

DIN 25457-1

ICS 17.240; 27.120.10

Ersatz für
DIN 25457-1:2013-03**Aktivitätsmessverfahren für die Freigabe von radioaktiven Stoffen und kerntechnischen Anlagenteilen –
Teil 1: Grundlagen**

Activity measurement methods for the clearance of radioactive substances and nuclear facility components –
Part 1: Fundamentals

Méthodes de mesure de l'activité pour l'autorisation de la mise en circulation de déchets nucléaires de très faible activité et des composants d'installations nucléaires –
Partie 1: Principes fondamentaux

Gesamtumfang 112 Seiten

DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)
DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR)

Inhalt

Seite

Vorwort	4
1 Anwendungsbereich	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe und Formelzeichen	6
3.1 Begriffe	6
3.2 Formelzeichen	8
4 Messverfahren	12
4.1 Grundlegendes Modell und charakteristische Größen der Aktivitätsmessverfahren unter Berücksichtigung von Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten	12
4.1.1 Allgemeines	12
4.1.2 Darstellung des Modells in allgemeiner Form	13
4.1.3 Spezieller Modellansatz für Aktivitätsmessverfahren	14
4.1.4 Vorgehensweise bei konservativen und realitätsnahen Ansätzen	17
4.2 Direkte Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung	18
4.2.1 Allgemeines	18
4.2.2 Relevante Typ B-Messunsicherheiten	18
4.2.3 Anforderungen an die Messgeräte	19
4.2.4 Anforderungen an die Kalibrierstrahler	20
4.2.5 Oberflächenbeschaffenheit des Messgutes	20
4.2.6 Abhängigkeit der Zählrate des Detektors von den geometrischen Bedingungen	20
4.2.7 Festlegung eines Alarmwerts	21
4.2.8 Messablauf	22
4.2.9 Qualitätssicherung	24
4.3 Indirekte Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung	24
4.3.1 Allgemeines	24
4.3.2 Relevante Typ B-Messunsicherheiten	25
4.3.3 Anforderungen an die Messanordnung	26
4.3.4 Anforderungen an den Kalibrierstrahler	26
4.3.5 Kalibrierung	26
4.3.6 Nulleffektbestimmung	26
4.3.7 Durchführung der Messung	26
4.3.8 Qualitätssicherung	26
4.4 Spektrometrische Messverfahren	27
4.4.1 Gammaskpektrometrie an Materialproben	27
4.4.2 In-situ-Gammaskpektrometrie	34
4.4.3 Alpha-Spektrometrie an Materialproben	40
4.4.4 Bestimmung der Aktivität der alpha-strahlenden Radionuklide mittels Gamma-Spektrometrie an Materialproben	44
4.5 Gesamt-Gamma-Aktivitätsmessung	45
4.5.1 Allgemeines	45
4.5.2 Relevante Messunsicherheiten	45
4.5.3 Anforderungen an die Messeinrichtung	45
4.5.4 Eigenschaft des Messgutes	45
4.5.5 Anforderungen an die Kalibrierung	46
4.5.6 Durchführung der Messung	46
4.5.7 Nachweisgrenze, Erkennungsgrenze und Vertrauensbereich	46
4.5.8 Qualitätssicherung	47
Anhang A (normativ) Bestimmung des Oberflächenansprechvermögens	49
Anhang B (informativ) Energien und Reichweite von Alphateilchen	54
Anhang C (informativ) Bestimmung der Aktivität der alpha-strahlenden Radionuklide mittels Gamma-Spektrometrie an Materialproben	56
C.1 Allgemeines	56

C.2	Thorium-Zerfallsreihe und Th-230	56
C.3	Uran.....	56
C.4	Plutonium	57
Anhang D (informativ)	Erläuterungen zur Berechnung der Erkennungs- und Nachweisgrenzen für die Impulszählung mit Zeitvorwahl.....	61
Anhang E (informativ)	Erläuterungen zur Berechnung der Nachweis- und Erkennungsgrenze für stationäre Impulsratenmessungen	66
Anhang F (informativ)	Erläuterungen zur Berechnung der Nachweis- und Erkennungsgrenze für dynamische Impulsratenmessung.....	75
Anhang G (informativ)	Erläuterungen zur Berechnung der Erkennungs- und Nachweisgrenzen für die Impulszählung mit Zeitvorwahl bei kleinen Impulszahlen, z. B. Alphaoberflächenaktivitätsmessung.....	78
Anhang H (informativ)	Berechnung der Nachweis- und Erkennungsgrenze, der oberen Grenze des Vertrauensbereichs und des Erwartungswertes für Messungen mit Kontaminationsmonitoren bei Berücksichtigung von Typ B-Messunsicherheiten	80
H.1	Grundlegendes Messmodell	80
H.2	Messaufgabe und Messparameter.....	81
H.3	Berechnung der charakteristischen Größen	82
H.4	Interpretation der Ergebnisse im Hinblick auf die Entscheidungsmessung zur Freigabe	83
H.5	Einbeziehung von Unsicherheiten bzgl. des Freigabewerts der flächenbezogenen Gesamtaktivität.....	84
Anhang I (informativ)	Berechnung der Nachweis- und Erkennungsgrenze für Messungen mit Wischtestmessplätzen (indirekte Oberflächengesamtaktivitätsmessung)	85
Anhang J (informativ)	Berechnung der Nachweis- und Erkennungsgrenze, der oberen Grenze des Vertrauensbereichs und des Erwartungswertes für Messungen mittels Gammaskpektrometrie und In-situ-Gammaskpektrometrie.....	88
J.1	Vorbemerkungen	88
J.2	Messung von Bodenflächen nach DIN 25457-7: Ermittlung der flächenspezifischen Aktivität sowie der nuklidspezifischen Dosisleistung von Cs-137	88
J.2.1	Allgemeines	88
J.2.2	Kalibrierfaktor und dessen Standardunsicherheit.....	89
J.2.3	Berechnung der nuklidspezifischen Umgebungs-Äquivalentdosisleistung.....	89
J.2.4	Beispiel zur Berechnung der charakteristischen Grenzen sowie des besten Schätzers und dessen Standardunsicherheit (unkollimierte Messung, flächenbezogene Aktivität und nuklidspezifische Dosisleistung)	90
J.2.5	Zusammenfassung	92
J.3	Ermittlung der massenspezifischen Aktivität bei vorhandener Störung durch eine interferierende Linie sowie eine Linie im Nulleffektspektrum	92
J.4	Ermittlung der Co-60-Aktivität bei sehr kleinen Nettopeakflächen	94
Anhang K (informativ)	Berechnung der Nachweis- und Erkennungsgrenze, der oberen Grenze des Vertrauensbereichs und des Erwartungswertes für Gesamt-Gamma-Aktivitätsmessungen	100
K.1	Vorbemerkungen	100
K.2	Wesentliche Eingangsgrößen für die konservative Kalibrierung	101
K.3	Realistische Berechnung von Erkennungs- und Nachweisgrenze	103
K.3.1	Allgemeines	103
K.3.2	Bestimmung eines realitätsnahen Kalibrierfaktors „w“	104
K.3.3	Berücksichtigung der messgutbedingten Absenkung des Nulleffektes.....	104
K.3.4	Berücksichtigung der nicht-zählstatistischen Varianz des Nulleffektes.....	104
K.4	Beste Schätzwerte, obere Grenze des Vertrauensbereiches	107
K.5	Zusammenfassung	111
Literaturhinweise		112

