare eventuali problemi in tempistiche che variano dall'immediato al protratto nel tempo, od addirittura tramandato alla discendenza per via genetica. Infatti, il danneggiamento cellulare indotto, se non risolto dal metabolismo con la riparazione o l'annichilazione delle cellule, comporta il rischio di mutazione.

Quindi, conoscendo i livelli soglia, l'esposizione condotta in maniera controllata secondo i giusti protocolli di sicurezza, non porterà ad avere in pratica nessun danno conseguenziale. Questo è alla base ovviamente del successo della radiologia e di tutte le scienze biologiche collegate all'utilizzo corretto delle radiazioni.

Queste due macro-categorie, a loro volta sono esse stesse incluse nei fenomeni somatici, ovvero che coinvolge direttamente ed esclusivamente il soggetto, l'organismo, l'organo o la cellula, i cui tessuti sono stati irradiati. Solo gli effetti stocastici possono manifestarsi, in maniera assolutamente casuale, come mutazioni genetiche ed alterazioni cromosomiche.

(1.2.e.): Va evidenziato come tali effetti saranno più o meno efficaci nel condurre le cellule dei tessuti colpiti a degenerare a seconda del livello di radiosensibilità specifica. Tale radiosensibilità è maggiore nelle cellule caratterizzate da una più alta frequenza di divisione. Nel caso specifico dei mammiferi e quindi nell'uomo le cellule con maggiore sensibilità sono quelle del midollo osseo, delle gonadi, delle cellule embrionali, dei tessuti linfatici e della mucosa intestinale. Rimandiamo quindi ai fattori di ponderazione w_T introdotti nella panoramica su concetti di dose.



LA STRUTTURA GERARCHICA DEGLI ORGANISMI INTERNAZIONALI PREPOSTI ALLA REGOLAMENTAZIONE SUI RISCHI LEGATI ALLE RADIAZIONI

RADIOPROTEZIONE LA NORMATIVA DI RIFERIMENTO 1.3

In questo capitolo riportiamo molto schematicamente una panoramica su quello che è l'organigramma delle agenzie internazionali principali, enti responsabili del controllo e regolamentazione in materia di radioprotezione e di nucleare. In relazione al tema della tesi, porremo maggiore attenzione a quelle norme e raccomandazioni emanate contenenti riferimenti ai materiali da costruzione.
Quello che in generale emerge dalle varie indicazioni, tutte comunque indirizzate alla salvaguardia della salute dei lavoratori e della popolazione, è come anche l'esposizione prolungata a fonti naturali (NORM), di isotopi naturalmente già presenti ed emessi da diversi materiali impiegati come materia prima, rappresenti un rischio da non trascurare. Inoltre a questo prima fonte di possibile esposizione, si sottolinea come a seguito delle trasformazioni previste nei vari cicli produttivi, si possano avere ulteriori emissioni (TENORM), tali da comportare dei rischi nell'immediato per la salute degli operatori ed eventualmente, poi, anche per la popolazione.

Quest'ulteriore possibile fonte di rischio radiologico non può essere considerata trascurabile. Infatti, soprattutto in ambiti produttivi, gli operatori possono entrare in maniera costante e continuativa a diretto contatto con concentrazioni relativamente anche elevate di materiale. Inoltre, la valutazione del fattore di rischio va, in questi casi, esteso dal reperimento del materiale, in cava o miniera ad esempio, e verificato poi in funzione delle varie fasi del ciclo produttivo, soprattutto se condotto prevalentemente in ambienti chiusi. Spesso poi, a conclusione del ciclo di produzione si avranno scarti e residui più o meno lavorati, da smaltire quindi e tali da costituire potenzialmente un problema anche dal punto di vista radiologico rientrando a tutti gli effetti nella categoria dei TENORM.
Tali problematiche possono presentarsi, ad esempio, semplicemente lavorando materie prime provenienti da scavo in terreni o cave di minerali dove sia possibile riscontrare una concentrazione di radionuclidi appartenenti a catene quali quelle del torio e dell'uranio ([1.3a]). Ed in realtà industriali legate alla produzione di ceramiche, ad esempio, si potrebbero avere problemi di esposizione di questo tipo. Essi potrebbero esser dovuti all'utilizzo di farine e sabbie derivate dalla lavorazioni di minerali contenenti zirconio, ossidi di titanio,...([1.3b]).

In relazione anche a fonti naturali NORM come il gas Radon, presente ovunque anche sul nostro territorio Nazionale, abbiamo indicazioni nella più recente direttiva 2013/59/EURATOM del 5 Dicembre 2013 di valori specifici ai fini della tutela della salute degli operatorie e pubblica, soprattutto in ambienti interni.([1.3c])

(1.3a.): Nel merito poi di un eventuale riutilizzo o riciclo, per lo smaltimento tradizionale o, qualora previsto, lo smaltimento per incenerimento di tali residui, si ritrovano indicazioni specifiche nella direttiva EURATOM 2013/59. Bisogna porre attenzione anche in queste fasi, in quanto i cosiddetti scarti conferiti magari vanno a costituire essi stessi dei TENORM per i quali vanno avviate procedure specifiche.
(1.3b.): L'impiego di silicato di zirconio etc è da considerarsi cosa normale nella produzione di gres in quanto determina un incremento delle proprietà meccaniche oltre ad agevolare uno sbiancamento del materiale.
(1.3c.): procedura di infrazione aperta nei confronti dell'Italia nel 2018.

I MATERIALI DA COSTRUZIONE E NORMATIVE IN RELAZIONE AL RISCHIO DI ESPOSIZIONE A RADIAZIONI

A livello internazionale abbiamo, da parte dei vari enti, la pubblicazione negli anni di lavori specifici contenenti linee guida sui rischi associati all'esposizione alle radiazioni ionizzanti eventualmente emesse da materiali da costruzioni appartenenti alla categoria dei cosiddetti materiali NORM, acronimo per Naturally Occurring Radioactive Material o di quella dei TENORM, Tecnically Enhanced Naturally Occurring Radioactive Material. In queste viene sempre ribadito come sia fondamentale valutare il rischio associato a questi materiali. Infatti, tali forme di rischio di esposizione vengono spesso ancora percepita come poco pericolose o comunque trascurabili. Invece, le statistiche raccolte documentano come negli anni tali forme di inquinamento, soprattutto in ambiti indoor sia stato corresponsabile dell'incremento dei tumori al polmone ([1.3d]). Bisogna inoltre ricordare che proprio a causa di certe attività industriali legate alla trasformazione di certe materie prime da cava, si ha l'interruzione della naturale catena di decadimento ([1.3e]), portando al rilascio maggiorato per quantitativo e concentrato anche temporalmente di uno o più isotopi rispetto a quelle che sarebbero le dinamiche naturali legate ad una geologia non alterata. Quindi, si avranno addizionali forme concentrate di isotopi rientranti tutti nella categoria dei TENORM, specialmente negli ambiti magari indoor dove si effettuano le lavorazioni previste dai vari possibili cicli produttivi.
Con la pubblicazione rilasciata poi dall'IAEA, IAEA 2004, Safety Standards Series No. RG-G-1.7 on Applications of the Concepts of Exclusion, Exemption and Clearance, si hanno dei valori soglia specifici di riferimento legato alla radioattività dei materiali, al di sotto della quale non è necessario avere una regolamentazione.

Vengono indicati come valore soglia per i materiali che contengano radionuclidi di origine naturale appartenenti alla serie di Uranio e del Torio livelli di concentrazione limite inferiori a 1 Bq/g. Relativamente ai materiali contenenti radionuclidi naturali della serie radioattive del Potassio i valori devono essere inferiori a 10 Bq/g. Quindi, con l'introduzione di tali soglie, si va ad indicare come sia usualmente non necessario creare una regolamentazione specifica.

I così detti BSS, *Basic Safety Standards*, sono quindi degli standard di riferimento per la sicurezza, che si interessano di segnalare l'importanza dell'impatto radiologico nei luoghi di lavoro. In queste si fa direttamente riferimento ai potenziali rischi che i NORM ed i TENORM potrebbero dare luogo se non presi in considerazione. I vari valori riportati, inoltre, sono direttamente derivati dalle indicazioni e tabelle

(1.3d.): le varie commissioni internazionali riportano risultati di indagini epidemiologiche condotte sulla popolazione residente dove il tumore al polmone è visto, statisticamente, come quello con il maggiore tasso di crescita. Le cause riportate sono l'esposizione prolungate in condizioni d'inquinamento indoor incrementato, parallelamente, dalla presenza di gas radon stimato almeno in un range di 100 Bq/m^3

(1.3e.): si parlerà in questo caso di interruzione dell' "equilibrio secolare". Questo significa che il processo geologico di naturale decadimento, viene alterato, facendo saltare l'equilibrio nella presenza di isotopi detti padre e quelli detti figlio. Infatti, per l'isotopo detto figlio si assiste al suo ugualgiare la velocità di decadimento del padre. Questo fa sì che la sua concentrazione vada ad essere costante, poichè esso decade tanto velocemente tanto quanto velocemente viene prodotto dal decadimento dell'isotopo padre. Tale situazione si manifesta così già presso i giacimenti in seguito alle operazioni estrattive. Ovviamenete si assisterà al manifestarsi del fenomeno anche durante i processi di trasformazione successivi, condotti in ambito industriale.

di dati desunti a loro volta da valutazioni condotte da EURATOM, in funzione di simulazioni che prendono in considerazione impatto ambientale in una data scala, comunque gravosa a fini di sicurezza.
Ritroviamo così:

- concetto di esclusione
- concetto di esenzione
- concetto di allontanamento

I tre concetti possono essere schematicamente riassunti come:

- il concetto di esclusione:

  si applica quando considerate le caratteristiche delle fonti di esposizioni si verifica l'impossibilità di applicazione diretta del sistema di regolamentazione, perchè non realistico od eccessivamente difficoltoso.

- il concetto di esenzione:

  si attua qualora le sorgenti di radiazioni e/o le pratiche ad esse legate, nell'essere analizzate, non rientrino nelle specifiche delle regolamentazioni del sistema. Questo perchè l'attuazione del sistema al di sotto delle soglie minime di rischio previste con l'inserimento del caso in analisi nel sistema, risulterebbe poco efficiente o dannoso.

- il concetto di allontanamento:

  detto anche di *clearance*, si attua quando nonostante il caso in analisi risulti compatibile con il sistema di regolamentazione, le caratteristiche facciano escludere rischi rilevabili e tali, quindi, da far escludere la necessità di applicazione dei vari protocolli previsti dal sistema di regolamentazione.

In queste norme, emerge poi la volontà di suggerire dei valori di soglia specifici, evidenzia come non solo i materiali da costruzione commercializzati, ma anche i terreni dove ci si approvvigioni scavando una data risorsa, i terreni edificabili siano, al pari degli edifici ed indipendentemente dalla tipologia e finalità d'uso, assoggettabili a regolamentazione e controllo. Tali valori sono riportati in sievert [Sv] e suoi multipli. ([1.3.f])

Come affrontato nel capitolo precedente, è proprio il sievert [Sv] la grandezza dosimetrica dell'equivalente di dose, a darci contezza degli effetti del trasferimento di energia da una fonte di radiazioni ionizzanti ad un elemento bersaglio costituito da materia vivente. ([1.3.g])

Ovviamente, anche i valori di dose efficace per l'esposizione annua al quale un lavoratore ed una persona estranea alla specifica attività, sono tutti tabellati e così, come vengono suggerite nella IAEA del 2008, in relazione all'utilizzo dei

(1.3.f.): Riportiamo nella Immagine XX, Ente di riferimento Unscear, anno 2000.
(1.3.g.): La dose efficace, espressa in sievert [Sv], è definita come la somma ponderata delle dosi equivalenti ai vari organi e tessuti. Il valore quindi racchiude in sè informazioni relative alla qualità ed alle condizioni di irradiazione che vengono immesse nel calcolo utilizzando specifici fattori correttivi.

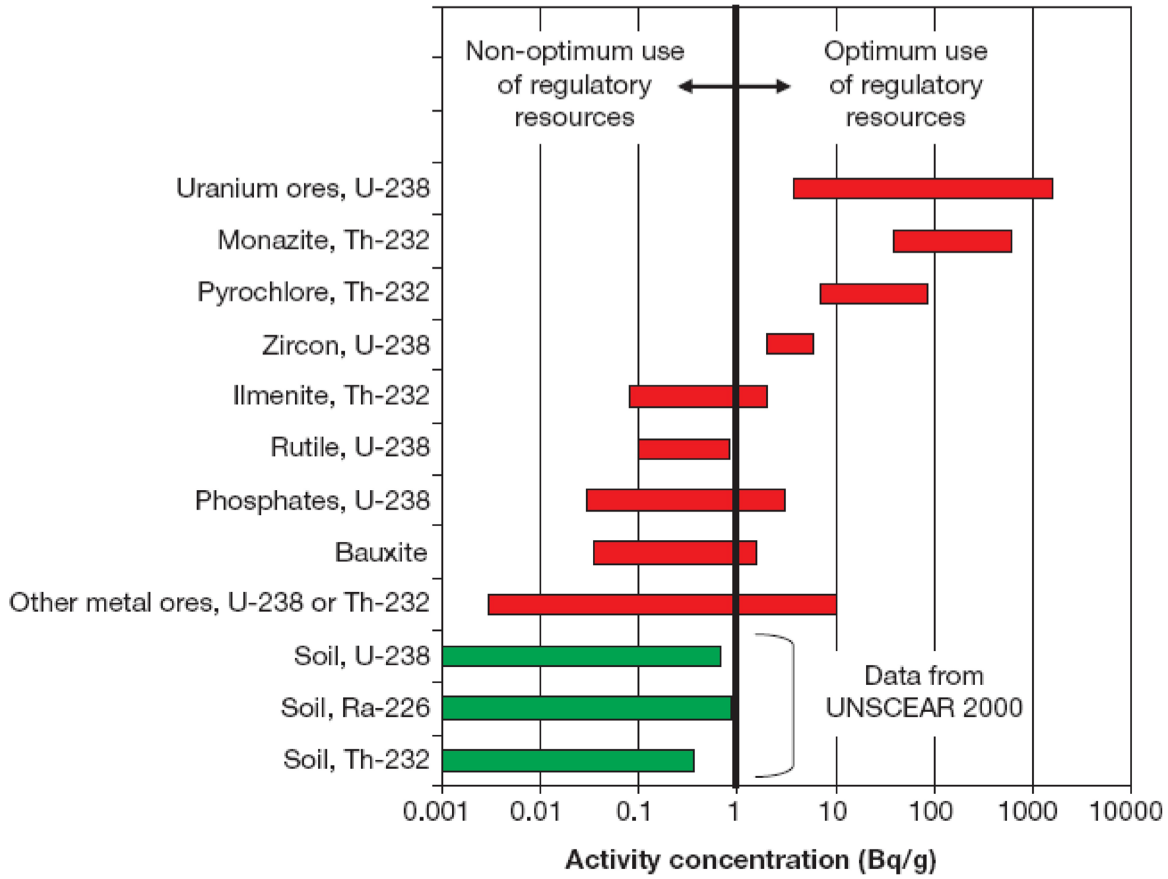


Figura1.3.2.: In questo grafico, sono riportati per un confronto immediato anche dati di concentrazione di attività di materiali con concentrazione di attività più elevata, ma che vengono usualmente trattati in fasi produttive e quindi poi commercializzati. I valori ottenuti sono in funzione della distribuzione di concentrazione dei radionuclidi di origine naturale nel suolo. **Ente di riferimento UNSCEAR, anno 2000**.

materiali rientranti nella macro categoria dei materiali NORM si trova elenco un elenco di valori soglia specifico.

Possiamo così leggere come per quanto riguarda limiti di soglia massima, si indicano per le aziende che vendono o processano materiali NORM, criteri di dose per l'esecuzione pari a 1 mSv/anno [1 mSv/y] per i lavoratori, e di 0.3 mSv/anno (0.3 mSv/y) per la popolazione. Questi valori, rappresentano il massimo valore suggerito per un anno intero di esposizione e vengono indicati come la dose efficace annuale.

L'AMBITO EUROPEO

Anche nello specifico dell'ambito europeo, le indicazioni relative ai livelli di pericolosità di esposizione in ambito lavorativo, quindi la soglia della dose ammissibile per salvaguardare la salute dei lavoratori e della popolazione, è stata presa a riferimento la direttiva EURATOM, European Commission Services Considerations with regard to natural radiation sources in BSS Directive, 01/2009, portando alla pubblicazioni anche delle Normative Europee Radiation Protection 122, part 1 e 2 [1.3.h), (1.3.i)] Anche in queste ritroviamo i principi per l'applicazione dei concetti di esenzione e clearance contenute e suggerite dalla IAEA introducendo i BSS, (Basic Safety Standards). Quindi, si hanno degli standard di riferimento per la sicurezza che si interessano di segnalare l'importanza dell'impatto radiologico nei luoghi di lavoro, dove i vari valori riportati sono direttamente derivati dalle indicazioni e tabelle di dati desunti, a loro volta, da valutazioni condotte da EURATOM, in funzione di simulazioni che prendono in considerazione impatto ambientale in una data scala, comunque gravosa e, ovviamente, sempre a fini di sicurezza.

QUADRO SINTETICO DELLE NORMATIVE DI RIFERIMENTO IN ITALIA
CRONOLOGIA SINTETICA

In Italia la prima legge quadro in materia di radiazione, nonostante i vari precedenti Decreti e Leggi promulgate mano a mano negli anni, si può individuare nella Legge n° 1860 del 31 Dicembre 1962 relativa "l'Impiego pacifico dell'energia nucleare", seguita a soli due anni dopo, dall'integrazione contenuta nel D.P.R. n° 185 del 13 Febbraio 1964 a favore della "Sicurezza degli impianti e la protezione sanitaria dei lavoratori e delle popolazioni contro i pericoli delle radiazioni ionizzanti derivanti dall'impiego pacifico dell'energia nucleare".
Col progredire degli anni e quindi anche della tecnologia, sono stati via via pubblicati svariati decreti applicativi, legati all'aggiornamento dal punto di vista tecnologico dei Decreti Leggi in vigore sino ad allora. Si giunge così a metà degli anni novanta, dove si trova D.Lgs n° 230, del 17 Marzo 95, introdotto per sostituire tutti Decreti e Leggi precedenti. Infatti, con quel Decreto Legislativo venivano assimilati i contenuti delle direttive EURATOM e delle indicazioni dell'ICRP60([1.3x]) pubblicate in materia di radiazioni ionizzanti. Queste nello specifico erano le direttive EURATOM n°: 80-836, 84-467, 89-618, 90-641, 92-3.
L'anno successivo, correva l'anno 1996, viene introdotta la Direttiva Europea EURATOM 29/96, che verrà recepita dall'Italia solamente quattro anni dopo con la pubblicazione del D.Lgs. n° 241 del 26 Maggio 2000, intitolato: "Attuazione della direttiva 96/29/EURATOM in materia di protezione sanitaria della popolazione e dei lavoratori contro i rischi derivanti dalle radiazioni ionizzanti". Anche in questo D.Lgs il Legislatore ha elencato con l'Allegato I Bis le attività lavorative da monitorare con controlli periodici in quanto sicuramente coinvolte nell'impiego diretto o meno di materiali NORM.
Allo stato attuale, questa è la normativa di riferimento per il nostro Paese in materia di radiazioni ionizzanti. Infatti, nonostante l'introduzione a livello europeo della Direttiva Europea EURATOM n° 59 del 05 Dicembre 2013, l'Italia al momento, settembre 2019, non ha ancora recepito la nuova direttiva.

(1.3.h.): Radiation Protection 122, PRINCIPLES FOR THE APPLICATION OF THE CONCEPTS OF EXEMPTION AND CLEARANCE FORWORK ACTIVITIES ACCORDING TO TITLE VII BASIC SAFETY STANDARDS

(1.3.i.): ICRP, 1991b. 1990 Recommendations of the International Commission on Radiological Protection. ICRP Publication 60, Ann. ICRP 21 (1–3).

I CAMPIONI ESPOSTI METODI DI VALUTAZIONE

1.4

CONCETTI BASE, METODOLOGIA DI VALUTAZIONE ADOTTATA

Per le valutazioni delle qualità schermanti dei campioni sviluppati, come verrà approfondito nei capitoli seguenti, si è ricorso ad un'analisi di spettrometria gamma, esponendo i campioni all'attività di due sorgenti scelte da laboratorio. In questo specifico paragrafo dedicato ai metodi addottati per capire e quantificare i comportamenti del materiale preparato quando irradiato, introducendo quelle che sono poi i metodi di calcolo adottati nello svolgimento del Cap 3.4 - pag xxx, per le verifiche dei dati sperimentalmente acquisiti nel Cap. 2.4 - pag xxx così da ottenere rispettivamente i valori relativi al coefficiente lineare di assorbimento LAC, al coefficiente di assorbimento massico o coefficiente di assorbimento di massa MAC, alle due misure di HVL e TVL, rispettivamente acronimi per Half Value Layer, spessore minimo necessario al dimezzamento dell'intensità della radiazione incidente, e Tenth Value Layer, spessore minimo necessario alla riduzione ad un decimo della radiazione incidente.

E riprendendo quanto accennato nel Cap 1.1 relativamente alle caratteristiche di interazione dei fotoni con il materiale colpito ed attraversato, ricordando sempre che i fotoni non hanno carica propria. Questo rende impossibile le collisione dette inelastiche tipiche del primo singolo impatto e potrebbe portare ad un fascio di fotoni che attraversi il materiale senza degradare dal punto di vista energetico, ma solo il totale dell'intensità del fascio uscente potrebbe essere attenuato.

Inoltre, si è preso in considerazione che il materiale costituente i nostri bersagli sia più o meno capace di interagire con i fotoni che lo attraversano, in funzione di tutti gli elementi che lo caratterizzano. Quindi, nello svolgimento dei calcoli si è affrontato il problema, cercando di definire nel migliore dei modi la composizione della pasta cementizia preparata, facendo riferimento a dati recuperati nel leggere diverse pubblicazioni, alle composizioni suggerite anche dai software di calcolo testati, nonchè dai risultati sperimentali ottenuti dalle analisi EDS eseguite direttamente sui campioni.

E' stato necessario poi considerare in proporzione la percentuale in peso di biossido di bismuto additivato in maniera specifica per ogni serie di campioni confezionata. Riportiamo i calcoli, le tabelle ed i grafici nello svolgimento del Cap. 3.4.

Riprendendo quanto accennato nel Cap 1.1 relativamente alle caratteristiche di interazione dei fotoni con il materiale colpito ed attraversato, è giusto ricordare sempre che i fotoni non hanno carica propria.

Questo rende impossibile le collisione dette inelastiche tipiche del primo singolo impatto e potrebbe portare ad un fascio di fotoni che attraversi il materiale senza degradare dal punto di vista energetico, ma solo il totale dell'intensità del fascio uscente potrebbe essere attenuato.

Abbiamo quindi la relazione esponenziale che pone in relazione le intensità dei fasci di radiazione entrante ed uscente relative ad un materiale assorbente:

$$I = I_0 \, e^{(-m\,X)} \qquad [cm^{-1}]$$

dove abbiamo che:

I_0= energeia entrante
μ = coefficiente lineare di attenuazione LAC,
x= spessore [cm]

IL COEFFICIENTE DI ASSORBIMENTO MASSICO MAC

Per il calcolo del coefficiente di assorbimento massico MAC si è ricorso alla seguente formula:

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_i^n w_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \qquad \left[\frac{\mu}{\rho}\right] = [cm^2/g]$$

Si è proceduto così al calcolo delle frazioni in peso "w" dei singoli elementi che costituiscono l'impasto utilizzato per la preparazione dei bersagli in cemento. Inoltre è stato possibile confrontarci con i valori calcolati dal software XCOM.

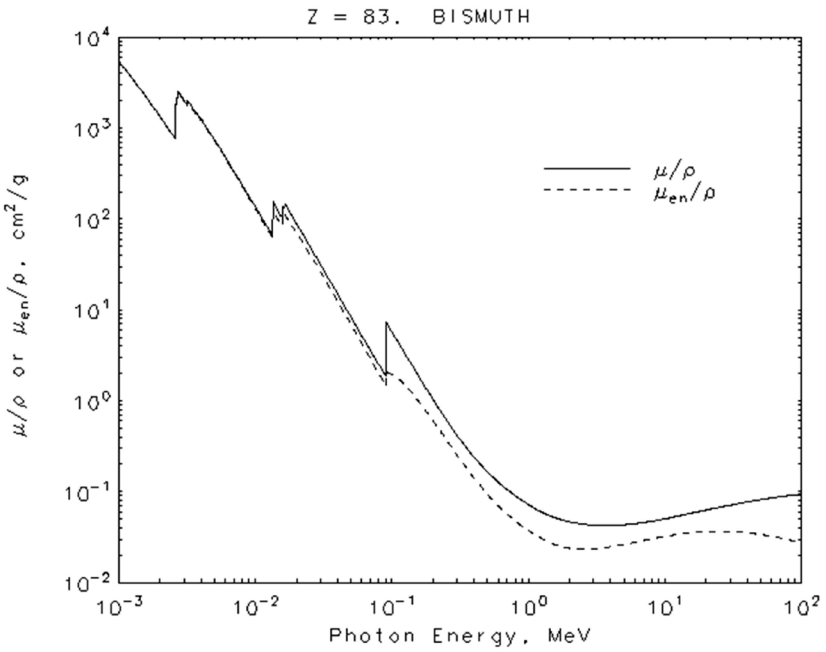


Figura1.4.1.: Bismuto Cross Section Area

GLI SPESSORI MINIMI HVL E TVL

Le due misure di HVL e TVL, vengono semplicemente ottenute partendo dal valore del coefficiente lineare di attenuazione con le seguenti formule:

$$HVL = \ln 2 / \mu \qquad [HVL] = [cm]$$

$$TVL = \ln 10 / \mu \qquad [TVL] = [cm]$$

Esse rappresentano valori utili come i precedenti per comprendere rapidamente il comportamento del materiale sottoposto ad irradiamento. A livello progettuale, nell'ambito delle schermature sono valori molti utili ed usualmente anche questi sono già tabellati.

Abbiamo quindi affrontato tutti i calcoli supponendo il setup di tipo scevro dall'influenza di effetti addizionali come fenomeni di build up. Questo anche quando si è aumentato lo spessore addizionando bersagli differenti. La decisione è stata presa in considerazione della poca energia delle sorgenti utilizzate, della relativa omogeneità del materiale irradiato essendo spessori ottenuti con la medesima pasta cementizia, quindi caratterizzati da una Z_{eff} relativa, una densità ed una concentrazione per unità di volume di additivo che consideriamo identici.

Queste approssimazioni comunque non dovrebbero essere molto distanti dalle condizioni reali, essendo appunto il materiale un cemento, quindi un materiale considerato pesante, e l'intensità dell'energie dei fotoni emessi dalla sorgenti utilizzzate molto al di sotto del valore considerato come soglia per lo scaturire del fenomeno E_{min} = 3MeV. Si è inoltre cercato di ottenere facce più levigate possibili e quindi aderenti, ricercando quindi un buon allineamento con sorgente, collimatori e tubo fotomoltiplicatore, consapevoli che nell'eventualità di un'esperienza di misura condotta esponendo un materiale con una geometria nella disposizione delle varie parti concepita erroneamente od anche semplicemente non allineata bene, si possono venire a generare fenomeni ulteriori da addizionare a quelli secondari naturalmente generatisi con il primo impatto delle radiazioni attraversanti il materiale.

Accenniamo in estrema sintesi a come potrebbe essere affrontato il calcolo di una schermatura in caso di fattori di *build-up*. Per affrontare tale problema nella pratica poi, non esiste una soluzione che si possa definire univoca, ma si dovrà procedere ad una attenta valutazione caso per caso. Inoltre, il problema risulterà tanto più complesso, tanto più eterogeneo risulterà l'insieme dei materiali attraversati dalle radiazioni.

Ovviamente tutto dovrà sempre tenere in conto della geometria e della tipologia di sorgente e radiazioni. Soprattutto nel caso di una valutazione allo scopo di identificare i fattori di rischio di esposizione, perchè si avrà un problema, a quel punto, legato alla verifica delle dosi di esposizioni ed anche a fattori di utilizzo e tempo di permanenza di operatori o publlico. In questo caso, le attenzioni dovranno essere ancora maggiori e si dovrà verificare come, eventualmente, i fattori di build up possano andare ad elevare la soglia del livello di dose o se vengano dissipate localmente dallo spessore dei vari materiali dando luogo o meno ad altri effetti.

Seguendo quindi le varie indicazioni fornite dalle normative, la verifica dovrà essere a quel punto condotta con un disegno preciso, misurato dove sono verificate tutte le criticità. Solo con un progetto rigoroso si potrà tenere in conto dei fenomeni di interazone nel volume, legati alla presenza di impianti passanti le barriere eventualmente predisposte, la natura di solai e pareti, cosa vi sia nei locali attigui etc. Quindi, risulta evidente come queste siano verifiche condotte nella piena consapevolezza dei fattori di rischio specifici ed esclusi del singolo progetto.

VALUTAZIONE DEL FATTORE DI ACCRESCIMENTO O BUILD UP

in questo caso, avremo che la legge di attenuazione lineare per la ricerca del coefficiente μ diventa:

$$I = I_0 B(x,E\gamma)e^{-\mu x} \qquad [cm^{-1}]$$

e dove abbiamo che

$B (r, E\gamma) \geq 1$, rappresenta il fattore di build up.

SCHERMATURA MULTISTRATO

Nel più che probabile caso in cui ci si trovasse nelle condizioni di dover valutare una serie di materiali sovrapposti costituenti una barriera multistrato bisognerà valutare le specifiche fenomenologie derivanti dalla reazione di impatto delle radiazioni in arrivo con ogni singolo materiale.
Avremo così che: in presenza di fotoni come nel nostro specifico caso di valutazioni, una porzione di essi, in funzione dell'energia propria e dell'intensità del fascio, attraverserà gli strati di materiale per intero e senza attenuazione del valore energetico posseduto.

In tal modo, avremo che una certa percentuale dei fotoni interagirà con ogni singolo strato a partire con probabilità, sin dalla superficie prima colpita di ognuno, dando luogo alla generazionie di radiazioni secondarie non necessariamente riassorbite dallo spessore del materiale incontrato. Quindi, queste radiazioni secondarie, andranno probabilmente a colpire o meno lo strato successivo, generando lì altre reazioni o finendo per essere assorbite e dissipate.

Quindi, partendo dalle caratteristiche del fascio di radiazioni iniziali, si affronterà il calcolo per ogni strato, tenendo conto della trasformazione del fascio iniziale in funzione di ogni specifico strato, valutando via via le variazioni indotte dall'interagire con il materiale degli strati via via incontrati. E poi, cosa altrettanto fondamentale, si dovranno verificare i vari spettri energetici, in considerazione del tipo di effetto probabilmente generatosi con l'impatto primo, poi con il secondo materiale considerando anche le interazioni delle radiazioni secondarie.

L'IMPORTANZA DELLA DISPOSIZIONE DEL MATERIALE IN FUNZIONE DEL NUMERO ATOMICO

Inoltre, ricordiamo come già accennato, che è fondamentale anche l'ordine con il quale materiali diversi affrontano la radiazione. Infatti è sempre in funzione del tipo di materiale, della sue specifiche quali in numero atomico, la sua densità

etc a caratterizzare la tipologia e qualità delle radiazioni, elettroni o particelle in uscita.

Esempio tipico riportato [07] per meglio comprendere il fenomeno è quello di pensare ad irradiare uno schermo acqua+piombo con una data radiazione di fotoni, con un'energia sotto il MeV. In primo luogo si deve valutare che nello specifico, l'interazione fra i fotoni e l'acqua sarà caratterizzata in maniera dominante dai fenomeni derivanti dall'effetto compton. Mentre i fenomeni derivanti saranno prevalentemente dovuti all'effetto fotoelettrico.

Quindi, se fosse attraversata per prima l'acqua dalle radiazioni incidenti si avrebbero dall'acqua le emissioni di radiazioni secondaria ad energia inferiore derivante secondo l'effetto Compton
Questo da un'idea dell'importanza del prendere coscienza dei fotoni che si sono diffusi interagendo con il materiale attraversato.

CASO STUDIO: SCHERMO DOTATO DI DUE ELEMENTI

Consideriamo un elemento schermante costituito dalla sovrapposizione di due materiali, due pannelli posti in stretto contatto.

Si avrà che il flusso di fotoni Φ_u che non hanno interagito sarà calcolabile con la:

$$\Phi_u = \Phi_0 \exp[-(\mu_1 a_1 + \mu_2 a_2)]$$

Come riportato dal Prati [07] il calcolo viene complicato dal fatto che le radiazioni come i fotoni essenzialmente monocromatici, fuoriescono dalle prime interazioni con emanazioni di tipo multi cromatico.

La complicazione aggiuntiva sta nel fatto che le varie tabelle rese disponibili [07],sono riferite sempre ad interazioni con fotoni monocromatici, cosa che risulta perfetta per il calcolo relativo alla previsione del valore di build up a seguito dell'attraversamento di un solo strato, ma non agevola in caso già di soli due strati, soprattutto se eterogenei per materiale e dimensioni.

Ecco che quindi vengono suggerite [03],[04], [07] delle approssimazioni necessarie per approcciare almeno una stima di massima del fenomeno, partendo dal verificare il setup irradiato in funzione del numero atomico dei materiali costituenti i vari strati e del livello di energia della radiazione in ingresso.

Avremo così che a seconda dei valori di Z e del livello di energia della radiazione

gamma incidente si opterà per un valore di build up di compromesso secondo la tabella:

Radiation type	Radiation weighting factor, w_R
Photons	1
Electrons, muons	1
Protons, charged pions	2
Alpha particles fission fragments, heavy ions	20
Neutrons	A continuous function of neutron energy

Figura1.3.2.: In questo grafico, sono riportati per un confronto immediato anche dati di concentrazione di attività di materiali con concentrazione di attività più elevata, ma che vengono usualmente trattati in fasi produttive e quindi poi commercializzati. I valori ottenuti sono in funzione della distribuzione di concentrazione dei radionuclidi di origine naturale nel suolo. **Ente di riferimento UNSCEAR, anno 2000**.

Essendo il Fattore Bm legato direttamente al numero atomico Z del materiale attraversato dalle radiazioni, per l'individuazione dei suoi valori relativamente ad un materiale eventualmente non riportato nelle tabelle, si potrà procedere interpolando i dati già presenti.

In generale, si noti come per il calcolo esatto quindi dei valori ricercati necessari ad un corretto dimensionamento, risulterà un problema abbastanza complesso già dal primo spessore impattato dalle radiazioni. Non a caso, usulamente la progettazione delle schermature, soprattutto se desitnate a strutture complesse con impianti destinati a lavorazioni o ricerca, è ormai assolta facendo uso di programmi di simulazione basati su simulazioni Monte Carlo.

02

capitolo 2

i materiali utilizzati

i metodi di preparazione dei campioni

i materiali scelti

CEMENTO PORTLAND

MATERIALE 1
CEMENTO PORTLAND

2.1

Si riporta un breve sintesi del percorso che ha portato alla nascita del cemento tipo Portland, sottolineando come vi si sia giunti mano a mano, anche sotto la spinta della ricerca compiuta nel tentativo di comprendere e carpire i segreti di costruzioni che spesso sono giunte a noi praticamente senza subire alterazioni. Dopo il successo commerciale conosciuto praticamente da subito del cemento Portland, questo tipo di interesse andò scemando, in favore della ricerca sul nuovo materiale artificiale.

Oggi assistiamo nuovamente ad un ritorno in auge della questione, con la rinascita di ricerche mirate ad approfondire i materiali da costruzione antichi, spesso seguite dal deposito di nuovi brevetti. Ovviamente, tutto sotto la spinta di interessi economici anche forti.

CENNI STORICI

LL'impiego nell'ambito delle costruzioni di leganti idraulici è molto antico. Si sono rinvenuti vari resti di costruzioni in quasi tutti i punti sede di sviluppo delle maggiori civiltà del passato. Probabilmente vale da sempre la regola, che il cercare soluzioni a problemi ricorrenti, porti poi a sperimentare, anche passando magari attraverso processi di sviluppo differenti e con gradi di successo relativo, soluzioni tecnologiche similari, indipendentemente dalla collocazione geografica e del periodo storico. Si ritrovano così testimonianze dell'impiego di malte idrauliche, rimanendo per esempio nell'area del Mediterraneo, risalenti ai Fenici, agli Israeliti, ma è con i Greci ed i Romani poi che questo materiale conosce la maggiore diffusione. Ancora oggi possiamo ammirare resti a testimoniare quanto fossero padroni della tecnica di impiego del materiale. Ed è quindi interessante vedere come in presenza di vulcani attivi negli specifici territori, le due civiltà abbiano considerato l'utilizzo delle polveri piroclastiche così abbondantemente disponibili e per loro altrettanto così facilmente recuperabili. [21], [22], [28]

Infatti, come testimoniato dai vari rilievi e studi condotti nei siti archeologici di Delo, l'isola vulcanica greca di Santorini, era normale creare impasti alla base di malte per intonachi molto spessi ed incredibilmente resistenti, tanto da dimostrarsi incredibilmente durevoli.

Presso i siti archeologici di Delo, ad esempio, confermando anche le indicazioni suggerite come in uso presso i greci da parte di Vitruvio nei suoi scritti, si sono ritrovate resti di abitazioni, tombe, cisterne per la raccolta dell'acqua dove le pareti presentano vari strati di intonaco così resistenti da poter essere distaccati da apparati murari ormai in rovina senza conseguenze [26].

Nello specifico poi di quello che rimane oggi dell'isola di Santorini dopo l'esplosione pliniana di epoca minoica del vulcano, il monte Thera, si hanno resoconti archeologici testimonianza dell'utilizzo di sabbie vulcaniche con caratteristiche molto simili alla pozzolana utilizzata in seguito dai romani. [21],[22],[23]. Inoltre, la qualità delle lavorazioni che via via è emersa grazie alle indagini archeologiche condotte già a cavallo tra la conclusione del milleottocento ed il novecento, risulta essere paragonabile a quella poi utilizzata dai romani. Infatti, gli studi compiuti allora dallo Wilski [21], [25], coi suoi lavori di scavo come i materiali rinvenuti relativamente agli intonaci, alle tecniche quindi di deposizione degli stessi così come per l'impermeabilizzazione di condotti, vasche e le varie cisterne ritrovate avessero tutte caratteristiche assolutamente assimilabili per qualità del prodotto, modalità di lavorazione e messa in opera.

