

# Importanza del controllo qualità dei reagenti nel trattamento radiochimico di campioni di urina per analisi di uranio



Chiara Di Felice<sup>1</sup>, Alberto Boccalini<sup>1</sup>, Chiara Canducci<sup>1</sup>, Valeria Fabbri<sup>1</sup>, Florencia Gonzalez<sup>1</sup>, Andrea Marini<sup>1</sup>, Arianna Mazza<sup>1</sup>, Riccardo Sanna<sup>1</sup>,

Massimo Esposito<sup>1</sup>

<sup>1</sup>White Lab Srl, Via Collamarini 21 - Bologna



## Introduzione

Durante le analisi di routine di campioni di urina di lavoratori esposti sono stati ottenuti **valori positivi anomali** di attività di  $^{238}\text{U}$  e  $^{234}\text{U}$ . Attraverso i controlli di qualità interni è stato possibile individuare la presenza di una fonte di contaminazione e associarla a due reagenti a livello di purezza analitica:  $\text{H}_3\text{PO}_4$  85% e  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ . Tale contaminazione risulta particolarmente **impattante** in quanto i reagenti sono **comunemente usati** in molteplici **trattamenti radiochimici** su matrici **ambientali, alimentari e biologiche**.

## Metodo di analisi e Controlli di Qualità

Data la **rilevanza** dell'analisi a **scopo radiotossicologico** e di radioprotezione, il metodo utilizzato per la determinazione degli isotopi di uranio nelle urine viene sottoposto a **controlli periodici** in accordo con la norma **ISO 17025**. L'**analisi dei bianchi** di controllo effettuate in concomitanza con i campioni con valori positivi sospetti ha **confermato** la presenza di una **contaminazione** inaspettata e non rilevata in precedenza – **Figura 1**. L'ottenimento di ripetuti valori positivi anomali da ulteriori prove di conferma, ha fatto sì che venisse avviato un **processo di investigazione** finalizzato alla **determinazione** dell'origine della **contaminazione** e alla sua circoscrizione

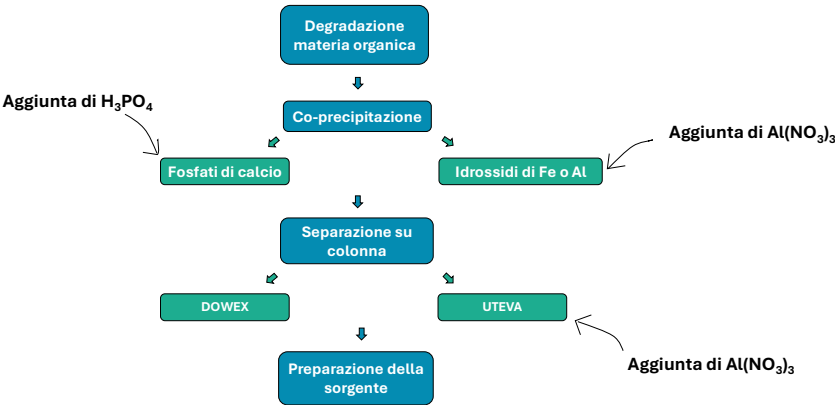


Figura 2 - Diagramma riassuntivo del metodo di analisi di isotopi di uranio in campioni di urina

## Risultati

Seguendo lo schema di flusso del metodo e delle rispettive varianti è stato possibile valutare quali fossero le **fasi** con maggiore **impatto** sull'intero processo. L'attenzione si è focalizzata sulle fasi di **co-precipitazione** e **separazione in colonna**, fasi maggiormente delicate e con un superiore utilizzo di reattivi. A seguito di numerose prove è stato possibile stabilire che la contaminazione di isotopi di uranio fosse apportata da due reagenti:  $\text{H}_3\text{PO}_4$  85% e  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ . L'entità della contaminazione è stata **stimata in spettrometria alfa** sulla base della quantità dei reattivi utilizzati nel metodo (**Tabella 1**) e successivamente **quantificata** mediante analisi in **spettrometria di massa** – (**Tabella 2**)

| Metodo | Reagente contaminato                                   | A $^{238}\text{U}$ + A $^{234}\text{U}$ |
|--------|--------------------------------------------------------|-----------------------------------------|
| DOWEX  | $\text{H}_3\text{PO}_4$ 85%                            | 1 mBq/ml                                |
| UTEVA  | $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ | 0,5 mBq/g                               |