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-07-46 AA „Reststofffragen“ des Fachbereichs Kerntechnik im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erstellt.

DIN 25457 „Aktivitätsmessverfahren für die Freigabe von radioaktiven Reststoffen und kerntechnischen Anlagenteilen“ besteht aus:

- *Teil 1: Grundlagen*
- *Teil 4: Kontaminierter und aktivierter Metallschrott*
- *Teil 6: Bauschutt und Gebäude*
- *Teil 7: Bodenflächen*

Die Teile 4 und 5 wurden überarbeitet und zu dem neuen Teil 4: „Kontaminierter und aktivierter Metallschrott“ zusammengefasst.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. Das DIN [und/oder die DKE] sind nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Änderungen

Gegenüber DIN 25457-1:2013-03 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) es handelt sich um eine Folgeausgabe ohne sachliche Änderungen; es wurden nur redaktionelle Änderungen vorgenommen.
- b) redaktionelle Änderungen sind z. B.: Tabelle C.4 so dargestellt, dass alle Werte korrekt lesbar sind und die Formelzeichen (Indizes) in den Anhängen in Übereinstimmung mit dem Haupttext formuliert.

Frühere Ausgaben

DIN 25457-1: 1993-08, 2012-04, 2013-03
DIN 25457-2: 1995-12

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument gilt für Aktivitätsmessungen im Rahmen der Freigabe von radioaktiven Stoffen sowie beweglichen Gegenständen, Gebäuden, Bodenflächen, Anlagen oder Anlagenteilen, die aktiviert oder kontaminiert sind und die aus Tätigkeiten im Sinne von Teil 2 der StrlSchV stammen und zur Verwendung, Verwertung, Beseitigung, zum Innehaben oder zur Weitergabe an Dritte als nicht radioaktive Stoffe vorgesehen sind.

Dieses Dokument ist ebenfalls anzuwenden beim Herausbringen von beweglichen Gegenständen aus Kontrollbereichen im Sinne von § 44 Absatz 3 StrlSchV. Im weiteren Text gelten Festlegungen für die Freigabe auch für das Herausbringen.

In Fällen, in denen Freigaben aus dem Umgang nach § 7 StrlSchV erfolgen sollen und eine konservative Kalibrierung der Messgeräte anforderungsgerecht ist (siehe dazu auch 4.1.4), ist eine Vorgehensweise nach DIN 25457-1 Beiblatt 1 möglich.

ANMERKUNG Dieses Dokument beschreibt die Ermittlung von Aktivitäten im Rahmen von Einzelmessungen, die zum Vergleich mit den Freigabewerten herangezogen werden. Sollte eine Bilanzierung der Gesamtaktivität oder eine Ermittlung der insgesamt freigegebenen Aktivität vorgenommen werden, so können andere Verfahren der Aktivitätsbestimmung geeigneter sein.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 25457-4:2013-04, *Aktivitätsmessverfahren für die Freigabe von radioaktiven Stoffen und kerntechnischen Anlagenteilen — Teil 4: Kontaminierter und aktivierter Metallschrott*

DIN 25457-6, *Aktivitätsmessverfahren für die Freigabe von radioaktiven Reststoffen und kerntechnischen Anlagenteile — Teil 6: Bauschutt und Gebäude*

DIN 25457-7, *Aktivitätsmessverfahren für die Freigabe von radioaktiven Reststoffen und kerntechnischen Anlagenteilen — Teil 7: Bodenflächen*

DIN 25462, *In-situ-Gammaspektrometrie zur nuklidspezifischen Umweltkontaminationsmessung*

DIN EN 60325 (VDE 0493-2-1), *Strahlenschutz-Messgeräte — Alpha-, Beta- und Alpha/Beta-(Betaenergie > 60 keV) Kontaminationsmessgeräte und –monitore*

DIN ISO 7503-1:1990-07, *Bestimmung der Oberflächenkontamination; Beta-Strahler (Max. Beta-Energie $E_{\beta_{\max}}$ größer als 0,15 MeV) und Alpha-Strahler*