Il Wilski riesce a ricostruire le vicende, annotando che sull'isola erano in uso in epoca minoica almeno tre tipologie di malte composte come segue [21], [25]:

- malta a base di sabbia marina,
(47% di sabbia di mare+43% Carbonato di Ca+10% di pozzolana indicata come terra di Santorini)

- malta a base di testa
(40% di testa+51% di Carbonato di Ca+9% di pozzolana)

- malta a base di pietra pomice
(39% di pietra pomice+43% di Carbonato di Ca+13% di terra di Santorini)

Inoltre a seguito dell'esplosione del monte Thara, la civiltà minoica venne ferita nel suo cuore e così ebbe inizio il periodo di decadenza tale da poter verificare al Wilski la mancanza di continuità anche nella trasmissione di sapere, di tecniche relative all'impiego dei materiali da costruzione. Infatti, non vengono rinvenute nuove tracce dell'impiego delle malte della Santorini minoica dopo il periodo romano già a partire da quello in epoca bizantina. Infatti i ritrovamenti degli archeologi tedeschi come il Wilski sono da ricondurre al periodo di occupazione romana.

(2.1.d): OPUS SIGNINUM o COCCIOPESTO: in riferimento alla città di Signa, odierna Segni era il materiale destinato a costituire il rivestimento posto direttamente a contatto con l'acqua in strutture quali cisterne, vasche in edifici termali e bagni, condutture e raccordi fognari o negli acquedotti per convogliare le acque, le superficie esposte di terrazze, di pavimenti e pareti

Quindi, dopo il periodo minoico è solamente poi con i Romani, che si assiste alla sopravvivenza delle tecnica, alla loro maggiore diffusione, praticamente in ogni territorio che fu controllato da Roma.

Il Wilski riporta come venisse dai romani sull'isola importassero la testa, usandola fondamentalmente come strato di impermeabilizzazione. Riporta esempio poi, di cisterna caratterizzata da spessori interni di malta a base di sabbia marina di 12 cm, rifinito con uno strato di 2 cm di testa [21], [25].

Nello specifico poi di quello che rimane oggi dell'isola di Santorini dopo l'esplosione pliniana di epoca minoica del vulcano, il monte Thera, si hanno resoconti archeologici testimonianza dell'utilizzo di sabbie vulcaniche con caratteristiche molto simili alla pozzolana utilizzata in seguito dai romani. [21],[22],[23]. Inoltre, la qualità delle lavorazioni che via via è emersa grazie alle indagini archeologiche condotte già a cavallo tra la conclusione del milleottocento ed il novecento, risulta essere paragonabile a quella poi utilizzata dai romani. Infatti, gli studi compiuti allora dallo Wilski [25] coi suoi lavori di scavo come i materiali rinvenuti relativamente agli intonaci, alle tecniche quindi di deposizione degli stessi così come per l'impermeabilizzazione di cisterne per la raccolta delle acque di fonti locali e meteoriche.

ROMA

Per la preparazione di una malta idraulica a base di calce procedevano miscelando la sabbia d'origine vulcanica ancora oggi nota come pozzolana. In alternativa o in parte potevan far uso anche del così detto coccio pesto, noto allora come *opus signinum*, costituito da argilla calcinata, recuperando tegole, anfore o mattoni ridotti in polvere molto fina. Questi materiali costituiscono sabbie caratterizzate da una struttura cristallina amorfa o vetrosa, capace di reagire chimicamente con la calce per formare alluminati e silicati di calcio idrati. Questo è alla base delle ottime prestazioni meccaniche del prodotto così preparato.

Le testimonianze storiche, confermate dai vari ritrovamenti archeologici anche recenti, confermano le fonti storiche quali Vitruvio, Plinio il Vecchio etc e testimoniano come i Romani avessero però a disposizioni diverse farine minerali da utilizzare per creare i loro leganti a seconda degli specifici impieghi. Infatti, anche le riletture più recenti hanno mostrato come Vitruvio nelle sue opere, fosse molto attento e particolarmente preciso nel consigliare quali materiali reperire, dove trovare i migliori e la modalità di miscelazione più idonea. Tutto, sempre nell'ottica d'ottenere i migliori risultati sperabili anche in termini di durata dell'opera.

Negli scritti di Vitruvio ritroviamo così come egli individuasse, solamente per la sabbia da addizionare per la creazione opus signinum, ben tre tipologie differenti di quella che lui indica con il termine di harena:

(2.1.e): riferimento a ritrovamenti in nicchia murata c/o villa Adriana

(2.1.f): metto nota sui testi storici .....) (rif. a Plinio il Vecchio, Cicerone, Catone, Varrone tutti scrivo loro trattati sull'agricoltura)

1. *harena fluviatica*
2. *harena marina*
3. *harena fossicia*

Se la radice dell'etimologia della parola calcestruzzo può esser fatta risalire, pare, al latino calcis structio, Vitruvio per indicare il conglomerato a base di pietre e frammenti di laterizi di recupero di varia origine e natura, uniti ad un legante idraulico a base di calce, usava il termine di opus cementitium.
Così, Vitruvio riporta indicazioni sempre molto dettagliate relative alla possibilità di utilizzare in questo caso, ancora la l'harena fossicia ed altre due tipologie di sabbie:

4. *harena fossicia*
5. *testae*
6. *pulvis Baianus*

L' "*harena fossicia*", che poteva presentarsi a sua volta come nera, bianca, rossa ed il "carbunculus", che presentava e presenta ancora oggi caratteristiche estremamente interessanti.

La "*testae*", è una argilla caolinitica calcinata, il cui costituente principale è l'ossido silicato di alluminio, e pare sia stata utilizzata solo dai romani. Al momento, non sono stati ritrovate tracce archeologiche di utilizzo prima o dopo quel periodo storico. Inoltre, è possibile ritrovarla impiegata come ingrediente alla base di tutte quelle malte per gli spessi intonaci stratificati caratteri dell'epoca posti a completamento e protezione e sempre con funzione impermeabilizzante di vasche, cisterne, pavimentazioni di bagni, canali e condotte per l'acqua nelle terme e per gli acquedotti.

Oggi, come noto, nella preparazione di un calcestruzzo si utilizza un cemento di tipo Portland, ponendo molta attenzione nella scelta degli aggregati ed alla loro distribuzione granulometrica. Questo consente di ottenere calcestruzzi con prestazioni in relazione alla resistenza a compressione molto maggiori rispetto a quelle dell'epoca, che comunque sorprendono ancora per la durata e resistenza nei confronti dei vari fenomeni aggressivi.
I romani realizzarono, quindi, un materiale artificiale capace di attraversare i secoli praticamente conservandosi immutato. Questo grazie all'impego di soluzioni che solo di recente sono state studiate per comprenderne le dinamiche chimico-fisiche alla base delle caratteristiche così, ancora oggi, sorprendenti. Da qua, l'attuale scaturire di nuovi studi e brevetti che hanno portato di nuovo in auge gli antichi testi ed anche il tema dei geopolimeri.

(2.1.d): Egli così, nei primi anni del 1700 riuscì ad ottenere l'energia termica necessaria per la propria attività, legata inizialmente alle lavorazioni di rame e piombo, per potersi così dedicare alla lavorazione dei minerali di ferro. Potè così produrre ghisa. Egli così divenne fornitore di una materia prima così prestazionale da consentire di sviluppare nuove macchine, le caldaie per la locomozione, ed i materiali da costruzioni. Si deve poi al figlio, Abram Darby II, il perfezionamento ulteriore del processo, applicando le nuove macchine per alimentare con aria calda gli altiforni ora in fusione di ghisa ed alimentati a coke, consentendogli di raggiungere temperature tali da ottenere del ferro di una qualità via via superiore. Questo passaggio, andato affermandosi gradualmente, permise l'accelerazione nello sviluppo della diffusione del materiale ghisa nello specifico, degli studi scientifici legati al mondo delle costruzioni, della metallurgia, con ricadute in tutti i settori più in generale. Infatti, non a caso poi il nipote Abram Darby III potè farsi promotore della costruzione del primo ponte in ghisa che la storia ricordi, l'Iron Bridge sul Severn.

Per lo specifico argomento trattato nello svolgimento di questa tesi, risultano interessanti ad esempio le sperimentazioni condotte sull'incapsulamento di scorie di materiali radioattivi pensando proprio alle citate caratteristiche di resistenza prolungata agli agenti atmosferici, pur versando in condizioni di abbandono a zero manutenzione protratta. **(2.1.c)**
Con il crollo dell'impero romano, venne meno quindi tutto un sistema produttivo e commerciale delle costruzioni legato anche ad uno fra i più efficienti sistemi di logistica per l'approvvigionamento delle materie prime destinate anche alla costruzioni, che il mondo avrebbe conosciuto di nuovo solo secoli dopo. E così, lentamente, le conoscenze acquisite e comunque tanto diffuse caddero nell'oblio.
Fortuna vuole però che la geologia dei territori imponesse da sempre agli agricoltori pratiche atte a migliorarne la resa. Così, dalla notte dei tempi contadini miscelavano argilla in polvere o grani (non sono giunte a noi testimonianze sulla granulometria) nel terreno o sparso sopra lo stesso al di sotto di piante di vite ad esempio, o miscelandolo a terreni magari caratterizzati già da una geologia ricca di minerali contenenti zeoliti come i tufi **(2.1.d)**. Soluzioni derivate dalla pratica, tramandate, in quanto efficaci, di generazione in generazione nella più totale inconsapevolezza delle reazioni chimiche oggi a noi note. Ma questo fu sufficiente a far sopravvivere la pratica e quindi le tecniche di preparazione di quei materiali tanto lodati già ai tempi dei romani.

IL RINASCIMENTO

Si deve arrivare al 1570, con il trattato sull'architettura scritto dal Palladio [xx] per ritrovare in esso indicazioni relative ad una calce ricavata dalla lavorazione di una roccia calcarea cavata nei pressi di Padova. Quest'ultima veniva segnalata per le sue ottime caratteristiche di idraulicità. Nei suoi scritti il Palladio riporta infatti come fosse in uso da parte dei locali diversi minerali ridotti in polvere. Egli li riporta con nomi quali: sabulo urnectus, tofus diligenter infractus e di carbunculus. Pare quindi il Palladio riprendere gli scritti e le indicazioni di Plinio che riportava sabulum umidum, farina tofi, carbunculus.

Altre testimonianze, da allora in poi, mostrano come le esperienze sulla preparazioni delle calci da costruzioni, via via, conobbero un nuovo sviluppo, sebbene non così variamente specializzate come ai tempi dei Romani.
Bisogna poi sottolineare come quelle calci, indicate già allora come calcina dolce e calcina forte per distinguerle, funzionavano sempre grazie alle impurità argillose contenute nelle rocce calcaree allora tanto lodate. Infatti, è grazie a quegli apporti che, in seguito alla cottura, si andavano ad indurre reazioni chimiche tali da consentire la generazione dei legami chimici, che solo oggi sappiamo essere fondamentali. Infatti, così facendo, indussero la generazione di silicati ed alluminati di calcio capaci di solidificare anche in presenza di acqua,

(2.1.e.): venne introdotto sistema meccanico per l'insuflaggio dell'aria perfezionato da J. Smeaton nel 1760, sostituendo i mantici in favore di un ventilatore posto in movimento grazie ad una ruota idraulica.
(2.1.f.): viene perfezionato ed introdotto il processo di rimescolamento in continuo dei getti fusi di ghisa detto processo di pudellaggio o puddling. Tale operazione garantiva un tenore di carbonio nel prodotto finito più basso, portando alla produzione di una massa pastosa, un acciaio semi-fuso e non più semplice ghisa

producendo in tal modo una calce idraulica, che poi ha conosciuto notevole fortuna. Infatti, la si ritrova in produzione sino praticamente agli quaranta del novecento. Questa veniva ottenuta da una marna calcarea naturalmente ricca di impurità argillose, lavorata e cotta a temperature di circa 1000 °C. E' a queste temperature che si vanno formando i compositi di silicati ed alluminati di calcio responsabili poi della presa e dell'indurimento quando miscelati con acqua.

RIVOLUZIONE INDUSTRIALE

Per un ulteriore fase di sviluppo del materiale, si devono però attendere l'affermarsi delle molteplici tecniche e conquiste tecnologiche sperimentate via via nel tempo. In Inghilterra per prima, anche grazie alla spinta supplementare fornita dal passaggio da un combustibile come la legna ad uno ben più prestazionale come il carbone fossile, vediamo il graduale perfezionare forni capaci di temperature superiori ai 1300 °C. Ricordiamo quindi la figura di Abram Darby che ne perfezionò l'utilizzo, impiegando il carbon coke. Tale attività subì un salto qualitativo maggiore con i suoi discendenti che proseguirono processando il coke per liberarlo dallo zolfo e, poi, dalla silice in eccesso.

Con il perfezionamento tecnologico graduale degli altiforni, con l'introduzione a partire dalla metà del 1700 anche di sistemi di insuflaggio forzato di aria a temperatura elevata[(2.1.e)], si ebbe la possibilità di produrre acciai di qualità decisamente superiori alle ghise ottenute sino ad allora, soprattutto dopo l'inserimento dei fondamentali processi di pudellaggio ad opera di Henry Cort nel 1784[(2.1.f)].
Ed è in questo scenario tanto vitale che le varie ricerche sui materiali da costruzione vengono di pari passo portate avanti. Così nel 1756, John Smeaton prima e poi, quarant'anni dopo, James Parker nel 1796, individuarono nella presenza delle impurità di argilla nelle rocce calcaree calcinate, la causa della rapida presa e quindi indurimento in acqua una volta posti in opera. Nel legante dello Smeaton era previsto l'addizione di argille con percentuali relativamente alte, comprese tra il quindici ed il venticinque per cento. Mentre, nello specifico caso del Parker, è noto che il legante prodotto venisse preparato utilizzando minerali calcarei ed argilla cotta a temperature non molto elevate. Ed a causa del colore tendente al rosso, venne detto cemento romano.

Si deve attendere però il 1818 con L.J. Vicat, per l'introduzione di un nuovo metodo, dove egli riscopriva l'utilità del comporre, macinandoli prima, la miscela di minerali calcarei ed argille, da cuocere poi a temperature comprese fra i 500 ed i 1200 °C. E' grazie al suo lavoro che si iniziò a distinguere tra calci e cementi di origine naturale e quelli artificialmente preparati. Entrambi i leganti idraulici sono basati sullo stesso minerale calcare con tracce di argilla di partenza, mentre per il cemento si tratta della cottura di una miscela preparata artificialmente.
Altra data significativa è quella del 1824, quando Joseph Aspdin creò in Inghilterra la prima vera e propria fabbrica per la produzione di cemento Portland. Nel 1840 egli inaugurò la seconda azienda in territorio francese, a Boulogne sur Mer.

Questi sono anni intensi, in ogni ambito, e quello delle costruzioni anche per via della politica espansionistica dei vari imperi dell'epoca, non era da meno. Di conseguenza anche la sperimentazione legata all'impiego di un materiale tanto promettente come il cemento veniva vista come qualcosa sulla quale investire. I risultati venivano poi mostrati al mondo durante manifestazioni internazionali quale fu ad esempio l'Esposizione Universale di Parigi.

Nel 1854 con J.C. Johnson, si hanno i primi risultati dei suoi studi sulle prestazioni meccaniche dei cementi. Egli si applicò allo studio dei rapporti ideali fra i minerali di calcare e quelli di argilla, in relazione alla temperatura di cottura. Questo con il preciso intento di produrre un cemento dalle prestazioni meccaniche le più elevate possibili.

E nel 1860, ad opera di M. Chatelier si ha la definizione della composizione a livello chimico-fisico dei vari costituenti il cemento, dando il via di fatto alla produzione industriale del cemento.

Così nel 1861si trova Francois Coignet a presentare i propri manufatti progettati e costruiti in cemento armato. Essi erano esempi applicativi, già basati sulla realizzazione di elementi costruttivi quali volte, travi, tubazioni, condutture e similari.

Ma è poi con il 1867 che si arriva al riconoscimento del primo brevetto sul cemento armato, riconosciuto a Joseph Monier, relativamente alla possibilità di costruire vasi, ornamenti, recipienti vari, rigorosamente poi presentati all'Esposizione Internazionale di quell'anno. Da quell'anno il Monier fu prolifico di idee ed ottenne altri brevetti, sino a giungere a quello del 1870, ritenuto come cruciale per lo sviluppo del cemento armato. Da lì in poi, fu un proliferare di esempi costruttivi e di sviluppo di tecniche e lavorazioni per l'utilizzo del cemento in praticamente ogni settore immaginabile.

Sul finire dell'Ottocento l'interesse e la diffusione per questo materiale da costruzione era tale che nel 1896 in Francia, per iniziativa delle aziende produttrici del cemento Portland, si assistette alla nascita della rivista ufficiale "Le Ciment". Iniziativa poi che nel giro di qualche anno venne copiata dalla Maison Hennebique con la creazione della rivista dedicata dal nome "Le Béton Armé".

Da allora il successo del materiale non ha conosciuto praticamente sosta, anche grazie alla continua ricerca e sviluppo atta a migliorarne le prestazioni. Oggi, così, il cemento rappresenta uno dei prodotti industriali più diffusi sul pianeta, alla base dello sviluppo di tutti i Paesi ed in ogni ambito possibile. Questo, in funzione di una domanda ora tanto diffusa, consente all'industria del cemento di giungere alla produzione annua di volumi incredibili di materiale.

I cementi attuali, salvo rare eccezioni, sono tutti di origine artificiale, intesi come derivanti dalla miscelazione artificiale, ottenuta ricombinando vari minerali ed additivi, e creata in maniera mirata a seconda delle caratteristiche specifiche che il prodotto dovrà garantire. Quindi, trattasi di un prodotto industriale, progettato e testato in laboratorio sino ad affinarne la composizione stabilendone così, ed a priori quindi, i vari parametri da seguire poi durante il ciclo produttivo.

In Italia, la ormai millenaria tradizione legata alla produzione di cementi e quindi poi calcestruzzi, viene portata avanti in cementerie a ciclo completo, dove tecnologia e controlli sono garanzia di un prodotto di alta qualità. In questi impianti, distribuiti in maniera strategica sul territorio nazionale, incontriamo centri specializzati per il recupero della materia prima necessaria a garantire l'approvvigionamento delle stesse, provvedendo magari già in loco alle prime fasi necessarie di selezione e prima riduzione per macinazione. Tali materie prime, usualmente minerali di CaO (Ossido di Calcio), SiO_2 (Ossido di Silice), Fe_2O_3 (Ossido di Ferro), MgO (Ossido di Magnesio), Al_2O_3 (Ossido di Alluminio), sono poi trasportate a cementerie dette a ciclo completo. In esse, si produrrà quindi poi il clinker, costituente base di ogni cemento.

LE FASI DI PRODUZIONI DEL CEMENTO

Il processo produttivo del cemento tipo Portland segue, come altri processi di produzione industriale, un ben definito e preciso protocollo che inizia dalle fasi di estrazione e raccolta della materia prima necessaria, usualmente in siti che consentano oltre all'approvvigionamento dei materiali, magari anche la collocazione in situ dell'intera struttura destinata alla produzione del materiale. Infatti, non è raro veder sorgere tali impianti in prossimità delle cave e dei corsi d'acqua usualmente attigui, che garantiscono così anche l'acqua necessaria alle varie fasi legate alla produzione del cemento, oltre, magari alla produzione di energia attraverso una piccola centrale idroelettrica dedicata, collocata sulla stessa presa d'acqua dell'impianto.

Possiamo riassumere nelle seguenti fasi i vari passaggi necessari alla produzione del cemento Portland. Esse sono:

- Fase d'estrazione, o reperimento, delle materie prime necessarie
- Fase di riduzione per frantumazione
- Fase di polverizzazione e miscelazione dei componenti il così detto crudo
- Fase di cottura
- Fase di raffreddamento, polverizzazione ed addizione di gesso
- Fase di macinazione del clinker
- Fase di imballaggio e spedizione

(2.1.g.): Il calcare estratto in cava, subisce di solito vari processamenti che vanno da una frantumazione primaria direttamente in situ mediante un frantoio al fine di ridurne da subito le dimensioni, ma che rimangono ancora grossolane (pezzatura sui 300-350 mm), alla prima vagliatura per eliminare lo "sporco". Con sporco si intende, in questo caso, il materiale residuale della prima frantumazione, tutti gli sfridi di roccia calcarea avente diametro inferiore ai 25 mm. Anche questo prezioso materiale viene recuperato ed utilizzato poi per la produzione del così detto cemento grigio.
Il minerale giunto all'impianto viene frantumato e ridotto a dimensioni inferiori agli 80 mm, quindi viene realizzata una seconda vagliatura. In questa fase, si opera il recupero del calcare compreso fra i 5 ed i 20 mm (inviato alla linea di produzione del cemento bianco), quello inferiore ai 5 mm (destinato alla linea del cemento grigio), mentre si recupera, per un ulteriore passaggio nel frantoio, tutto il materiale con dimensioni superiori ai 20 mm. Il minerale di calcare così recuperato, viene stoccato nei sili di alimentazione dei molini di macinazione per la preparazione del "crudo", sia esso quello della linea per il cemento bianco o grigio.

Appena le materie prime arrivano a destinazione vengono lavorate e ridotte per frantumazione condotta in appositi frantoi ([2.1.g]) e frantoi-essicatori ([2.1.h]), a dimensioni omogenee e tali da consentirne un'ulteriore riduzione per macinazione più fine, eseguita poi in appositi molini ([2.1.i]) provvedendo, già durante questa operazione, alla miscelazione delle rocce contenenti carbonato di calcio con altri minerali, ceneri e quanto richiesto dalla formulazione scelta. In tal modo, si va a creare quella che sarà la farina minerale già nella corretta composizione ([2.1.j]),([2.1.k]), che, diretta poi al forno rotativo per la fase di cottura, darà luogo alle reazioni chimico-fisiche necessarie per la trasformazione della miscela in un clinker dalle caratteristiche proprie specificamente ricercate per il tipo di cemento da produrre.
Tale prima fase di polverizzazione dei minerali e preparazione della miscela destinata alla cottura in forno è detta macinazione del crudo.
Ovviamente, tale farina risultante dalla miscelazione di vari minerali può prevedere l'inserimento di argille, ceneri, addittivi di varia natura, ..., materiali reperiti in loco o da fornitori. ([2.1.l])

In funzione della composizione, il preparato conterrà anche una percentuale più o meno alta di acqua. Tale tenore di umidità propria è direttamente conseguente dalle scelte dei vari costituenti, e porta a prevedere poi tre diverse tipologie di produzione del clinker:

1. La via umida: le farine preparate conterranno una percentuale residua di acqua compresa tra il 17 ed il 45%. La consistenza della farina, usualmente posta in vasche apposite, è tale da poterla definire come una melma, tale da poter esser spinta ad alimentare il forno di cottura con l'impiego di pompe.

2. La via semi-secca: in essa, le farine prodotte hanno un tenore di umidità residuale con percentuali di acqua comprese tra il 10 ed il 20%. L'alimentazione del preparato che si presenta sotto forma di granuli più o meno grandi, avviene attraverso nastri di trasporto.

3. La via secca: l'umidità residua è inferiore all'1%. La percentuale di acqua è mantenuta bassa sin dalle prime fase di lavorazione dei vari costituenti della farina di cemento.

Sino ad un recente passato, si seguiva la metodologia produttiva in funzione della natura dei materiali trattati, quasi costringendosi spesso, per questioni legate al rapporto costo/benefici, alla via semi-secca o, spesso, alla via umida a causa della disponibilità di minerali caratterizzati da una percentuale di acqua relativamente alta, dotati quindi di una consistenza morbida, facilmente spappolabili in acqua

(2.1.h): Frantoi-essiccatori per la riduzione dei materiali costituenti la componente umida degli ingredienti per la formazione del clinker. Vengono anche detti "magri". Essi possono essere argille, ceneri, ... alla base del contenuto finale di Fe, SiO2, Al2O3.
(2.1.i.): Molini a tamburo orizzontale a sfere. La riduzione delle dimensioni del materiale avviene grazi alla combinazione di urto esercitato dalle sfere in acciaio movimentate all'interno del tamburo rotante ed attriti anche fra materiali. Il materiale così macinato viene poi sottoposto ad un'ulteriore selezione in base alle dimensioni, grazie all'azione del flusso d'aria presente nel separatore dinamico posto a valle del molino. Il materiale in polvere viene convogliato nel separatore utilizzando un trasportatore a nastro. Nel separatore il materiale più grossolano è recuperato e convogliato nuovamente al molino a tamburo.
(2.1.j.): Il prodotto derivante dalla macinatura viene verificato con analisi ai raggi X, al fine di garantire la giusta composizione percentuale dei vari componenti la farina. In questa fase è possibile intervenire per correggere eventuali discrepanze rilevate nella composizione.
(2.1.k.): I minerali di calcare e le diverse materie prime costituite dai cosiddetti magri sono tutte insilate e vengono estratte utilizzando macchinari che misurano e dosano il materiale. Sono dette pondero-dosatori a nastro e vanno ad alimentare i mulini orizzontali a sfere, fornendo loro le quantità necessarie già corrette.

o perché in presenza di materie prime di difficile combinazione.
L'industria moderna della produzione del cemento Portland, è praticamente tutta ormai orientata nella produzione per via secca. Anche in quei Paesi dove le condizioni climatiche sono meno favorevoli, il ciclo di produzione è stato via via affinato per poter garantire un'alimentazione del forno di cottura con prodotti costituiti da polveri asciutte.

Infatti, per ottimizzare i vari processi legati alla fase di cottura, le farine create in un moderno cementificio vengono preventivamente essiccate sfruttando il calore recuperato dal forno di cottura stesso. Con l'introduzione di tale scelta tecnologica, oltre ad ottimizzare complessivamente a livello di bilancio energetico il ciclo di produzione, si porta ad avere dei clinker prodotti e quindi, poi, dei cementi dalle caratteristiche molto omogenee grazie alla maggiore efficienza ottenuta in fase di cottura del polveri sottili asciutte.

LA FASE DI COTTURA E LA NASCITA DEL CLINKER

Infatti, la meccanica prevista nella fase di cottura agevola la trasformazioni chimico-fisiche di polveri, rispetto a masse eterogenee più o meno liquide che nel roto-traslare verso zone via via più calde del forno, dovevano, ovviamente, subire fasi di graduale asciugatura prima di poter dar luogo ai processi chimici desiderati. Il trattare delle polveri asciutte, significa avere una maggiore efficienza nell'interscambio energetico in funzione di superficie e volumi raggiunti di materia prima trattata.

Comunque, indipendentemente dalla via di preparazione iniziale, tale fase risulta fondamentale nel trattare paste più o meno ricche di acqua o polveri già asciutte. Il procedimento prevede uno scambio fra materia detta cruda e gas di combustione che lambiscono il materiale versato all'interno del forno.
Questa tipologia di forno, di tipo orizzontale, è un forno rotativo in acciaio a sezione cilindrica, leggermente inclinato orizzontalmente, le cui pareti interne sono rivestite di materiale refrattario ceramico. Trattasi di una macchina particolarmente grande, con diametri compresi tra i 4 ed i 7 m e lunghezza del solo cilindro rotativo avente estensioni comprese tra i 50-60 m ed i 100-170 m. ([2.1.m])

Il così detto crudo viene quindi immesso nella parte più alta del forno inclinato, mentre dall'estremità inferiore un bruciatore è già attivo ed incrementa la temperatura all'interno del forno sino a superare la soglia dei 1450-1500 °C nella porzione, quella collocata in basso, più vicina ai bruciatori.

Bisogna sottolineare come il volume interno del forno per tali scelte nella configurazione, risulterà caratterizzato dall'avere un flusso di gas molto turbolento spinto verso l'alto ed a temperatura differente, via via crescente mano a mano che ci si avvicina alla zona dei bruciatori. Questa peculiarità è alla base del verificarsi delle varie reazioni chimiche che porteranno alla formazione del clinker. Guardando nel dettaglio, si avrà così che il materiale immesso avanzi verso il basso per gravità e perché sollevato dal movimento rotativo del forno stesso. Tale movimentazione di rototraslazione consente di avere un'esposizione al calore del forno in maniera relativamente omogenea di tutto l'impasto o polveri immesse, sino alla cercata vetrificazione superficiale dello stesso ed alla conseguente

([2.1.n]) I processi di calcinazione e carbonatazione sono ottenuti spillando il 40% circa del calore necessario all'intero processo dal forno. Il restante 60% è fornito introducendo lo stadio, il calcinatore, dotato di appositi bruciatori.

([2.1.o]). Sinterizzazione, spiegare in generale e nello specifico.

formazione di granuli di grossezza variabile, normalmente compresa tra i 3-5 mm ed i 30-50 mm circa di diametro. Tali granuli sono il così detto clinker, il componente base per i vari tipi di cemento che verranno poi creati nelle fasi successive del processo.

Quindi, partendo dalla parte più alta caratterizzata da temperature più basse, il materiale immesso trova temperature intorno ai 100 °C. In tale zona si ha una prima fase di perdita di acqua, qualora fossimo in presenza di un impianto che seguisse la via umida o semi-secca. Via via poi che il materiale scende verso zone a temperatura più elevata, avvengono altri processi di trasformazione chimica sino al completamento della decarbonatazione sui 900 - 1000 °C e successivo innesco delle reazioni di clinkerizzazione, con la formazione dei silicati di calcio raggiunta la temperatura di cottura finale di 1450 °C.

Va ricordato come tale schema nella realtà di un impianto moderno venga integrato da passaggi introdotti con gli anni, finalizzati all'ottimizzazione energetica dell'intero processo produttivo, ponendo anche attenzione alle problematiche ambientali in relazione alla liberazione in atmosfera di inquinanti legati alle varie fase di processamento.

Così incontriamo ormai, come accennato, nuovi forni con integrato un intero impianto dedicato al preriscaldamento del crudo. Trattasi di una torre a cicloni a cinque stadi, specificatamente studiata per incrementare la temperature delle polveri sino la soglia dei 950 °C. Nei cicloni è insufflato gas caldo proveniente dal livello più basso, in modo che le polveri, le farine del crudo, cadendo via via dal ciclone più alto, giungano all'ultimo stadio, posto a livello inferiore, alla temperatura desiderata. L'efficienza generale è garantita dall'architettura stessa dei miscelatori ciclonici, dove praticamente tutte le particelle del materiale inserito vengono a contatto con i gas caldi, vengono accelerate sulle pareti del ciclone stesso, scivolano per gravità verso il basso mentre i gas turbolenti caldi proseguono verso l'alto liberi dalla parte solida. In tal modo nella parte bassa conica di ogni ciclone si avrà la concentra della parte solida riscaldata, pronta per essere avviata alla fase successiva del processo.
In questo turbinare nei vari cicloni, le farine immesse subiscono quei processi che erano prima esclusivamente lasciate avvenire direttamente nel forno rotativo. Così, con maggiore efficienza energetica globale, si processerà con successo praticamente il totale delle materiale inserito nella torre a cicloni, ottenendo un materiale di qualità e globalmente omogeneo per caratteristiche. Quindi, nei cinque stadi le farine del crudo vengono a scaldarsi partendo dai 100 ai 450 °C perdendo l'eventuale presenza di acqua residuale incorporata od acquisita nei processi di formazione. Sino a giungere alla sezione dedicata, il calcinatore, dotata di bruciatori per incrementarne la temperatura dai 600 sino la soglia dei 950 °C per ottenere la decomposizione del CaCO3, il carbonato di calcio, con conseguente liberazione di anidride carbonica. ([2.1.n])

Nel mentre il flusso di gas caldi che risale e quindi esce dall'ultimo stadio ciclonico, viene convogliato con ventilatore apposito. La temperatura del flusso a questo punto del processo è scesa dagli iniziali 950 °C a circa 300 - 350 °C.

Quindi, a questo punto del processo, le farine vengono convogliate al forno di

([2.1.p]) Esistono anche sistemi di raffreddamento ad acqua, usualmente poi legati ad impianti di recupero dell'energia termica e di cogenerazione, per lo sfruttamento del calore reimpiegabile così anche per l'asciugatura successiva del clinker o reimmessi nel ciclo produttivo.

([2.1.q]). Nei moderni impianti di produzione, i gas di combustione in uscita sono spinti attraverso un sistema di filtri (elettrofiltri) per recuperarne le particelle in sospensione. Mentre l'aria riscaldatasi in questa operazione di raffreddamento del materiale in

cottura per la fase finale della lavorazione finalizzata alla formazione del clinker. Nella parte più alta del forno, in caso di impianto carente della torre di preriscaldamento, avremo anche le fasi di essiccazione e decarbonatazione dei granuli o delle paste immesse. In questo caso, quindi, intorno ai 750 °C avremo perdita di acqua, usualmente contenuta nelle argille. Tale fase, detta di prima disidratazione, comporta l'evaporazione dell'acqua eventualmente libera e combinata. Nelle fasi successive, dette di decarbonatazione e di calcinazione, fra i 900 ed i 1000 °C, si avrà liberazione di anidride carbonica e volatilizzazione degli alcali. Superata la soglia dei 1000 °C, avvicinandosi alla porzione del forno con temperature intorno ai 1200 °C, avremo la formazione di silicato bicalcico C_2S_{21} e di alluminato tricalcico.

Ovviamente, tutte le fasi della cottura nel forno rotativo sono attentamente monitorate, verificando costantemente le temperature del forno, i livelli di monossido di carbonio CO ed anidride carbonica CO_2, al fine di garantire i processi di trasformazione chimica necessari all'ottenimento di un buon prodotto, ma anche per monitorare i consumi di combustibile ottimizzando il processo di riscaldamento del forno.

Quando finalmente il materiale raggiunge le zone più basse dove abbiamo la temperatura più alta, 1450 °C, esponendosi anche all'irraggiamento diretto della fiamma dei bruciatori riscaldanti il forno, il materiale ormai è ridotto in granuli sferoidali. Ed in essi avverranno le ricercate reazioni di sinterizzazione ([2.1.o]) e la conseguente vetrificazione parziale caratteristica del materiale nelle porzioni più esterne.

ESTRAZIONE, RAFFREDDAMENTO E RECUPERO DEL CLINKER

All'uscita del forno rotativo, il clinker viene sottoposto ad un salto termico notevole, scaricandolo su un sistema a griglia, dove raggiunge rapidamente i 100 °C grazie all'immissione di getti di aria forzata ([2.1.p]), ([2.1.q]). Lo scopo di tale operazione è quella di stabilizzare rapidamente i componenti chimici formatesi in cottura.

I granuli di clinker ora raffreddatisi, possono essere convogliati per una prima riduzione delle dimensioni del materiale ad un frantoio apposito. Da questo viene accumulato o direttamente inviato ai sili di alimentazione dei molini del cemento, dove verrà macinato e ridotto in polvere. A questo punto il materiale ottenuto o viene stoccato o prosegue ai sili di alimentazione di molini orizzontali a sfere, dove verrà miscelato con gesso e gli componenti secondari ([2.1.r]) col quale andranno a costituire il prodotto finito. Una volta ottenuta una consistenza dei grani finissima, il cemento viene insaccato pronto per la vendita.

uscita dal forno, viene riconvogliata al bruciatore del forno stesso ed in parte al calcinatore della torre di preriscaldamento. La porzione relativamente più fredda sfruttata per l'asciugatura del carbone usato come combustibile solido, là ove fosse ancora in uso, eventuali impianti di cogenerazione o reimmessa anch'essa nel forno).

([2.1.r]). Questi molini orizzontali a sfere, simili a quelli destinati alla macinazione del crudo, ricevono anche le polveri recuperate dai filtri dei gas in uscita dal forno di cottura grazie all'introduzione degli stessi nel separatore dinamico. La miscela finale quindi del cemento prodotto, conterrà queste polveri residuali, le più sottili rimaste in sospensione nel flusso dei gas uscenti dal processo di cottura, anche dopo esser passati nel filtro dinamico. Tali particelle sono comunque assolutamente compatibili ed assimilabili al clinker prodotto.

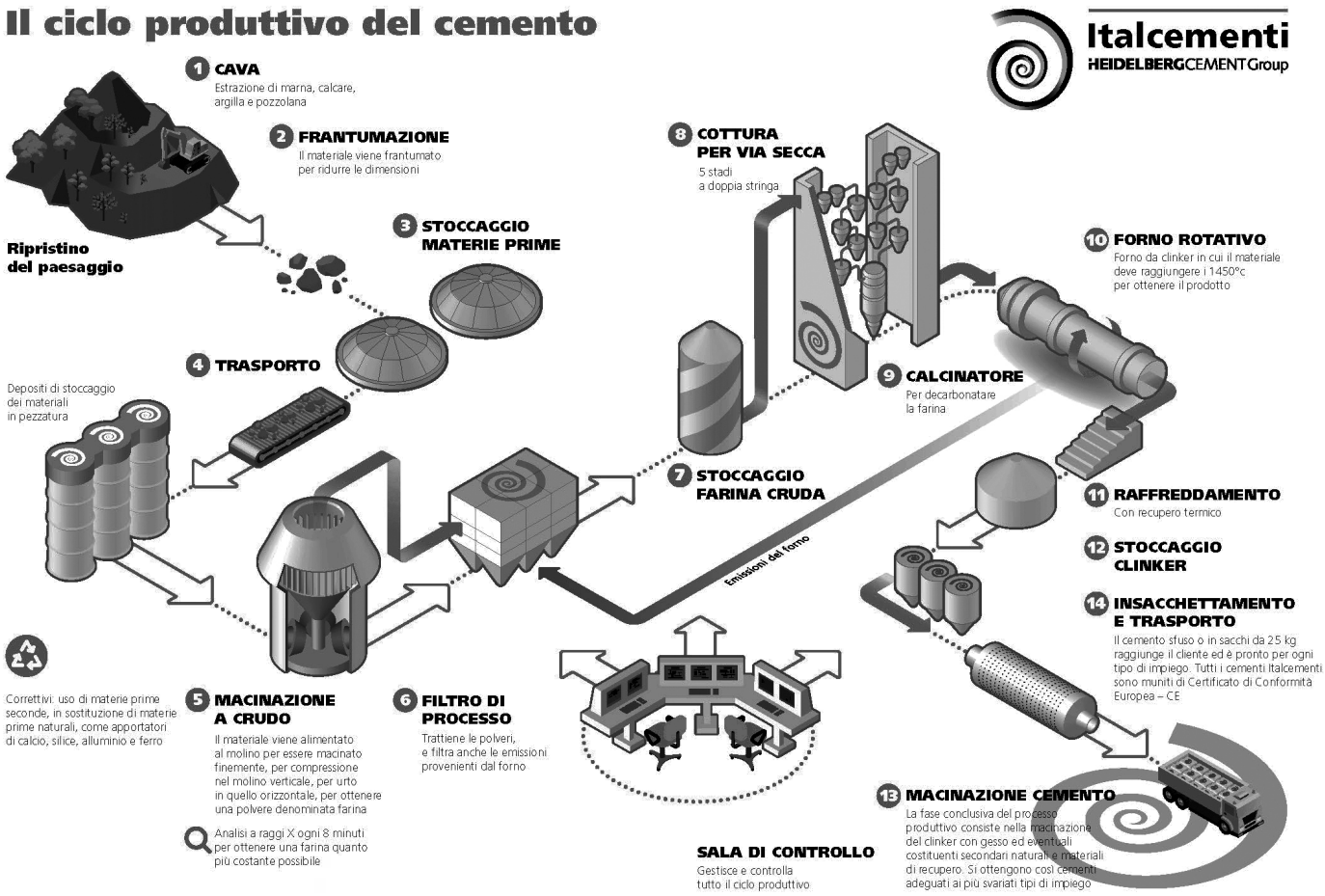


Figura 2.1.1.: Direttamente tratta dal sito del produttore del cemento utilizzato per confezionare i nostri campioni bersaglio, lo schema dei vari passaggi caratterizzanti il loro ciclo produttivo. (italcementi, Heidelberg Cement Group, http://www.italcementi.it)

TIPI DI CEMENTO
INDIVIDUATI DALLA NORMATIVA DI RIFERIMENTO UNI EN 197 et UNI EN 197/1

La Normativa Europea acquisita dall'Italia con D.M. il 13 settembre 1993 come Norma UNI EN 197 classifica i cementi in funzione della propria composizione, individuando cinque tipologie (percentuali in massa):

- CEM I : Cemento tipo Portland. Costituito dal 95% di clinker, + elementi secondari. N.B. = la % degli additivi non deve superare l'1%.