Tabella 1 – Valore medio di attività  $^{238}\text{U}$  e  $^{234}\text{U}$  riscontrata nelle prove di bianco effettuate utilizzando il metodo basato sulla separazione in DOWEX e il metodo basato sulla separazione in UTEVA

| Reagente                                               | Produttore | Lotto      | U                               |
|--------------------------------------------------------|------------|------------|---------------------------------|
| $\text{H}_3\text{PO}_4$ 85%                            | Panreac    | 0002695582 | $64 \pm 13$ ( $\mu\text{g/L}$ ) |
| $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ | Carlo Erba | V4M080025G | $32 \pm 6$ ( $\mu\text{g/kg}$ ) |

Tabella 2 – Concentrazione in massa di uranio all'interno dei reagenti contaminati determinate mediante metodo EPA 2050B 1996 + EPA 6020B 2014 da White Lab Srl – Eurolab

## Conclusioni

I **controlli di qualità dei bianchi** di analisi sono risultati **fondamentali** per l'**individuazione** di una **contaminazione** che avrebbe causato l'emissione di valori **falsi positivi** con conseguente **errata valutazione di dose** per il lavoratore potenzialmente esposto. L'**identificazione** della contaminazione, riconducibile a **reagenti** comunemente utilizzati in laboratorio, ha portato alla luce la necessità di effettuare **controlli più costanti** in **ingresso** data la **manca** di **informazioni fornite** dal **produttore** che rende complesso avere un controllo durante l'approvvigionamento. Risulta **necessario** eseguire delle **analisi di controllo** volte a quantificare l'eventuale presenza di isotopi di uranio all'interno del reattivo affinché sia **non rivelabile o trascurabile** ai fini analitici. Tali analisi possono essere eseguite, ad esempio, in **spettrometria di massa** che permette un controllo diretto, veloce ed affidabile.

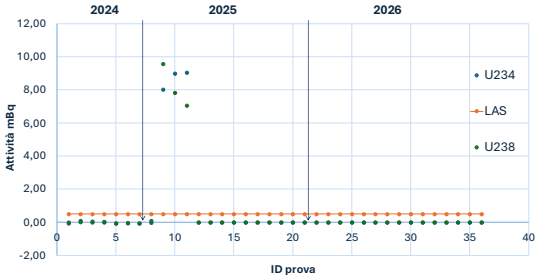


Figura 1 - Carta di controllo del metodo con andamento dei risultati delle prove di bianco ( $^{238}\text{U}$  e  $^{234}\text{U}$ )

La determinazione degli isotopi dell'**uranio**, mediante **spettrometria alfa**, in campioni di urina necessita un **trattamento radiochimico** che prevede una primaria **degradazione della materia organica**, una successiva **preconcentrazione** del campione, una fase di **purificazione dell'analita** di interesse e la finale preparazione della **sorgente**. Nella fase di **preconcentrazione** si provvede all'eliminazione degli interferenti mediante **co-precipitazione** dell'analita con **sali di fosfati o idrossidi metallici di Fe o Al**. La fase di separazione, invece, viene seguita mediante l'utilizzo di **resine a scambio ionico o selettive** volte a isolare l'analita.

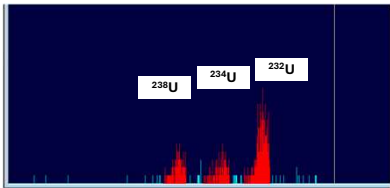


Figura 3 – Spettro alfa di bianco (1L di  $\text{H}_2\text{O}$ ) effettuato con colonna DOWEX – contaminazione da  $\text{H}_3\text{PO}_4$  85%:  
A  $^{238}\text{U}$ : 7 mBq/L ; A  $^{234}\text{U}$ : 7 mBq/L

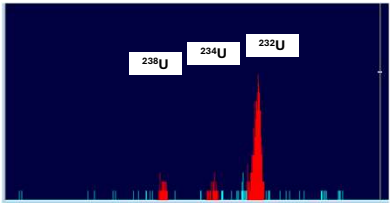


Figura 4 – Spettro alfa di bianco effettuato con colonna UTEVA – contaminazione da  $\text{Al}(\text{NO}_3)_3 \times 9 \text{H}_2\text{O}$ :  
A  $^{238}\text{U}$ : 2 mBq/L ; A  $^{234}\text{U}$ : 2 mBq/L