E DIN ISO 7503-3:2007-04, *Bestimmung der Oberflächenkontamination — Teil 3: Isomerische Übergangs- und Elektroneneinfangsstrahler und Niedrigenergie-Betastrahler ($E_{\beta_{\max}} < 0,15$ MeV) (ISO 7503-3:1996)*

DIN ISO 11929:2011-01, *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Vertrauensbereichs) bei Messungen ionisierender Strahlung — Grundlagen und Anwendungen (ISO 11929:2010)*

DIN V ENV 13005, *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*

ISO/IEC Guide 98-3:2008-09, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM:1995)* mit Supplement 1:2008-11, *Propagation of distributions using a Monte Carlo method*

StrlSchV, *Verordnung über den Schutz vor Schäden durch ionisierende Strahlen (Strahlenschutzverordnung — StrlSchV)* vom 20. Juli 2001 (BGBl. I, S. 1714) zuletzt geändert durch Artikel 5 Absatz 7 des Gesetzes vom 24. Februar 2012 (BGBl. I S. 212)

3 Begriffe und Formelzeichen

3.1 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1.1

Alarmwert

messtechnische Vorgabe zum Nachweis der Unterschreitung des Freigabewerts, bezogen auf das jeweilige Messverfahren oder Messgerät

Anmerkung 1 zum Begriff: Wird angegeben z. B. in: Impulse je Sekunde.

3.1.2

Blindwert

Messgröße, die nicht durch den in der Probe ursprünglich vorhandenen oder der Kalibrierprobe zugesetzten Analyten verursacht wird

[QUELLE: DIN 51009:2013-11, 13.1.6]

3.1.3

Detektorausbeute

<In-situ-Gammaspektrometrie> Verhältnis von Nettozählrate einer GesamtabSORptionslinie zur Flussdichte ungestreuter Photonen am Ort des Detektors

[QUELLE: DIN 25462:2000-10, 3.1.3]

3.1.4

dynamische Messung

Messung, bei der der Detektor über die zu messende Fläche bewegt oder bei der das Messgut am Detektor vorbeigeführt wird

3.1.5

Entscheidungsmessung

Aktivitätsmessung, deren Ergebnisse durch Vergleich mit den Freigabewerten eine Entscheidung über die Freigabe des Messgutes ermöglichen

3.1.6

Freigabewert

gesetzliche oder behördliche Vorgabe für die massen- oder flächenbezogene Aktivität eines Radionuklids, die einzuhalten ist, damit das Messgut freigegeben werden kann und für die bei Vorliegen eines Radionuklidgemisches die Summenformel nach Strahlenschutzverordnung einzuhalten ist

3.1.7

Geometriefaktor

<In-situ-Gammaspektrometrie> Verhältnis von Flussdichte ungestreuter Photonen am Ort des Detektors zur Photonenquellstärke der betrachteten Flächen- bzw. Masseneinheit

[QUELLE: DIN 25462:2000-10, 3.1.8]

3.1.8

Nulleffekt

Messeffekt, der durch andere Strahlungsquellen als die des Messobjektes selbst bewirkt wird

[QUELLE: DIN ISO 11929:2011-01, 3.11]

Anmerkung 1 zum Begriff: Z. B. natürliche Strahlenquellen, Strahlung aus Nachbarräumen.

3.1.9

Oberflächenansprechvermögen

Verhältnis zwischen der gemessenen Nettozählrate und der Aktivität je Flächeneinheit

3.1.10

Radionuklidgemisch

in einer definierten Materialcharge vorkommende Radionuklide (α -, β -, Elektroneneinfang-Strahler und Isomere)

3.1.11

Radionuklidvektor

Liste der auf 100 % normierten Aktivitätsanteile von Radionukliden in oder auf einem Material, welche für die Entscheidungsmessung relevant sind

3.1.12

repräsentative Probe

Probe, deren Eigenschaften weitestgehend den Durchschnittseigenschaften der Gesamtmenge des Prüfgutes entsprechen

[QUELLE: DIN 51750-1:1990-12, 3.8]

3.1.13

Sättigungsschichtdicke

Schichtdicke eines homogenen radioaktiven Stoffes, die der maximalen Reichweite seiner α - bzw. β -Strahlung entspricht

3.1.14

Schlüsselnuklid

messtechnisch einfach erfassbares Radionuklid, über dessen Messung das Inventar schwierig zu messender Radionuklide rechnerisch bestimmt werden kann

[QUELLE: DIN 25401-9:2002-04, 3.119]

3.1.15

stationäre Messung

Messung bei ortsfester Anordnung des Detektors über der zu messenden Fläche

3.1.16

Tracer

Radionuklid, das als Indikator, z. B. zur Bestimmung der chemischen Ausbeute, verwendet wird

3.1.17

Verteilungsmodell

<In-situ-Gammaspektrometrie> Modell zur mathematischen Beschreibung der Verteilung der Radionuklide im und auf dem Messgut

[QUELLE: DIN 25463:2000-10, 3.1.15, modifiziert – „Verteilung der Radionuklide im und auf dem Boden“ ersetzt durch „Verteilung der Radionuklide im und auf dem Messgut“]

3.1.18

Winkelkorrekturfaktor

<In-situ-Gammaspektrometrie> Faktor zur Berücksichtigung der Richtungsabhängigkeit der Detektorausbeute

[QUELLE: DIN 25462:2000-10, 3.1.16]

3.2 Formelzeichen

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die in Tabelle 1 aufgeführten Formelzeichen und Benennungen.