- CEM II : Cemento tipo Portland di miscela. Sono individuate un totale di 19 sottocategorie. La presenza di clinker non deve mai essere inferiore al valore limite individuato del 65%.

- CEM III : Cemento d'altoforno con tre sottocategorie. Clinker presente in miscela con valori superiori al 5%. La presenza di loppa d'alto-

PROSPETTO I – *Tipi di cemento e composizione - Percentuali in massa.*(1)

Tipo di cemento	Denominazione	Sigla	Clinker K	Loppa d'altoforno granulata S	Microsilice D(3)	Pozzolana naturale P	Pozzolana industriale Q(4)	Cenere volante silicica V	Cenere volante calcica W	Scisto calcinato T	Calcare L	Costituenti secondari(2)
I	Cemento Portland	I	95-100	-	-	-	-	-	-	-	-	0-5
II	Cemento Portland alla loppa	II/A-S	80-94	6-20	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		II/B-S	65-79	21-35	-	-	-	-	-	-	-	0-5
	Cemento Portland alla microsilice	II/A-D	90-94	-	6-10	-	-	-	-	-	-	0-5
	Cemento Portland alla pozzolana	II/A-P	80-94	-	-	6-20	-	-	-	-	-	0-5
		II/B-P	65-79	-	-	21-35	-	-	-	-	-	0-5
		II/A-Q	80-94	-	-	-	6-20	-	-	-	-	0-5
		II/B-Q	65-79	-	-	-	21-35	-	-	-	-	0-5
	Cemento Portland alle ceneri volanti	II/A-V	80-94	-	-	-	-	6-20	-	-	-	0-5
		II/B-V	65-79	-	-	-	-	21-35	-	-	-	0-5
		II/A-W	80-94	-	-	-	-	-	6-20	-	-	0-5
		II/B-W	65-79	-	-	-	-	-	21-35	-	-	0-5
	Cemento Portland allo scisto calcinato	II/A-T	80-94	-	-	-	-	-	-	6-20	-	0-5
		II/B-T	65-79	-	-	-	-	-	-	21-35	-	0-5
	Cemento Portland al calcare	II/A-L	80-94	-	-	-	-	-	-	-	6-20	0-5
		II/B-L	65-79	-	-	-	-	-	-	-	21-35	0-5
	Cemento Portland composito	II/A-M	80-94	<----------6-20(5)---------->								
		II/B-M	65-79	<----------21-35(5)---------->								
III	Cemento d'altoforno	III/A	35-64	36-65	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		III/B	20-34	66-80	-	-	-	-	-	-	-	0-5
		III/C	5-19	81-95	-	-	-	-	-	-	-	0-5
IV	Cemento pozzolanico	IV/A	65-89	-	<----------11-35---------->				-	-	-	0-5
		IV/B	45-64	-	<----------36-55---------->				-	-	-	0-5
V	Cemento composito	V/A	40-64	18-30	-	<----------18-30---------->			-	-	-	0-5
		V/B	20-39	31-50	-	<----------31-50---------->			-	-	-	0-5

(1) I valori del prospetto si riferiscono al nucleo del cemento, escludendo solfato di calcio e gli additivi.
(2) I costituenti secondari possono essere filler oppure uno o più costituenti principali, sempre che questi non siano inclusi come costituenti principali nel cemento.
(3) La proporzione di microsilice è limitata al 10%.
(4) La proporzione di loppa non ferrosa è limitata al 15%.
(5) La proporzione di filler è limitata al 5%.

forno porta ad individuare tre sottocategorie fondamentali:

- CEM III/A = Presenza di loppa compresa tra il 36 e 65%
- CEM III/B = Presenza di loppa compresa tra il 66 e 80%
- CEM III/C = Presenza di loppa compresa tra il 81 e 95%

- CEM IV : Cemento pozzolanico. Materiale pozzolanico quali ceneri volatili, microsilice

- CEM V : Cemento composito. Ottenuto con l'aggiunta di loppa d'alto forno e vari costituenti pozzolanici al clinker.

La seconda normativa di riferimento, la UNI EN 197/1, prendendo in considerazione la resistenza meccanica a compressione del cemento, individua sei classi di resistenza. (xx)

PROSPETTO II – *Requisiti meccanici e fisici.*

Classe	Resistenza alla compressione N/mm²				Tempo di inizio presa	Espansione
	Resistenza iniziale		Resistenza normalizzata			
	2 giorni	7 giorni	28 giorni		min	mm
32,5	-	≥ 16	≥ 32,5	≤ 52,5	≥ 60	≤10
32,5 R	≥ 10	-				
42,5	≥ 10	-	≥ 42,5	≤ 62,5		
42,5 R	≥ 20	-				
52,5	≥ 20	-	≥ 52,5	-	≥ 45	
52,5 R	≥ 30	-				

LE PRINCIPALI REAZIONI CARATTERISTICHE DEL PROCESSO DI FORMAZIONE DEL CLINKER

Riportiamo per completezza riassunte qua di seguito le reazioni caratteristiche del processo direttamente connesse al livello di temperatura raggiunta dal materiale nel suo procedere all'interno del forno.

Intorno alla temperatura di 750 °C l'acqua ancora eventualmente presente, soprattuto nelle argille va ad evaporare.
Tale fase, è detta di prima disidratazione, e comporta la relativamente rapida evaporazione dell'acqua sia che fosse libera o combinata, dando così luogo alla seguente reazione:

$$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2(H_2O) \rightarrow Al_2O_3 + 2SiO_2 + 2H_2O$$

E tali passaggi, come già riportato sopra, si possono definire tipici per impianti di vecchia generazione, caratterizzati dalla mancanza delle fasi di asciugatura e riduzione in polveri del crudo, prima del carico nel forno rotativo sfruttando altra linea specifica od il recupero del calore del forno di cottura stessa.

Le fasi successive, dette di decarbonatazione e di calcinazione, avvengono fra i 900 ed i 1000 °C, con conseguente liberazione di anidride carbonica e volatilizzazione degli alcali. Siamo in presenza, quindi, delle seguenti reazioni:

$$CaCO_3 \rightarrow CaO + CO_2$$

$$MgCO_3 \rightarrow MgO + CO_2$$

$$CaO + Al_2O_3 \rightarrow CaO \cdot Al_2O_3$$

$$2CaO + SiO_2 \rightarrow 2CaO \cdot SiO_2$$

$$2CaO + Fe_2O_3 \rightarrow 2CaO \cdot Fe_2O_3$$

Superata poi la soglia dei 1000 °C, avvicinandosi alla porzione del forno con temperature intorno ai 1100-1200 °C, avremo la formazione di silicato bicalcico C_2S_{21} e di alluminato tricalcico:

- silicato tricalcico, od alite, C_3A: $2CaO + CaO \cdot Al_2O_3 \rightarrow 3CaO \cdot Al_2O_3$

- silicato bicalcico, o belite, C_2S: $2CaO + SiO_2 \rightarrow 2CaO \cdot SiO_2$

Con temperature ormai giunte ai 1200 °C, si avranno le condizioni per la formazione dell'alluminato ferrito tetracalcico, C_4AF secondo la reazione:

$$CaO \cdot Fe_2O_3 + 3CaO \cdot Al_2O_3 \rightarrow 4CaO \cdot Al_2O_3 \cdot FeO \cdot C_4AF$$

Infine, raggiunta la soglia più alta di temperature comprese tra i 1250 ed i 1450 °C, si andrà formando il costituente principale di un cemento clinker: il silicato tricalcico C_3S.

$$2CaO \cdot SiO_2 + CaO \rightarrow 3CaO \cdot SiO_2 \cdot C_3S$$

Ovviamente, tutte le fasi della cottura nel forno rotativo sono attentamente monitorate, verificando costantemente le temperature del forno, i livelli di monossido di carbonio CO ed anidride carbonica CO_2, al fine di garantire i processi di trasformazione chimica necessari all'ottenimento di un buon prodotto, ma anche per monitorare i consumi di combustibile ottimizzando il processo di riscaldamento del forno.

Quindi, i principali costituenti di un clinker comprenderanno rispetto al peso per unità di volume, in ordine di importanza percentuale relativa:

- il silicato tricalcico, o alite, C_3S, con il 50% in peso;
- il silicato bicalcico, o belite, C_2S con il 25% in peso;
- l'alluminato tricalcico, o celite, C_3A, con l'12% in peso;
- l'alluminato ferrito tetracalcico, o brownmillerite, C_4AF, con l'8% in peso.

materiale 2

OSSIDO DI BISMUTO

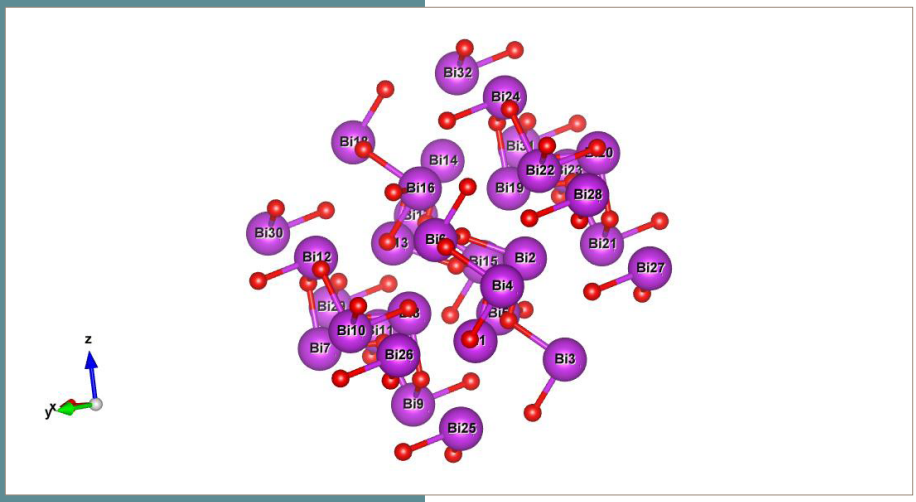


Figura 2.2.1.: immagine dell'ossido di bismuto Bi2O3 ottenuta con il software VESTA.
Si possono apprezzare la distribuzione particolarmente ordinata per piani paraleli degi atomi di ossigeno che ne includono un altro dove trovano posto gli atomi di bismuto.

MATERIALE 2
OSSIDO DI BISMUTO

2.2

L'OSSIDO DI BISMUTO

Il materiale scelto come additivo per la creazione dei campioni in pasta di cemento è l'ossido di bismuto.
Le motivazioni alla base della scelta sono l'alta concentrazione di atomi di bismuto note per le capacità di attenuazione delle radiazioni ionizzanti, la sua mancanza di tossicità nei confronti degli organismi biologici.

Nello specifico, il materiale è un prodotto selezionato, da laboratorio, con caratteristiche di purezza e qualità del prodotto molto alte. Infatti, si presenta come una polvere finissima di colore giallo chiaro, di consistenza omogenea e molto simile al talco. Non è solubile in acqua.

In natura, si può ritrovare in forma minerale nella bismutinite, nella bismite,.. dove si presenta nella configurazione cristallina monoclina, mentre altre forme quali quella tetragonale risultano più rare. In Europa giacimenti produttivi sono collocati in Germania. In Italia, giacimenti dove si trovava si collocavano in Piemonte ma vengono considerati esauriti da decenni.

Da un punto di vista della produzione industriale l'ossido di bismuto scelto è forse il composto di bismuto più utilizzato, trovando il suo impiego in vari ambiti, che spaziano dall'ambito medico a quello della produzione di semiconduttori. Infatti, da anni viene studiato per la realizzazione di paste di cementi speciali finalizzati all'uso dentistico, nella produzione di preparati radiopachi in quanto biocompatibile e non tossico. Queste ultime caratteristiche ne fanno propendere l'utilizzo in sostituzione del piombo, notoriamente tossico. Basti pensare anche ai vari impieghi legati alla realizzazione di catalizzatori destinati alla purificazione di acque variamente inquinate.

ossido di bismuto, Bi_2O_3

Da un punto di vista cristallografico l'ossido di bismuto presenta ben cinque forme distinte. E' quindi caratterizzato dall'essere polimorfico, trasformandosi da una fase ad un'altra in funzione della temperatura. Nello specifico del lavoro di questa tesi è stato affrontato il problema nel primo approccio, durante la produzione di nanoparticelle di ossido di bismuto nella sua fase monoclina alfa.

La scelta per svolgimento del tema di questa tesi è caduta sulla fase alfa per la peculiare distribuzione ed orientamento degli atomi dell'ossido in questa fase. Infatti, si presenta caratterizzato da una struttura complessa, dove gli atomi di ossigeno si distribuiscono a costituire due piani paralleli fra loro, includendo nello spazio fra i due, il piano dove sono concentrati gli atomi di bismuto. (fig. 2.2.1)

Quindi, in relazione al tema affrontato, pareva interessante testare un materiale dove già dalla fase cristallina si ha un'organizzazione tanto densa di atomi dalle ben note capacità di interazione con le radiazioni ionizzanti.

Non a caso si ritrovano cristalli di bismuto utilizzati come filtro, capaci di attenuare radiazioni gamma anche intense in complesse macchine, proteggendone la strumentazione di analisi legate allo studio o controllo di reattori nucleari od acceleratori di particelle.

DATI ESSENZIALI DI RIFERIMENTO CARATTERISTICI DEL MATERIALE

LE PROPRIETA' PRINCIPALI DELL'OSSIDO DI BISMUTO

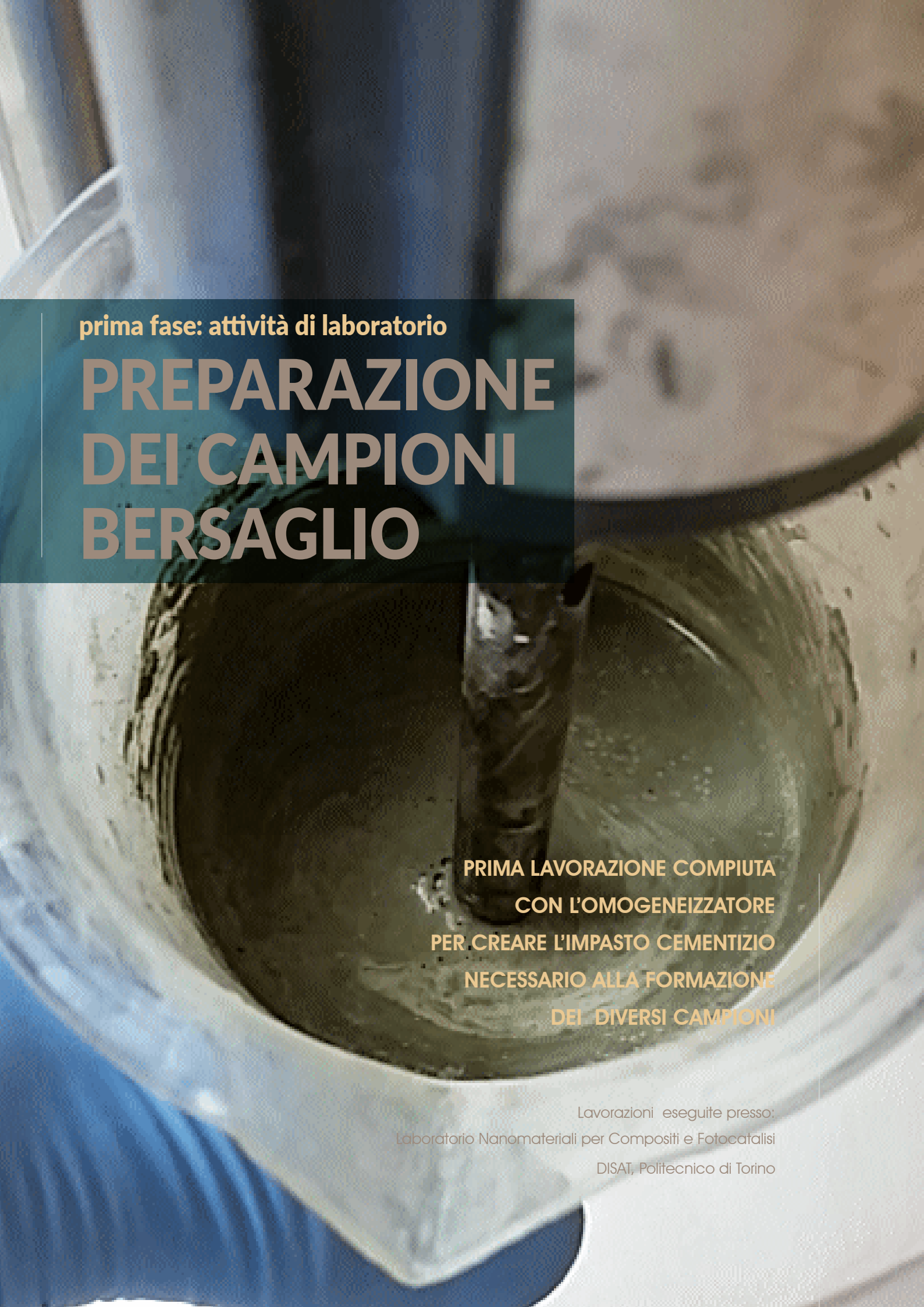
Riportiamo i dati reperibili in generale su vari siti e testi. Per confronto riportiamo in appendice la scheda delle specifiche del prodotto utilizzato per la preparazione dei campioni in pasta di cemento.

Formula chimica:	Bi_2O_3
Indicazioni smile:	O=[Bi]O[Bi]=O
Massa Molare:	465.96 g/mol
Apparenza:	cristalli o polvere di colore giallo
Densità:	8.90 g/cm^3 a 20 °C
Punto di fusione:	817 °C (1090 K)
Punto di ebollizione:	1890 °C (2160 K)
NON SOLUBILE IN ACQUA	0.006 g/L

Presenta solubilità in acido

Struttura cristallina: monoclina

Fonte Dati reperiti da:
- https://www.sigmaaldrich.com/catalog/product/mm/101862?lang=it&region=IT
- https://en.wikipedia.org/wiki/Bismuth(III)_oxide;
- https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Bismuth_III_-oxide
- https://www.britannica.com/science/bismuth/Properties-and-reactions



prima fase: attività di laboratorio

PREPARAZIONE DEI CAMPIONI BERSAGLIO

PRIMA LAVORAZIONE COMPIUTA CON L'OMOGENEIZZATORE PER CREARE L'IMPASTO CEMENTIZIO NECESSARIO ALLA FORMAZIONE DEI DIVERSI CAMPIONI

Lavorazioni eseguite presso:
Laboratorio Nanomateriali per Compositi e Fotocatalisi
DISAT, Politecnico di Torino

FORMAZIONE DEI CAMPIONI BERSAGLIO 2.3

OPERAZIONI DI FORMAZIONE DEI CAMPIONI DA ESPORRE ALL'ANALISI

In questo capitolo tratteremo dell'esperienza relativa alla realizzazione dei campioni bersaglio destinati alle valutazioni con analisi di spettrometria gamma. Anche in questo caso è stato possibile continuare ad operare nel Laboratorio Nanomateriali per Compositi e Fotocatalisi del DiSAT. Tale opportunità, ha permesso di utilizzare delle attrezzature specifiche del laboratorio. Ci premeva infatti, come introdotto all'inizio di questo elaborato, poter ovviare ad alcune delle problematiche riscontrate durante la preparazione degli impasti cementizi dei primi campioni. L'obbiettivo era di produrre la migliore dispersione possibile di materiali poco idrosolubili e relativamente molto pesanti per ottenere la concentrazione più uniforme possibile per unità di volume di materiale potenzialmente schermante le radiazioni. Si è quindi fatto ricorso all'omogeneizzatore già disponibile presso il laboratorio. I risultati sono stati giudicati ottimali sin dal primissimo tentativo e si è deciso subito di proceder nel confezionamento di tutti i campioni con questo metodo. Inoltre, sempre presso questa struttura la disponibilità di attrezzi di varia natura si sono dimostrati utili in più di un'occasione per improvvisare, all'occorrenza, soluzioni utili a risolvere rapidamente. Ad esempio nel recupero dei campioni dai piccoli casseri a perdere in materiale plastico, e la loro successiva riduzione alla misura necessaria al fine delle analisi successive. La seppur breve fase di maturazione per immersione totale dei campioni ha trovato luogo sempre nello stesso laboratorio, come pure la fase di asciugatura. Infatti, anche per il trattamento termico si è potuto sfruttare il forno elettrico parte della macchina per le deposizioni CVD. Il procedimento di asciugatura dei campioni è così durato in maniera continuativa per tre giorni alla temperatura di 45 °C.

MATERIALI

I materiali utilizzati per la preparazione dei campioni in pasta cementizio destinati alle prove di esposizione sono elencati qui di seguito:

- Cemento
- Acqua
- Superplasticizzante
- Ossido di Bismuto

IL CEMENTO

Il cemento utilizzato è un cemento Portland, tipo I, CEM1 52.5R di colore grigio. Il prodotto, fornito in sacco di carta, è l'i.tech ULTRACEM 52,5 R di Italcementi S.p.A. Trattasi di un cemento ultraresistente alto prestazionale, caratterizzato da una percentuale di clinker molto elevata (95 % circa), in unione ad elementi secondari per il restante 5% nel rispetto delle prescrizioni relative alla composizione dei cementi contenute nella UNI EN 197-1. Riporto a tabelle i dati forniti dal produttore per le prestazioni chimico, fisiche e meccaniche del prodotto.

L'ACQUA

Si è posta molta attenzione anche nella scelta dell'acqua destinata alla preparazione dei vari impasti. Infatti, come nei compositi cementizi con i nanomateriali sintetizzati nelle prime esperienze, abbiamo deciso di imporre l'utilizzo di acqua microfiltrata. Inoltre, per le preparazioni e la pulizia degli strumenti in dotazione che venivano a diretto contatto con i vari componenti necessari alla formazione della pasta, si provvedeva ad un primo meticoloso passaggio con alcol etilico da laboratorio, seguito da tre di acqua di tipo deionizzata. L'acqua microfiltrata destinata all'impasto, reperita presso il Laboratorio di Nanoscienze del DiSAT, è del tipo ultra pura (Type 1) spillata da una macchina Direct-Q 3V. La macchina per l'acqua deionizzata è invece una RO Cubic 30/d.

IL SUPERPLASTICIZZANTE

Nella disponibilità di Laboratorio, il Mapei Dynamon SP1. Questo prodotto è un prodotto a base polimerica senza formaldeide, progettato specificatamente per agevolare la dispersione delle paste di cemento caricate con aggregati di varia natura, trovando largo impiego anche nell'industria della prefabbricazione.

L'OSSIDO DI BISMUTO

E' stato scelto di utilizzare un prodotto pronto da laboratorio, con standard di controlli elevatissimi, grado di purezza del 99.9%. La consistenza è assolutamente omogenea e finissima. Le caratteristiche specifiche sono lasciate alla scheda tecnica allegata in appendice come quelle degli altri materiali elencati.

LA FORMAZIONE DEI CAMPIONI

Per la formazione dei bersagli in cemento, si è optato per un contenitore a perdere in materiale plastico in PE, KARTELL modello 736/4. La decisione è stata presa in funzione della disponibilità in laboratorio di una buona scorta degli stessi, per la dimensione in diametro interno utile pari a 28 mm, ed un'altezza interna pari a 50 mm, entrambe compatibili con quella ipotizzate in principio per lo svolgimento dei test di esposizione. Inoltre, il contenitore ha una finitura delle superfici interne molto buona, caratterizzato da pareti molto lisce. Inoltre il materiale risulta facilmente rimuovibile, consentendo un recupero agevole del campione una volta formato. Calcolato quindi il volume interno del cassero a perdere così improvvisato, si è proceduto con il calcolo del peso delle varie componenti la pasta cementizia da preparare, in funzione delle varie percentuali in peso di ossido di bismuto imposto.

Relativamente al rapporto acqua/cemento si è scelto di mantenere il valore canonico di 0.5 e, per il super-plasticizzante a base acrilica, con capacità indurente, acqua riducente ed al contempo anche accelerante, la percentuale imposta è dell'1% rispetto sempre al peso di cemento. Quest'ultimo è il Dynamon SP1, della ditta MAPEI.

Riporto qua a seguito una tabella riassuntiva i dati di peso dei vari componenti l'impasto, dove in funzione delle varie esperienze condotte abbiamo introdotto fattori correttivi come, ad esempio, l'altezza apparente nel calcolo del volume utile del piccolo contenitore cassero. Infatti, avendo misurato un'altezza utile interna di circa 50 mm, compensiamo con un'altezza apparente di calcolo imposta pari ad 80mm. Questa imposizione, apparentemente arbitraria, si è poi dimostrata una scelta vincente. Tutte valutazioni via via dettate dall'esperienza atte a compensare i vari fenomeni di ritiro, evaporazione etc presenti anche per piccoli volumi. Avremo così, come riportato a tabella:

Pesi calcolati per la realizzazione dei campioni bersaglio

Volume per singolo contenitore circa = 30,79 cm3
Peso del cemento calcolato per contenitore = 29,51 g

Materiale necessario per n. 3 campioni	Campione 25 % wt	Campione 50 % wt	Campione 75 % wt	Totale peso [g]
Ossido di bismuto B_2O_3 [g]	22.14	44.25	66.39	132.78
Cemento [g]	88.53	88.53	88.53	88.53
Acqua [g]	53.25	53.25	53.25	53.25
Super plasticizzante Mapei [g]	0.885	0.885	0.885	0.885

tabella 2.3-01: i materiali necessari alla realizzazione di n° 3 campioni.

Nell'operare l'impasto e la colatura nei vari cilindretti di formatura si è controllata sempre la temperatura e ridotte al minimo le tempistiche di esposizione all'ambiente anche controllato del laboratorio. Infatti, colati rapidamente in vari contenitori in ragione di n° 3 cilindretti per ogni preparazione di materiale, si è subitamente proceduto ad accomodarli nel box isolato utilizzato per la prima fase di maturazione dei campioni. Si è provveduto, quindi, a fissarli fra loro ed a connetterli in maniera rigida ai contenitori, parzialmente riempiti di acqua, già predisposti sul fondo del box di maturazione. Tali scelte sono stati imposte dalla volontà di avere sempre atmosfera relativamente satura di vapore acqueo a compensare i fenomeni di evaporazione dell'impasto dei campioni in maturazione.

LA PREPARAZIONE DELL'IMPASTO
LOMOGENEIZZAZIONE DEI VARI COMPONENTI

Molto si è discusso e ricercato esplorando la letteratura di settore, al fine di ottimizzare ed ottenere il migliore dei risultati in questa fase tanto cruciale della preparazione del materiale. Come accennato nell'introduzione della tesi, le prime esperienze condotte con la sintesi dei nanomateriali, e la loro miscelazione nell'impasto per sonicazione, aveva portato a valutare con molta attenzione i vari fenomeni posti in essere durante quella fase. Infatti, i vari micro-cluster formatesi di materiale, insieme ad una separazione e sedimentazione molto rapida, ha fatto pensare ad una forma di micro-cavitazione dovuta al metodo che aveva, in primis, favorito l'isolamento dei materiali già poco idrosolubili e, in seconda battuta, finito con l'agevolare la separazione e quindi la precipitazione con la conseguente sedimentazione finale.

Per tali motivi, si è deciso di utilizzare l'omogeneizzatore già disponibile in laboratorio. Lo strumento è il modello IKA T18 Basic, della ditta Ultra Turrax. Si è ritenuto che per il tipo di mescolamento che esso impone del materiale, avremmo potuto ottenere diversi vantaggi: una minore presenza di cluster di microbolle; un minore stress meccanico sui vari componenti l'impasto evitando fenomeni di micro-cavitazione; nessuno stress termico indotto sempre dalla micro-cavitazione, mantenendo la temperatura dell'impasto praticamente inalterata durante tutta la durata del processamento; durata della lavorazione relativamente breve in funzione dell'efficienza dimostrata dalla soluzione.

Per l'operazione di omogeneizzazione attiva dei vari componenti l'impasto si è imposta una durata complessiva di soli sei minuti, processando il materiale per una durata massima di due minuti alla volta, divisi da un intervallo di fermo di un minuto e mezzo. Da subito appariva evidente la riuscita omogeneizzazione, senza alcuna evidente formazione di bolle, nessuna presenza di residui su parete o fondo del contenitore utilizzato per l'operazione. Ciò ha consentito poi un'agevole e rapida fase di formatura dei campioni bersaglio.

LA MATURAZIONE DEI CAMPIONI APPENA FORMATI
IN AMBIENTE SATURO DI VAPORE ACQUEO

Come sperimentato nelle prime fasi di sviluppo degli impasti cementizi contenenti le nanoparticelle allora sintetizzate, per la fase di maturazione dei nuovi campioni si è deciso di far ancora uso dello stesso contenitore plastico appositamente allestito e coibentato. Questo, avente dimensioni di (50 x 40 x 30) cm^3, consente di avere un proprio volume interno protetto dalle variazioni di temperatura ambientale anche grazie al rivestimento più esterno che lo ricopre interamente in mylar dorato. All'interno si vengono così a generare le condizioni più favorevoli ricercate sia per la temperatura che per l'atmosfera particolarmente satura di vapore acqueo. Tali condizioni, ideali per le prime fasi di maturazione del cemento, si riescono a riprodurre semplicememte aggiungendo altri contenitori riempiti con acqua. Inoltre, vantaggio non trascurabile, il sistema è assolutamente passivo. Non serve fornire energia per ottenere e mantenere tale microclima. Quindi, il funzionamento di questo sistema, si basa fondamentalemente sullo sfruttamento

- L'omogeneizzatore: si notino i tagli verticali della punta adottata. Essa consente, come ben visibile all'atto della pulizia dello strumento con acqua, la generazione di getti relativamente energetici disposti radialmente l'asse verticale della punta, garantendo ad ogni immersione una buona miscelazione del materiale.
- la serie di campioni già formati pronti per la fase di maturazione in acqua.

Laboratorio Nanomateriali per Compositi e Fotocatalisi del DiSAT.

dell'impermeabilità del contenitore che, una volta sigillato, impedisce all'acqua presente inizialmente solo in fase liquida nei vari campioni e, solo relativamente nel volume di aria interno, comunque di evaporare disperdendosi all'esterno. Grazie a ciò, alla pressochè ermetica chiusura del contenitore ed alla coibentazione che impedisce variazioni eccessive di temperatura nel tempo, l'acqua via via evaporata, in funzione di temperatura e pressione di vapore di saturazione raggiunti, finisce col saturare l'atmosfera del volume utile interno di vapore acqueo. Si nota così un notevole fenomeno di condensa sulle superfici del contenitore. E, l'acqua così condensatasi, finisce per depositarsi sul fondo del contenitore stesso, tanto che, alla conclusione anche di questa fase di sperimentazione, il livello di acqua raccolta, perla sola condensazione, superava il centimetro di altezza

Un termoigrometro digitale portatile completa la dotazione del sistema così allestito.

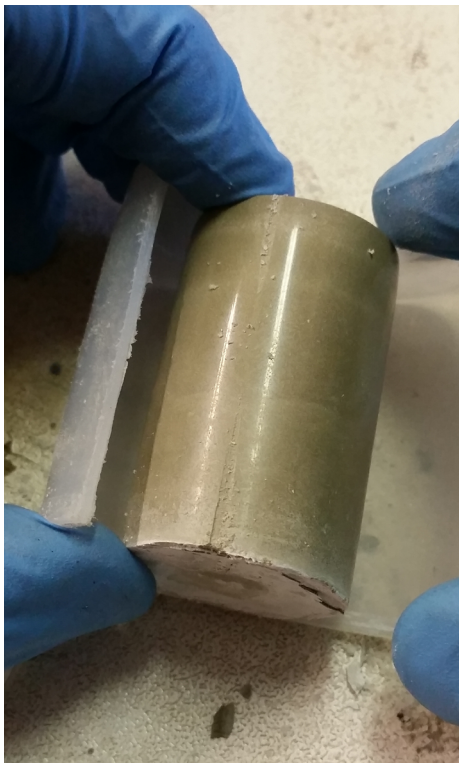
ESTRAZIONE E PRIME VERIFICHE

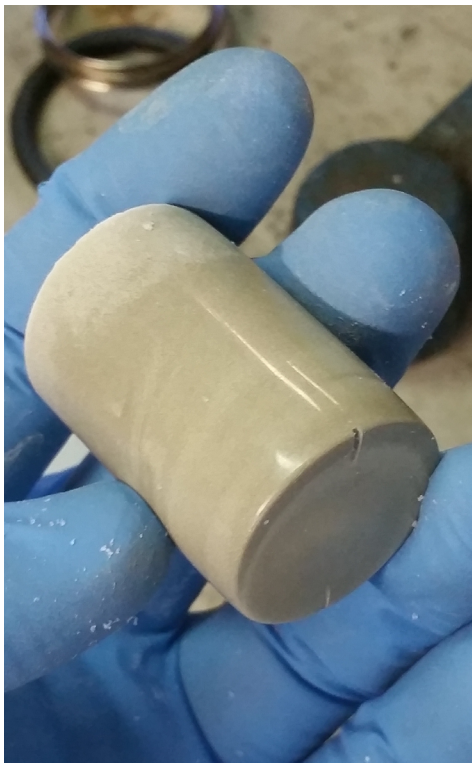
Avendo verificato le condizioni dei campioni, si è deciso per il recupero degli stessi e, quindi, per la loro separazione dal contenitore plastico di formatura dopo solamente cinque giorni.
L'estrazione si è operata tagliando il contenitore plastico effettuando un numero di tre incisioni, due longitudinali ed una orizzontale sul fondo chiuso. Questo per poter asportare metà del contenitore, cercando così di sollecitare il meno possibile i vari campioni. A conclusione del recupero, si sono verificati la conformità delle dimensioni e del peso di tutti i campioni.

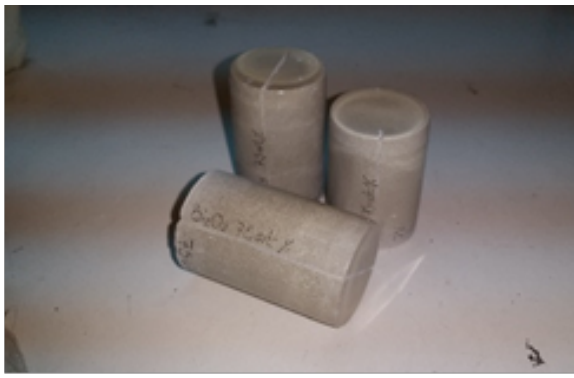
Conseguentemente a ciò, i campioni sono stati suddivisi in diversi contenitori in funzione della tipologia relativa alla concentrazione in peso di ossido di bismuto in essi presente: blank, 25, 50 e 75 wt% rispettivamente. Ed una volta aggiunta acqua sino ad un livello tale da garantire la più che completa immersione dei nostri cilindri di cemento, ovviamente al fine di favorire i processi di idratazione del impasto cementizio, si sono riposti i vari contenitori all'interno del box coibentato di maturazione.

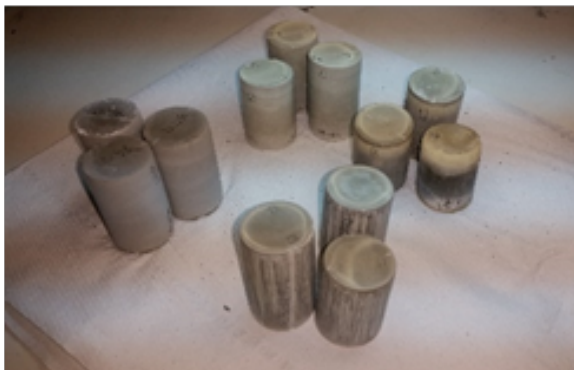
Anche in questo momento legato alla preparazione dei bersagli, abbiamo fatto ricorso al scatola plastica coibentata già utilizzata per le prime fasi di maturazione dei campioni, perchè garantisce il mantenimento pressochè costante della temperatura del volume interno protetto, per tutta la durata di questa fase tanto delicata.
Inoltre, in questo specifico caso, non essendo destinati questi campioni a valutazioni relative alle loro prestazioni da un punto di vista meccanico, ma semplicemente dovendo indagare le capacità di interazione con radiazioni ionizzanti incidenti, si è deciso di prolungare la permanenza in immersione per sole 72 ore.

