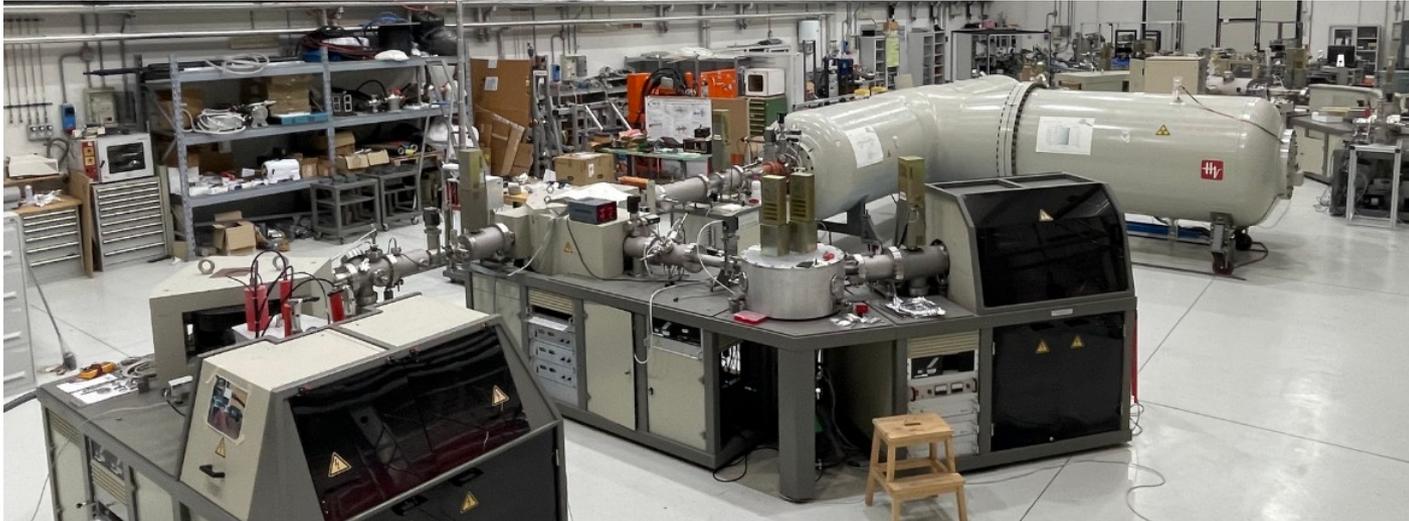




UNIVERSITÀ
DEGLI STUDI
FIRENZE



Sviluppo di nuovi strumenti e servizi per la ricostruzione della massa del PM presso l'European Mass Calibration Centre (EMC2) di ACTRIS

C. Fratticioli^{1,2}, G. Calzolari², L. Carraresi^{1,2}, F. Giardi², F. Lucarelli^{1,2}, M. Manetti²,
A. Mazzinghi^{1,2}, S. Nava^{1,2}, C. Ruberto^{1,2}, L. Sodi², F. Taccetti² e M. Chiari²

¹ Dipartimento di Fisica e Astronomia, Università di Firenze

² Istituto Nazionale di Fisica Nucleare (INFN), sezione di Firenze

PM2024, Torino
28-31 Maggio 2024

L'European Mass Calibration Centre (EMC2) di ACTRIS



The **Elemental Mass Calibration Centre (EMC2)** è ospitato dall'**INFN-LABEC** (Laboratorio di tecniche nucleari per l'Ambiente e i Beni Culturali) a Firenze.

- Fornire **linee guida e procedure QA/QC** per la misura della composizione elementale del PM in ACTRIS
- Definire procedure di **calibrazione/interconfronto** per gli strumenti utilizzati in ACTRIS (e.g. Xact625i, analizzatori XRF)

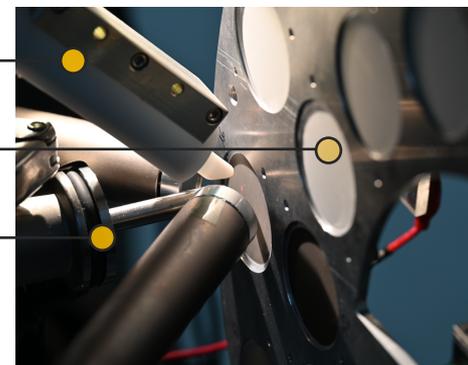
Tecniche principalmente usate: **Ion Beam Analysis** tramite l'utilizzo di un acceleratore tandem da 3 MV in particolare **Particle Induced X-ray emission (PIXE)** e **Particle Induced γ -ray Emission (PIGE)**