Tabelle 1 — Formelzeichen und Benennungen

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
a	flächen- oder massenbezogene Aktivität	Bq/cm ² oder Bq/g
a_V	flächen- bzw. massenbezogene Aktivität jedes nachgewiesenen Radionuklids für ein Verteilungsmodell V	Bq/cm ² oder Bq/g
a_{FGW}	flächen- oder massenbezogene Aktivität, die dem Freigabewert entspricht	Bq/cm ² oder Bq/g
A	Aktivität	Bq
c_0, c_1, c_2	Parameter zur Berechnung von $\tilde{u}(\tilde{y})$, sowie für die Nachweis- und Erkennungsgrenze y^* und $y^\#$	—
$f_{G,E,V}$	Geometriefaktor nach DIN 25462 (dort noch mit Formelzeichen $G_{E,V}$) bei der In-situ-Gammaspektrometrie	—
$f_{W,E,V}$	Winkelkorrekturfaktor nach DIN 25462 (dort noch mit Formelzeichen $W_{E,V}$) bei der In-situ-Gammaspektrometrie	—
f_G	Geometriefaktor zur Berücksichtigung der Geometrie des Messgutes	—
f_E	Entnahmefaktor	—
$f_{att,E}$	Faktor zur Korrektur der Eigenabsorption bei Energie E; att = attenuation	—
$f_{c,E,R,G}$	Faktor zur Korrektur der Koinzidenzen bei Energie E für das Radionuklid R bei der Messgeometrie G	—
f_{sc}	Quotient aus Fläche des Detektors zur Fläche des Kalibrierstrahlers	—
$f_{V,R}$	Faktor zur Umrechnung der flächen- bzw. massenbezogenen Aktivität eines Radionuklids a_V in die nuklidspezifische Äquivalentdosisleistung	Bq h/(cm ² Sv) bzw. Bq h/(g Sv)
F	beprobte Fläche	cm ²
F_i	die der Kalibrierung zugrunde liegende wirksame Fläche eines Detektors	cm ²
G	Modellfunktion	—
$h_{V,R}$	nuklidspezifischer Beitrag des Radionuklids R zur Umgebungs-Äquivalentdosisleistung	Sv/h
k_q	Quantil der standardisierten Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit q (beispielsweise $q = 1 - \alpha$, $1 - \beta$ oder $1 - \gamma/2$)	—

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
K	$k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$	—
m	Anzahl der Eingangsgrößen	—
m	Probenmasse	g
n_i	Anzahl der gezählten Impulse bei der Messung der Eingangsgröße X_i	—
n_g	Anzahl der gezählten Impulse des Bruttoeffektes bei zählenden Messverfahren	—
n_n	Anzahl der gezählten Impulse im Nettopeak bei spektrometrischen Messverfahren	—
n_0	Anzahl der gezählten Impulse des Nulleffektes bei zählenden Messverfahren	—
$n_{n,E,NE}$	Anzahl der gezählten Impulse in der Nettopeakfläche bei der Energie E im Nulleffektspektrum	—
$n_{0,E}$	Anzahl der gezählten Impulse im Untergrund bei der Energie E bei spektrometrischen Messverfahren	—
$n_{n,E}$	Anzahl der gezählten Impulse in der Nettopeakfläche bei der Energie E bei spektrometrischen Messverfahren	—
$n_{g,E}$	Anzahl der gezählten Impulse in der Bruttopeakfläche bei der Energie E bei spektrometrischen Messverfahren	—
$n_{g,E,NE}$	die Anzahl der gezählten Impulse im Nulleffektspektrum im gleichen Peakbereich bei der Energie E	—
n_{A1}, n_{A2}	die Anzahl der Impulse des Untergrundes im Bereich A1 bzw. A2	—
n_{sc}	bei der Kalibrierung bestimmte Gesamtzählrate in s^{-1}	—
$p_{E,R}$	Emissionswahrscheinlichkeit für ein Radionuklid R bei Energie E	—
$q_{2\pi,F}$	Flächenbezogene Oberflächenemissionsrate des Kalibrierstrahlers in den Halbraum	$s^{-1} cm^{-2}$
r_i	Zählrate bei der Messung der Eingangsgröße X_i	s^{-1}
r_n	Zählrate des Nettoeffektes	s^{-1}
r_g	Zählrate des Bruttoeffektes	s^{-1}
r_0	Nulleffektzählrate	s^{-1}
r_{AW}	einzustellende Alarmwertzählrate	s^{-1}
r_{FGW}	Zählrate, die dem Freigabewert entspricht	s^{-1}
$r_{\#}$	Zählrate der Nachweisgrenze	s^{-1}

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
r^*	Zählrate der Erkennungsgrenze	s^{-1}
r_{VB}	Zählrate, die der Intervallbreite des Vertrauensbereiches (einseitig) entspricht	s^{-1}
r_{∞}	mittlere Zählrate	s^{-1}
$u_{rel}(w)$	Relative Standardunsicherheit einer Größe W zum Schätzwert w	—
$u(x_i)$	Standardunsicherheit der Eingangsgröße X_i zum Schätzwert x_i	—
$u(y)$	Standardunsicherheit der Messgröße zum primären Messergebnis y	—
$\tilde{u}(\tilde{y})$	Standardunsicherheit des Schätzers Y als Funktion des wahren Wertes $\tilde{y}$ der Messgröße	—
t_i	Messdauer bei der Messung der Eingangsgröße X_i	s
t_g	Messdauer bei der Bestimmung des Bruttoeffektes	s
t_0	Messdauer bei der Bestimmung des Nulleffektes	s
t_{min}	minimale Messzeit bei der Entscheidungsmessung	s
$t_{\tilde{u}}$	Überstreichzeit für eine Messstrecke entsprechend Detektorbreite	s
$t_{\tilde{u}, min}$	minimale Überstreichzeit für eine Messstrecke bei der Entscheidungsmessung	s
X_i	Eingangsgröße ($i = 1, \dots, m$)	—
x_i	Schätzwert der Eingangsgröße X_i	—
Y	Zufallsvariable als Schätzer für die Messgröße	—
y	ermittelter Wert des Schätzers Y ; primäres Messergebnis für die Messgröße	—
y_j	Werte aus unterschiedlichen Messungen ($j = 1, 2, 3, \dots$)	—
$\tilde{y}$	wahrer Wert der Messgröße; liegt der betrachtete physikalische Effekt nicht vor, so ist $\tilde{y} = 0$, anderenfalls ist $\tilde{y} > 0$	—
y^*	Erkennungsgrenze für die Messgröße	Bq/cm ² , Bq/g oder Bq
$y^{\#}$	Nachweisgrenze für die Messgröße	Bq/cm ² , Bq/g oder Bq
$\hat{y}$	bester Schätzer für die Messgröße	Bq/cm ² , Bq/g oder Bq