Trascorso quindi tale intervallo di tempo, si sono recuperati i vari cilindretti. Si sono valutati così nuovamente, scrutandone l'aspetto alla ricerca di eventuali criticità quali eventuali fessurazioni, affioramenti di cristalli, cambiamento di colore, qualunque difformità apparente quindi. Poi, nuovamente, si passati alle verifiche dimensionali e di peso di tutti i cilindretti.

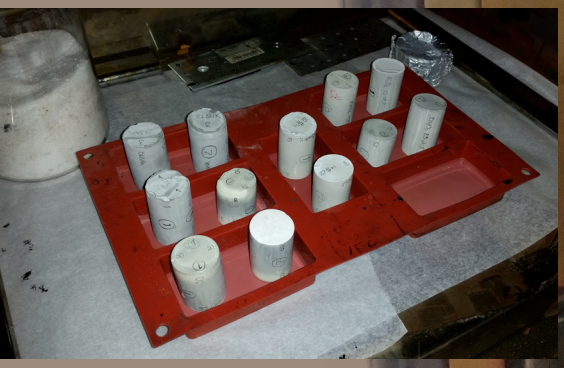


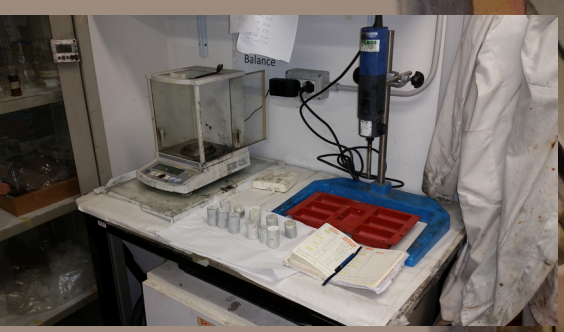






- La delicata fase dello scassero. Singolarmente i campioni sono stati estratti e controllati visivamente.
- I campioni nella fase di maturazione per immersione totale in acqua. I vari contenitori alcuni anche improvvisati con materiale presente in laboratorio, sono alloggiati all'interno di un contenitore plastico isolato termicamente.





In quel momento si ha avuto la fortuna di poter liberamente disporre del forno elettrico presente nel laboratorio per alcuni giorni. Questo ci ha consentito di trattare termicamente i campioni in maniera ottimale, grazie alle caratteristiche complessive dell'apparato, parte integrante della macchiana per deposizioni CVD.

LE FASI DI ASCIUGATURA E TAGLIO A MISURA DEI CAMPIONI

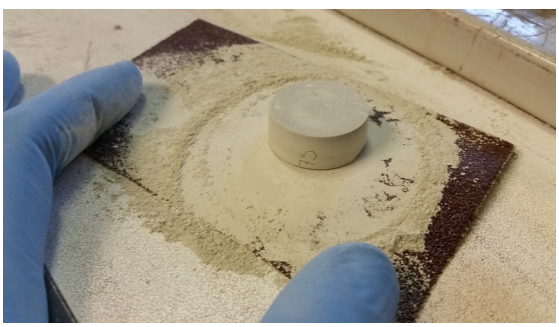
Verifica quotidiana del quadro fessurativo generale, misurazione e pesatura di ogni campione.

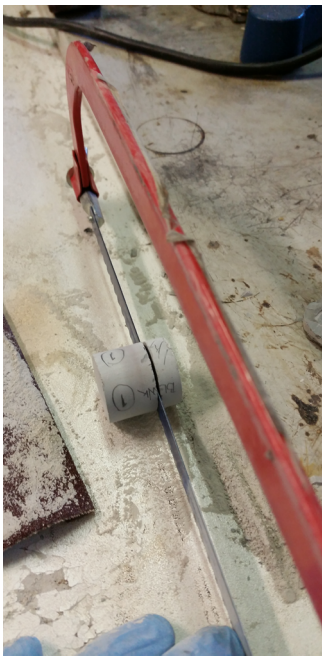
TRATTAMENTO TERMICO DEI CAMPIONI

A seguito di tutte le operazioni di verifica seguenti il recupero dalla fase di maturazione in immersione dei vari campioni, si è proceduto quindi con trattamento termico in forno elettrico.
La temperatura impostata è di 45 °C. Si è proceduto così ad un ciclo di asciugatura di tre giorni, protratta sulle 24h con controllo del peso dei campioni quotidiano. Al termine di questo ciclo, al solito controllo visivo e dimensionale, i campioni non presentano alterazioni, fessurazioni passanti da ritiro evidenti, od affioramenti cristallini di sorta legati magari alla presenza dell'ossido di bismuto addizionato.

TAGLIO A MISURA DEI BERSAGLI

Per ottenere i bersagli necessari ai test di esposizione, si è proceduto al taglio dei cilindri campione nei formati: 10, 40 mm. Questo rispettivamente per ogni tipologia di composizione relativa alla percentuale di ossido di bismuto presente negli stessi. In tal modo, è stato poi possibile testare agevolmente con le prove di spettrometria gamma, uno spessore crescente di materiale assorbente. Infatti, è bastato allineare sulla guida a disposizione gli spessori da 10, 10+40 e 10+40+50 mm per ottenere così l'analisi dell'equivalente in spessore di una elemento omogeneo di quello specifico cemento. L'operazione di taglio è stata comunque effettuata con la dovuta cautela, a mano, per evitare sollecitazioni meccaniche eccessive. Il timore, visto le precedenti esperienze, era quello di trovare disomogeneità interne o fessure passanti non evidenti. Invece, si è potuto apprezzare la qualità finale del materiale ottenuto. In generale, il cemento dei vari campioni, indipendentemente dalle percentuali di additivo e dei vari piccoli difetti trascurabili, si presentava compatto, con una distribuzione all'apparenza assolutamente omogenea, senza presenza di cristalli concentrati, variazioni cromatiche particolari, nessuna presenza di bolle d'aria o fessure da eventuale ritiro. Tutti questi fattori hanno contribuito all'ottenimento dei bersagli nelle sezioni cilindriche misurate e senza difetti. Fortunatamente, perché utili quindi poi per proseguire i test sulla durezza, unica prova di caratterizzazione meccanica. Infatti, non è stato previsto per questa fase della tesi, lo sviluppo di campioni specifici per le prove di caratterizzazione meccanica a rottura. A conclusione delle operazioni di taglio ed un'ulteriore verifica dimensionale, si è proceduto alla verifica e registrazione del peso di ogni bersaglio.





- LE FASI DI TAGLIO A MISURA E MESSA IN SQUADRA DELLE SUPERFICI DEI CAMPIONI: la formazione dei bersagli e levigazione delle superfici.

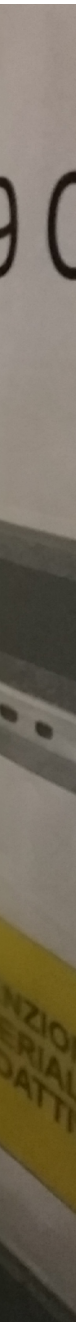
prima fase: attività di laboratorio

MISURE DI SPETTROMETRIA GAMMA

TEST ESEGUITI PRESSO
IL LABORATORIO SORGENTI NUCLEARI DEL DISAT

Ingresso al laboratorio dedicato alle misure di spettrometria gamma

Laboratorio Sorgenti Nucleari
DiSAT, Politecnico di Torino



ANALISI DEI CAMPIONI 2.4

MISURE DI SPETTROMETRIA GAMMA PER LA VERIFICA DELLE PROPRIETA' DI ATTENUAZIONE DEI CAMPIONI

Le prove d'esposizione all'azione di radiazioni gamma finalizzate alla verifica delle proprietà schermanti e, quindi, le potenzialità d'attenuazione del cemento costituente i campioni, si sono tenute presso il Laboratorio Sorgenti Nucleari del DiSAT. Si è così verificato il comportamento del materiale prodotto nelle varie composizioni confrontandoli con sorgenti di radiazioni gamma quali ^{60}Co e ^{137}Cs. L'apparato di rilevazione ed il software disponibile per i test è così costituito:
Si sono inoltre utilizzati cilindri collimatori in Pb ed Al, rispettivamente di spessore 63 e 20 mm.

Tutte le operazioni inerenti all'esposizione dei campioni alle sorgenti, che hanno reso possibile la stesura di questo capitolo, core portante della tesi, sono state realizzate presso il Laboratorio Sorgenti Nucleari del DiSAT grazie alla disponibilità e pazienza del Prof. Felice Iazzi, con il supporto della Dott.sa Vittoria Capirossi ed il Dott. Federico Pinna.

LA SPETTROMETRIA GAMMA

Il metodo scelto per indagare le capacità schermanti le radiazioni dei campioni preparati, è quello della spettrometria gamma. Essa infatti è uno delle metodologie più diffuse per indagare radionuclidi emettitori di radiazioni gamma e per determinare in una data sostanza sottoposta a misura, il tipo di radionuclide in esso attiva. Tutto ciò è possibile grazie alla restituzione delle letture eseguite sotto forma di spettri di energia dei raggi gamma rilevati, nei quali è possibile individuare energie e tipologie delle sorgenti rilevate.
Nello specifico dello studio dei nostri campioni, tale capacità è sfruttata

facendo attraversare i campioni dalla radiazione gamma emessa da sorgenti controllate e misurate da laboratorio. Avendo così in partenza, la consapevolezza dell'attraversamento del materiale di una radiazione relativamente monocromatica, con uno specifico spettro riconoscibile, con livelli di energia dichiarati e rilevabili, si procede con l'analisi. Tale operazione è supportata da software appositamente sviluppato che agevola tutte le operazioni relative al rilevamento dei conteggi dei fotoni attraversanti il materiale, consentendo un notevole numero di tarature ed impostazioni specifiche finalizzate, ovviamente, all'ottimizzazione delle operazioni di rilevamento e misura.
Questo, inoltre, essendo un metodo di indagine normalmente impiegato per studiare i fenomeni di interazione di un qualsiasi materiale esposto a radiazioni praticamente da sempre, abbiamo decenni di ricerca con relative pubblicazioni a supporto per ogni eventuale confronto e verifica. Ovviamente, anche per lo specifico tema affrontato in questa tesi.

LE BASI DELL'EFFICACIA DEL METODO DI MISURA

Ciò è reso possibile in ragione del fatto che le radiazioni gamma stesse si prestano per tali operazioni di misura, proprio in virtù della loro natura. Infatti tali radiazioni elettromagnetiche emesse come fotoni da radionuclidi sorgente scelti, in tutto e per tutto simili ad altre radiazioni elettromagnetiche quali le onde radio, i raggi X, la luce nello spettro del visibile o meno, hanno una frequenza, una lunghezza d'onda proprie note, comunque rilevabili come emissione di fotoni dal grande potere penetrante. Esse occupano la parte più elevata dello spettro elettromagnetico, quindi saranno caratterizzate da una lunghezza d'onda molto corta, frequenza molto elevata.

Per condurre la nostra esperienza di verifica, si è fatto ricorso alle sorgenti già presenti ed utilizzate in laboratorio. Queste sono specificatamente predisposte, con radionuclidi scelti in funzione di un dato isotopo, caratterizzato da livello energetico e spettro noti. Ecco perché sono spesso impiegate anche per la verifica e la taratura degli strumenti di rilevamento. Nello specifico, emettono livelli di energia compresi fra i pochi keV. In commercio si possono incontrare nella stessa categoria, sorgenti che raggiungono un massimo di una decina di MeV. Per incontrare energie superiori legate alle radiazioni gamma, oltre che in centrali ed a laboratori coinvolti nella ricerca e produzione di energia dal nucleare, è possibile anche in natura, in fenomeni astronomici e sono dette radiazioni gamma dure.

L'ARCHITETTURA DEL SISTEMA DI MISURA

Il sistema di misura tipico della spettrometria a raggi gamma è costituito da un insieme di apparecchiature specializzate per funzione ed in generale e molto schematicamente si possono riassumere qua di seguito:

- un rivelatore sensibile alle radiazioni gamma (integrante magari sistemi anche modulari destinati alla pre-amplificazione del segnale);
- un sistema modulare o meno di alimentazione ad alta tensione del

rivelatore;
- un sistema modulare di amplificazione ed elaborazione del segnale acquisito dal rivelatore;
- un dispositivo di lettura e gestione dei dati acquisiti

Negli anni l'architettura andata affermandosi è quella basata su sistemi modulari, a schede per rack specializzati, ovviamente conformi e rispettosi di specifici standard quali, ad esempio, Nuclear Instrument Modules (riassunto spesso con l'acronimo NIM's) ed USAEC Report TID-20893 nelle varie e successive revisioni via via emesse.

Tali schede ricoprono i ruoli specifici chiave sopra elencati e spesso offrono possibilità di aggiustamenti tali da consentire affinamento ed ottimizzazione della sensibilità dello strumento, delle curve di segnale, con rapporti segnale-rumore (SNR) molto bassi anche in virtù di sistemi di alimentazione DC integrati estremamente stabili. Ciò consente di ridurre e quasi eliminare il contributo di eventuali distorsioni e rumore aggiuntivo nello spettro del segnale amplificato.
Per quanto riguarda la parta sensibile, esposta all'azione diretta delle radiazioni, generalmente indicata come tubo rilevatore troviamo apparati a scintillazione, usualmente detti allo ioduro di sodio, NaI, e rivelatori al germanio, Hp-Ge.

IL SISTEMA TUBO FOTOMOLTIPLICARE UTILIZZATO

Nell'introdurre l'analisi di questa componente, si è scelto di indicarla come sistema, perché essa stessa consta di due elementi interconnessi: il tubo fotomoltiplicatore e la base tubo di preamplificazione. Ritroviamo così:

TUBO FOTOMOLTIPLICATORE
mod. 2S2, prodotto dalla ditta Silena International S.p.a.

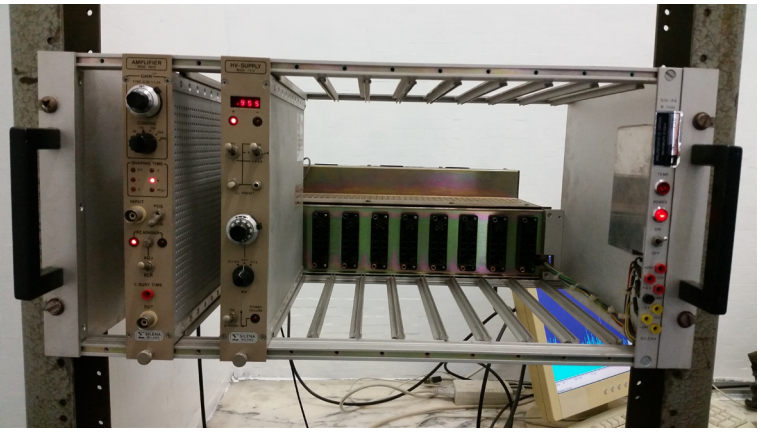
Il sensore cuore del sistema è uno scintillatore del tipo a ioduro di sodio, NaI (Tl), avente un cristallo con una superficie di 2"x2" (2.54 x 2.54 cm), con risoluzione a 122 keV $<7.5\%$, insieme all'elettronica (scheda mod. HPA), si presentano incapsulati in un involucro di acciaio di sezione cilindrica dall'aspetto lucidato a specchio. Parimenti al tubo base di preamplificazione sul quale, per poter operare, è direttamente innestato (in considerazione del tipo di connettore scelto a 10 poli radiali caratteristici) il diametro fuori tutto è pari a circa 6 cm (58.6mm), per una lunghezza totale di cm 30.

La scheda integrata HPA include la base PMT, la possibilità di operare canale ad alta tensione, un divisore di tensione attivo, un preamplificatore di carica e amplificatore filtro RC-CR.

BASE-TUBO DI PREAMPLIFICAZIONE
mod. 206, della ditta Silena International S.p.a.

Il tubo base è fondamentalmente un'unità di supporto, connessione al sistema

di alimentazione e di acquisizione dati, consentendo nel mentre anche una preamplificazione ed affinamento del segnale proveniente dal tubo rivelatore. Anche questo componente si presenta come molto compatto, circa 6 cm in diametro per 11.5 cm in lunghezza. Nonostante il ridotto volume, incorpora nella sua elettronica un divisore di tensione ed un preamplificatore, provvedendo alla ridistribuzione della tensione per tubi fotomoltiplicatori a 10 stadi. Inoltre consente la regolazione del focheggiamento per affinare le prestazioni, quindi la risoluzione, del tubo rilevatore.
Da un punto di vista operativo, oltre alla precisione ed alle numerose possibili regolazioni e tarature, come si è potuto constatare anche durante le nostre sessioni di valutazione, tale architettura consente una notevole libertà nel caso di necessità di trasporto, di riconfigurazione del setup di misura, della collocazione del sistema magari su unità mobili, etc.



Inoltre, la soluzione consente anche una facile sostituzione del tubo rilevatore, qualora si avesse la necessità di misure con precisione diversa da quella offerta dal tubo in uso o perchè, semplicemente, si fosse danneggiato.

Questo gruppo di misura, ha un'altra caratteristica operativa interessante: insieme al tubo fotomoltiplicatore sopra riportato, hanno la capacità di trasmissione del segnale anche a lunga distanza, utilizzando un cavo specifico, che può partire da un minimo di 10 m. Comunque, l'unità viene fornita già di un cavo di 3m di

lunghezza che ne consente veramente una gestione abbastanza libera. Invece, il cavo destinato al collegamento della scheda dati MCA, (Multichannel Analyzer Card), alloggiata nel PC è di 2.5 m.
Ricordiamo che il setup protettto con varie prove di lettura per ottimizzare anche letture di fondo il più pulite possibile, va ricercata sempre nella necessità di avere la migliore aderenza del sistema di misura con il modello teorico legato alle formule utilizzate poi per il calcolo. Infatti, si suppone che l'allineamento ed i collimatori utilizzati possano, nella configurazione addottata, dar luogo al minor numero possibile di fenomeni di scattering evitandoci così il dover considerare nei calcoli il fattore di build-up.

Per quanto riguarda le specifiche tecniche dei due elementi e delle restanti unità costituenti il sistema di misura, rimandiamo alle schede tecniche in allegato.

- Immagini relative ai particolari della base- tubopreamplificatore SELENA Mod 206, dove si possono subito apprezzare l'estrema comp attezza e come siano concentrati tutti connettori, la sua alimentazio ne nonchè la regolazione per il miglioramento del focheggiamento

- Nella pagina accanto l'arrivo dei cavi dal tubo base-preamplificatore alle schede di alimentazione ad alta tensione e dell'amplificatore spettroscopico. Entrambe montate sul modulo rack standard NIM (Nuclear Instrument Modules) che oltre ad alloggiarle, le alimenta a bassa tensione (fornisce 6, 12 e 24 V DCcon carico massimo di 200 W), fungendo anche da filtro ulteriore nei confronti di eventuali disturbi della rete.
- In allegato le schede tecniche specifiche.

LE SORGENTI GAMMA UTILIZZATE

^{137}Cs

^{60}Co

LE SORGENTI GAMMA UTILIZZATE E L'APPROCCIO TENUTO NEL LAVORARCI

Per condurre i test di esposizione suoi campioni si è scelto di utilizzare, tra le sorgenti disponibili presso il laboratorio, il Cesio-137, (^{137}Cs), ed il Cobalto-60, (^{60}Co), in funzione dei loro ben noti spettri energetici caratteristici. Sono tutte sorgenti graduate, preparate in maniera specifica da laboratorio, di energia relativamente bassa ed utilizzate, normalmente, anche per operazioni di verifica e taratura degli strumenti di analisi.
Esteticamente sono capsule cilindriche, del diametro 25.4 mm (1") e di spessore di circa 32/10 mm (0.125"), di Plexiglass® colore arancione e recante un'etichetta, dal fondo di colore giallo, sulla quale sono riportati i dati caratteristici della sorgente incapsulata. [xx] Ovviamente, l'intento di tale configurazione è rendere facilmente manipolabile le sorgenti in esse sigillate, senza incorrere nel rischio di entrare in contatto diretto con il materiale del radionuclide. Inoltre, anche i colori dell'involucro e dell'etichetta sono stati scelti appositamente in una configurazione tanto appariscente, normative a parte di riferimento, al fine di suggerire di porre una maggiore attenzione nell'approcciarsi all'oggetto. I radionuclidi così incapsulati, non risultano visibili, se non magari per un ombra appena percettibile nello spessore del materiale plastico.
Su entrambe le etichette come è possibile vedere nelle foto inserite qua di seguito, fra i vari dati spiccano evidenti quelli assolutamente fondamentali, relativi al tipo di radionuclide, alla sua attività misurata in micro-curie e la data apposta sotto forma di timbro all'atto dell'inclusione della sostanza nella capsula.
Per l'insieme di tali caratteristiche, questo tipo di prodotto si ritrova particolarmente diffuso anche in ambiente scolastico.

L'APPROCCIO TENUTO NELL'OPERARE CON LE SORGENTI

In relazione alle varie attività svolte al fine di valutare le qualità dei nostri campioni bersaglio, l'approccio tenuto nel manipolare tali sorgente è stato sempre, in ogni singola occasione, quello della minima esposizione. Questa intensa sia dal punto

di vista temporale che di distanza dalla sorgente. Infatti, ogni qual volta si sia allestito il setup specifico alle varie fasi di esposizione dei campioni, nelle varie configurazioni previste, si è per quanto possibile mantenuto ritirate le sorgenti sino all'ultimo o, se già integrate nel setup, le si è tenute sempre schermate. All'atto dell'estrazione delle stesse sia per operarne il posizionamento nell'alloggiamento previsto dal setup, o semplicemente per alternare il tipo di sorgente in funzione di test da eseguire, si è proceduto al di là sempre di due elementi spessi di piombo, tali da avere comunque interposto un minimo di materiale assorbente parte delle radiazioni.
Come è possibile vedere dalle foto del setup, si è fatto largo uso di elementi schermanti in Pb. Si noti poi anche nelle foto allegate, come si sia improvvisata anche una schermatura mobile addizionale, utilizzando un foglio, dalla superficie di circa un metro quadrato, di materiale fonoassorbente caratterizzato dall'interporre ad una schiuma densa a celle chiuse, un foglio contiguo di piombo relativamente malleabile grazie al suo spessore pari a circa 15/10 di mm e dal peso di 4.5 kg/ m^2.
Inoltre, per tutte le operazioni di manipolazione degli schermi in piombo si è fatto ricorso sempre a guanti in nitrile, vista la patina di ossido presente facilmente assimilabile per contatto. In aggiunta, per le sorgenti si sono usate sempre pinzette da laboratorio. Abbiamo quindi fatto veramente tesoro dei concetti sintetizzati dall'acronimo coniato a favore di sicurezza in considerazione dei rischi di esposizione "A.L.A.R.A.": As Low As Reasonable Achievable.

CONSIDERAZIONE SU I DUE RADIONUCLIDI UTILIZZATI

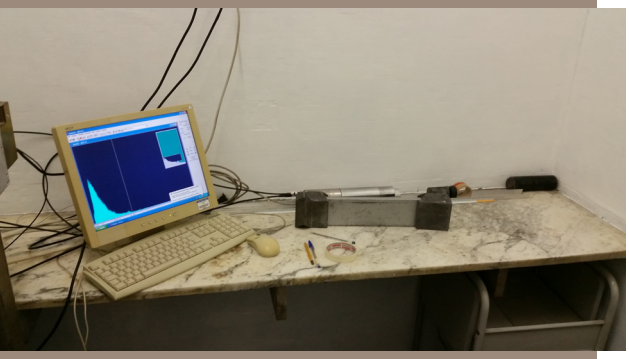
Riassumiamo qui di seguito i dati fondamentali atti a definire le due sorgenti utilizzate, così come sono riportati sull'etichetta della capsula contenitore:

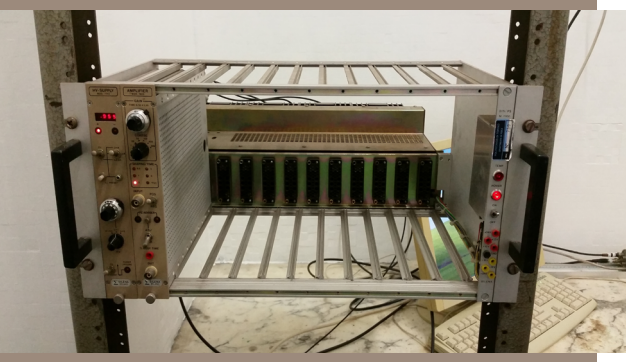
- ^{137}Cs, attività: 5 mCi (185 Bq), tempo di dimezzamento: 30.1 anni,
Tipologia radiazione emessa: beta e gamma
Data di confezionamento: aprile 2002

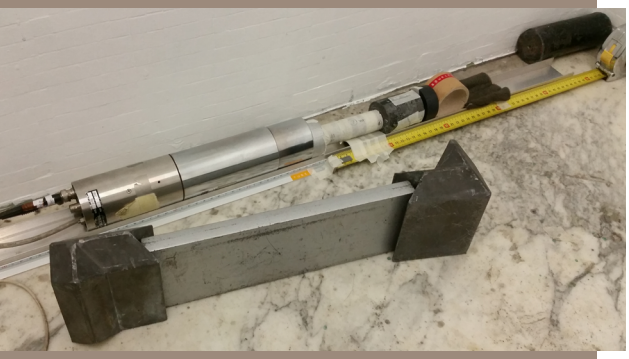
- ^{60}Co, attività: 1 mCi (37 Bq), tempo di dimezzamento: 5.27 anni,
Tipologia radiazione emessa: gamma
Data di confezionamento: aprile 2002

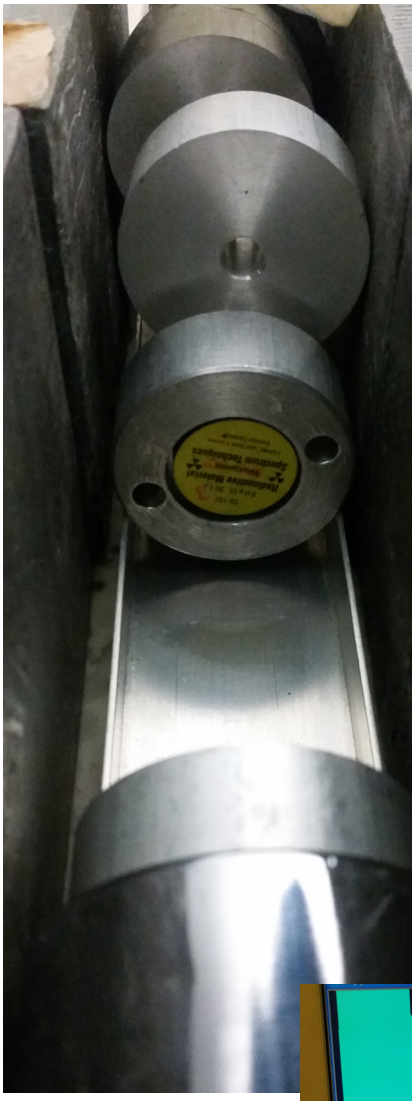
Quindi, in relazione agli specifici picchi energetici emessi intesa come energia di fotone caratteristica, in base alla data di confezionamento, possiamo rapidamente ricavare l'attività residuale dei due radionuclidi utilizzati per i nostri test di esposizione. Avremo così, rispettivamente per i due radionuclidi valori diversi da quelli dichiarati inizialmente: per il ^{137}Cs = 3.34 mCi; per il ^{60}Co = 0.10 mCi.
In ogni caso, ai fini di un calcolo meno approssimato, anche per verificare poi i valori di dose minima potenzialmente assorbita da un operatore e della distanza minima ALARA calcolabile, è indicativamente meglio tener conto delle specifiche qualità della radiazione emessa in funzione, quindi, anche dello spettro energetico caratteristico.

misure di spettrometria gamma









IL SETUP PER L'ACQUISIZIONE DEI DATI SPERIMENTALI
L'ACQUISIZIONE DELLE MISURE

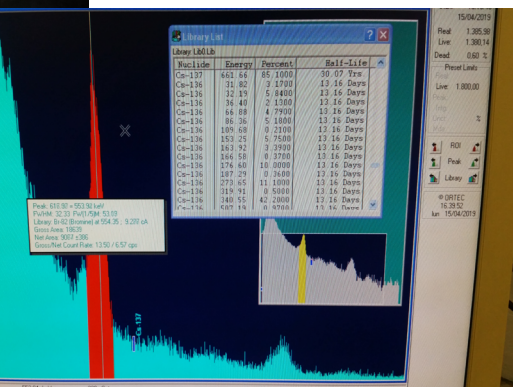
Nel capitolo 2.3 si è mostrato come si è operato per la formazione dei bersagli, sino al taglio a misura per ottenere campioni dai diversi spessori. L'intento è stato quello di ottenere campioni da interporre tra sorgente e tubo fotomoltiplicatore per valutare, oltre al coefficiente di attenuazione lineare LAC, specifico del materiale cementizio, anche il variare della capacità di schermatura, imponendo così spessori via via crescenti, semplicemente combinando tre campioni alla volta.
Ricordiamo che dimensionalmente i bersagli preparati sono caratterizzati da i seguenti spessori: 10, 20, 40, e 50 mm. Tutti, per la modalità di costruzione adottata, aventi diametro esterno di 28 mm. Ed inoltre, che sono stati prodotti con le seguenti percentuali in peso di ossido di bismuto, Bi_2O_3: 25, 50 e 75 wt%. Lo spessore massimo verificato di materiale è stato pari a 10 cm.

ALLINEAMENTO DELLE VARIE COMPONENTI

L'allineamento delle varie componenti il nostro setup di misura è garantito dall'utilizzo di un leggero profilo in alluminio estruso con sezione a C. Si trovano così allineati, partendo dalla sorgente ed andando verso il tubo rilevatore:

- la sorgente scelta per il test: ^{60}Co o ^{137}Cs. La sorgente e collocata concentricamente al foro passante del collimatore in piombo

- n° 1 collimatore di piombo, Pb, di sezione cilindrica, diametro esterno di circa 60 mm, lunghezza fuori tutto di 63.5 mm, dotato in corrispondenza



- Il setup in allestimento e le prime prove di acquisizione delle misure con il sistema software ORTEC MAESTRO con scheda MCA, Multichannel analyzer, inserita come scheda nel PC .

del suo asse longitudinale di foro passante del diametro pari a 6 mm

- spazio libero pari a 100 mm finalizzato al collocamento dei campioni da testare nelle varie combinazioni di spessore

- n° 1 collimatore di alluminio, Al, di sezione cilindrica, diametro esterno di 50 mm, spessore pari a 20 mm, caratterizzato da un foro passante del diametro di 8 mm sempre collocato in corrispondenza del suo asse longitudinale.

- il tubo fotomoltiplicatore. Anch'esso è collocato sul profilo guida in alluminio e posto in contatto al collimatore in alluminio.

- la distanza tra la sorgente ed il tubo fotomoltipricatore è fissa e pari a 183.5mm

Questo insieme di elementi sono ovviamente posti in contatto, senza lasciare spazio libero fra le varie parti.

ACCORGIMENTI E TARATURE PARTICOLARI
VOLTAGGIO, GUADAGNO

Il valore impostato sulla scheda di alimentazione del voltaggio di alimentazione dei tubi, l'HV Supply mod. 7712 sempre della ditta Silena International Spa, è stato mantenuto sul valore di $\Delta Vpm = 950$ V.
Sulla scheda dell'amplificatore spettroscopico, mod. 7613 della Silena International Spa, si sono imposti valori di guadagno fine Gain=93-95 e valore del guadagno Coarse = 50. Il shaping time è stato impostato a 6 ms.

TEMPO DI ESPOSIZIONE UTILIZZATO

Attraverso le molteplici impostazioni che possono essere gestite via il software MAESTRO della ORTEC, abbiamo regolato il tempo Real ed il tempo Live. Il valore scelto per entrambi è di 1800 secondi. Questo per avere attività effettiva di misura sui 30 minuti dedicati all'esposizione dei nostri campioni. Ricordiamo infatti che per Real time si intende un reale intervallo di tempo, mentre con Live time ci si riferisce al tempo totale durante il quale si desidera che il rivelatore sia attivamente disponibile ad accettare un impulso in arrivo. Questo nel tentativo di provare ad azzerare il dead time in relazione alle prove condotte con le nostre sorgenti e questo setup.

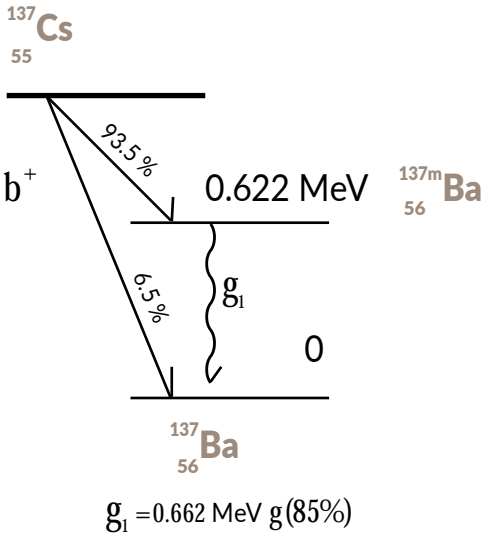
Prima di procedere all'avvio di ogni singola sessione di misurazione, si dedicava circa 5 minuti alla sorgente per interagire coi materiali bersaglio e quelli del setup riorganizzato. L'idea era quella di consentire un intervallo comunque molto ampio di tempo, perchè i vari fenomeni generati dalle interazioni potenzialmente in essere fra radiazioni ed i materiali raggiunti, potessero essere ormai tutti in atto.

CONVERSION GAIN

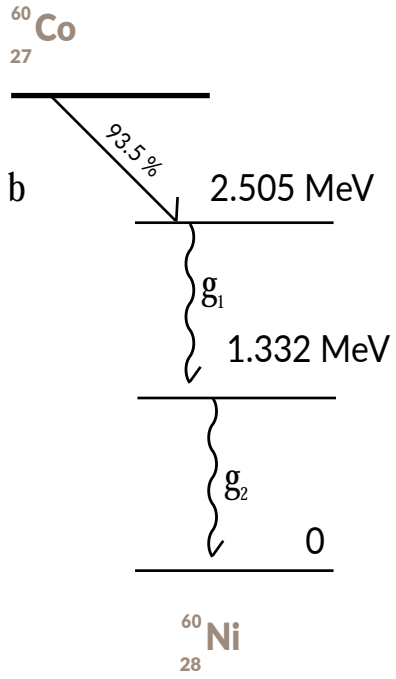
Sempre attraverso il software della ORTEC, abbiamo imposto il valore definito come Conversion Gain = 2048. In quanto, con questo parametro, si impone il numero massimo di canali energetici nei quali suddividere lo spettro. Il limite massimo disponibile di canali gestibili è pari a 16384.

I DIAGRAMMI DI DECADIMENTO DELLE DUE SORGENTI

^{137}Cs ^{60}Co



$g_1 = 0.662$ MeV $g(85\%)$



$g_1 = 1.173$ MeV $g(100\%)$

$g_2 = 1.332$ MeV $g(100\%)$

03

capitolo 3

PROVE DI INDENTAZIONE

TEST DI INDENTAZIONE ESEGUITO SECONDO LA SCALA VICKERS

Riferimento agli standard:
Europeo ed internazionale EN ISO 6507
Americano ASTM E384/E92

Immagine fotografica acquista posteriormente i test di indentaionze del campione B1, dove risulta ben visibile l'impronta piramidale della punta di prova.

Analisi eseguite presso:
DIMEAS, Politecnico di Torino

PROVE DI INDENTAZIONE 3.1

MISURE DI CARATTERIZZAZIONE FISICA

TEST DI INDENTAZIONE ESEGUITO secondo la SCALA VICKERS

La prova è caratterizzata dalla presenza di una punta di marcatura in diamante industriale, conformata come una piramide invertita di base quadrata, caratterizzata da un angolo di 136° incluso fra le facce opposte destinate alla marcatura del materiale analizzato. Tale angolazione è stata imposta come risultante dalle osservazioni sperimentali eseguite su materiali diversi omogenei e dalla conseguente verifica delle geometrie di deformazione tipiche ottenute. Da queste emergeva ottimale quell'ampiezza, in quanto sempre presente alla fine della marcatura, risultato del rapporto pari ai tre ottavi del diametro della circonferenza idealmente costruita sul piano orizzontale in asse con la deformazione, comprendente tutta l'impronta di deformazione lasciata e le due rette tangenti alla circonferenza identificabili come le linee di sezione della marcatura stessa.