In sviluppo: uso di **spettrometri XRF** per analisi su campioni di particolato atmosferico

RIVELATORI

FILTRI PM

ACCELERATORE



La misura della composizione elementale con Xact625i

Xact625i (Cooper Environmental) è un analizzatore in Near-Real-Time di metalli presenti nel particolato atmosferico

Richiede bassa manutenzione → utile in siti di osservazione per misure su lungo termine

Tempo di campionamento fra **15 min** e **4h**. Misura fino a 67 elementi con $Z \geq 13$ (Al)

Minimum Detection Limits (MDLs) a 3σ su 1h di analisi:

- 300 e 53.5 ng/m³ per Al e Si
- < 16 ng/m³ per S, P, Cl, K
- < 1 ng/m³ per elementi Ca-Br, Pb, Hg

CONs:

- Pochi confronti con altre tecniche, soprattutto su scala oraria
- Non misura elementi a basso Z (Na, Mg)

→ In corso lavoro di intercomparison per fornire QA/QC ad ACTRIS

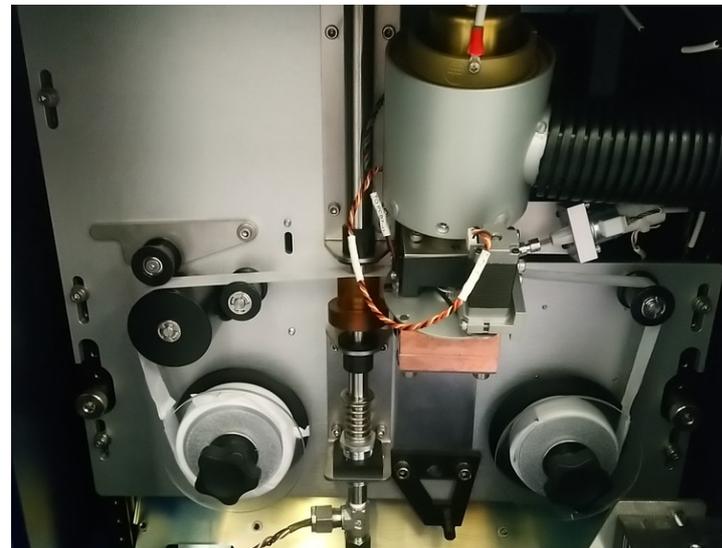


Misure di bianco su Xact625i

Il PM è raccolto su un **nastro in PTFE**, quindi analizzato tramite XRF

Il nastro durante il campionamento è esposto all'aria ambiente
→ sono possibili contaminazioni del nastro

Misure con Xact su nastro esposto e non esposto mostrano contaminazioni molto maggiori degli MDLs per vari elementi



[ng/cm ²]	Cl	K	Ca	Ti	Fe	Zn
MDLs (1h, 3σ)	4.2	2.8	0.7	0.4	0.4	0.17
bianco esposto	20-50	35-39	14-26	0-1.5	8-35	6-8
bianco non esposto	-	3.5	-	-	-	-

Confronto fra PIXE e Xact625i

Obiettivo: valutare performance analitiche (analisi XRF) di Xact625i

Pochi studi in letteratura (confronti misure **orarie** Xact625i vs filtri **giornalieri** ICP)

→ (i) misura filtri 25 mm, (ii) campagna campionamento in parallelo + confronto con PIXE (in corso)

Campioni di PM10 raccolti durante il progetto BRIC in un impianto di smaltimento RAEE → molti elementi presenti, con buona variabilità delle concentrazioni

Campioni raccolti su filtri **PTFE da 25mm**
→ possono essere analizzati da Xact625i



Confronto fra PIXE e Xact625i

Alcuni filtri selezionati sono analizzati sia tramite **Particle Induced X-ray Emission (PIXE)** con l'acceleratore tandem da 3MV del INFN-LABEC che con **Xact625i**