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
$y^{\triangleright}$	obere Grenze des Vertrauensbereichs für die Messgröße	Bq/cm ² , Bq/g oder Bq
w	Abkürzende Schreibweise für einen Kalibrierfaktor	—
α, β	Wahrscheinlichkeit zur Festlegung der Erkennungs- bzw. Nachweisgrenze	—
$1 - \gamma$	Wahrscheinlichkeit zum Vertrauensbereich für die Messgröße	
ε_D	Oberflächenansprechvermögen des Detektors für ein Einzelnuklid	cm ² /(s Bq)
$\varepsilon_{D,NV}$	Oberflächenansprechvermögen des Detektors für den Nuklidvektor NV	cm ² /(s Bq)
$\varepsilon_M, \varepsilon_{sc}$	Emissionswirkungsgrad des Messgutes bzw. der Quelle	—
$\varepsilon_{i,F}$	Flächenbezogenes Ansprechvermögen des Messgerätes	cm ² /(s Bq)
$\varepsilon_1, \varepsilon_2$	Nachweiswahrscheinlichkeit für ein Nuklid bei zwei verschiedenen Energien	—
$\varepsilon_{E,V}$	Effizienz des Detektors für Verteilungsmodell V bei der Energie E bei spektrometrischen Methoden	g oder cm ²
ε_E	Effizienz des Detektors bei der Energie E bei spektrometrischen Methoden	—
Φ	Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung	—
η_T	Ausbeute des zu messenden α -Strahlers während der Probenaufbereitung einschließlich Herstellung des Messpräparats	—
λ	Abschirm- bzw. Interferenzfaktor, d. h. Faktor zur Berücksichtigung der Variabilität des Nulleffektes als Konsequenz des Einflusses des Messgutes	
τ	Ansprechzeit	s
τ_g	Ansprechzeit für die Bruttoeffektmessung bei Impulsratenmessgeräten	s
τ_0	Ansprechzeit für die Nulleffektmessung bei Impulsratenmessgeräten	s
$\tau_{\min}$	minimale Ansprechzeit bei der Entscheidungsmessung	s
ω	$= \Phi [y / u(y)]$	—
ξ	Korrekturfaktor durch die unterschiedlichen Emissionswahrscheinlichkeiten p und Nachweiswahrscheinlichkeiten ε für ein Störnuklid für die Energielinien bei E_1 und E_2 bei Gammaspektrometrie	—

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Formelzeichen	Bedeutung	Einheit
Index V	Verteilungsmodell	—
Index i	en: instrument (Messgerät)	—
Index F	Fläche	
Index T	Tracer	—
Index E	Energie	—
Index R	Radionuklid	—
Index NV	Nuklidvektor	—
Index D	Detektor	—
Index sc	source (Quelle, Kalibrierstrahler)	—
Index G	Geometrie	—
Index g	gross (brutto)	—
Index M	Messgut	—

4 Messverfahren

4.1 Grundlegendes Modell und charakteristische Größen der Aktivitätsmessverfahren unter Berücksichtigung von Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten

4.1.1 Allgemeines

In 4.2 bis 4.5 wird die Anwendung von Aktivitätsmessverfahren beschrieben, welche für die Freigabe wie in Abschnitt 1 beschrieben vorgesehen sind. Zur Herleitung der charakteristischen Größen dieser Messverfahren (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze, bester Schätzer des Messwerts und der obere Vertrauensbereich des Messwertes) werden in ihren Grundzügen jeweils ähnliche Ansätze verwendet. Daher wird die zugehörige allgemeine Vorgehensweise einschließlich der allgemeinen Formeln einleitend beschrieben. Die Darstellung orientiert sich an DIN ISO 11929. In den Abschnitten zu den einzelnen Aktivitätsmessverfahren werden zulässige Vereinfachungen dieses komplexen Ansatzes dargestellt (siehe dazu auch 4.1.4).

Das Messverfahren beinhaltet den Messablauf und die Qualitätssicherung der Messungen. Wesentliche Aspekte des Messablaufes wie die Anzahl (Häufigkeit) der durchzuführenden Messungen oder Parameter der Freigabemessung (z. B. Messflächen) werden ebenso wie die Anforderungen an die Dokumentation in den speziellen Teilen dieser Normenreihe konkretisiert. Die Ermittlung der aktivitätsbezogenen charakteristischen Grenzen der Anwendung der verschiedenen Messverfahren wird detailliert behandelt.

Bei der messtechnischen Planung ist es erforderlich, alle wesentlichen Beiträge zur Messunsicherheit zu quantifizieren und festzulegen, ob die jeweilige Einflussgröße entscheidend für die Eignung des Messverfahrens oder auch entscheidend für die Freigabe selbst ist. Im Folgenden werden Einflussgrößen aufgeführt, welche bei den nachfolgend beschriebenen Messverfahren (siehe 4.2 bis 4.6) in jeweils unterschiedlichem Maße zutreffen. Es handelt sich hierbei um so genannte Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten im Sinne von DIN V ENV 13005.

Die Unterscheidung von Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten betrifft die unterschiedlichen Methoden, mit denen Messunsicherheiten ermittelt werden. Typ A-Messunsicherheiten können als Standardabweichungen aus mehrfach wiederholten oder zählenden Messungen bestimmt werden. Typ B-Messunsicherheiten können

als Standardabweichungen aus Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen auf der Basis von Erfahrung oder anderer Information bestimmt werden.