NOTA SULLA LETTURA DEI VALORI FORNITI

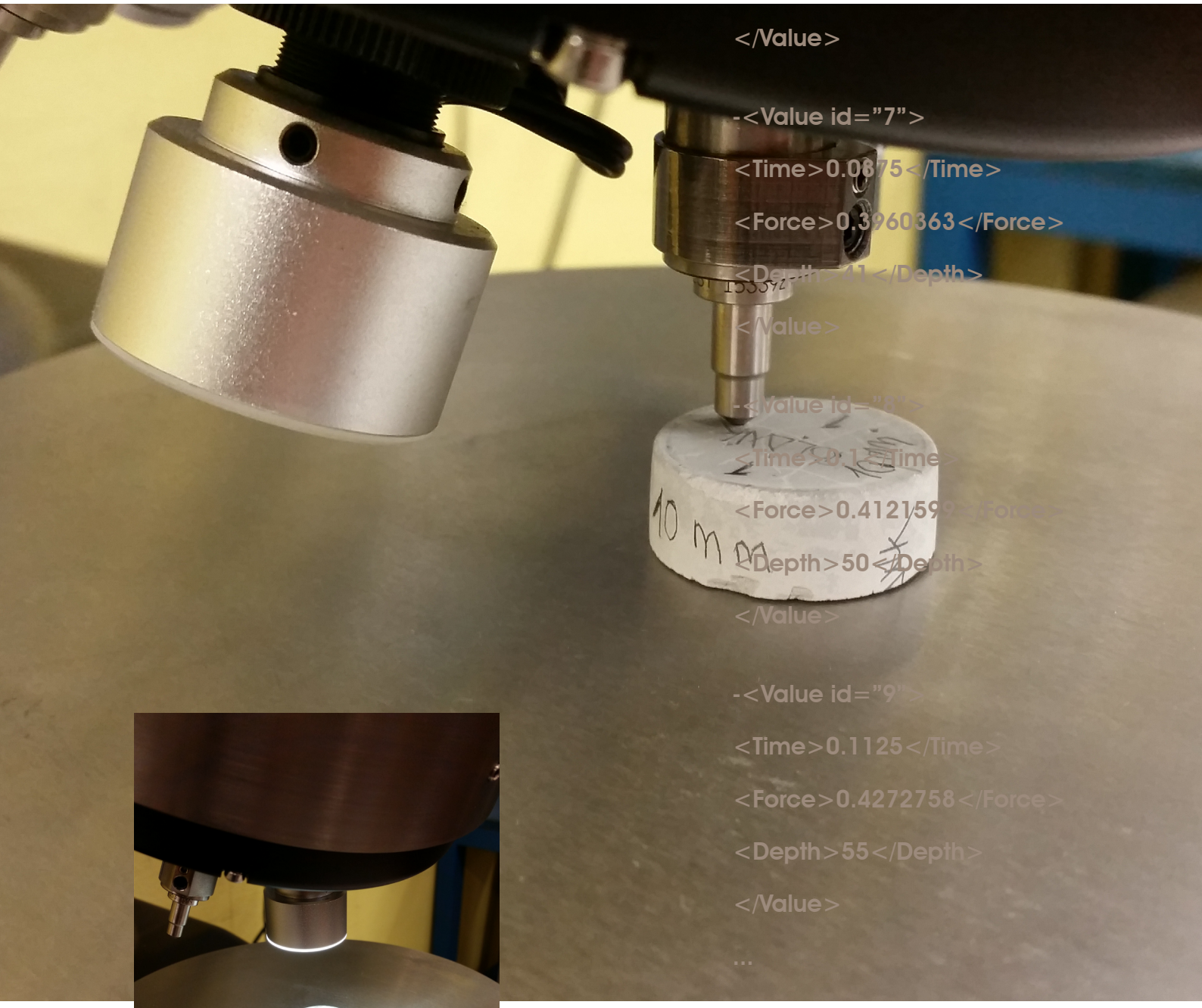
Il valore indicato a seguito di un test secondo la scala di durezza Vickers è sempre seguito dalle lettere: HV. Il significato è Hardness scale Vickers. Esso indica il rapporto F/A tra la Forza F [kgf] applicata al penetrometro con la testina di marcatura in diamante e la superficie A [mm^2] dell'area di deformazione risultante dall' indentazione.
Forme di scrittura del dato acquisito:

xxxHVyy
xxxHVyy/zz,

xxx	Misura della durezza
HV	Hardeness scale Vickers
yy	Carico utilizzato per l'esecuzione del test, [kg]
zz	Indica il tempo di acquisizione del dato, qualora questo differisse da quello tipicamente utilizzato dalla macchina compreso tra i 10 e 15 secondi, [s]

Pur non essendo stata prevista una sessione di prove legate alla caratterizzazione meccanica dell'impasto cementizio preparato, nel procedere con lo sviluppo della tesi abbiamo comunque ritenuto interessante valutare il materiale attraverso una prova indentometrica. L'esiguità del materiale, le dimensioni tanto specifiche adottate per le prove di esposizione, ovviamente precludevano a priori prove di caratterizzazione meccanica secondo gli usuali standard. Inoltre, non avendo da seguire procedure tanto specifiche, anche le fasi di maturazione ed asciugatura non hanno seguito particolari prescrizioni.

E VALUTAZIONI DI MASSIMA SULLA QUALITA' DEI CAMPIONI



PROVA INDENTOMETRICA IN CORSO

L'immagine coglie il momento di una delle prove di valutazione eseguite sui vari campioni preparati per i test con le radiazioni gamma. Si possono apprezzare vari particolari della torretta motorizzata porta strumenti intercambiabili dell'indentometro Nemesis 9000. Questa macchina monta anche la telecamera destinata all'acquisizione delle immagini sulla torretta dello strumento di misura. E' possibile vederla in opera con il sistema di luci a LED disposte radialmente all'ottica.

LE PROVE INDENTOMETRICHE

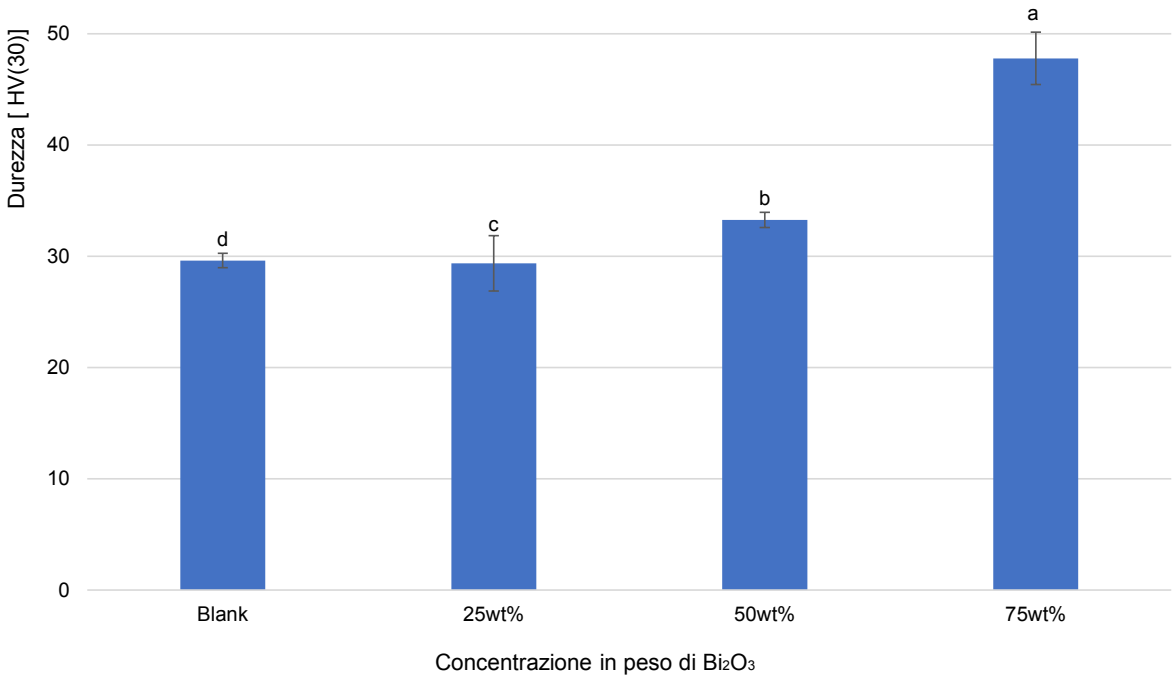
E' stato così possibile effettuare le prove di indentometria sui campioni, presso il Laboratorio di Automazione a Fluido, del Gruppo di ricerca di Automazione e Robotica del DiMEAS, Dipartimento di Ingegneria Meccanica ed Aerospaziale del Politecnico di Torino. Tutte le prove sono state operate grazie alla disponibilità del Prof. C. Rosso (DiMEAS).

La macchina messaci a disposizione è il modello Nemesis 9000 della ditta INNOVATEST. Questa è una macchina per prove identometriche di tipo universale, completa di un sistema integrato di misurazione e controllo delle forze applicate tra la punta dell'indentometro ed i campioni sottoposti a verifica. Infatti, lo strumento opera continui aggiustamenti in relazione alle letture di ritorno offerte in risposta dalle reazioni dei materiali compressi. L'adattamento e l'accuratezza delle misurazioni sono garantite anche dall'utilizzo di un algoritmo proprietario che confronta costantemente i dati provenienti dal sistema punta indentometro-campione, ed interviene dosando la forza applicata.

Tutte le prove relative al nostro set di campioni sono state effettuate secondo il protocollo previsto per i test di durezza tipo Vickers.

I test sono stati eseguiti su bersagli aventi lo spessore pari a 10 mm, con carico massimo impostato sul valore di 30 kgf per una durata massima pari a circa15 secondi.

Abbiamo avuto la possibilità di verificare i file raw elaborati come output della macchina che, come accennato, fa uso per la misurazione di uno specifico algoritmo proprietario. Questo ci ha permesso di apprezzare quali e quante siano le misurazioni che lo strumento esegua in ogni sessione attiva. E ciò ci ha dimostrato come la macchina tenga realmente in conto della risposta del materiale, che comunque va adattandosi, cedendo magari non solo puntualmente sotto il carico imposto dalla punta di indentazione. Dalla ditta questa gestione dell'operare della macchina viene indicato come risposta alla forza di ritorno a ciclo chiuso (closed loop force feedback). Quindi, come diretta conseguenza di ciò, per ogni singola misurazione poi riportata a monitor dalla macchina a conclusione della prova, in realtà la macchina ne avrà effettuate qualche decina, con continua lettura, controllo e variazione della forza esercitata sul campione nel range impostato e, comunque sempre, in funzione dell'algoritmo che sovraintende tutte le operazioni di misura dello strumento. Ovviamente, tutti questi aggiustamenti sono micrometrici. Dovrebbero così garantire minori vibrazioni indotte sul campione nell'esercizio della misura, ed una continuità di contatto fra la punta dell'indentometro e la superficie di contatto del campione testato. Anche da ciò deriverebbe una migliore precisione nel riportare la misura finale. Infatti, come si può osservare nella foto accanto, uno dei campioni viene testato semplicemente in appoggio sul piatto di supporto dei campioni.
Le immagini della prova vengono poi acquisite dal software proprietario di verifica, grazie ad una piccola telecamera integrata nella torretta girevole porta strumenti della macchina.



In questo grafico, sono riportati per un confronto immediato i risultati delle prove sperimentali di indentazione eseguiti sui campioni bersaglio. Nonostante tutte le limitazioni del caso, come già riportato, è possibile apprezzare la risposta del materiale in funzione delle concentrazioni in peso di ossido di bismuto additivato.
Si evidenza come le colonne marcate in maniera differente risultano differenti per un valore di $p<0.05$.

Riportiamo un estrapolato ad esempio delle letture verificate, così come a tabulato vengono registrate dalla macchina su un file apposito:

```
...
</Value>
<Value ID="1275">
        <TIME>15.9375</TIME>
        <FORCE>29.94054
        <DEPTH> 2235</DEPTH>
...
```

Sulla fotografia relativa ai test sul bersaglio blank, sovraimponiamo estratto reale dal file registro della prova.

Indicativamente, verifichiamo esser acquisita una misurazione ogni decimo di secondo circa, registrandola come un evento dotato di proprio identificativo numerico progressivo, abbinata poi a dati di tempo trascorso, forza applicata e profondità raggiunta dalla punta. Nei 15 secondi di una singola sessione di misurazione, vengono così registrati, come nello specifico della nostra valutazione, circa 1275 valori.

VALUTAZIONI CONCLUSIVE SULLE PROVE

Come è stato possibile osservare anche con le analisi FE-SEM, la microstruttura della matrice cementizia costituente i nostri campioni risulta essere molto compatta, con una micropososità ridottissima. Come riportato, si potrebbe forse imputare la cosa anche al rapporto acqua-cemento, pari solamente a 0.5 e, dove previsto, alla presenza dell'ossido di bismuto in percentuali relativamente alte.
Si può inoltre notare che le misurazioni di durezza risultano essere più elevate mano a mano che cresce la percentuale in peso di ossido di bismuto additivato nella nostra matrice cementizia.

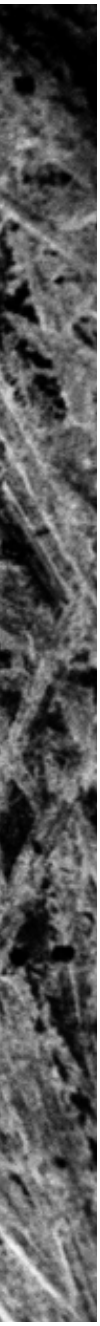
Va ricordato che questa breve campagna di misurazione è stata effettuata, come già riportato, a scopo di una valutazione orientativa. Inoltre, le prove sono state condotte su pochi campioni e non preparati secondo gli standard previsti per prove di caratterizzazione meccanica. Quindi, riportiamo anche i vari grafici ottenuti rileggendo i dati disponibili, ma rimandiamo qualsivoglia conclusione, che vada oltre la mera ipotesi, ad una verifica organizzata a tale scopo.

ANALISI FE-SEM

analisi FE-SEM

Immagine della superficie di uno dei campioni analizzati, mostrante le rigature dovute alla scelta, nella lavorazione dei bersagli, di regolarizzarne la superficie con carta abrasiva e letto di polvere di cemento.

Analisi eseguita presso il Laboratorio FESEM del DiSAT Politecnico di Torino



ANALISI FE-SEM 3.2

PROVE DI CARATERIZZAZIONE CHIMICO-FISICHE

ANALISI QUALITATIVA MORFOLOGICA FE-SEM

I campioni prodotti sono stati sottoposti all'analisi morfologica effettuata con un microscopio elettronico a scansione ad emissione di campo, presso il Laboratorio FESEM del DiSAT, Politecnico di Torino.

La macchina utilizzata per condurre la nostra indagine sul materiale è una FESEM, acronimo per Field Emission Scanning Electron Microscopy, modello ZEISS Supra 40 equipaggiata con la colonna degli strumenti di analisi modello GEMINI. Questa parte della macchina, vero cuore dello strumento, spesso viene indicata con l'appellativo di torre strumenti, proprio per la sua forma e perché nella sua configurazione risulta tanto evidente nell'insieme della macchina. Tale alloggiamento, posto sempre sotto vuoto spinto (pvac = 1x10-7 Pa) dalla pompa in dotazione alla macchina, contiene il complesso di produzione controllo e focheggiamento degli elettroni utilizzati per condurre le diverse possibili analisi.

Con questa macchina è possibile così valutare le risposte di un materiale sottoposto ad un mirato bombardamento elettronico, sia esso scelto in configurazione spot od allargato su specifica area di interesse. In risposta, dal materiale si potranno avere così emissioni per backscattering elastico di elettroni, formazione eventuale, concomitante di elettroni secondari, elettroni auger, raggi X indotti dall'impatto causato sempre dagli elettroni accelerati dalla sonda della macchina.

LA PREPARAZIONE DEI CAMPIONI AL TEST

La preparazione dei campioni per l'analisi inizia con il prelievo del quantitativo minimo necessario spaccando i campioni. Tale operazione è necessaria per ricavare una porzione di cemento con superficie di frattura analizzabile e dalle dimensioni ridotte. Infatti, recuperato lo sfrido con le caratteristiche ricercate, con la forma e le dimensioni minime adeguate, si procede al montaggio su uno dei piccoli pioli metallici del porta campioni. Questi piccoli supporti sono caratterizzati dall'avere ad una estremità una testa circolare piatta di supporto.

Quindi, il fissaggio degli sfridi del materiale viene eseguita con specifica soluzione conduttiva a base di carbonio.
Va ricordato che per il tipo di analisi è fondamentale verificare che il materiale costituente il campione sia sufficientemente conduttivo dal punto di vista elettrico. Diversamente, l'analisi potrebbe esser inficiata sino magari ad arrivare al danneggiamento o perdita del campione.
I pioli porta campioni sono disegnati per essere accoppiati sul disco amovibile del porta campioni della macchina. Quest'ultimo, come i pioli, è in acciaio, quindi l'insieme è conduttivo elettricamente, ha un diametro di 130 mm e spessore di circa 12 mm, ed è specifico per l'analisi FESEM e l'EDS. Infatti, è giusto ricardarlo, questa macchina dispone di diversi tipi di supporti specifici per tipo di analisi e numero di bersagli da analizzare.
Per la nostra sessione di analisi è stato scelto il carosello 9x6.5 mm. Questo presenta un totale di nove alloggiamenti, uno posto in centro, gli otto restanti disposti radialmente in maniera equidistante sul bordo più esterno del disco. In questi fori vanno inseriti e poi fissati con vite i pioli reggi campione. Il disco supporto, così caricato, è quindi pronto per esser inserito nella macchina, accoppiandolo al disco supporto del sistema di movimentazione. L'insieme va a costituire il carosello motorizzato dei campioni.
Tutte le operazioni di preparazione appena descritte sono sempre effettuate in laboratorio, spesso sotto cappa od in un box di manipolazione, sempre facendo uso di guanti e pinzette. Tutto questo al fine di evitare, per quanto possibile, il trasferimento sui campioni di particelle di varia natura sulle superfici ottenute da spacco, quindi, teoricamente, mai esposte prima a contaminazione.

L' ANALISI DEI RISULTATI

Già ad una prima rapida lettura delle immagini ottenute con l'analisi delle superfici di frattura dei campioni, è possibile notare come la distribuzione del materiale addizionato sia distribuito nell'impasto in maniera particolarmente omogenea. E tutto ciò, indipendentemente dalle varie percentuali di concentrazione di additivo sperimentata.
Questa era la condizione ricercata sin dall'inizio del processo di formazione dei campioni, sulla quale puntare proprio al fine di avere condizioni il più omogenee possibile di concentrazione di bismuto per unità di volume. Questo per avere un materiale che fosse anche valido schermo alle radiazioni gamma utilizzate per indagarne le capacità di interazione e di assorbimento delle stesse.
Riportiamo la sequenza delle immagini ottenute, ponendole in parallelo per agevolare il confronto fra i campioni senza e con ossido di bismuto addizionato in ragione del 75 wt%.

VERIFICA VISUALE DELLE CONDIZIONI GENERALI D'IDRATAZIONE DEL CEMENTO

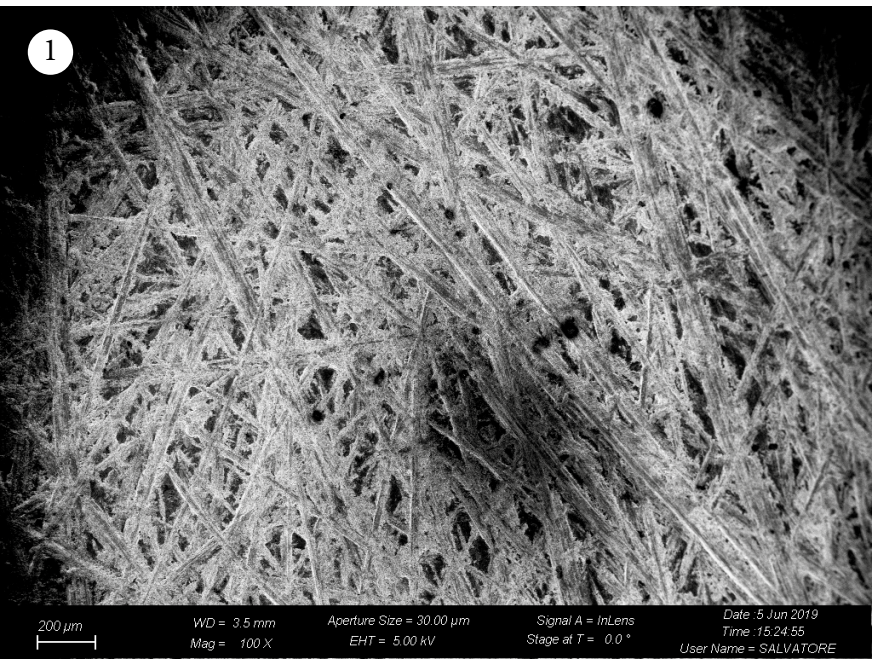
In relazione ai processi di idratazione rilevabili dalle varie immagini ottenute, risulta evidente come l'addizione dell'ossido di bismuto, indipendentemente dalle diverse percentuali in peso imposte, non abbia influenzato negativamente i vari processi legati alla formazione ed al completamento dei processi di idratazione dell'impasto confezionato. Questo risulterà evidente paragonando i campioni senza l'ossido di bismuto e quelli con la concentrazione più alta, dove abbiamo una presenza di ossido di bismuto pari al 75 wt%.

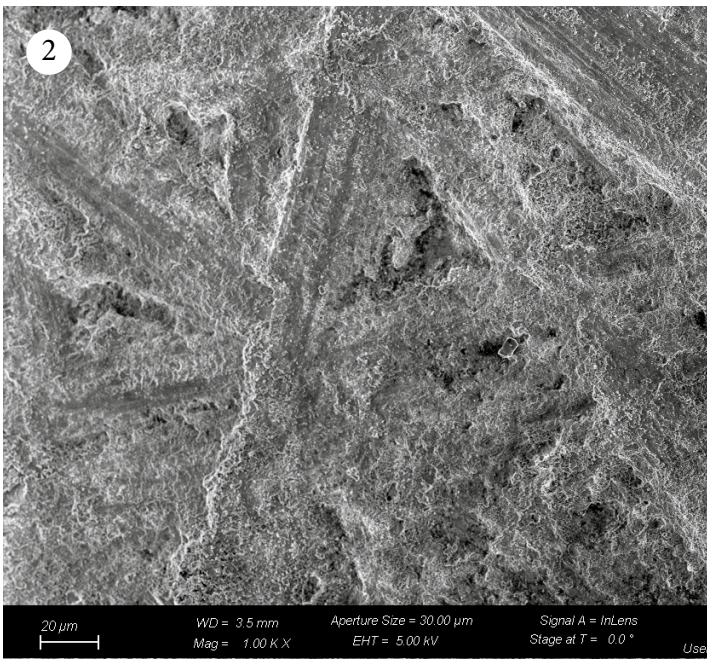
Il cemento appare, infatti, sempre come completamente idratato, mostrando la presenza di strutture proprie regolarmente formate, alternate fra loro, presentando strutture aghiformi e lamellari relativamente poco frastagliate e comunque ben formate.
Si individuano così subito queste formazioni, di tipo aghiforme, riconoscibili subito come quelle tipiche del carbonato di calcio. Esse si mostrano spesso sovrapposte, regolarmente alternate e confuse con formazioni all'apparenza più compatta, più omogenee e che appaiono come piccole scaglie sovrapposte. Queste sono costituite dall'ossido di bismuto. Tale situazione è riscontrabile in tutte le immagini raccolte ai vari ingrandimenti come un fenomeno quindi non puntuale, ma riproposto ed esteso in maniera regolare.
Quindi, se ne può dedurre come l'ossido di bismuto addizionato si sia distribuito in maniera molto uniforme nel volume della pasta costituente i campioni sottoposti a verifica. Tanto che si potrebbe essere indotti a pensare che anche la presenza di concentrazione tanto elevata di bismuto, possa magari aver favorito i processi di idratazione del cemento.
Sicuramente, però, tale situazione è stata favorita dalla scelta effettuata in laboratorio all'atto della miscelazione dei costituenti l'impasto. Infatti, in risposta ai risultati delle precedenti esperienze con i nanomateriali derivati dal bismuto e del bismuto metallico puro, i quali frazionavano e poi precipitavano rapidamente a seguito anche di più o meno prolungate sessioni di processi di sonicazione, si è scelto di utilizzare l'omogeneizzatore meccanico presente in laboratorio.
Come già commentato nel capitolo 2.3, dedicato alla descrizione della preparazione in laboratorio dei campioni, il procedimento sin da subito, almeno in apparenza, dava il risultato cercato. Ora possiamo quindi confermare la validità della scelta e delle prime impressioni ricevute.
Inoltre, possiamo individuare un altro fattore che potrebbe aver contribuito al conseguimento di tale risultato: la scelta di aver utilizzato un prodotto industriale destinato all'utilizzo in laboratorio. Infatti, l'impiego di un prodotto dalla qualità così elevata, caratterizzato da un grado di purezza elevatissimo pari al 99.9%, dalla granulometria finissima ed assolutamente omogenea, in unione all'alta concentrazione, all'utilizzo di acqua ultra-filtrata ed ad una dispersione tanto attenta hanno sicuramente compensato la poca solubilità in acqua del materiale, scongiurando le varie problematiche riscontrate nelle prime esperienze.

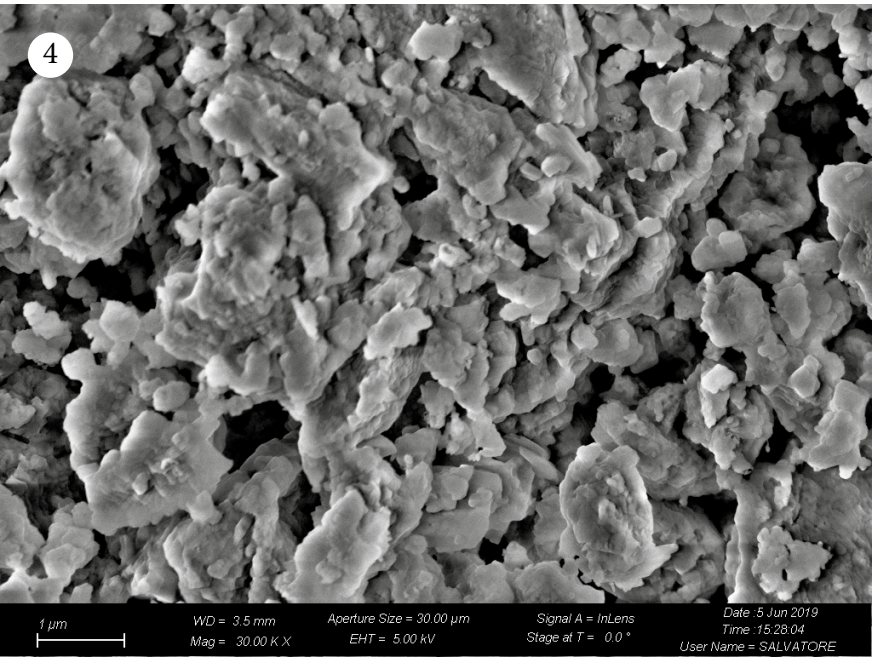
IMMAGINI RAW PER CONFRONTO CAMPIONI BLANK E DI MASSIMA CONCENTRAZIONE IN PESO DI ADDITIVO

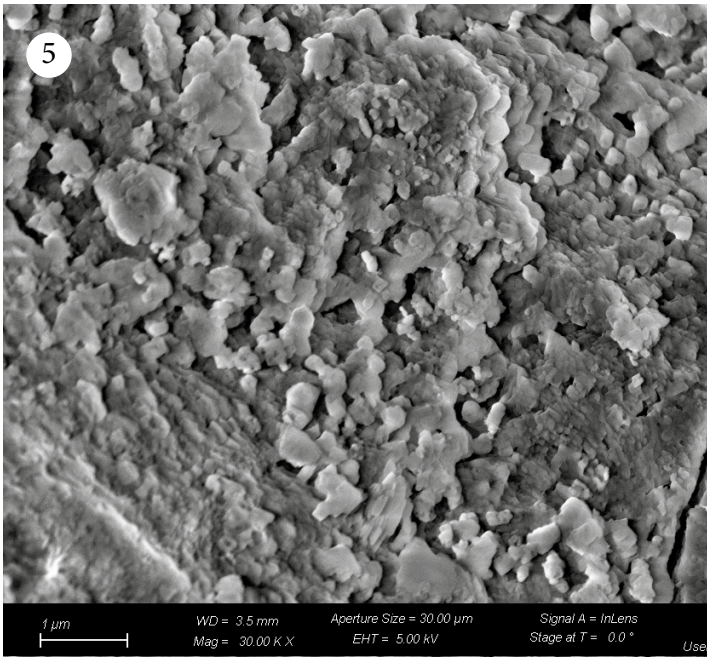
Per completezza riportiamo di seguito una sequenza di immagini acquisite durante i test sia dei campioni di controllo, senza ossido di bismuto detti campioni blank, sia di quelli con il massimo previsto di concentrazione in peso di additivo. Questo dovrebbe consentire un agevole raffronto delle condizioni a livello qualitativo dell'impasto così ottenuto in fase di preparazione. Infatti, va sottolineato come queste immagini rappresentino misure compiute dalla macchina sulle superfici di spacco degli sfridi risultanti dalla rottura dei campioni interessati dal test. Quindi, abbiamo immagini che restituiscono lo stato interno dei campioni, in relazione allo specifico stadio di maturazione del cemento in quel dato momento, evidenziando la redistribuzione omogenea ed alternata, senza nuclei di aggregazione particolari, dei vari costituenti l'impasto che risultano riconoscibili.
Si può notare come queste condizioni, possano essere rintracciate a colpo d'occhio, indipendentemente dal fattore di scala scelto per approfondire l'analisi ingrandendo una particolare area sulla superficie dello sfrido di materiale.

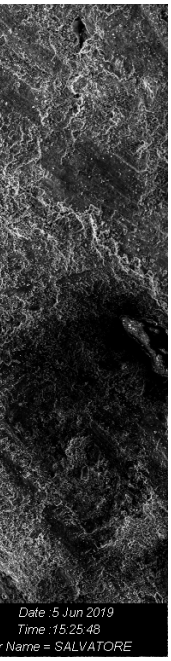
ANALISI COMPARATIVA DELLE IMMAGINI

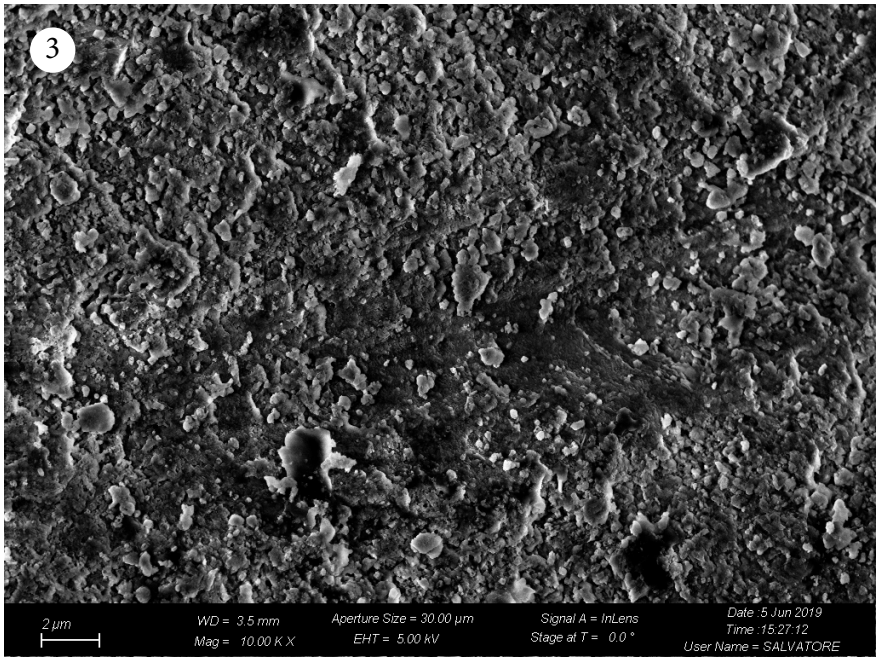


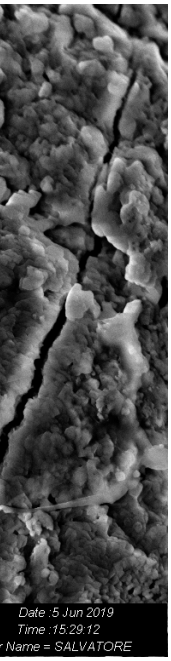


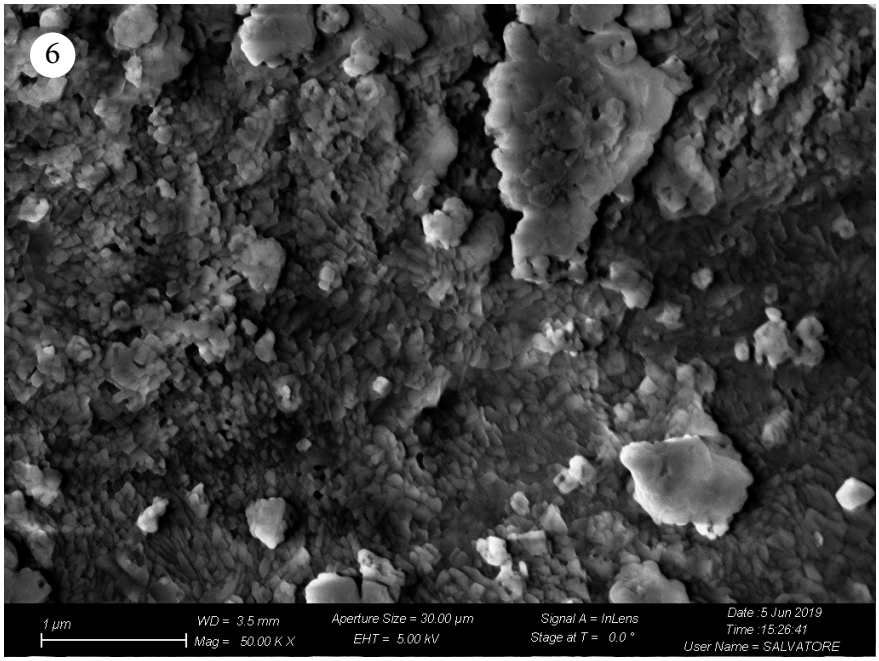










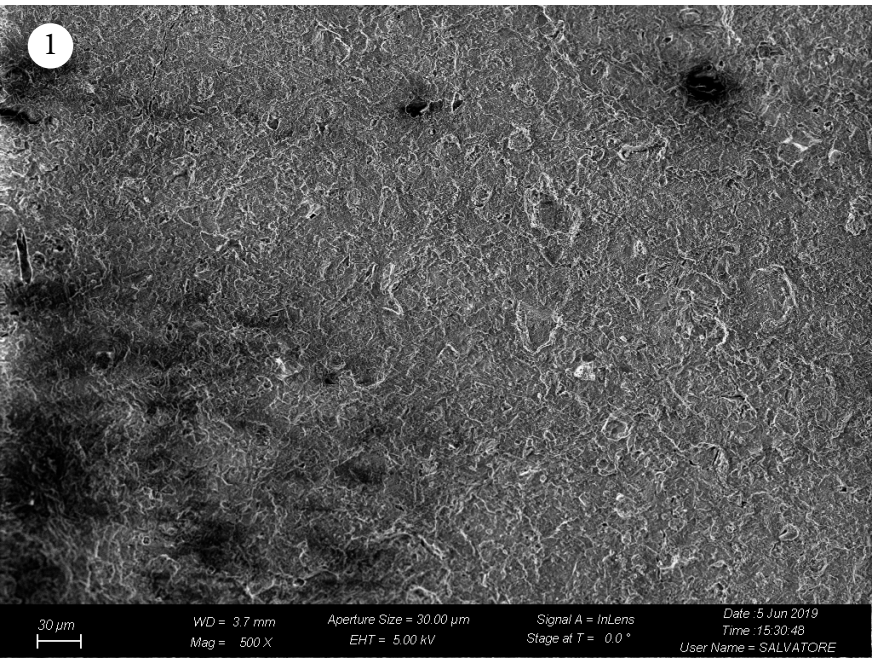


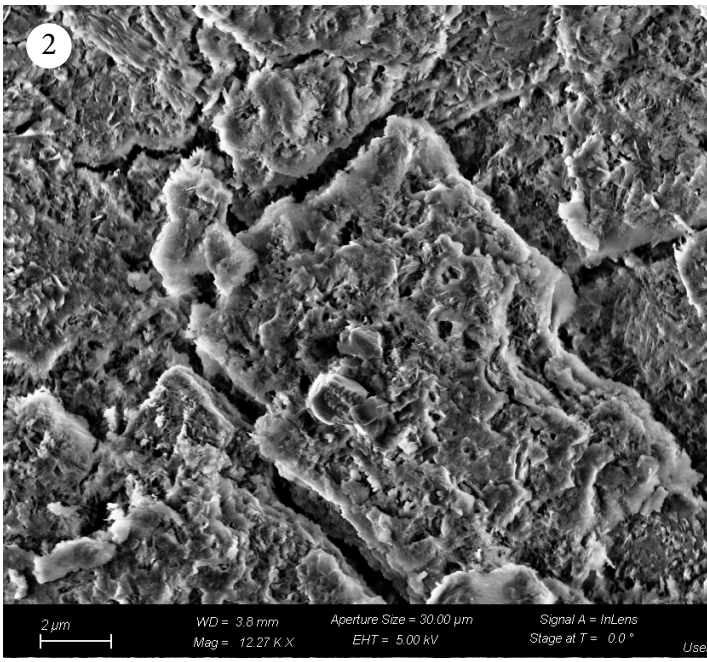
CAMPIONI BLANK

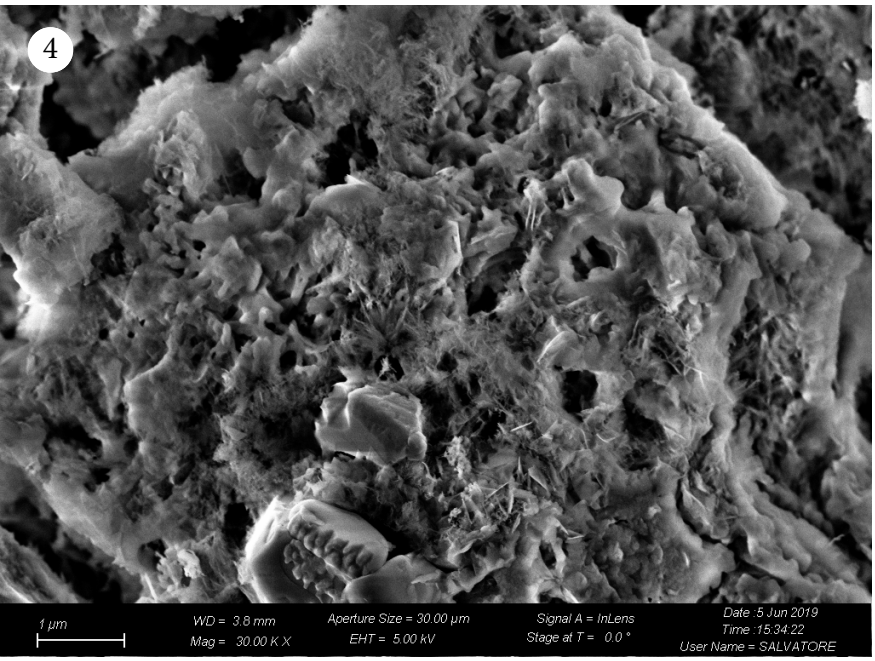
Le immagini qua riportate appartengono tutte all'analisi condotta sullo sfrido di materiale relativo all'impasto senza additivo.