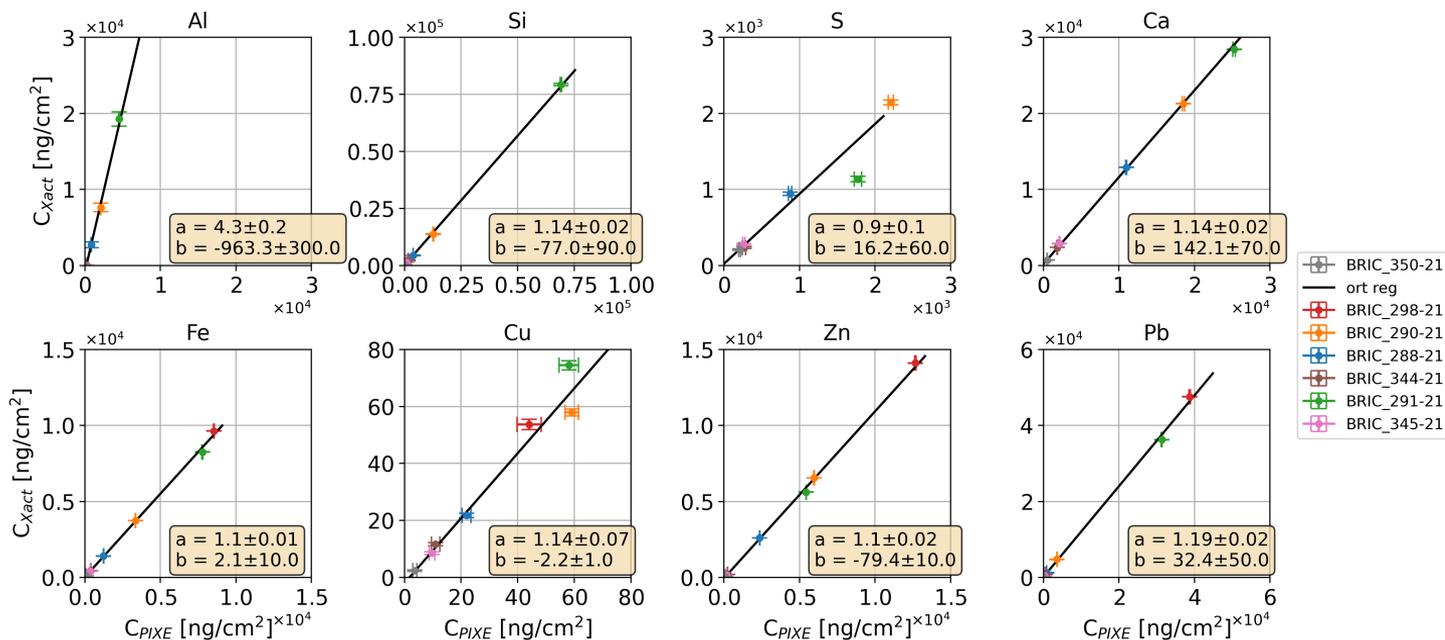
Scatter plot fra misure PIXE e Xact 625i. Regressioni ortogonali per valutare correlazione ed eventuali fattori correttivi.

Risultati:

- Buona linearità
- Al fortemente sovrastimato
- MDL per Al >> di quanto dichiarato

Altri confronti in corso:

- campionamento parallelo su base oraria
- Misura con PIXE del deposito su nastro Xact625i



Un nuovo setup XRF per gli elementi leggeri

Gli attuali analizzatori in NRT non riescono a misurare Na e Mg, e hanno MDLs elevati su Al e Si

→ Sviluppo di un setup XRF compatto in grado di analizzare elementi a basso Z con buoni MDLs

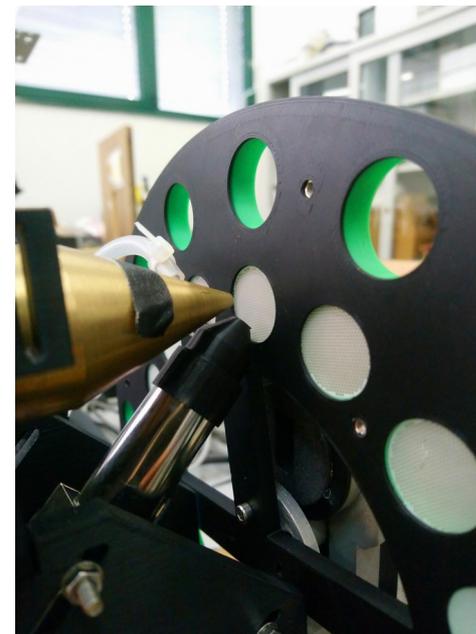
Utilizzabile in un campionatore di PM per misure in NRT