Damit können Beiträge zur Messunsicherheit, die aus der Messeinrichtung selbst ermittelbar sind, dem Typ A zugeordnet werden, während Unsicherheitsbeiträge, die über ergänzende Untersuchungen abgeschätzt werden, dem Typ B zuzuordnen sind. Es sind jedoch Fälle möglich, in denen entweder Beiträge zur Messunsicherheit nicht eindeutig einem Typ zugeordnet werden können (z. B. Unsicherheit des Kalibrierstrahlers) oder keinem Typ zugeordnet werden können (insbesondere Effekte der Messelektronik). Derartige Beiträge zur Messunsicherheit sind jedoch bei Freigabemessungen aufgrund der Höhe der führenden sonstigen Beiträge zur Messunsicherheit i. A. vernachlässigbar.

Die folgenden wesentlichen Einflüsse sind als Messunsicherheiten zu betrachten. Ihre Zuordnung zu Typ A- oder Typ B-Messunsicherheiten hängt zum Teil vom gewählten Messverfahren ab. Sie werden in 4.2 bis 4.5 jeweils konkretisiert.

- Schwankungsbreite der Geometrie und der Selbstabschirmung des Messguts;
- Schwankungsbreite der Aktivitätsverteilung im Messgut;
- Schwankungsbreite des Nulleffekts;
- Schwankungsbreite der Aktivitätsanteile der Radionuklide im Radionuklidgemisch in Relation zu den festgelegten Anteilen im Nuklidvektor;
- Schwankungsbreite des Entnahmefaktors bei indirekter Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung;
- Schwankungsbreite des Gehalts natürlicher Radionuklide im Messgut;
- Messunsicherheit bei der verwendeten Kalibrierung (z. B. Referenzmessgut bei der Gesamt-Gamma-Aktivitätsmessung).

4.1.2 Darstellung des Modells in allgemeiner Form

Bei der Quantifizierung der Eingangsgrößen X_i und deren zugehöriger Messunsicherheit $u(X_i)$ können der Ausschöpfungsgrad der Freigabewerte und die Konservativität aller Schritte des Freigabeverfahrens berücksichtigt werden. Des Weiteren spielt es eine Rolle, ob die Einzelmessung Grundlage der Entscheidung über die Freigabe ist oder ob sie Bestandteil eines Ensembles von Messungen (Stichprobe) ist, die statistisch hinsichtlich der Entscheidung über die Freigabe ausgewertet werden. Für den Fall der Anwendung im Rahmen von statistischen Verfahren ist folgendes zu beachten:

- die Nachweisgrenze muss so weit unter dem Freigabewert liegen, dass auch das angewendete statistische Verfahren als geeignet angesehen werden kann;
- je nach gewähltem Auswerteverfahren sind Erwartungswert, oberer Vertrauensbereich des Erwartungswertes oder andere Kenngrößen heranzuziehen. Die Details sind in DIN 25457-4, DIN 25457-6 und DIN 25457-7 festgelegt.

Das vorliegende Dokument erläutert die messtechnischen Verfahren im Rahmen von Freigabeverfahren. Freigabeverfahren bestehen neben den reinen messtechnischen Verfahren aus weiteren, hier relevanten Bestandteilen, insbesondere Festlegung des Nuklidvektors, Kalibrierverfahren, Festlegung von Mittelungsgrößen usw. Einige dieser Schritte liegen nicht im Anwendungsbereich dieses Dokumentes und werden deswegen nicht quantitativ betrachtet.

Als Grundlage für die Berechnung der charakteristischen Grenzen der einzelnen, in 4.2 bis 4.6 beschriebenen Messverfahren dient ein Modell, in welchem der Zusammenhang zwischen der primären Messgröße (z. B. einer Zählrate) und dem gesuchten Messergebnis (z. B. einer flächenbezogenen Aktivität) hergestellt wird, sowie die Betrachtung der Unsicherheiten, die den einzelnen Größen in diesem Modell innewohnen. Das

grundlegende Modell wird durch Gleichung (1) beschrieben, wobei die Messgröße Y eine Funktion G der Eingangsgrößen X_i ist.

$$Y = G(X_1, \dots, X_m) \quad (1)$$

Durch Einsetzen gegebener Schätzwerte x_i der Eingangsgrößen X_i in die Modellfunktion G ergibt sich das primäre Messergebnis y der Messgröße nach Gleichung (2).

$$y = G(x_1, \dots, x_m) \quad (2)$$

Die Standardunsicherheit $u(y)$ der Messgröße zum primären Messergebnis y ist gegeben durch Gleichung (3), sofern die Eingangsgrößen X_i voneinander unabhängig sind.

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial G}{\partial X_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (3)$$

Dabei ist

$u(x_i)$ die Standardunsicherheit zu den Schätzwerten x_i .

Damit die Modellfunktion G an die Beschreibung einer Messung mit Messeffekt und Nulleffekt angepasst ist, wird die allgemeine Form nach Gleichung (4) angesetzt.

$$Y = (X_1 - X_2 X_3 - X_4) \cdot \frac{X_6 X_8 X_{10} \dots}{X_5 X_7 X_9 \dots} = (X_1 - X_2 X_3 - X_4) \cdot W \quad (4)$$

4.1.3 Spezieller Modellansatz für Aktivitätsmessverfahren

Hierin können beispielsweise $X_1 = r_g$ die Zählrate des Bruttoeffekts und $X_2 = r_0$ die Zählrate des Nulleffekts sein. Die übrigen Größen X_i sind Kalibrier-, Korrekptions- oder Einflussgrößen oder Umrechnungsfaktoren, speziell X_3 ein Abschirmfaktor und X_4 eine zusätzliche Untergrundkorrektur. Falls einige dieser Eingangsgrößen nicht vorkommen, werden für diese $x_i = 1$ ($i = 3, i \geq 5$), $x_4 = 0$ und $u(x_i) = 0$, $i > 2$ gesetzt.