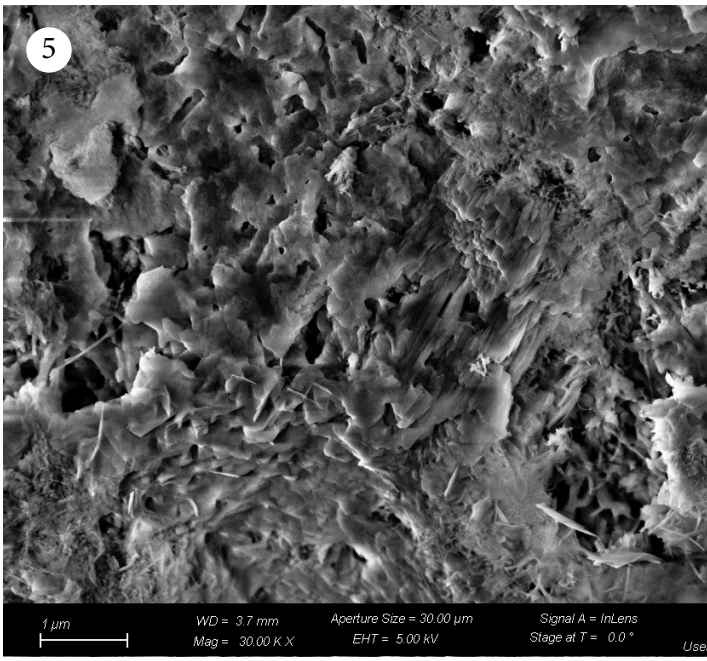
Si può osservare come, indipendentemente dal livello di iingrandimento effettuato, il quadro generale delle varie formazioni individuabili siano tutte presenti.

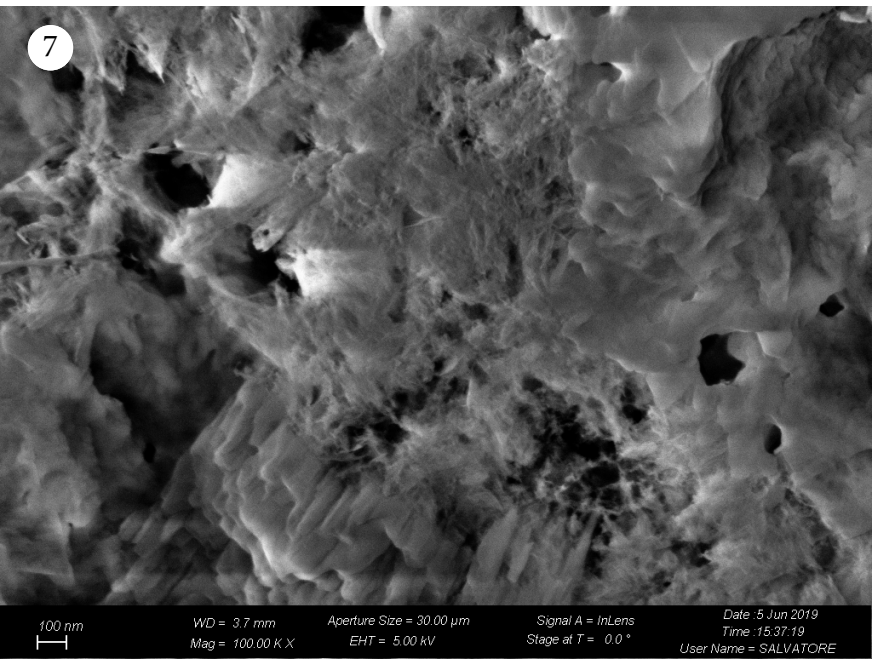
Inoltre, non si ravvisa la presenza di lacune o fori nella matrice cementizia, questo nonostante il trattamento non conforme subito.

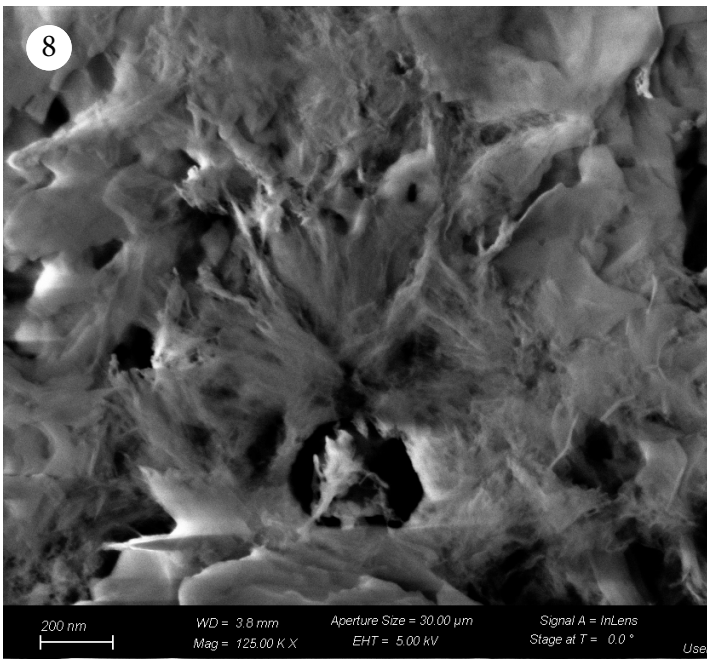

1
30 µm
WD = 3.7 mm
Mag = 500 X
Aperture Size = 30.00 µm
EHT = 5.00 kV
Signal A = InLens
Stage at T = 0.0 °
Date :5 Jun 2019
Time :15:30:48
User Name = SALVATORE

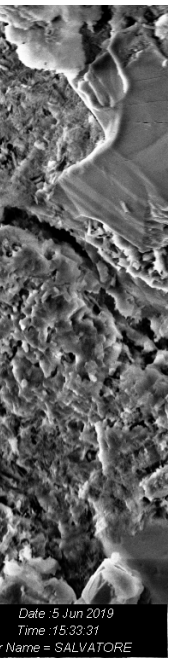

2
2 µm
WD = 3.8 mm
Mag = 12.27 K X
Aperture Size = 30.00 µm
EHT = 5.00 kV
Signal A = InLens
Stage at T = 0.0 °

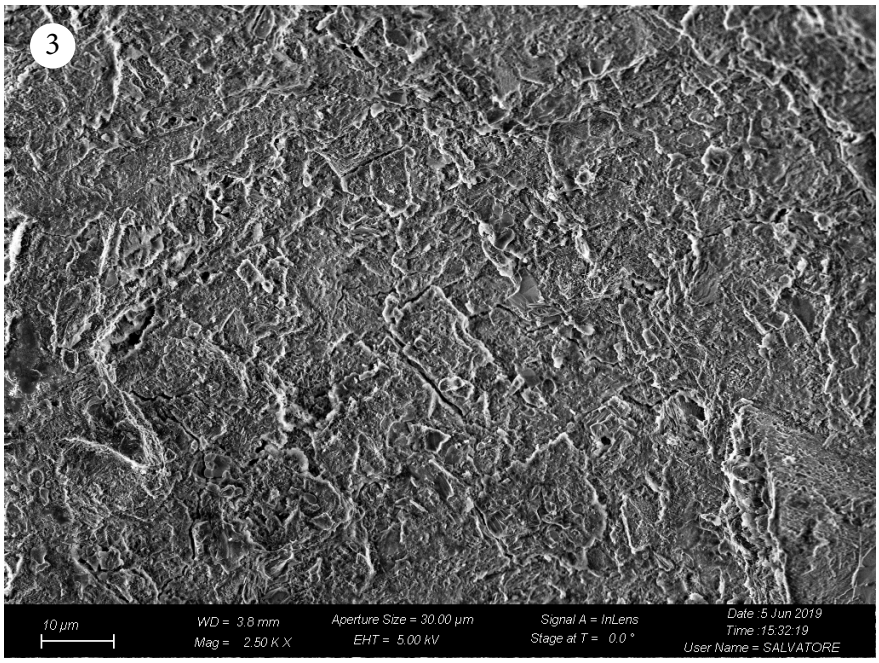

4
1 µm
WD = 3.8 mm
Mag = 30.00 K X
Aperture Size = 30.00 µm
EHT = 5.00 kV
Signal A = InLens
Stage at T = 0.0 °
Date :5 Jun 2019
Time :15:34:22
User Name = SALVATORE

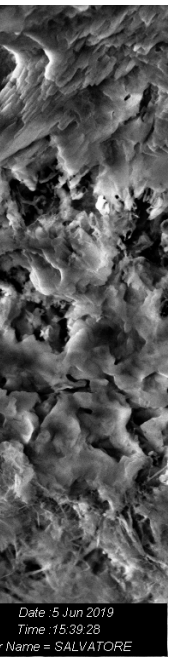

5
1 µm
WD = 3.7 mm
Mag = 30.00 K X
Aperture Size = 30.00 µm
EHT = 5.00 kV
Signal A = InLens
Stage at T = 0.0 °

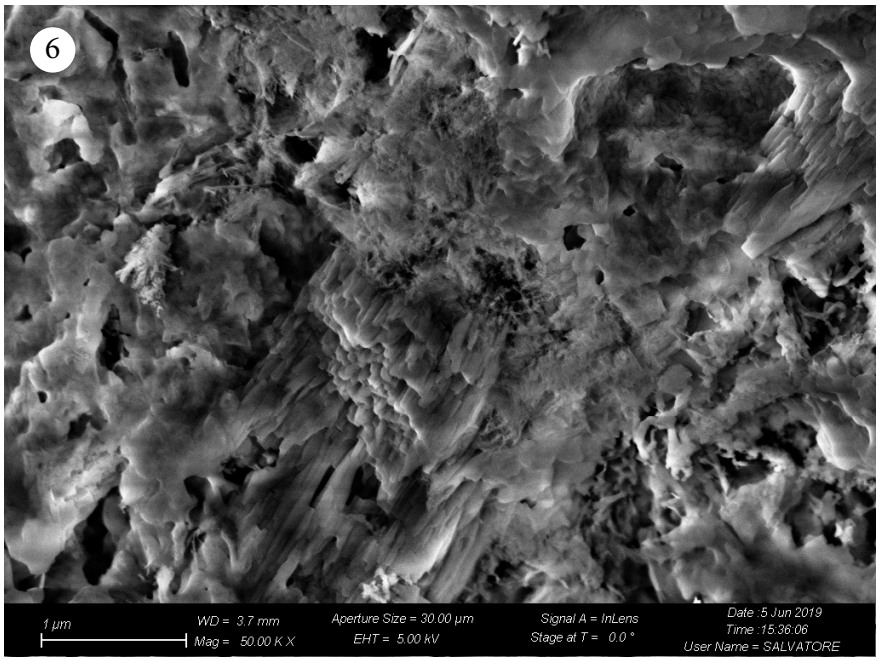

7
100 nm
WD = 3.7 mm
Mag = 100.00 K X
Aperture Size = 30.00 µm
EHT = 5.00 kV
Signal A = InLens
Stage at T = 0.0 °
Date :5 Jun 2019
Time :15:37:19
User Name = SALVATORE

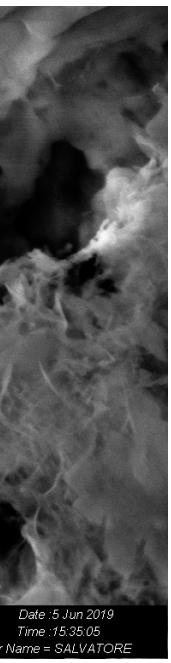

8
200 nm
WD = 3.8 mm
Mag = 125.00 K X
Aperture Size = 30.00 µm
EHT = 5.00 kV
Signal A = InLens
Stage at T = 0.0 °











CAMPIONI CON L'OSSIDO DI BISMUTO

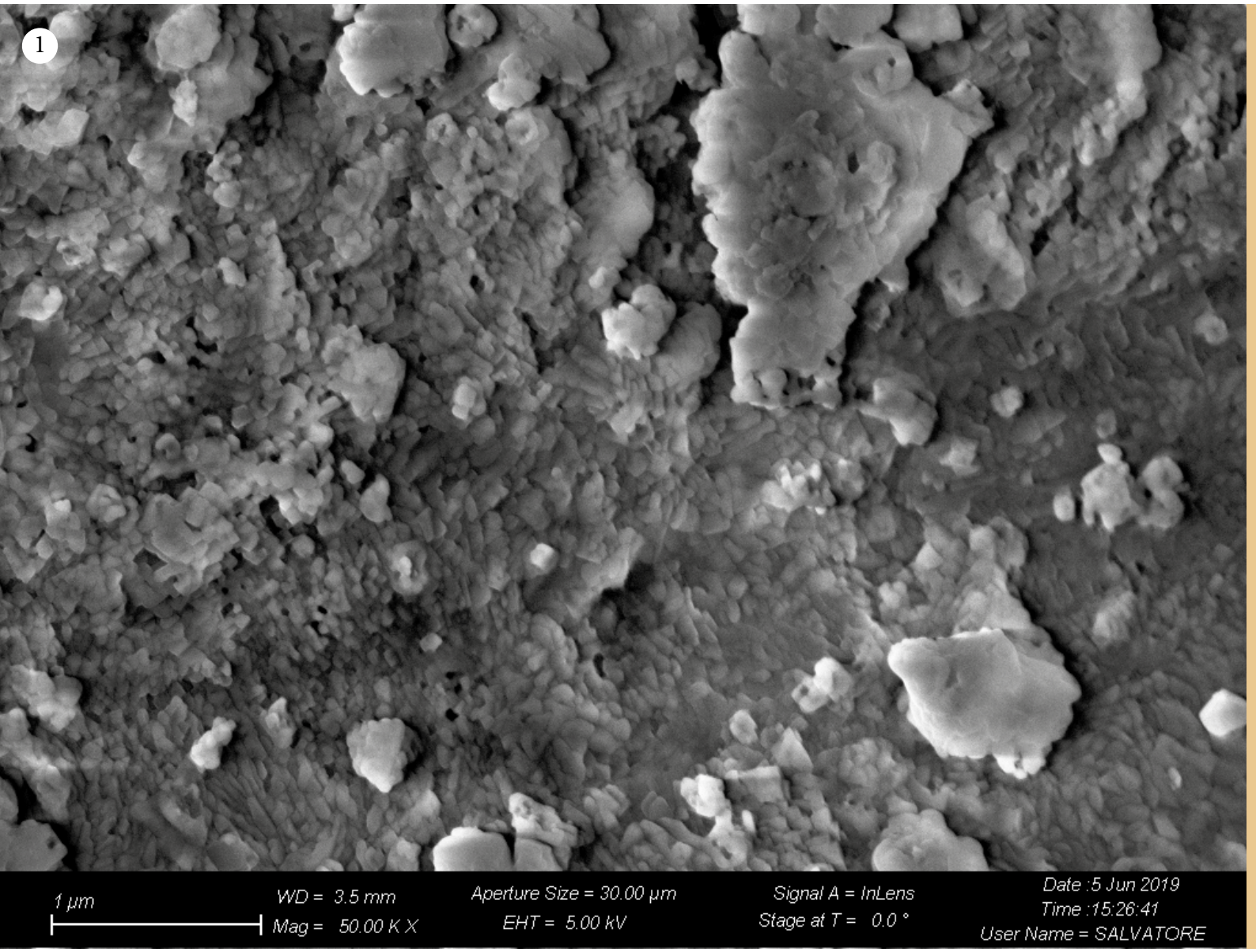
In questa sequenza di immagini, tutte appartenenti al campione fornito di cemento caricato con il 75 per cento in peso di ossido di bismuto, è possibile notare delle formazioni peculiari, proprie dell'additivo .

Anche in questa serie di foto, non si ravvisano lacune importanti della matrice cementizia. Inoltre, anche in questo caso, il quadro generale delle varie formazioni individuabili dei principali costituenti siano tutte presenti.

prove

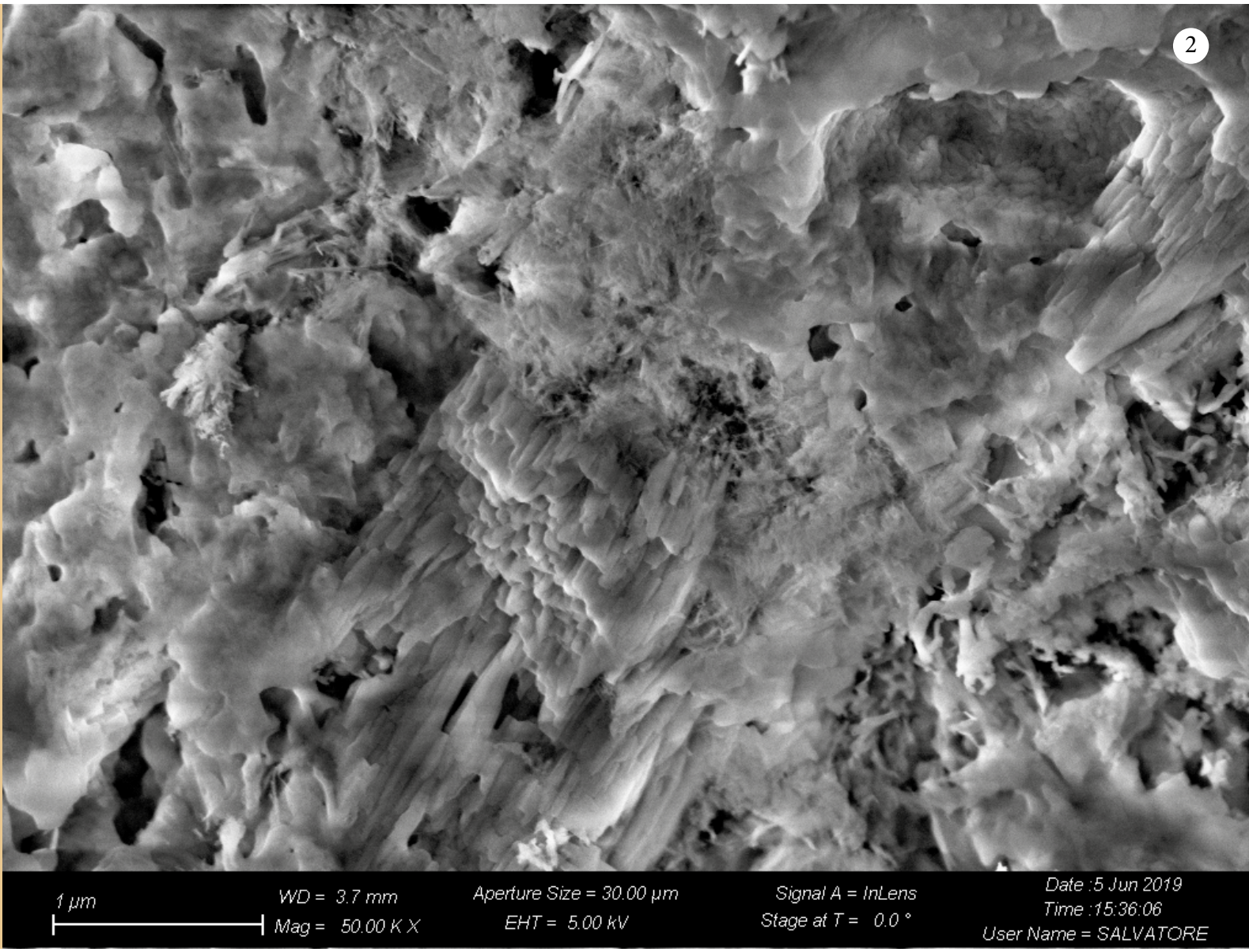
FE-SEM

CONFRONTO DI DUE IMMAGINI CAMPIONE SCELTE



CONFRONTO FRA DUE IMMAGINI RAW SCELTE

Riportiamo per un ulteriore confronto, due delle immagini raw dell'analisi eseguita dei campioni senza e con additivo già riportate nelle pagini precedenti. Qua però le vogliamo mostrare ingrandite, affiancandole nel medisimo fattore di scala relativa di 1 mm, per rimarcare quanto già descritto. Subito, si può notare bene come la struttura cementizia sia, in generale, in entrambe i campioni, totalmente idratata e vi sia omogeneità nella distribuzione dei costituenti l'impasto.



Alla sinistra abbiamo il campione senza additivo, mentre a destra il campione contenente il 75% in peso di ossido di bismuto.

500µm
Spectrum 1
ANALISI
EDS

3.3 ANALISI EDS

PROVE DI CARATERIZZAZIONE CHIMICO-FISICHE

Sempre presso il Laboratorio FE-SEM del DiSAT, è stata effettuata un'analisi qualitativa EDXS, Energy Dispersive XRay Spettroscopy, allo scopo di identificare gli elementi presenti nei campioni forniti. Grazie infatti alla spettrometria a raggi X, riusciamo ad avere lettura degli spettri di emissione comprensivi dei vari elementi costituenti il campione, parallelamente ad una valutazione delle proporzioni relative alla loro presenza. Questo, in funzione della misura dell'energia della radiazione caratteristica rilasciata nello spettro delle radiazioni X dagli elementi costituenti il campione sottoposti al flusso di elettroni del fascio emesso dalla macchina. Quest'ultima è la stessa utilizzata per l'analisi FE-SEM, grazie alle peculiarità accennate della torre strumenti GEMINI che incorpora vari strumenti di analisi.

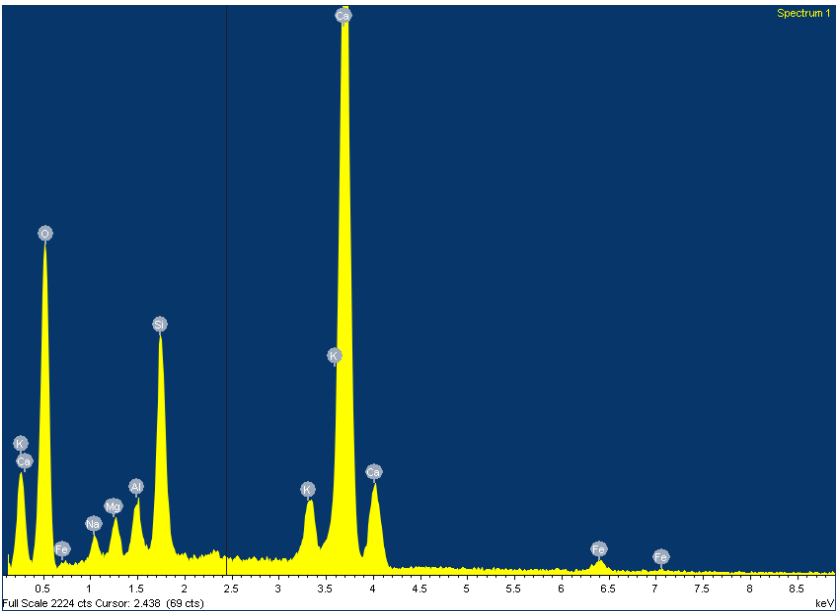
L'analisi EDS è stata compiuta conseguenzialmente all'analisi FE-SEM. Quindi, impiegando gli stessi sfridi prelevati dai campioni scelti per quell'analisi. La macchina utilizzata è infatti in grado di operare anche questa analisi. Così, usufruendo della stessa camera di analisi, anche per l'EDS riesce ad operare sullo stesso carosello di campioni già caricati.
Ribadiamo che non è stato necessario preparare i campioni per renderli maggiormente conduttivi tramite ricopertura di materiale quale oro o carbonio depositati con un eventuale processo di *sputtering*.

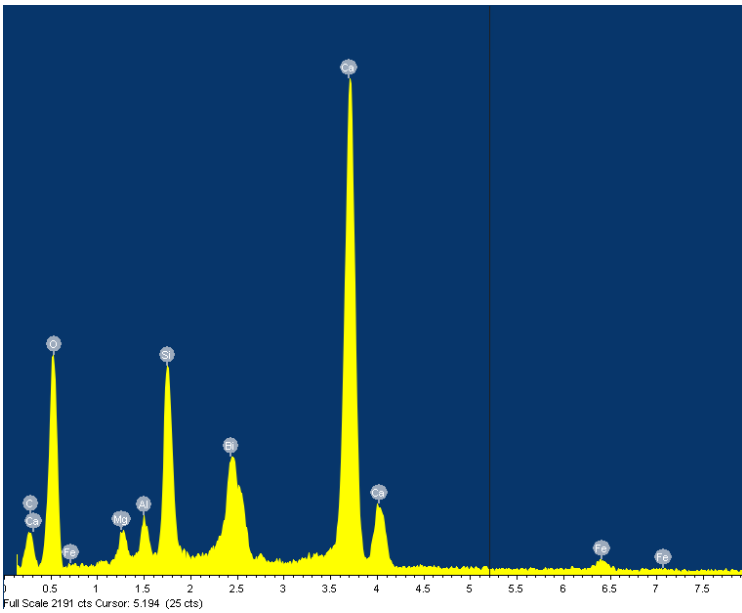
In condizioni operative poi, il materiale non ha dato segni di rilascio di una eventuale fase volatile per l'intera durata dell'analisi. Quindi, si è dimostrato sempre stabile e, questo, indipendentemente dalle condizioni di bassa pressione e delle interazioni dovute al fascio di elettroni accelerati dalla sonda.

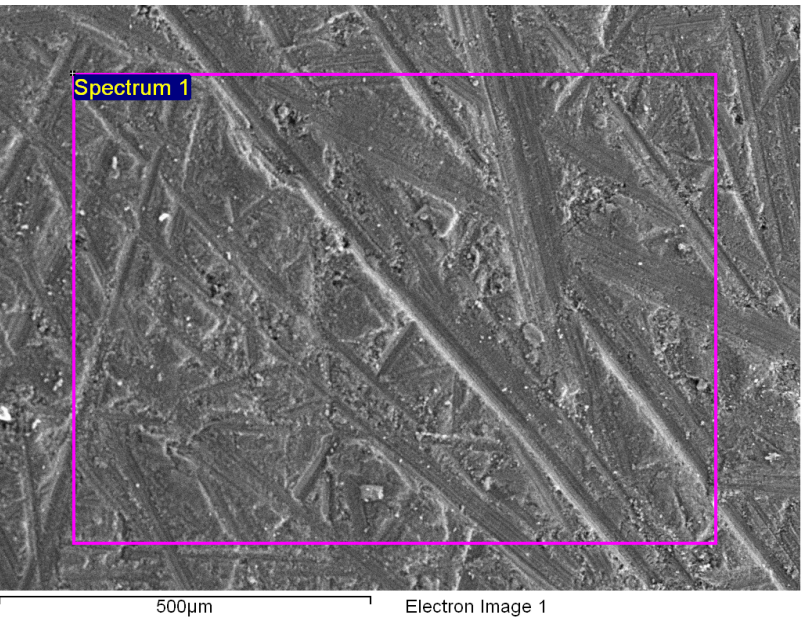
Dai grafici ottenuti a seguito dell'analisi qualitativa condotta sui nostri campioni, forniti al laboratorio nelle versioni senza additivo e con l'ossido di bismuto al 75 % in peso, è possibile verificare come i picchi di risposta segnalino variamente la presenza degli elementi caratteristici di un cemento portland.

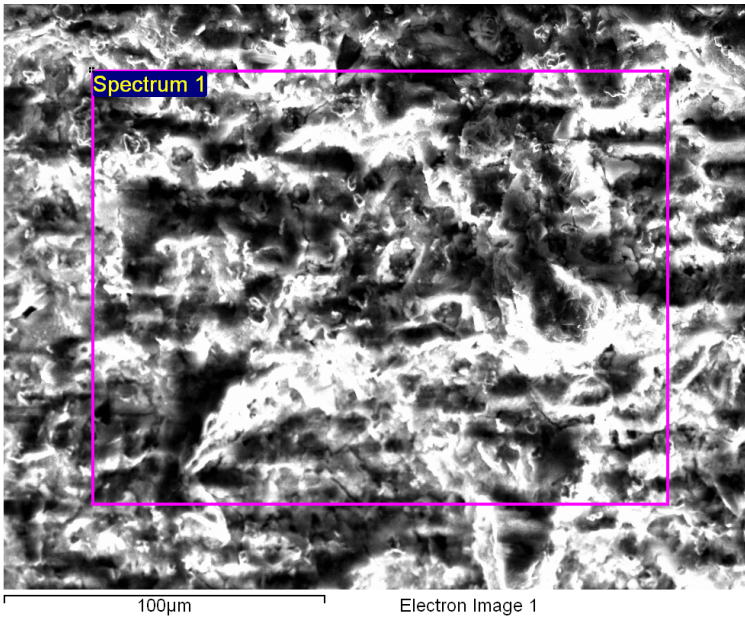
Non si notano compromissioni degli equilibri percentuale come auspicato, nemmeno in presenza di additivo caricato ad una percentuale così alta. Inoltre, proprio nel campione preparato introducendo l'ossido di bismuto, è possibile verificare la presenza di un picco di lettura specifico del bismuto. Ciò, segnala, confermando anche quanto visto con le immagini dell'analisi SEM, la riuscita distribuzione in maniera uniforme dell'additivo, durante le fasi di preparazione dei nostri campioni bersaglio.

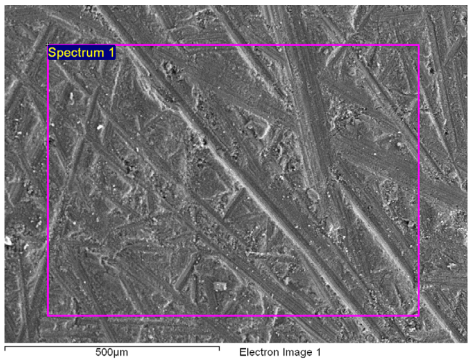
raw data analisi EDS











Spectrum processing :

Peak possibly omitted : 2.304 keV

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 6

Standard :

O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Na Albite 1-Jun-1999 12:00 AM

Mg MgO 1-Jun-1999 12:00 AM

Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM

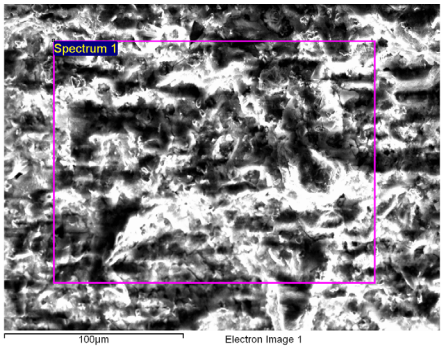
Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

K MAD-10 Feldspar 1-Jun-1999 12:00 AM

Ca Wollastonite 1-Jun-1999 12:00 AM

Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
O K	57.19	74.89
Na K	1.33	1.21
Mg K	1.52	1.31
Al K	1.63	1.26
Si K	6.43	4.80
K K	2.22	1.19
Ca K	28.46	14.88
Fe K	1.22	0.46
Totals	100.00	



Spectrum processing :

No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)

Number of iterations = 4

Standard :

C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM

O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Mg MgO 1-Jun-1999 12:00 AM

Al Al2O3 1-Jun-1999 12:00 AM

Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Ca Wollastonite 1-Jun-1999 12:00 AM

Fe Fe 1-Jun-1999 12:00 AM

Bi Bi 1-Jun-1999 12:00 AM

Element	Weight%	Atomic%
C K	9.13	16.46
O K	45.37	61.40
Mg K	1.27	1.13
Al K	1.34	1.08
Si K	6.29	4.85
Ca K	25.00	13.51
Fe K	1.30	0.50
Bi M	10.30	1.07
Totals	100.00	

SPETTROMETRIA GAMMA

ANALISI ED INTERPRETAZIONE DEI DATI ACQUISITI NELLA FASE SPERIMENTALE

Laboratorio Sorgenti Nucleari
DiSAT, Politecnico di Torino

VERIFICA DELLE PROPRIETA' DI ATTENUAZIONE 3.4

A seguito delle prove di spettrometria gamma condotte sui nostri campioni bersaglio, si è provveduto alla verifica e confronto dei dati raccolti, calcolando il valore dei seguenti coefficienti e grandezze:

1. Coefficiente di attenuazione lineare LAC

2.Coefficiente di assorbimento di massa, MAC

3. Valore dello spessore minimo necessario al dimezzamento dell'intensità della radiazione incidente, HVL (Half Value Layer)

4. Valore dello spessore minimo necessario alla riduzione ad un decimo dell'intensità della radiazione incidente, TVL (Tenth Value Layer)

1. IL COEFFICIENTE DI ATTENUAZIONE LINEARE LAC μ

Utilizzando la nota formula di Beer-Lambert, valutiamo i valori del coefficiente di attenuazione lineare facendo uso delle misure acquisite sperimentalmente in laboratorio con le prove di spettrometria gamma. Ricordiamo come il LAC sia il parametro più rapido per valutare le capacità di un qualunque materiale di assorbire le radiazioni incidenti, ponendo in relazione la qualità e spessore di un dato materiale attraversato da una radiazione ed il logaritmo dell'intensità della radiazione incidente stessa. [xx], [xx], [nucleonica]

Ovviamente, ricordiamo anche che tale condizione è verificata solamente quando si ha una radiazione gamma praticamente monoenergetica ed un allineamento perfettamente collimato fra radionuclide, materiale attraversato ed il tubo rilevatore.

$$I = I_0 \, e^{(-\mu X)} \qquad [cm^{-1}]$$

che possiamo anche trovare scritta come:

$$\mu = x^{-1} \, [\ln (I \; I_0^{(-1)})] \qquad [cm^{-1}]$$

Dove, μ rappresenta il valore del LAC cercato. La X è il valore dello spessore di materiale che abbiamo via via esposto all'azione delle radiazioni gamma.

Riportiamo a tabella i valori calcolati di LAC relativi ai campioni irradiati, che ricordiamo essere stati confezionati con spessori variabili, pari a 10, 40 e 50 mm rispettivamente, al fine di ottenere uno spessore totale di 100 mm, ovviamente, una volta allineati nel setup di misura. Inoltre, i campioni si distinguono anche per esser suddivisi in quattro tipologie distinte per percentuale in peso di Bi2O3 contenuto nella pasta cementizia preparata. Ritroviamo così, anche una serie di campioni senza additivo, quindi allo 0 wt%, quelli contenenti il 25, il 50 ed il 75 wt% di ossido di bismuto.

target [mm]	Blank [cm^{-1}]	25 wt% [cm^{-1}]	50 wt% [cm^{-1}]	75 wt% [cm^{-1}]
target 10 mm , LAC =	0.166	0.391	0.483	0.955
target 50 mm , LAC =	0.168	0.253	0.281	0.489
target 100 mm , LAC =	0.169	0.219	2.306	2.306

Tabella 3.1: valori sperimentalmente ottenuti di LAC dei campioni preparati

2. COEFFICIENTE DI ASSORBIMENTO DI MASSA, MAC

Il valore del coefficiente di assorbimento di massa MAC è un dato che permette di descrivere le varie interazioni fra il materiale costituente l'unità di massa del campione per unità di superficie con i fotoni provenienti dal radionuclide scelto come nostra sorgente.

$$\frac{\mu}{\rho} = \sum_{i}^{n} w_i \left(\frac{\mu}{\rho}\right)_i \qquad \left[\frac{\mu}{\rho}\right] = [cm^2/g]$$

dove abbiamo w_i essere la frazione in peso calcolata dell'elemento iesimo costituente la nostra matrice cementizia.

Si è proceduto così al calcolo delle frazioni in peso "*w*" dei singoli elementi che costituiscono l'impasto utilizzato per la preparazione dei bersagli in cemento.

Siamo partiti col verificare l'aderenza delle indicazioni dateci dalla letteratura di settore confrontando varie indicazioni anche relative al responso della prova di caratterizzazione EDS. In tal modo abbiamo deciso per la seguente composizione, espressa in percentuale di peso, dei vari costituenti di un cemento PORTLAND (1) 52.5 R in quanto abbastanza allineata con valori letti:

SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Fe_2O_3	Na_2O	K_2O	Cl
23.41	6.35	65.58	2.46	2.31	3.46	0.14	0.29	0.02

Deriviamo così i dati necessari al calcolo, prevedendo anche le diverse percentuali di ossido di bismuto presente nell'impasto.

Si riportano a tabella i valori così calcolati necessari per il calcolo effettuato con XCOM.

Tabella 3.2: Cemento preparato additivando Bi_2O_3 al 25 wt%:

Bi_2O_3	H_2O	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Fe_2O_3	Na_2O	K_2O	Cl
0.14	0.29	0.134	0.04	0.37	0.014	0.013	0.02	0.001	0.002	0.001

Tabella 3.3: Cemento preparato additivando Bi_2O_3 al 50 wt%:

Bi_2O_3	H_2O	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Fe_2O_3	Na_2O	K_2O	Cl
0.25	0.25	0.12	0.032	0.33	0.012	0.0115	0.017	0.001	$1.5x10^{-3}$	$1x10^{-4}$

Tabella 3.4: Cemento preparato additivando Bi_2O_3 al 75 wt%:

Bi_2O_3	H_2O	SiO_2	Al_2O_3	CaO	MgO	SO_3	Fe_2O_3	Na_2O	K_2O	Cl
0.33	0.22	0.10	0.028	0.28	0.011	0.0103	0.0154	$6x10^{-4}$	0.0013	$9x10^{-4}$

Questi calcoli ci danno così la possibilità di accedere alla programmazione del software XCOM del NIST, così da poter simulare i rispettivi valori di MAC in relazione agli specifici impasti preparati. Il programma ci restituisce anche i valori calcolati in frazioni di peso di tutti i costituenti intesi come atomi dell'impasto cementizio. Come, ad esempio, per l'impasto contenente il 75 wt% di Bi_2O_3, il software riporta: z=83, 0.296990 fract by weight.

Subito, verifichiamo così che sui 318.67 g dell'impasto preparato per i nostri tre campioni bersaglio, il valore dato corrisponde ad un quantitativo del solo atomo di Bi = 97.64g. Ricordiamo che il totale di Bi_2O_3 inserito per l'impasto con il 75 wt% corrisponde a 106.23g.

Riporto a tabella i valori riferiti da programma XCOM per le frazioni di peso relative agli atomi del composito cementizio preparato con il 75 wt% di Bi_2O_3:

Z	Atom	Fract by weight
1	H	0.024699
8	O	0.392637
11	Na	0.000355
12	Mg	0.0006655
13	Al	0.014868
14	Si	0.046899
16	S	0.004139
17	Cl	0.000090
19	K	0.001083
20	Ca	0.200778
26	Fe	0.010807
83	Bi	0.296990

CONFRONTO FRA I VALORI DI LAC SPERIMENTALI E CALCOLATI CON XCOM

Inoltre, procedendo con una semplice moltiplicazione del valore di MAC ottenuto grazie ad XCOM del NIST per il valore della densità specifica dei vari campioni preparati, otteniamo i valori di LAC stimato, da confrontare con quelli ricavati sperimentalmente con la spettrometria gamma. Ed il tutto calcolato utilizzando la composizione chimica, come visto, che si è ritenuta la più vicina a quella reale dei nostri bersagli.
La densità relativa ai campioni preparati in ragione della concentrazione in peso di ossido di bismuto additivato:

TIPOLOGIA CAMPIONI BERSAGLIO, (diam.= 28 mm, H =10 mm, V = 6.16 cm^3)	m [g]	ρ [g/cm^3]
Campioni - BLANK	12.01	1.950
Bi_2O_3 al 25 wt%	14.12	2.292
Bi_2O_3 al 50 wt%	15.01	2.437
Bi_2O_3 al 75 wt%	15.51	2.518

I DATI OTTENUTI DA XCOM RELATIVI AL COEFFICIENTE MAC

Qua di seguito riportiamo, ad esempio, la tabella riassuntiva generata in maniera specifica per il nostro campione con il livello di 75 wt % di ossido di bismuto Bi_2O_3. Si notino i valori specifici, corrispondenti ai picchi energetici dei due radionuclidi scelti per le prove in laboratorio. Quindi, per il ^{137}Cs il picco si colloca sui 0.662 MeV, per il ^{60}Co i canali energetici corrispondenti sono invece posti sui 1.173 e 1.332 MeV.