Setup composto da:

- Moxtek X-ray tube (40 kV, 100 μ A)
- AMPTEK fastSDD detector (25 mm² area)

Possibilità di:

- **Flussare He** per ridurre attenuazione di raggi X emessi da elementi leggeri
- Utilizzo di fogli di metallo (Cu, Pd, Zn, Al) come filtri su fascio primario di raggi X per migliorare analisi XRF
- Utilizzare un rivelatore con area maggiore (70 mm²) per aumentare rapporto segnale/fondo

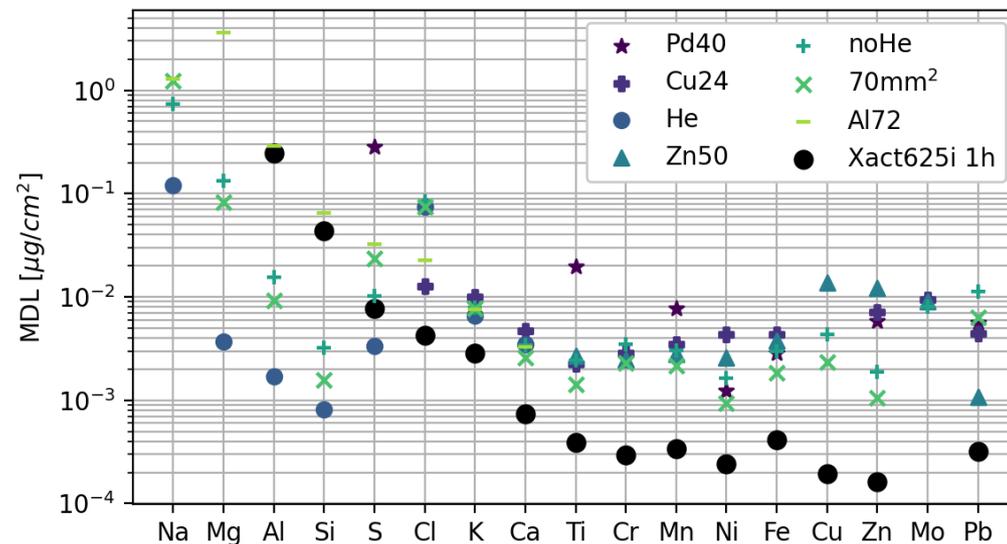


Un nuovo setup XRF per gli elementi leggeri: Minimum Detection Limits

Confronto MDLs con Xact625i (tempo di analisi 1h):

- Buoni MDLs ottenuti per Na ed Mg (confrontabili o inferiori a quelli di Xact625i per Al)
- Risultati migliori ottenuti con flusso He. Buoni MDLs anche senza He
- Performance Xact625i migliore per metalli pesanti
- MDLs migliorati per Al e Si rispetto a Xact625

➔ Fondamentale ottimizzazione della geometria
Utilizzo He (o camera a basso vuoto) per ottimizzare
rivelabilità Na, Mg, Al, Si ed S