Für die Bruttoeffektzählrate wird $x_1 = r_g = n_g / t_g$ und $u^2(x_1) = n_g / t_g^2 = r_g / t_g$ sowie für die Nulleffektzählrate $x_2 = r_0 = n_0 / t_0$ und $u^2(x_2) = n_0 / t_0^2 = r_0 / t_0$ gesetzt. Hieraus ergibt sich die Beziehung (5)

$$y = (r_g - r_0 x_3 - x_4) \cdot w = \left(\frac{n_g}{t_g} - \frac{n_0}{t_0} x_3 - x_4 \right) \cdot w \quad (5)$$

mit der Abkürzung

$$w = \frac{x_6 x_8 x_{10} \dots}{x_5 x_7 x_9 \dots} \quad (6)$$

Die Beziehung (5) wird in 4.2 bis 4.6 jeweils für die Beschreibung der Messverfahren zugrunde gelegt.

Die Standardunsicherheit $u(y)$ der Messgröße y berechnet sich unter Anwendung der Gleichung (3) und Bildung der partiellen Ableitungen nach Gleichung (7).

$$u(y) = \sqrt{w^2 \cdot \left(\frac{r_g}{t_g} + \frac{x_3^2 r_0}{t_0} + r_0^2 u^2(x_3) + u^2(x_4) \right) + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (7)$$

wobei die Summe der quadrierten relativen Standardunsicherheiten der Schätzwerte x_5 bis x_m durch Gleichung (8) gegeben ist.

$$u_{\text{rel}}^2(w) = \sum_{i=5}^m \frac{u^2(x_i)}{x_i^2} \quad (8)$$

Die Erkennungsgrenze y^* und die Nachweisgrenze $y^\#$ werden unter Verwendung der Schreibweise $\tilde{u}(\tilde{y})$ als Standardunsicherheit des wahren Wertes der Messgröße $\tilde{y}$ nach den Gleichungen (9) und (10) berechnet (siehe DIN ISO 11929). Der Wert von $y^\#$ ergibt sich als Lösung der in Gleichung (10) angegebenen Rekursionsformel. Als Startwert kann beispielsweise $y_1^\# = 2 \cdot y^*$ gewählt werden.

$$y^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) \quad (9)$$

$$y_i^\# = y^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(y_i^\#) \quad \text{bzw.} \quad y_i^\# = y^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(y_{i-1}^\#) \quad (10)$$

Die Nachweisgrenze $y^\#$ existiert, wenn die folgende Bedingung bei Zeitvorwahl eingehalten ist:

$$k_{1-\beta} \cdot u_{\text{rel}}(w) < 1 \quad (11)$$

Andernfalls sind die Eingangsgrößen, die mit großen Unsicherheiten behaftet sind, konservativ und unter der Annahme der Unsicherheit gleich Null in Gleichung (5) und Gleichung (6) festzulegen.

Die Gleichungen (9) und (10) können unter der Festlegung, dass $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ gilt, unter Verwendung von Gleichung (12) für alle relevanten Aufgabenstellungen wie folgt gelöst werden:

$$\tilde{u}^2(\tilde{y}) = c_0 + c_1 \tilde{y} + c_2 \tilde{y}^2 \quad (12)$$

Die Beziehungen für die Erkennungs- und Nachweisgrenzen lassen sich dann nach den Gleichungen (13) und (14) schreiben.

$$y^* = k \sqrt{c_0} \quad (13)$$

$$y^\# = \frac{2y^* + k^2 c_1}{1 - k^2 c_2} \quad (14)$$

Bei einfachen Ansätzen für zählende Messungen sowie für ungestörte Einzellinien in spektrometrischen Messungen können diese Beziehungen verwendet werden, um

- die Erkennungs- y^* und Nachweisgrenzen $y^\#$,
- das primäre Messergebnis y und dessen Unsicherheit $u(y)$,
- den besten Schätzer $\hat{y}$ und dessen Unsicherheit $u(\hat{y})$
- und die obere Grenze des Vertrauensbereiches $y^\triangleright$ (die untere Grenze des Vertrauensbereichs ist für Messungen im Rahmen der Freigabe nicht relevant)

anzugeben.

ANMERKUNG In 4.4.1 wird für die Gammaskpektrometrie ein weiterführendes Modell der Auswertung beschrieben. Nicht-einfache zählende Messverfahren sind im Wesentlichen Messeinrichtungen, die über mehrere Detektoren verfügen (z. B. Schirmzählrohr in Koinzidenzschaltung bei Low-Level-Alpha-Beta-Messeinrichtung oder die separate Auswertung einzelner Detektoren bei Freimessanlagen). Diese Fälle können häufig wie einfache zählende Verfahren behandelt werden, dies ist jedoch im Vorfeld zu überprüfen.

Es werden die gegenüber Beziehung (5) vereinfachten Ansätze nach den Gleichungen (15) und (16) für zählende Messungen und nach den Gleichungen (17) und (18) für spektrometrische Messungen getroffen, wobei die abkürzende Schreibweise $\lambda = x_3$ gewählt wird.

Für zählende Messungen:

$$y = w \left(\frac{n_g}{t_g} - \lambda \frac{n_0}{t_0} \right) \quad (15)$$

$$u(y) = \sqrt{w^2 \left[\frac{r_g}{t_g} + \lambda^2 \frac{r_0}{t_0} + r_0^2 u^2(\lambda) \right] + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (16)$$

und für spektrometrische Messungen:

$$y = \frac{w}{t} (n_g - n_0) \quad (17)$$

$$u(y) = \sqrt{\frac{w^2}{t^2} [u^2(n_g) + u^2(n_0)] + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (18)$$

Zur Berechnung der Erkennungs- und Nachweisgrenzen in den Gleichungen (13) und (14) werden die Koeffizienten c_0 , c_1 und c_2 nach Gleichung (19) für zählende Messungen und nach Gleichung (20) für spektrometrische Messungen verwendet.