Photon Energy	Coherent Scatter	Incoherent Scatter	Photoel. Absorb	Nuclear Pr. Prd	Electron Pr. Prd	Tot. w/ Coherent	Tot. wo/ Coherent
6.620E-01	2.269E-03	7.382E-02	1.355E-02	0.000E+00	0.000E+00	8.964E-02	8.737E-02
1.173E+00	7.429E-04	5.640E-02	4.133E-03	4.960E-05	0.000E+00	6.133E-02	6.059E-02
1.332E+00	5.781E-04	5.285E-02	3.244E-03	2.758E-04	0.000E+00	5.695E-02	5.637E-02

Ritroviamo così che sul canale energetico tipico per il ^{137}Cs abbiamo valori di MAC con e senza scattering pari rispettivamente a : 0.08964 cm^2/g e 0.08737 cm^2/g.

Questa operazione ci consente di ottenere i valori di LAC teorico, ricavandolo direttamente moltiplicando il valore del MAC teorico, appena ottenuto da XCOM, per la densità approssimativa del campione bersaglio preso in considerazione. Inoltre, per rimanere in linea con metodo teorico, confronteremo i dati sperimentali ottenuti per il campione a minore spessore, quindi quello relativo al bersaglio di spessore pari ad 1 cm di cemento.

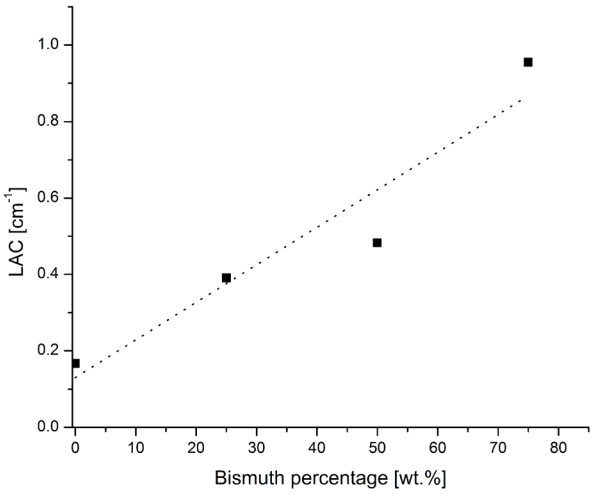
I VALORI DI LAC TEORICO CALCOLATI

Riportiamo, quindi, organizzando a tabella il tutto, i risultati del calcolo del LAC teorico, in funzione del tipo di cemento ed in corrispondenza degli specifici canali energetici emessi dai due radionuclidi.

Samples mixes	LAC μ experimental values h=10 mm [cm^{-1}]	^{137}Cs, 0.662 MeV XCOM μ values [cm^{-1}]		^{60}Co, 1.173 MeV XCOM μ values [cm^{-1}]		^{60}Co, 1332 MeV XCOM μ values [cm^{-1}]	
		LAC w/ Coherent scatt	LAC wo/ Coherent scatt	LAC w/ Coherent scatt	LAC wo/ Coherent scatt	LAC w/ Coherent scatt	LAC wo/ Coherent scatt
BLANK	0.17	0.156	0.155	0.119	0.118	0.111	0.111
Cem+25wt%	0.39	0.193	0.190	0.140	0.139	0.131	0.130
Cem+50wt%	0.483	0.212	0.208	0.149	0.148	0.139	0.138
Cem+75wt%	0.956	0.226	0.220	0.154	0.153	0.143	0.142

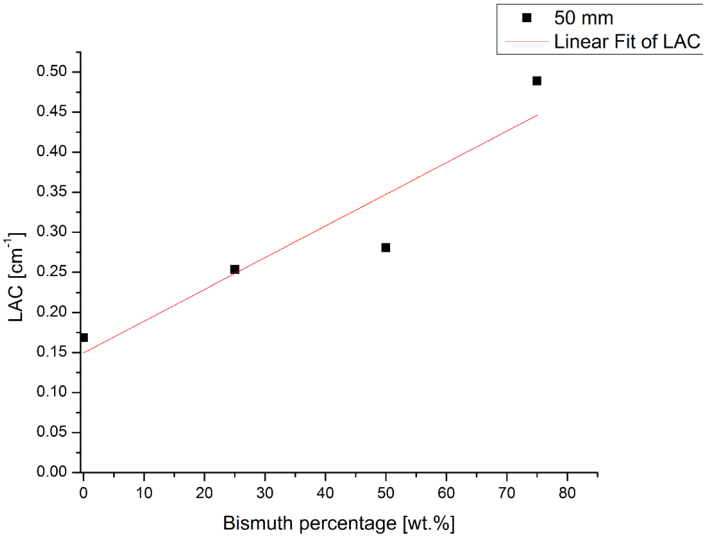
Tabella 3.6: valori di LAC teorico ottenuti utilizzando il software XCOM.

grafico (a)



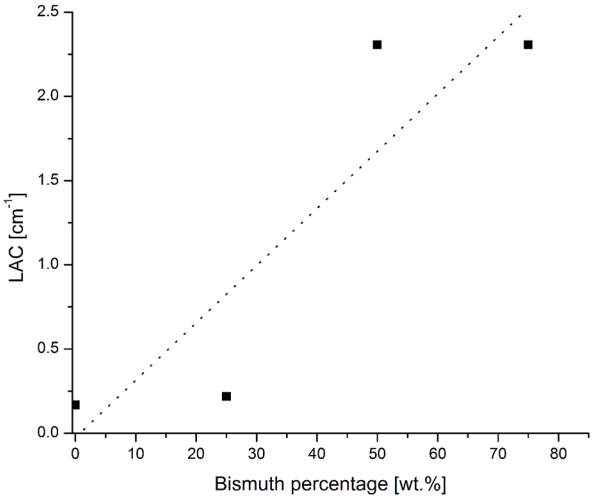
spessore campioni 10 mm

grafico (b)



spessore campioni 50 mm

grafico (c)



spessore campioni 100 mm

Grafici (a), (b), (c). - I tre grafici qua riportati relativi ai valori di LAC confrontati rappresentano, in funzione dello spessore dei campioni, il fittaggio lineare tra dati sperimentali e dati calcolati con XCOM rispettivamente per spessore campione: grafico (a) 10 mm; grafico (b) 50 mm; grafico (c) 100 mm.

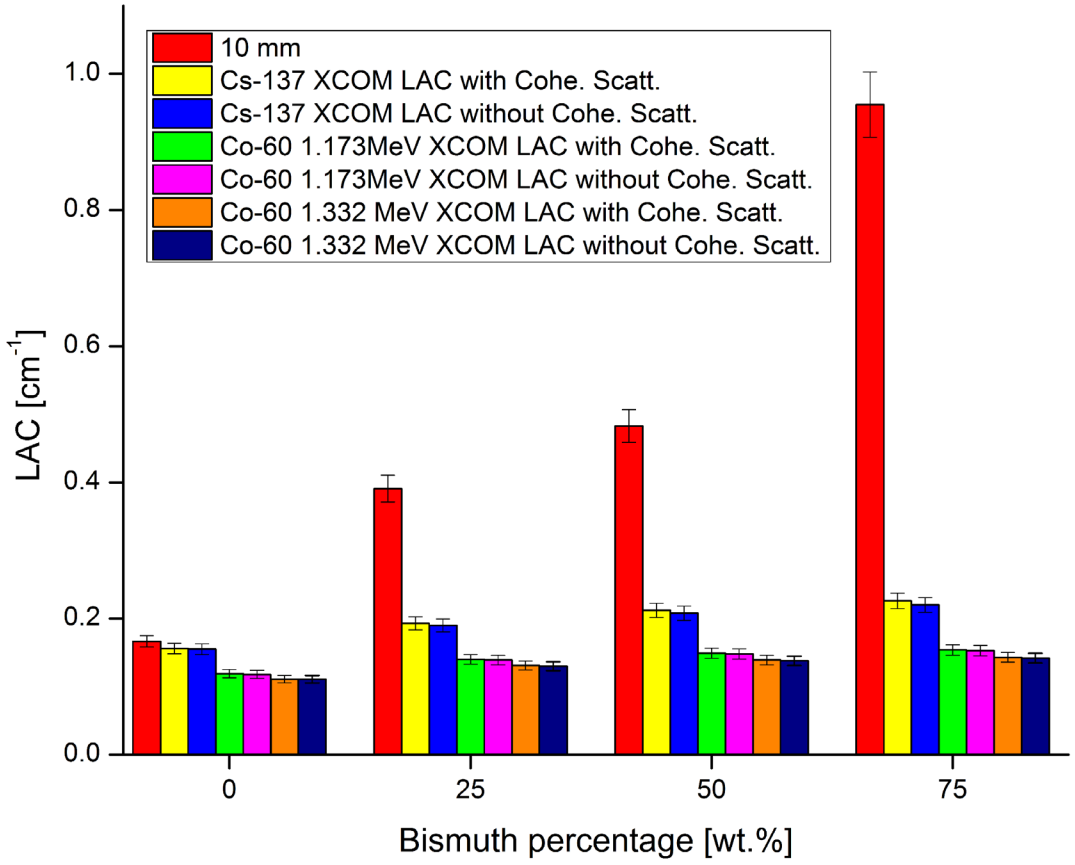


Grafico (d). - Grafico riassuntivo dei valori di LAC ottenuti confrontando i dati sperimentali ed i dati calcolati con XCOM, in funzione della percentuale in peso di ossido di bismuto contenuta nei campioni dello spessore di 10 mm.

3. e 4. Calcolo dei valori di HVL (Half Value Layer) e TVL (Tenth Value Layer)

Questi due parametri sono grandezze integrative ai fini di una migliore comprensione del fenomeno legato al trasferimento di energia, azione operata dalla sorgente nei confronti del materiale costituente il bersaglio in cemento. Infatti, permettono, di calcolare a quale profondità la radiazione andrà, nel primo caso, a dimezzare il valore inizialmente fornito di energia impattando il materiale, mentre con la seconda, si vedrà calcolata la profondità alla quale la radiazione andrà a ridursi ad un decimo del valore iniziale.

Risultano quindi entrambe utili in un eventuale primissimo approccio ad un problema di schermatura di radiazioni, qualora ci si ponesse la domanda su

quanto materiale sia necessario, inteso come il minimo necessario, per schermare la metà o ridurre ad un decimo le radiazione incidenti.

Entrambe vengono direttamente calcolate partendo dal valore del coefficiente lineare di attenuazione con le seguenti formule:

$$HVL = \ln 2 / \mu \qquad [HVL] = [cm]$$

$$TVL = \ln 10 / \mu \qquad [TVL] = [cm]$$

Operiamo, quind,i il calcolo partendo dai valori di LAC sperimentalmente ottenuti dalla campagna di misure eseguite con la spettrometria gamma sui nostri campioni. Riportiamo per comodità la tabella riassuntiva dei valori trovati.

target [mm]	Blank [cm^{-1}]	25 wt% [cm^{-1}]	50 wt% [cm^{-1}]	75 wt% [cm^{-1}]
target 10 mm , LAC =	0.166	0.391	0.483	0.955
target 50 mm , LAC =	0.168	0.253	0.281	0.489
target 100 mm , LAC =	0.169	0.219	2.306	2.306

Tabella 3.1: valori sperimentalmente ottenuti di LAC dei campioni preparati

HVL, HALF VALUE LAYER

Riassumiamo i valori calcolati di HVL nella seguente tabella:

target [mm]	Blank [cm]	25 wt% [cm]	50 wt% [cm]	75 wt% [cm]
target 10 mm , HVL =	4.175	1.773	1.435	0.726
target 50 mm , HVL =	4.126	2.740	2.467	1.420
target 100 mm , HVL =	4.102	3.165	0.301	0.301

Tabella 3.7: valori di HVL riportati in funzione di spessore [mm] e percentuale in peso di Bi_2O_3 additivato.

TVL, TENTH VALUE LAYER

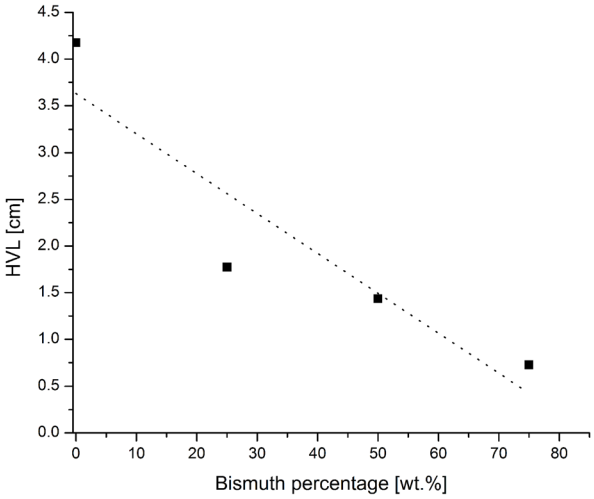
Riassumiamo i valori calcolati di TVL nella seguente tabella:

target [mm]	Blank [cm]	25 wt% [cm]	50 wt% [cm]	75 wt% [cm]
target 10 mm , TVL =	13.871	5.889	4.767	2.411
target 50 mm , TVL =	13.706	9.101	8.194	4.709
target 100 mm , TVL =	13.625	10.514	0.998	0.998

Tabella 3.8: valori di TVL riportati in funzione di spessore [mm] e percentuale in peso di Bi_2O_3 additivato.

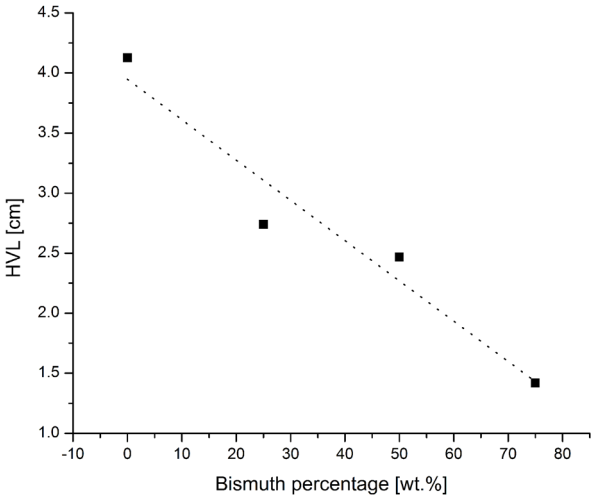
grafici elaborati a confronto

grafico (e)



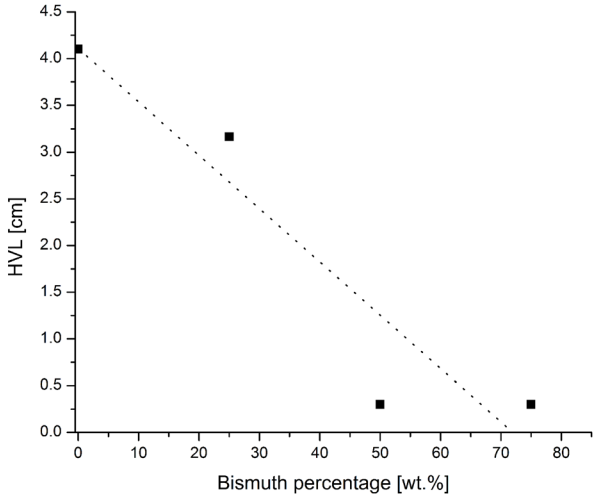
spessore campioni 10 mm

grafico (f)



spessore campioni 50 mm

grafico (g)



spessore campioni 100 mm

Grafici (e), (f), (g). - I tre grafici qua riportati relativi ai valori di HVL confrontati rappresentano, in funzione dello spessore dei campioni, il fittaggio lineare tra dati sperimentali e dati calcolati con XCOM rrispettivamente per spessore campione: grafico (e) 10 mm; grafico (f) 50 mm; grafico (g) 100 mm.

spessore campioni 10 mm

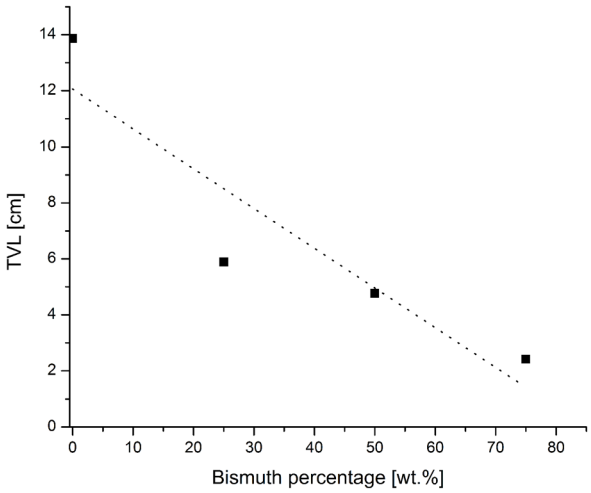


grafico (h)

spessore campioni 50 mm

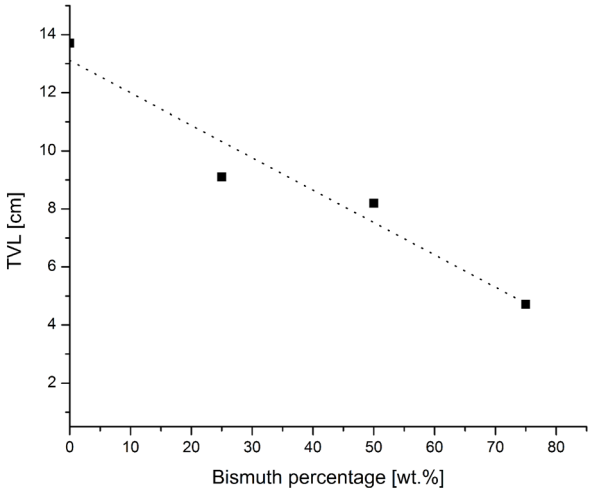


grafico (i)

spessore campioni 100 mm

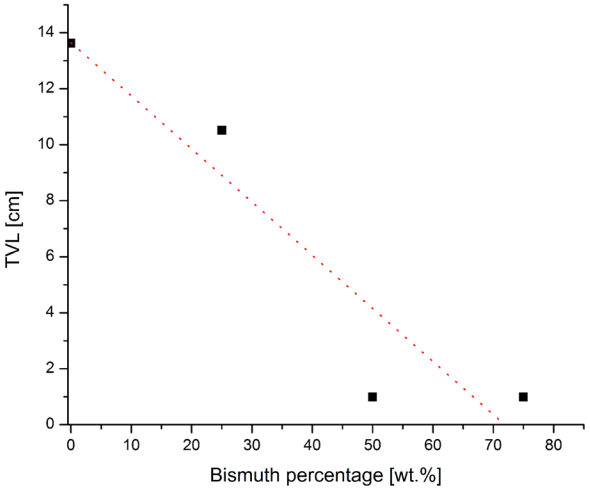


grafico (j)

Grafici (h), (i), (j). - grafici relativi ai valori di TVL in funzione dello spessore e della percentuale di ossido di bismuto. I dati rappresentati sono il risultato del fittaggio lineare tra dati sperimentali e dati calcolati con XCOM rispettivamente per spessore campione: grafico (a) 10 mm; grafico (b) 50 mm; grafico (c) 100 mm.

DISCUSSIONE DEI RISULTATI

Per affrontare il lavoro di analisi delle prestazioni schermanti le radiazioni ionizzanti offerte dal tipo di materiale, un impasto di cemento contenente concentrazioni via via crescenti di ossido di bismuto Bi_2O_3, sono state create quattro serie di campioni contenenti rispettivamente nessun additivo e l'ossido in qualità di additivo al 25, 50 e 75 peso %.

I campioni così ottenuti, adattati dimensionalmente, sono stati sottoposti ad una verifica di spettrometria gamma, esponendoli all'attività di due sorgenti da laboratorio: ^{60}Co e ^{137}Cs. Questi al fine di poter collezionare dati sperimentali sufficienti da poter confrontare con quelli teorici e poter così valutare quanto l'ossido di bismuto sia capace di incrementare il livello di attenuazione delle radiazioni gamma utilizzate per testarlo.

LAC

I valori ottenuti come risultati della campagna sperimentale di raccolta dati relativi alle analisi di spettrometria gamma vanno come si può leggere e verificare nella Tab. 3.1 e vanno a confermare quanto ci si aspettava. Infatti, i campioni contenenti Bi_2O_3 come additivo, offrono valori di attenuazione delle radiazioni via via migliore in funzione della percentuale di ossido presente nell'impasto.

Inoltre, i valori di densità raggiunti dall'impasto di cemento così caricato di ossido di bismuto potrebbero essere letti come fattori corresponsabili insieme all'alta concentrazione per unità di volume di un materiale notoriamente radioopaco come lo sono gli atomi di bismuto dell'ossido aggiunto, dei risultati raggiunti nelle misure del LAC. Questi fenomeni sono stati osservati e riportati anche in altri lavori condotti nello specifico delle verifiche delle prestazioni di attenuazione di malte di cementi addizionati con l'ossido di bismuto e l'ossido di piombo (Ya Yao et al., 2016), ottenevano prestazioni comparabili. Lo stesso dicasi per altre esperienze viste.

Riteniamo quindi più che soddisfacenti i valori di LAC ottenuti a livello sperimentale, (Tab. 3.1), con un semplice impasto di cemento caricato di ossido di bismuto al 25 % in peso e con uno spessore di soli 10 mm e dal diametro di 28 mm. L'assenza di aggregati inoltre, va a favore di una valutazione senza rischi di dubbi nella valutazione delle responsabilità relative alle capacità di attenuazione dell'ossido di bismuto additivato in funzione della semplice concentrazione per unità di volume. Abbiamo così verificato sperimentalmente che i valori di LAC erano, a parità di spessore del bersaglio, direttamente proporzionali ai valori in percentuale di peso di ossido di bismuto aggiunto.

Parallelamente ai dati sperimentali si è proceduto con al calcolo teorico dei coefficienti di assorbimento lineare dei cementi preparati, facendo uso del software XCOM. A tale scopo, una volta definita la composizione dell'impasto

cementizio non additivato e quelle contenenti le diverse percentuali in peso di ossido di bismuto utilizzate per i nostri campioni, (tabelle 3.1, 3.2, 3.3), è stato possibile ottenere i dati necessari per l'esecuzione del software.
I valori di LAC teorico ottenuti dal calcolo con il software sono raccolti nella Tabella 3.6.

Si è quindi proceduto al confronto dei dati ottenuti concretizzatisi poi nei grafici relativi a i valori di LAC. Si può apprezzare una relativa vicinanza dei vari punti, quindi, che i valori sperimentali convergono su quelli teorici proposti come confronto. Tale comportamento lo si riscontra indipendentemente dalla sorgente del radionuclide utilizzato e della tipologia di campione verificato.

HVL E TVL

Nel corso delle verifiche prestazionali del materiale, si è proceduto poi ai calcoli dei valori di HVL e TVL, permettendoci così di verificare a quale profondità la radiazione riesce ad arrivare impattando il materiale in funzione del valore di energia inizialmente posseduta.

Come già riportato, queste misure risultano utili in un primo eventuale approccio ad un problema di schermatura di radiazioni, permettendo una prima stima di quanto materiale sia necessario, inteso sempre come il minimo necessario, per ridurre della metà o ad un decimo le radiazione incidenti su bersaglio.

Anche in questo caso, i valori ottenuti possono essere ritenuti soddisfacenti ed indice che il materiale addizionato alla pasta cementizia di partenza è capace di implementarne le caratteristiche di attenuazione delle radiazioni g.

04

capitolo 4

conclusioni

Con questo lavoro di tesi si è esplorata la possibilità di impiegare in una pasta a base di cemento del biossido di bismuto, Bi_2O_3, con differenti percentuali di concentrazione rispetto al peso di cemento, al fine di valutarne le capacità di assorbimento di radiazioni ionizzanti incidenti. Per perseguire tale scopo, si sono preparati quattro serie di campioni contenti il 25, il 50 ed il 75 per in peso rispettivamente di ossido di bismuto. Per confronto è stata confezionata la quarta serie di campioni evitando l'additivo.

Si sono preparati campioni di spessori pari a 10, 40, 50 mm. In questo modo è stato possibile valutare il materiale ricombinando diversamente i campioni così tagliato.

Analizzando i dati ottenuti con le prove sperimentali basate sulla spettrometria gamma eseguita sui vari campioni prodotti, si sono ottenuti i seguenti risultati:

- i dati sperimentali e quelli teorici tendono ad allinearsi dimostrandosi, in generale, convergere su valori comunque molto simili;

- il cemento in funzione della percentuale di additivo a base di Bi_2O_3 risulta maggiormente capace di assorbire le radiazioni incidenti mostrando anche valori di HVL e TVL interessanti;

- l'incremento del valore del coefficiente LAC risulta crescere con il crescere della percentuale in peso presente di Bi_2O_3. La causa alla base di tale risposta del materiale si potrebbe ricercare anche in una notevole aumento di densità del materiale [64], via via che la concentrazione per unità di volume di additivo è stata accresciuta;

Inoltre, in relazione ai processi legati all'idratazione della pasta cementizia in concomitanza di una percentuale tanto alta di additivo, il 75 wt%, le osservazioni condotte a seguito anche delle prove di caratterizzazione condotte, fanno comunque propendere verso una linea di pensiero riscontrabile ormai in maniera diffusa anche in letteratura: l'ossido di bismuto potrebbe agevolare in funzione della sua presenza in percentuali alte, partendo su valori riportati dai più al di sopra almeno del 20 wt%, [64], le prestazioni meccaniche di un cemento o di un eventuale calcestruzzo.

Queste, potrebbero essere le premesse per degli studi più approfonditi dei meccanismi di idratazione di un cemento così additivato, in funzione anche di fattori d'esposizione caratteristici, legati alla presenza di calore, di agenti chimici e radiazioni, così come previsto anche da standard di riferimento specifici. In tal modo, si permetterebbe lo sviluppo e quindi una campagna di analisi sperimentale approfondita, anche su eventuali forme di possibile utilizzazione del materiale. Ovviamente, con il fine ultimo di creare elementi destinati a costruire schermature per radiazioni X o g più o meno specializzate.

Infatti, sulla base dell'esperienza maturata per produrre i campioni bersaglio, considerato l'attuale panorama di prodotti commerciali rispondenti ai vari standard, riteniamo potrebbe essere interessante l'impiego del materiale per la

realizzazione anche di elementi modulari variamente conformati.

Ciò renderebbe possibile lo sviluppo di una tecnica specifica, derivata dagli ambiti della prototipazione rapida, con la finalità di sperimentare il materiale conformato sotto forma di eventuali formelle elementari ad esempio, una sorta di scandole atte a costituire una pelle di protezione modulare, autoportante, variamente rispiegabile. Tali elementi potrebbero quindi essere integrabili fra loro per costituire una barriera continua specializzata, spazialmente distribuita, data dalla sovrapposizione di elementi capaci di garantire singolarmente una resistenza all'aggressione di prodotti chimici pericolosi, a nebbia acida, all'esposizione di una fiamma diretta, ed all'esposizione di radiazioni ionizzanti, conformandosi così, di volta in volta, come tunnel di ventilazione e per l'evacuazione di personale magari da ambienti a rischio.

Facendo poi uso di software per la progettazione parametrica, sarebbe possibile anche gestire la progettazione dei singoli elementi in tutte le loro caratteristiche. Risulterebbe così possibile definire per ogni elemento la percentuale in peso di additivo da utilizzare per l'impasto di cemento ed oltre agli spessori, la grandezza, gli specifici sistemi di ancoraggio, la deposizione degli elementi necessari per fibro rinforzare in maniera diffusa, o più o meno puntualmente, nidificandone il disegno quindi all'occorrenza con, alla fine, la possibilità anche di inglobare l'elemento prodotto, e di trattarne le superfici a seconda delle specifiche esigenze. E tutto questo, agendo da remoto, gestendo in tempo reale la macchina di formazione specializzata mentre esegue il progetto in totale autonomia. Quest'ultima possibilità rientra ormai in una necessità, qualora si pensasse di farne uso in zone a rischio in relazione al livello di esposizione degli operatori.

Sempre in merito alle specifiche necessità di controllo che il materiale impone per la produzione di un qualunque tipo di impasto eventuale, in prospettiva si reputa utile suggerirne l'impiego anche in cicli produttivi già esistenti, dove si operi già in scala di produzione in serie. Questo acconsentirebbe all'abbattimento dei costi, ed alla produzione di prodotti dalle potenzialità aumentate, intervenendo semplicemente sulla miscelazione dell'impasto iniziale. Tutto ciò porterebbe così alla produzione di elementi prefabbricati destinati a costituire od a completare sistemi schermati spaziando in una miriade di ambiti, coprendo trasversalmente eventuali richieste legate ad ambiti quali quelli industriali, quello medicale ed ovunque vi siano rischi direttamente legati a fattori di rischio di esposizione a dosi eccessive in accordo alla normativa vigente.

Si potrebbe così ipotizzare l'impiego di un cemento addizionato di ossido di bismuto in molteplici ambiti che utilizzano già cementi e calcestruzzi variamente specializzati, pre o post compressi finalizzati alla produzione, sempre a titolo d'esempio, di:

- elementi di varia foggia e dimensione per facciate ventilate tipo curtain-wall, modulari, tarate e riconfigurabili in funzione dei rischi di esposizione di volta in volta incontrati per operatori e pubblico;

- pozzetti prefabbricati, tubazioni e vasche di raccolta e contenimento di liquidi;

- pannelli prefabbricati anche di grandi dimensioni, pareti, elementi modulari magari alveolari per solai, tegoli ed elementi di copertura e tamponamento industriale nelle loro differenti tipologie e configurazioni;

- elementi posati a secco tipo intonaco a secco, cartongesso, pannelli alveolari, (utili a costituire ambiente interno protetto da dosi eccessive in prossimità, ad esempio, di macchine in ambito ospedaliero. Nello specifico, abbiamo valutato diversi marchi che già presentano a catalogo almeno una serie di prodotti dedicata al rischio di esposizione a radiazioni ionizzanti).

- controsoffitti tecnici;

- pavimentazioni galleggianti modulari.

La produzione in serie permetterebbe così, il controllo totale delle varie fasi del ciclo produttivo, con la verifica diretta sulla linea di produzione delle reali prestazioni schermanti del singolo elemento, utilizzando, ad esempio, macchine già disponibili per il controllo di qualità della produzione con i raggi X. Ovviamente, come già suggerito, tarando la composizione degli impasti cementizi per sopperire ai vari standard anche in fatto di carichi statici e dinamici, all'esposizione diretta al fuoco, od all'aggressione di agenti corrosivi in forma liquida o di fumi e di nebbie più o meno saturi e variamente in pressione, si realizzerebbero prodotti integranti capacità di attenuazione tali da sopperire praticamente a qualunque richiesta di mercato.

bibliografia

bibliografia

[1] Haug, E., & Nakel, W. (2004). The elementary process of bremsstrahlung (Vol. 73). World Scientific.

[2] Martz, H. E., Logan, C. M., Schneberk, D. J., & Shull, P. J. (2016). X-ray Imaging: fundamentals, industrial techniques and applications. CRC Press.

[3] Laitano, R. F. (2015). Fondamenti di dosimetria delle radiazioni ionizzanti. ENEA.

[4] NUCLEONICA Gmbdt, https://www.nucleonica.com/

[5] "American National Standard for Gamma-Ray Attenuation Coefficients and Buildup Factors for Engineering Materials", ANSI/ANS-6.4.3-1991, 1991

[6] Scott, J. A. (1993). Measurement of Dose Equivalents from External Photon and Electron Radiations ICRU Report 47. International Commission on Radiation Units and Measurements, Bethesda, 1992.Journal of Nuclear Medicine,34(1), 171-171.

[7] INFN = https://www.lnf.infn.it/lnfadmin/radiation/effettibiologici.htm

[8] Massey, J. B. (1974). Data for Protection against Ionizing Radiation from External Sources: Supplement to ICRP Publication 15.

[9] Protection, R. (2007). ICRP publication 103. Ann ICRP, 37(2.4), 2.

[10] Eckerman, K., Harrison, J., Menzel, H. G., & Clement, C. H. (2012). ICRP publication 119: compendium of dose coefficients based on ICRP publication 60. Annals of the ICRP, 41, 1-130.

[11] ICRU Determination of Dose Equivalents Resulting from External Radiation Sources. Report 39, Bethesda, MD CRU Publications,1985.

[12] Wagner, S. R., Grosswendt, B., Selbach, H. J., Siebert, B. R. L., Harvey, J. R., & Mill, A. J. (1985). Unified conversion functions for the new ICRU operational radiation protection quantities. Radiation Protection Dosimetry,12(2), 231-235.

[13] Turner, J. E. (1995). Radiation dosimetry. Atoms, radiation, and radiation protection. 2nd ed. John Wiley & Sons, Inc., New York, 368-370.

[14] Khalaf, M. A., Ban, C. C., & Ramli, M. (2019). The constituents, properties and application of heavyweight concrete: A review. Construction and Building Materials, 215, 73-89.

[15] Bashter, I. I. (1997). Calculation of radiation attenuation coefficients for shielding concretes. Annals of nuclear Energy, 24(17), 1389-1401.

[16] Sharifi, S., Bagheri, R., & Shirmardi, S. P. (2013). Comparison of shielding properties for ordinary, barite, serpentine and steel–magnetite concretes using MCNP-4C code and available experimental results. Annals of Nuclear Energy, 53, 529-534.

[17] Oto, B., Gür, A., Kavaz, E., Çakır, T., & Yaltay, N. (2016). Determination of gamma and fast neutron shielding parameters of magnetite concretes. Progress in Nuclear Energy, 92, 71-80.

[18] Akkurt I, El□Khayatt AM. The effect of barite proportion on neutron and gamma□ ray shielding. Ann Nucl Energy. 2013;51:5□9.

[19] Airton Almeida Junior T, Nogueira MS, Vivolo V, Potiens MPA, Campos LL. Mass attenuation coefficients of X□rays in different barite concrete used in radiation protection as shielding against ionizing radiation. Radiat Phys Chem. 2017;140:349□354.

[20] Obaid, S. S., Gaikwad, D. K., & Pawar, P. P. (2018). Determination of gamma ray shielding parameters of rocks and concrete. Radiation Physics and Chemistry, 144, 356-360.

[21] Von Gaertringen, F. F. H., & Wilski, P. (1899). Thera: Untersuchungen, Vermessungen und Ausgrabungen in den Jahren 1895-[1902] (Vol. 1). G. Reimer.

[22] Tomlinson, R. A. (1961). Emplekton Masonry and 'Greek Structura'1. The Journal of Hellenic Studies, 81, 133-140.

[23] Davidovits, F. (1994). A la découverte du carbunculus. Voces, 5.

[24] Davidovits, F. (2007). Géologie et construction dans le de architectura de Vitruve (Doctoral dissertation, Caen).

[25] Arribet-Deroin, D. (2010). Recension. Arnaud Coutelas (dir.), Le mortier de chaux, Paris, Errance (Archéologiques), 2009, 159 pages. Les nouvelles de l'archéologie, (122), 63.

[26] Lugli, G. (1957). La tecnica edilizia romana con particolare riguardo a Roma e Lazio.

[27] Richmond, I. A. (1959). Guiseppe Lugli, La Tecnica Edilizia Romana, Con Particolare Riguardo a Roma e Lazio. Vols. I (text) and II (plates). Rome: Giovanni Bardi, 1957. Pp. 743, 151 text figures, 210 pls. L. 30,000. The Journal of Roman Studies, 49(1-2), 181-183.

[28] Davidovits, F. (1993). Les Mortiers de pouzzolanes artificielles chez Vitruve, évolution et historique architecturale. These de DEA Paris, Université Paris X-Nanterre.

[29] Elsen, J. (2006). Microscopy of historic mortars—a review. Cement and concrete research, 36(8), 1416-1424.

[30] Vicat, L. J. (1856). Traité pratique et théorique de la composition des mortiers, ciments et gangues à pouzzolanes et de leur emploi dans toutes sortes de travaux: suivi des Moyens d'en apprécier la durée dans les constructions à la mer. impr. Maisonville.

[31] Santarella, L. (1998). Il cemento armato: la tecnica e la statica. HOEPLI EDITORE.

[32] Negro, A., Montanaro, L., & Tulliani, J. M. (2003). Scienza e tecnologia dei materiali per il restauro. Celid.

[33] Huntzinger, D. N., & Eatmon, T. D. (2009). A life-cycle assessment of Portland cement manufacturing: comparing the traditional process with alternative technologies. Journal of Cleaner Production, 17(7), 668-675.

[34] Taylor, H. F. (1990). Cement chemistry (Vol. 475). London: Academic press.

[35] Hewlett, P., & Liska, M. (Eds.). (2019). Lea's chemistry of cement and concrete. Butterworth-Heinemann.

[36] Lalande, J. M., & Tremblay, A. (2005). U.S. Patent No. 6,908,507. Washington, DC: U.S. Patent and Trademark Office.

[37] Janković, K., Stanković, S., Bojović, D., Stojanović, M., & Antić, L. (2016). The influence of nano-silica and barite aggregate on properties of ultra high performance concrete. Construction and Building Materials, 126, 147-156.

[38] Rezaei-Ochbelagh, D., & Azimkhani, S. (2012). Investigation of gamma-ray shielding properties of concrete containing different percentages of lead. Applied Radiation and Isotopes, 70(10), 2282-2286.

[39] Çullu, M., & Ertaş, H. (2016). Determination of the effect of lead mine waste aggregate on some concrete properties and radiation shielding. Construction and Building Materials, 125, 625-631.

[40] Saca, N., Radu, L., Fugaru, V., Gheorghe, M., & Petre, I. (2018). Composite materials with primary lead slag content: Application in gamma radiation shielding and waste encapsulation fields. Journal of cleaner production, 179, 255-265.