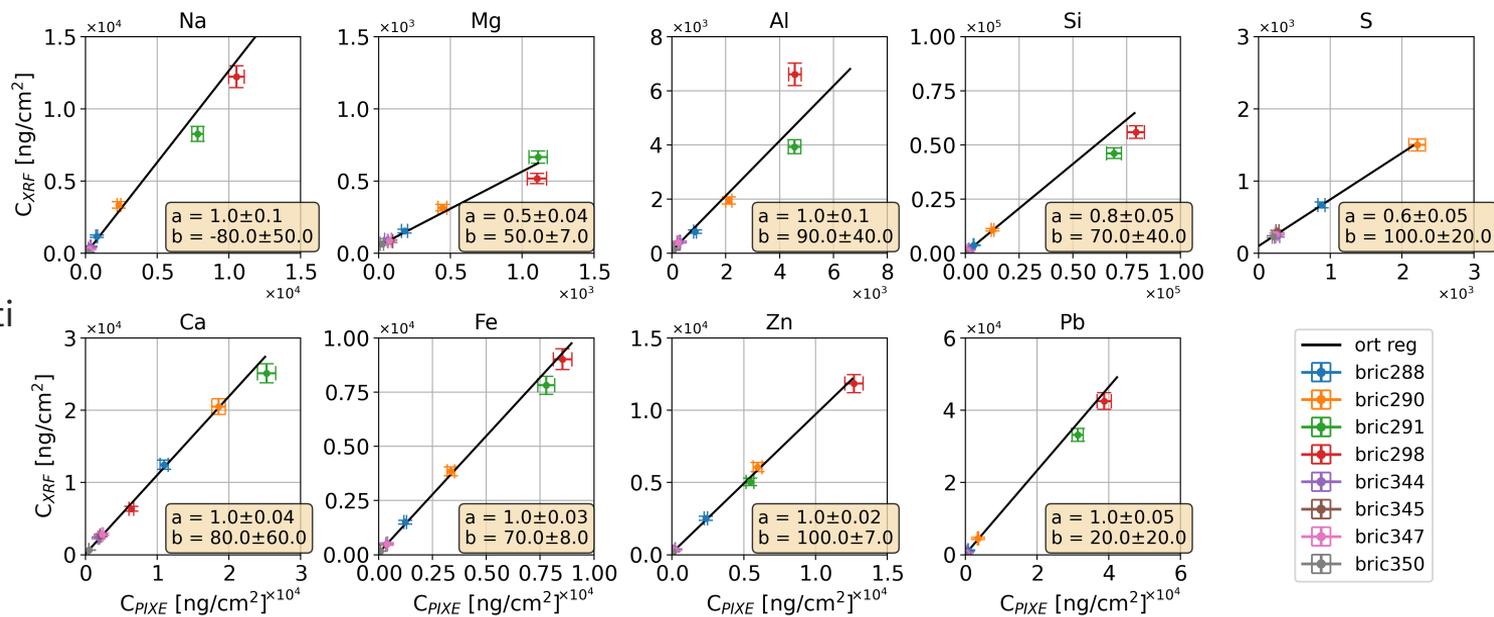
Un nuovo setup XRF per gli elementi leggeri: Confronto con PIXE

Filtri selezionati dalla campagna BRIC sono analizzati sia tramite **Particle Induced X-ray Emission (PIXE)** con l'acceleratore tandem da 3MV del INFN-LABEC che con il setup **XRF**

Scatter plot fra misure PIXE e Xact 625i. Regressioni ortogonali per valutare correlazione ed eventuali fattori correttivi.

Risultati:

- Buona linearità per gli elementi analizzati
- Coefficienti angolari differenti da 1 per Mg, Si, S
- Intercette non sempre consistenti con lo zero



Accesso esterno per misure PIXE & EC/OC + round-robin Xact625i

Possibilità di accesso a misure PIXE tramite ITINERIS (250h di tempo fascio fino a ottobre 2025):

- Analisi di filtri di PM (meglio se PTFE)
- Linee guida campionamento: <https://www.actris-ecac.eu/actris-gaw-recommendation-documents.html> →



Nuovo Sunset per misure EC/OC con autoloader → possibilità di accesso al laboratorio

Round-robin con Xact625i nell'ambito del progetto MI-TRAP:

- Settembre-dicembre 2024
- Confronto di circa 10 strumenti → contattateci se volete partecipare!

calzolari@fi.infn.it, chiari@fi.infn.it, fratticioli@fi.infn.it



Conclusioni

Caratterizzazione Xact625i:

- Buona linearità con PIXE
- Deviazioni in range 0-20% → opportuno applicare correzioni per garantire intercomparabilità
- Al fortemente sovrastimato
- Valori di bianco potenzialmente rilevanti per alcuni elementi

Misura di elementi a basso Z:

- Misura di Na e Mg possibile con buoni MDLs
- MDLs per Si, S migliorati rispetto a Xact625i
- Necessario flusso He o basso vuoto

Possibilità di accesso a misure PIXE + partecipazione a round-robin per Xact625i

Ringraziamenti

IR0000032 – ITINERIS, Italian Integrated Environmental Research Infrastructures System (D.D. n. 130/2022 - CUP B53C22002150006) Funded by EU - Next Generation EU PNRR- Mission 4 “Education and Research” - Component 2: “From research to business” - Investment 3.1: “Fund for the realisation of an integrated system of research and innovation infrastructures”



L'Elemental Mass Calibration Centre (EMC2) è parte del Centre for Aerosol in Situ – European Centre for Aerosol Calibration and Characterization di ACTRIS-ERIC

<https://www.actris-ecac.eu/>