[41] Ringwood, A. E., Kesson, S. E., & Ware, N. G. (1980). Immobilization of US defense nuclear wastes using the SYNROC process. In Scientific Basis for Nuclear Waste Management (pp. 265-272). Springer, Boston, MA.

[42] Ringwood, A. E., Oversby, V. M., Kesson, S. E., Sinclair, W., Ware, N., Hibberson, W., & Major, A. (1981). Immobilization of high-level nuclear reactor wastes in SYNROC: a current appraisal. Nuclear and Chemical Waste Management, 2(4), 287-305.

[43] Atkins, M., & Glasser, F. P. (1992). Application of Portland cement-based materials to radioactive waste immobilization. Waste management, 12(2-3), 105-131.

[44] Donald, I. W., Metcalfe, B. L., & Taylor, R. J. (1997). The immobilization of high level radioactive wastes using ceramics and glasses. Journal of materials science, 32(22), 5851-5887.

[45] Malmros, G. U. N. N. A. R. (1970). The crystal structure of a-Bi2O3. Acta Chemica Scandinavica, 24, 384□396.

[46] MEDERNACH, J. W., & SNYDER, R. L. (1978). Powder diffraction patterns and structures of the bismuth oxides. Journal of the American Ceramic Society, 61(11□12), 494-497.

[47] Hardcastle, F. D., & Wachs, I. E. (1992). The molecular structure of bismuth oxide by Raman spectroscopy. Journal of Solid State Chemistry, 97(2), 319-331.

[48] Azad, A. M., Larose, S., & Akbar, S. A. (1994). Bismuth oxide-based solid electrolytes for fuel cells. Journal of Materials Science, 29(16), 4135-4151.

[49] Shuk, P., Wiemhöfer, H. D., Guth, U. □., Göpel, W., & Greenblatt, M. (1996). Oxide ion conducting solid electrolytes based on Bi2O3. Solid State Ionics, 89(3-4), 179-196.

[50] Gromov, B. F., Belomitcev, Y. S., Yefimov, E. I., Leonchuk, M. P., Martinov, P. N.5 Orlov, Y. I., ... & Shmatko, B. A. (1997). Use of lead-bismuth coolant in nuclear reactors and accelerator-driven systems. Nuclear Engineering and Design, 173(1-3), 207-217.

[51] Cheng, X., & Tak, N. I. (2006). Investigation on turbulent heat transfer to lead–bismuth eutectic flows in circular tubes for nuclear applications. Nuclear Engineering and Design, 236(4), 385-393.

[52] Waly, E. S. A., Fusco, M. A., & Bourham, M. A. (2016). Gamma-ray mass attenuation coefficient and half value layer factor of some oxide glass shielding materials. Annals of Nuclear Energy, 96, 26-30.

[53] Ambika, M. R., Nagaiah, N., & Suman, S. K. (2017). Role of bismuth oxide as a reinforcer on gamma shielding ability of unsaturated polyester based polymer composites. Journal of Applied Polymer Science, 134(13).

[54] Coomaraswamy, K. S., Lumley, P. J., & Hofmann, M. P. (2007). Effect of bismuth oxide radioopacifier content on the material properties of an endodontic Portland cement–based (MTA-like) system. Journal of endodontics, 33(3), 295-298.

[55] Mehring, M. (2007). From molecules to bismuth oxide-based materials: Potential

homo-and heterometallic precursors and model compounds. Coordination Chemistry Reviews, 251(7-8), 974-1006.

[56] Yao, Y., Zhang, X., Li, M., Yang, R., Jiang, T., & Lv, J. (2016). Investigation of gamma ray shielding efficiency and mechanical performances of concrete shields containing bismuth oxide as an environmentally friendly additive. Radiation Physics and Chemistry, 127, 188-193.

[57] Junior, T. A. A., Nogueira, M. S., Vivolo, V., Potiens, M. P. A., & Campos, L. L. (2017). Mass attenuation coefficients of X-rays in different barite concrete used in radiation protection as shielding against ionizing radiation. Radiation Physics and Chemistry, 140, 349-354.

[58] Nikbin, I. M., Mohebbi, R., Dezhampanah, S., Mehdipour, S., Mohammadi, R., & Nejat, T. (2019). Gamma ray shielding properties of heavy-weight concrete containing Nano-TiO2. Radiation Physics and Chemistry, 162, 157-167.

Riferimenti normativi citati

In ordine cronologico riportiamo, per completezza, le principali ICRP citate, con indicazioni utili per la progettazione nell'ambito della radioprotezione che è stato possibile prendere variamente in considerazione:

- ICRP, 1959. Recommendations of the International Commission on Radiological Protection. ICRP Publication 1. Pergamon Press, Oxford, UK.

- ICRP, 1970. Protection Against Ionizing Radiation from External Sources. ICRP Publication 15. Pergamon Press, Oxford.

- ICRP, 1973. Data for Protection Against Ionizing Radiation from External Sources: Supplement to ICRP Publication 15. ICRP Publication 21. Pergamon Press, Oxford.

- ICRP, 1977. Recommendations of the International Commission on Radiological Protection. ICRP Publication 26, Ann. ICRP 1 (3).

- ICRP, 1991b. 1990 Recommendations of the International Commission on Radiological Protection. ICRP Publication 60, Ann. ICRP 21 (1–3).

- Traduzione della ICRP Publication 103 ", The 2007 Recommendations of the International Commission on Radiological Protection" a cura del Comitato Internazionale AIRP, Milano, 27 giugno 2008

- IAEA 2004, Safety Standards Series No. RG-G-1.7 on Applications of the Concepts of Exclusion, Exemption and Clearance.

allegati

Italcementi
HEIDELBERGCEMENT Group

i.tech
ULTRACEM
52,5 R

Scheda Tecnica
i.tech ULTRACEM 52,5 R
CEM I 52,5 R

Descrizione
i.tech ULTRACEM 52,5 R è un cemento Portland tipo I ad altissima resistenza normalizzata ed a resistenza iniziale elevata

Composizione
i.tech ULTRACEM 52,5 R contiene, conformemente alla composizione prescritta dalla norma UNI EN 197-1 (riferita cioè alla massa del cemento ad esclusione del solfato di calcio e degli additivi), 95% ÷ 100% di clinker, mentre la restante parte è costituita da eventuali costituenti secondari.

Requisiti di norma (UNI EN 197-1)

REQUISITI CHIMICI*

Perdita a fuoco	≤ 5,0%
Residuo insolubile	≤ 5,0%
Solfati (come SO_3)	≤ 4,0%
Cloruri	≤ 0,10%

REQUISITI FISICI*

Tempo di inizio presa	≥ 45 min
Espansione	≤ 10 mm

REQUISITI MECCANICI*
Resistenze alla compressione

2 giorni	≥ 30,0 MPa
28 giorni	≥ 52,5 MPa

* dati caratteristici

Utilizzo

Le elevate resistenze meccaniche in particolare alle brevi stagionature ne rendono ideale l'impiego per:

- la prefabbricazione (con o senza ciclo termico), specialmente per strutture di rilevante impegno statico e/o architettonico;
- strutture gettate in opera precompresse;
- strutture non precompresse in elevazione o morfologicamente snelle;
- manufatti e/o getti che necessitano di scasserature e/o movimentazioni veloci;
- opere di gunitaggio ("spritz beton").
- premiscelati, malte

Vantaggi

Sono notevoli i vantaggi conseguibili nei trattamenti di stagionatura con vapore: alle elevate resistenze finali fanno infatti riscontro le elevate resistenze anche a 16 e 24 ore. Il rapido sviluppo del calore di idratazione del prodotto offre la possibilità di realizzare getti di calcestruzzo in climi rigidi e di ridurre i costi energetici nei trattamenti termici.

Precauzioni

Per getti massivi si consiglia di orientare la scelta, in funzione dei calcoli progettuali, al cemento i.work TECNOCEM A-LL 42,5 R o ai nostri prodotti a ridotto sviluppo di calore d'idratazione (i.tech PORTLAND FERRICO 42,5 N SR 0, i.pro DURACEM e i.pro TERMOCEM).

Confezionamento e stoccaggio

Il periodo di conservazione è riportato sul D.D.T ed eventualmente, ove disponibile, sul sacco.

Prodotto a uso professionale. L'uso del prodotto dovrà essere basato su valutazioni, prove e verifiche proprie dell'applicatore.

Italcementi
i.lab (Kilometro Rosso)
Via Stezzano, 87
24126 Bergamo - Italia
Tel. +39 035 396 111
www.italcementi.it

Assistenza Tecnica
N° Verde 800 820 116
sat@italcementi.net

Scheda aggiornata a gennaio 2019

MAPEI

Dynamon SP1

CE
EN 934-2
T 3.1-3.2-7

Superfluidificante a base acrilica per calcestruzzi da prefabbricazione

DESCRIZIONE DEL PRODOTTO

Dynamon SP1 è un additivo a base acrilica specifico per il settore della prefabbricazione, appartenente al sistema MAPEI **Dynamon SP**.

CAMPI DI APPLICAZIONE

Grazie alla loro elevata lavorabilità (classe di consistenza S4 o S5 secondo norma UNI EN 206-1), i calcestruzzi confezionati con **Dynamon SP1** risultano di facile posa in opera allo stato fresco e di elevate prestazioni meccaniche allo stato indurito.
Dynamon SP1 è particolarmente indicato nel settore della prefabbricazione ed ovunque esista la necessità di una forte riduzione d'acqua, accompagnata da una buona accelerazione delle resistenze meccaniche alle brevi stagionature, in qualsiasi classe di consistenza e con temperature di maturazione superiori ai 15 gradi o con maturazione accelerata dei getti.
Le sue prestazioni lo rendono particolarmente idoneo anche per il confezionamento di calcestruzzi autocompattanti, in quanto **Dynamon SP1** è in grado di garantire un'elevata fluidità e nello stesso tempo non produce significativi rallentamenti dello sviluppo delle resistenze meccaniche del calcestruzzo a breve stagionatura.
I maggiori campi di applicazione di **Dynamon SP1** sono il confezionamento di calcestruzzi:

- per la produzione di travi in cemento armato precompresso, caratterizzati da alti valori di lavorabilità e da una resistenza meccanica a compressione R_{dj} al taglio dei trefoli, minima, di 35 N/mm^2;
- per la produzione di tegoli di copertura in cemento armato precompresso, caratterizzati da alti valori di lavorabilità, da una resistenza meccanica a compressione R_{dj} minima, al taglio dei trefoli, di 35 N/mm^2 e ottimo facciavista;
- per la produzione di pannelli di tamponamento, caratterizzati da un elevato grado di lavorabilità e di finitura superficiale in combinazione ad un ottimo facciavista in opera;
- autocompattanti per la prefabbricazione. **Dynamon SP1**, in combinazione con l'additivo modificatore di viscosità **Viscofluid SCC/10** o **Viscostar 3K**, consente di ottenere calcestruzzi autocompattanti che possono essere posti in opera senza alcuna vibrazione, con un'elevata velocità di getto, grazie alle proprietà di scorrevolezza e di resistenza alla segregazione.

CARATTERISTICHE TECNICHE

Dynamon SP1 è una soluzione acquosa di polimeri acrilici (privi di formaldeide), capaci di disperdere efficacemente i granuli di cemento.

MODALITÀ DI IMPIEGO

Dynamon SP1 sviluppa la massima azione disperdente se aggiunto dopo gli altri componenti dell'impasto (cemento, aggregati, aggiunte minerali o filler ed almeno l'80% dell'acqua dell'impasto) e prima di **Viscofluid SCC/10** o **Viscostar 3K**.

COMPATIBILITÀ CON ALTRI PRODOTTI

L'additivo **Dynamon SP1** è compatibile con altri prodotti per la produzione di calcestruzzi speciali ed in particolare con:

- gli additivi acceleranti di indurimento privi di cloruri della gamma **Mapefast**, per il raggiungimento di altissime resistenze meccaniche a breve stagionatura;
- gli additivi aeranti della gamma **Mapeair AE** per la produzione di calcestruzzi resistenti ai cicli gelo-disgelo.
- gli additivi modificatori di viscosità **Viscofluid SCC/10** o **Viscostar 3K**, per il confezionamento di calcestruzzi autocompattanti;

Dynamon SP1

DATI TECNICI (valori tipici)	
DATI IDENTIFICATIVI DEL PRODOTTO	
Aspetto:	liquido
Colore:	ambrato
Massa volumica secondo ISO 758 (g/cm³):	1,08 ± 0,02 a +20°C
Azione principale:	aumento della lavorabilità e/o riduzione dell'acqua d'impasto e rapido sviluppo delle resistenze meccaniche alle brevi stagionature a temperature > 15°C
Classificazione secondo UNI EN 934-2:	riduttore d'acqua ad alta efficacia, superfluidificante, accelerante di indurimento, prospetti 3.1, 3.2 e 7
Classificazione secondo ASTM C494:	tipo F e tipo C
Classificazione secondo ASTM C1017:	tipo I
Cloruri solubili in acqua secondo EN 480-10 (%):	< 0,1 (assenti secondo UNI EN 934-2)
Contenuto di alcali (Na_2O equivalente) secondo EN 480-12 (%):	< 3,0
pH secondo ISO 4316:	6,5 ± 1,0

- l'additivo in polvere **Mapeplast SF** a base di microsilice per la produzione di calcestruzzi "top-quality" per resistenza meccanica, impermeabilità e durabilità;
- l'agente espansivo **Expancrete** per la produzione di calcestruzzi a ritiro compensato;
- la cenere volante per la produzione di calcestruzzi tradizionali ed autocompattanti;
- filler calcarei e di altra natura per il confezionamento di calcestruzzi autocompattanti e di qualsiasi tipo che necessitino tale aggiunta;
- disarmanti **DMA** e **Mapeform Eco**, per la sformatura del calcestruzzo dai casseri;
- gli stagionanti della gamma **Mapecure** per la protezione dalla rapida evaporazione dell'acqua d'impasto da strutture in calcestruzzo non casserate (pavimentazioni).

CONSUMO
Dosaggio in volume:
da 0,6 a 1,2 l per ogni 100 kg di cemento.

Dosaggi diversi da quelli indicati devono essere previamente testati mediante prove in calcestruzzo e, in ogni caso, dopo aver consultato l'assistenza tecnica MAPEI.

CONFEZIONI
Dynamon SP1 viene fornito sfuso, in fusti da 200 l, cisternette da 1000 l.

IMMAGAZZINAGGIO
Dynamon SP1 si conserva per 12 mesi in recipienti chiusi e protetti dal gelo. L'esposizione ai raggi solari diretti può provocare una variazione cromatica, senza che ciò pregiudichi in alcun modo le caratteristiche prestazionali del prodotto.

ISTRUZIONI DI SICUREZZA PER LA PREPARAZIONE E LA MESSA IN OPERA
Dynamon SP1 non è considerato pericoloso ai sensi delle attuali normative sulla classificazione delle miscele. Si raccomanda di indossare guanti e occhiali protettivi e di utilizzare le consuete precauzioni per la manipolazione dei prodotti chimici.
Per ulteriori e complete informazioni riguardo l'utilizzo sicuro del prodotto si raccomanda di consultare l'ultima versione della Scheda Dati Sicurezza.

PRODOTTO PER USO PROFESSIONALE.

AVVERTENZA
Le informazioni e le prescrizioni sopra riportate, pur corrispondendo alla nostra migliore esperienza, sono da ritenersi, in ogni caso, puramente indicative e dovranno essere confermate da esaurienti applicazioni pratiche; pertanto, prima di adoperare il prodotto, chi intenda farne uso è tenuto a stabilire se esso sia o meno adatto all'impiego previsto e, comunque, si assume ogni responsabilità che possa derivare dal suo uso.

Fare sempre riferimento all'ultima versione aggiornata della scheda tecnica, disponibile sul sito www.mapei.com

Le referenze relative a questo prodotto sono disponibili su richiesta e sul sito Mapei www.mapei.it e www.mapei.com

(1) A.G. BETA

La riproduzione di testi, foto e illustrazioni di questa pubblicazione è vietata e viene perseguita ai sensi di legge

671-3-2014

MAPEI®
IL PARTNER MONDIALE DEI COSTRUTTORI

DICHIARAZIONE DI PRESTAZIONE N. CPR-IT1/0048

1) Codice di identificazione unico del prodotto-tipo: **DYNAMON SP1**

2) Usi previsti: **Additivo per calcestruzzo riduttore di acqua ad alta efficacia/superfluidificante e accelerante d'indurimento (EN 934-2, T.3.1/3.2/7)**

3) Fabbricante: **MAPEI S.p.A. – Via Cafiero, 22 – 20158 Milano – Italia - www.mapei.it**

4) Sistemi di VVCP: **Sistema 2+**

5) Norme armonizzate: **EN 934-2:2009+A1:2012**

Organismi notificati: **L'ente notificato ICMQ SpA, N. 1305, ha effettuato l'ispezione iniziale dello stabilimento di produzione e del controllo della produzione in fabbrica e la sorveglianza, valutazione e verifica continue del controllo della produzione in fabbrica, e ha rilasciato il certificato di conformità del controllo di produzione in fabbrica.**

6) Prestazioni dichiarate:

Caratteristiche essenziali	Prestazioni
Contenuto di cloruri:	≤ 0,1 % in massa
Tenore di alcali:	≤ 3,0 % in massa
Comportamento alla corrosione:	Contiene solo sostanze in appendice A.1 della EN 934-1:2008
Resistenza alla compressione:	Soddisfa i requisiti
Contenuto d'aria:	Soddisfa i requisiti
Riduzione d'acqua:	Soddisfa i requisiti
Sviluppo della resistenza	Soddisfa i requisiti
Consistenza:	Soddisfa i requisiti
Sostanze pericolose:	vedi SDS

La prestazione del prodotto sopra identificato è conforme all'insieme delle prestazioni dichiarate.

La presente dichiarazione di responsabilità viene emessa in conformità al Regolamento (UE) n. 305/2011, sotto la sola responsabilità del fabbricante sopra identificato.

Firmato a nome e per conto del fabbricante da: **Paolo Murelli – *Corporate Quality Management***

Milano, 02/08/2016 .....

Mapei SpA mette a disposizione le DoP in formato PDF sul proprio sito web.

Note revisione 1:	*prodotto immutato, aggiornato layout della DoP*

DYNAMON SP1
MARCATURA CE
Allegato a DoP N. CPR-IT1/0048

ADESIVI · SIGILLANTI · PRODOTTI CHIMICI PER L'EDILIZIA

CE 1305	MAPEI Via Cafiero, 22 – 20158 Milano (Italy) www.mapei.it
04 **CPR-IT1/0048** **EN 934-2** **DYNAMON SP1** *Additivo per calcestruzzo riduttore di acqua ad alta efficacia/superfluidificante e accelerante d'indurimento (EN 934-2, T.3.1/3.2/7)*	
Contenuto di cloruri:	≤ 0,1 % in massa
Tenore di alcali:	≤ 3,0 % in massa
Comportamento alla corrosione:	Contiene solo sostanze in appendice A.1 della EN 934-1:2008
Resistenza alla compressione:	Soddisfa i requisiti
Contenuto d'aria:	Soddisfa i requisiti
Riduzione d'acqua:	Soddisfa i requisiti
Sviluppo della resistenza	Soddisfa i requisiti
Consistenza:	Soddisfa i requisiti
Sostanze pericolose:	vedi SDS

Nota:

MAPEI fornisce il presente allegato insieme alla DoP per agevolare la consultazione della marcatura CE da parte della clientela internazionale. La marcatura qui riportata può differire da quella impressa sull'imballo o sui documenti di accompagnamento per effetto di:

- *adattamenti grafici in relazione allo spazio disponibile e ai mezzi di stampa impiegati,*
- *utilizzo di una lingua differente (lo stesso packaging è utilizzato in numerosi paesi),*
- *prodotto già a magazzino al momento dell'aggiornamento della marcatura,*
- *errori di stampa.*

scheda tecnica Bismuth III Oxide powder

3050 Spruce Street, Saint Louis, MO 63103, USA
Website: www.sigmaaldrich.com
Email USA: techserv@sial.com
Outside USA: eurtechserv@sial.com

Product Specification

Product Name:
Bismuth(III) oxide – powder, 99.999% trace metals basis

Product Number:	**202827**
CAS Number:	1304-76-3
MDL:	MFCD00003462
Formula:	Bi2O3
Formula Weight:	465.96 g/mol

Bi_2O_3

TEST	Specification
Appearance (Color)	Yellow to Yellow-Green
Appearance (Form)	Powder
Complexiometric EDTA	≥ 87.9 %
% Bi	
ICP Major Analysis	Confirmed
Confirms Bismuth Component	
Purity	Meets Requirements
99.999% Based On Trace Metals Analysis	
Trace Metal Analysis	≤ 15.0 ppm

Specification: PRD.1.ZQ5.10000033401

Sigma-Aldrich warrants, that at the time of the quality release or subsequent retest date this product conformed to the information contained in this publication. The current Specification sheet may be available at Sigma-Aldrich.com. For further inquiries, please contact Technical Service. Purchaser must determine the suitability of the product for its particular use. See reverse side of invoice or packing slip for additional terms and conditions of sale.

SILENA INTERNATIONAL S.p.A

Model 200NS2 NaI Probe with On Line Electronics

Series 200NS2 NaI probe is intended for direct connection with MCA Cards (9302, 9308 and 9308SA). The model includes a NaI scintillation detector (2"x2") and the on line electronics Model HPAS.

The models 200NS2 includes a special NaI scintillation detector (2"x2" with stabilization) and the on line electronics Model HPAS. The HPAS includes High Voltage, Active Voltage Divider, Charge Preamplifier and RC-CR filter amplifier and stabilized reference source with gain stabilization circuit.(Automatic correction peak shift compensates for ageing and temperature drifts). Stabilization is performed without the use of any radioactive source.

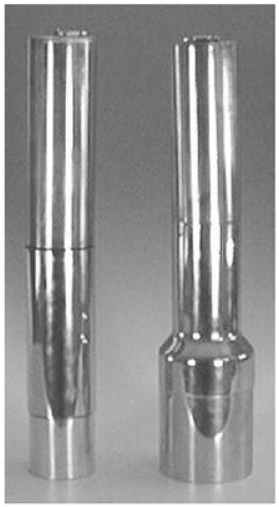
- 2 "x 2" NaI (Tl) Detector Model LS2S2 with stabilization
- On Line Electronics Model HPAS (housed in a metallic cylinder fitted to the PMT base)
- Includes High Voltage, Active Voltage Divider, Charge Preamplifier, RC-CR filter amplifier, and baseline restorer with automatic threshold, stabilized reference light source with gain stabilization circuit.

AMPLIFIER

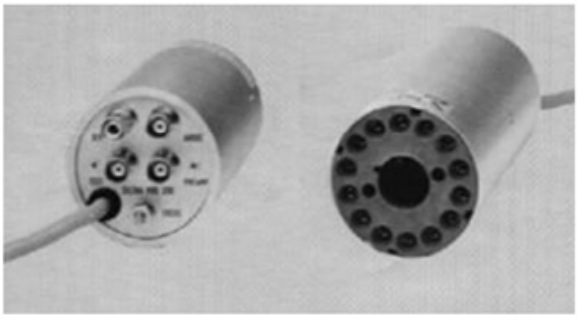
- Shaping RC-CR with Pole - Zero cancellation circuit
- Shaping Time 1ms
- Conversion Gain nominally 2KeV/channel (different value are available on request)
- Count Rate Effect for a 137Cs, 662 KeV gamma peak with an incoming court rate from 0 to 30 Kcps.
  - Spectrum shift: < 0.2% Typical
- Long Term Stability ± 0.1% per month tipical
- Gain Stability with Temperature 1% in the range +5 to 40°C referred to 20°C

OPTIONAL ACCESSORIES

- Carrying case for series 200 NaI probe Model 200/15
- Handle for series 200 NaI probe model 200/10
- Long Distance Buffer Model 9300-2 (> 10mt)
- Cable for Long Distance Model 9300-3 (minimum length = 10 mt)



Model 206 Photomultiplier Tube Base Preamplifier



The Model 206 is a combination of a photomultiplier tube base* a voltage divider with focus control and a preamplifier in one compact unit.

The tube base provides voltage distribution for the most common ten-stage photomultiplier tubes used in nuclear experiments.

The focus control allows optimum adjustment of detector resolution.

INPUTS

- HV SHV Connector Signal the preamplifier input is internally connected to dynode 10
- Test BNC Connector Accepts positive pulses from a tail pulse generator for calibration and stabilization

OUTPUTS

- Anode BNC Connector: Negative pulse from the anode of the PM tube for either timing or energy analysis.

PREAMP

- BNC Connector: Tail pulse with amplitude proportional to the detected energy.
- Polarity: positive
- Max amplitude: +10V (not terminated)
- Output impedance: 93 Ohm
- Rise Time: 100ns per test input
- Fall Time: time constant of 50 µS

PERFORMANCE

- Integral non-linearity: ± 0,02% from 0 to 10 Volts
- Stability: 0,005%/°C from 0 to 50°C
- Output noise: 50 µS with Model 7611 Amplifier and time constant of 1 µS
- Conversion gain: 5 µV/ eV with NaI (Tl) 2" x 2" detector and photomultiplier with a gain of 106.
- HV Divider: Resistive divider coupled to a 10-stage PM tube.
- Total resistivity 1.49 MOhm with linear distribution and focus control

POWER INPUT

- 3-meter cable terminated with an Amphenol type 17-200090 connector
- Power Requirements +24 V 25 mA - 24 V 25 mA
- PM Tube Socket Jedec B14 - 38
- Dimensions Ø 58,6x115 mm.
- Weight 200 g.

CATALOG

Model 7613/P Spectroscopy Amplifier

The POLE ZERO ADVISER turns high-precision adjustment into a semi-automated operation, easily performed directly on radiation detector pulses, without requiring auxiliary equipment (oscilloscope, pulse generator, etc.) A GATED ACTIVE BASELINE RESTORER (BLR) provides excellent performance over a very wide range of input pulse count rates. Internal circuits automatically optimize its operating conditions by controlling the gate-driving threshold and the restoring rate; the controls are function of noise level, count-rate and shaping time, that is, of the percent busy time of the amplifier, which can be monitored at a front-panel output.

Performance depending on the shape of the unipolar pulses (overload recovery, etc.) is optimized by an almost symmetrical quasi Gaussian pulse shape with neat baseline recovery, free from appreciable unders hoots and tails. Rational distribution of shaping time values over a wide range, taking into account the dependance law of signal-to-noise ratio (SNR) on shaping time, allows the experimenter quickly to find in all instances the optimum SNR condition. An internal circuit stabilizes the DC operating point without introducing secondary pulse-shaping time constant. The excellent DC stability, high linearity and low noise level over a wide gain range eliminate contributions of the amplifier to spectrum distortion and broadening.

An internal preamplifier circuit for direct processing of the charge signals from photomultiplier (PMT) of scintillation detectors is available. The design of Model 7613/P employs almost exclusively integrated circuits with a few discrete components, and no special hybrid microcircuits; highest performances are obtained together with high reliability and easy servicing.

- Pole Zero Adviser for high precision pole-zero cancellation without using oscilloscope
- Active filter networks with wide range of shaping times
- Gated baseline restorer with automatic controls of threshold and restoring rate
- Pile-up rejector and live-time corrector
- Integrated circuit design, no special hybrids
- Internal DC stabilizer, no secondary pulse shaping constants
- Wide gain range, high linearity, low noise
- Full power available simultaneously
- Compact size

PERFORMANCE

- Gain Range continuously variable from 2.5 to 3000 products of COARSE and FINE GAIN controls.
- Integral non-linearity < ± 0.025% for 2 ms shaping time
- Temperature instability 0 to 50°C.
  Gain: < ± 50 ppm/°C.
  DC level: UNIpolar output < ±10 mV/°C
  BIpolar output < ±30 mV/°C

Pulse Shaping Input differentiator and two active filter integrators for UNIpolar pulse, Output differentiator for Bipolar, variable shaping time Ts.

Unipolar shape: quasi Gaussian, peaking time 2.4 Ts pulse width at 0.1% level equal to 2.9 times the peaking time.
Bipolar shape: approximate derivative, time to crossover 3 Ts.

FRONT PANEL CONTROLS

- Corse gain 9-position rotary switch selects gain factors of 5, 10, 20, 50, 100, 200, 500, 1000, 2000.
- Fine gain 10-turn precision potentiometer with locking, graduate dial, selects continuously variable direct-reading gain factor of X 0.5 to X 1.5
- Shaping time 6-position rotary switch selects characteristic shaping time Ts from 0.5, 1, 2, 3, 6, 10 µs
- Input polarity 2- position toggle switch selects either POSitive or NEGative input pulse polarity
- PZ Adviser Visual Indicator leading to high precision adjustment of the pole-zero cancellation, for exact compensation of the decay time of the preamplifier signal.
- Left LED signals overcompensation, right LED undercompensation, light intensity proportional to adjustment. The PZ ADVISER is activated by setting the restorer switch to the ADJust position.
- PZ ADJ 22-turn screwdriver adjustable potentiometer to set the pole-zero cancellation
- 2- position toggle switch to select the control of the baseline restoring rate (slewrate) from:
- BLR the rate is automatically optimized as a function of the percent busy time
- ADJ the rate is set to a constant very low value to be used for PZ adjustment only

INPUTS

- Input BNC type front panel and rear panel connectors; input resistance 1 kOhm, accepts positive or negative pulses from an associated preamplifier;
- Amplitude linear range ± 10V divided by the selected gain, absolute maximum ± 20V

OUTPUTS

- Unipolar output: front-panel BNC type connector with impedence output approxmatly 1 Ohm and rear panel connector with impedence output = 93 Ohm, shortcircuit proof, positive pulse, +10V linear range + 11V maximum, active filter shaped, dc-restored, output dc-level adjustable, factory calibrated to 0 ± 5 mV.
- % B.T. (%BUSY TIME): Test point on the front panel; provides a quasi dc signal, 1kOhm output impedance

PREAMPLIFIER MULTIPIN CONNECTOR

Amphenol type 17-10090 on the rear panel, mates with the power cords on most preamplifier types.
Pin
1 GND
2 CLGND
4 + 12 Volt
6 - 24 Volt
7 + 24 Volt
9 - 12 Vol
5 PRS Input - Receives a logic pulse from associated pulsed optical feedback preamplifier during the preamplifier's reset cycle.
TTL compatible signal (complement logic by internal jumper, shipped in the positive logic position).

POWER, WEIGHT, DIMENSIONS

- Power requirements + 24V 160 mA, - 24V 170 mA, + 6V 110 mA or + 12V 110 mA
- (An internal circuit is provided to automatically disable the +12V in the presence of the + 6Volt).
- Weight Net 1 Kg. (2.2 lb), Shipping 2.2 Kg. (4.9 lb)
- Dimensions Standard single-width NIM module (3.43x22.14 cm or 1.35x8.714 in) per TID -20893 (Rev.).

INTERNAL PREAMPLIFIER

Charge input-BNC type rear panel connector, input resistance 50 Ohm, accepts current signals from anode or dynodes of PM tube of scintillation detectors. An internal charge preamplifier integrates the current pulses and converts the resulting signals available at the charge-to-voltage output-BNC type rear panel connector which is to be connected to the input of the amplifier for further processing.
Charge sensitivity 33mV/picocoulomb, Gain drift 1000 ppM/°C Impedence IN 50 Ohm

CATALOG

Model 7712 High Voltage Power Supply

The Model 7712 is single-width NIM bin compatible high voltage power supply designed for operation with a wide variety of detectors. The Model 7712 will withstand any direct output short-circuit or preset overload (current limit) for an indefinite period of time. In addition, in the event of power failure, on power restoration the high voltage output will remain at zero volts, but the "Power Failure" lamp will indicate that a power failure condition has occurred.

- Compact single-width NIM Package
- Regulated 0 ± 2000 VDC 3 mA output current
- Short-circuit and arcing protected
- Digital meter for voltage or current
- Output current reading resolution 1 mA
- Output current limit presettable in the range 10 µA to 3 mA
- Overvoltage protection presettable in % of full scale
- Visual display of preset HV or current limit on pressing a button
- Power failure protection
- Remote control
- Remote shut down
- In case of failure of one or both main voltages from the NIM Bin Power Supply (+24V and -24V), the high voltage output will drop to zero

PERFORMANCE

- Ripple and Noise 3 mV peak to peak (50Hz ÷ 50MHz)
- Low Frequency Noise <5 mV (0.1 ÷ 50Hz)
- Output stability <0.05%/24 hr at constant input line voltage, load and ambient temperature after a 30 minutes warmup
- Regulation Typically < 0.05% from 0 to 1,5 mA Typically 0.15% from 0 to 3 mA
- Temperature Coefficient ±50 ppM/°C 0 ÷ 45°C operating range
- Calibration Accuracy Typically 0.5%
- Resettability 1V (by reading on digital voltmeter)
- Output current 0 to 3mA
- Output Voltage Rise Time Â15 sec. to reach 99% of final value

INPUTS

Input Power Input power is drawn from a standard NIM Bin and power supply, such as SILENA Model 7002

OUTPUT

- Outputs 0 to ± 1999 Volt selectable with three different full scale values:
  - 0 ÷ 500 Volt
  - 0 ÷ 1000 Volt
  - 0 ÷ 1999 Volt

CONTROLS

- ON-OFF (standby) Two-position toggle switch to enable or disable output
- Polarity Internally selectable by a single jumper
- Output voltage coarse Three-position rotary switch selects maximum output voltage from 0 to 500; 0 to 1000; 0 to 2000 Volt
- Fine Ten-turn precision potentiometer allows fine adjustment of selected coarse range
- Current Two-position toggle switch selects full scale of digital amperometer: 0,3 mA; 3 mA
- Current Limit
- Coarse Two values selectable via a two-position toggle switch 0,3 mA FS; 3 mA FS
- Fine Presettable via a 20-turn screwdriver adjustable potentiometer after pressing the CL-PRESET pushbutton. The preset value can be read on the digital meter
- Overvoltage Protection In alternative to the "Current Limit" selection, an overvoltage protection limit may be preset by a single internal jumper. If the output voltage exceeds the preset value, the HV will drop to zero volt.
- KV-mA Two-position toggle switch displays KV H.V. output in KV or mA output current, preset current limit or percent of preset voltage limit on digital meter.

INDICATORS

- Polarity Front panel LED indicator lights for positive or negative polarity.
- Meter:
  In voltage mode: 3H digits 1.999 KV -Voltage resolution 1 Volt
  In current mode: the current displayed depends solely on toggle switch setting: 0.300 mA; 3.00 mA
- Power Failure Indicator (lamp) lights if a power failure condition has occurred

INTERNALLY SELECTABLE OPERATION MODES

- Current Limit any one of two modes of response may be selected after the preset current limit has been reached
  RESPONSE A: the load current is held at the preset maximum limit with the result that the output voltage decreases
  RESPONSE B: when the preset current limit is reached, the high voltage is disabled simulating a power failure condition
- Shipped in the "Response A" mode setting.
- Overvoltage Protection If activated, the current limiting capability cannot be used. Shipped in the "Current Limiting" mode setting

REAR PANEL CONNECTORS

- Output Voltage SHV connector
- J10 connector CANNON type DE9P
- Pin 1 - Remote HV control 0 to 10 V input for 0 to 2 kV output
- Pin 2 - GND
- Pin 4 - Remote shutdown

POWER REQUIREMENTS

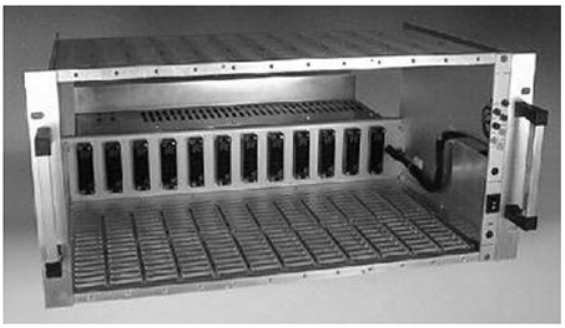
+ 24 Volt 66 mA
- Standby condition 120 mA
- 2KV out no load 630 mA
- 2 KV out 3 mA out
- 24 Volt 40 mA regardless of load
+ 6 Volt 30 mA regardless of load

PHYSICAL

Size Standard single-width NIM module
Weight 1 kg.

SILENA INTERNATIONAL S.p.A

Model 7002 NIM BIN/Power Supply



The Model 7002 Bin/Power Supply provides accommodation space and power sources for up to 12 standard Nuclear Instrument Modules (NIM's) of the 8-3/4" high type, completely conforming to the standards of USAEC Report TID-20893 (Rev.4)

Any combination of multiple width NIM modules up to a total of 12 equivalent module widths can also be mounted in the Model 7002.

Rear connector plugs for each module position are wired to provide the standard supply voltages of ± 6.00V, ± 12.00V and ± 24.00V and also provide a nominal 110VAC line.

Maximum regulated output is 200W.

The voltage divider network provides protection against overload and short circuits.

INPUTS

Input voltage 110 or 220 VAC, 50-60 Hz

OUTPUTS

Maximum regulated 200 W DC

Positive	24V 2 A
Negative	24V 2 A
Positive	12V 3 A
Negative	12V 3 A
Positive	6V 10 A
Negative	6V 10 A

110 VAC 100 mA

- Regulation: ± 0,05% variation for combined line and load changes of ± 10%
- Stability: ± 0,5% /8h after pre-heating
- Temperature coefficient: 0,2%/°C
- Ripple: less than 3 mVpp
- Recovery time min: 50 µsec
- Overload protection: Built-in overload and short-circuit protection with automatic power restoration upon fault clearance. An internal thermal relay disables power when temperature limit is exceeded. The ± 6V-output voltages are also protected against over-voltage

CONTROLS

- The front-panel controls include an ON/OFF switch, power ON lamp, regulated output test poirts and temperature warming lamp.
- The lamp lights when the temperature design limit is approached.
- The Power Supply is disabled when temperature limit is exceeded

WIRING

- All connectors are wired in parallel for ± 24V, ± 12V, ± 6V, Power Ground, High Quality Ground, 115 VAC
- Connectors 12 each AMP Type 2025 16-3
- Size conforms to TID 20893 standards
- Rack Mounting Dimensions 48, 26x221, 5x410 mm.
- Net Weight 14,4 Kg

POLITECNICO DI TORINO
1859
1906

alberto
favero
AD2019