Für zählende Messungen:

$$c_0 = w^2 \left[\lambda \frac{n_0}{t_0} \left(\frac{1}{t_g} + \frac{\lambda}{t_0} \right) + \left(\frac{n_0}{t_0} \right)^2 u^2(\lambda) \right] \text{ mit } c_1 = \frac{w}{t_g} \text{ und } c_2 = u_{\text{rel}}^2(w) \quad (19)$$

und für spektrometrische Messungen:

$$c_0 = \frac{w^2}{t^2} (n_0 + u^2(n_0)) \text{ mit } c_1 = \frac{w}{t} \text{ und } c_2 = u_{\text{rel}}^2(w) \quad (20)$$

Die obere Grenze $y^{\triangleright}$ des Vertrauensbereichs lässt sich mit der Gleichung (21) errechnen (siehe DIN ISO 11929):

$$y^{\triangleright} = y + k_q u(y); \quad q = 1 - \omega \gamma / 2 \quad (21)$$

Dabei ist

$$\omega = \Phi[y/u(y)] \text{ und}$$

Φ die Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung.

Wenn $y \geq 2u(y)$ ist, kann $\omega = 1$ gesetzt werden, und es gilt Gleichung (22):

$$y^{\triangleright} = y + k_{1-\gamma/2} \cdot u(y) \quad (22)$$

$\gamma/2 = 0,05$ und damit $k_{1-\gamma/2} = 1,645$ werden häufig als Vorgabewerte benutzt.

Der beste Schätzer und dessen Standardunsicherheit errechnet sich nach DIN ISO 11929 aus dem primären Messergebnis und dessen Standardunsicherheit nach den Gleichungen (23) und (24):

$$\hat{y} = y + \frac{u(y) \exp \left[\frac{-y^2}{2u^2(y)} \right]}{\omega \sqrt{2\pi}} \quad (23)$$

$$u(\hat{y}) = \sqrt{u^2(y) - \hat{y}(\hat{y} - y)} \quad (24)$$

4.1.4 Vorgehensweise bei konservativen und realitätsnahen Ansätzen

Bei der Festlegung des Modells der Auswertung für ein Messverfahren ist häufig im Vorfeld zu entscheiden, ob die Auswertung **konservativ** oder **realitätsnah** zu erfolgen hat.

- Realitätsnah bedeutet die möglichst realistische Wahl der Parameter bei gleichzeitiger Betrachtung sowohl der Typ A- als auch der Typ B-Messunsicherheiten.
- Bei der konservativen Vorgehensweise werden nur die Typ A-Messunsicherheiten betrachtet. Durch die überschätzende Wahl einzelner Parameter wird die Nicht-Berücksichtigung der Typ B-Messunsicherheiten kompensiert.

In Tabelle 2 werden vor dem Hintergrund der hier eingeführten Messgrößen die Auswirkungen dieser Entscheidung auf die Eingangsgrößen zusammenfassend dargestellt.

Tabelle 2 — Auswirkung der konzeptionellen Vorgehensweise (realitätsnah oder konservativ) bei der Festlegung des Modells der Auswertung auf die verwendeten Eingangsgrößen

Eingangsgröße	konservativ	realitätsnah
Bruttoeffekt	$n_g = x_1; \quad u(n_g) = \sqrt{n_g}$	$n_g = x_1; \quad u(n_g) = \sqrt{n_g}$
Nulleffekt	$n_0 < x_2; \quad 0 \leq u(n_0) < \sqrt{n_0}$	$n_0 = x_2; \quad u(n_0) = \sqrt{n_0}$
Kalibrierfaktor	$w > w_{\text{real}}; \quad u_{\text{rel}}(w) = 0$	$w = w_{\text{real}}; \quad u_{\text{rel}}(w) > 0$
Abschirm- bzw. Interferenzfaktor	$\lambda = x_3 = 1; \quad u(x_3) = 0$	$x_3 = \lambda < 1$ $x_3 = \lambda = 1$; $x_3 = \lambda > 1$ $u(\lambda) > 0$
Untergrundkorrekturfaktor	$x_4 = 0; \quad u(x_4) = 0$	$x_4 > 0; \quad u(x_4) > 0$

In diesem Zusammenhang ist es von entscheidender Bedeutung, die folgenden Aspekte zu betrachten:

Es ist prinzipiell zulässig, einzelne Eingangsgrößen realitätsnah, andere konservativ zu wählen.

- a) Die Anwendung der DIN 25482-1 oder DIN 25482-5 setzte die konservative Festlegung **aller** Eingangsgrößen zwingend voraus. Der Formalismus nach den Gleichungen (1) bis (24) analog zu DIN ISO 11929 kann unabhängig davon immer angewendet werden.
- b) Die konservative Auswertung erhöht immer die Schätzwerte y und $\hat{y}$ gegenüber dem wahren Wert $\tilde{y}$, reduziert jedoch gleichzeitig deren Unsicherheiten. Bei den charakteristischen Grenzen muss dieser

Effekt über die ausreichend konservative Festlegung des Kalibrierfaktors w kompensiert werden. Beispiele werden hierzu in Anhang H bis Anhang K gegeben.

- c) Besondere Beachtung ist in manchen Fällen auf die Nulleffektkompensation zu legen, da ein signifikanter Einfluss eines real vorhandenen $u_{\text{rel}}(\lambda) > 0$ für die Schätzwerte y und $\hat{y}$ nur durch eine konservative Wahl von n_0 kompensiert werden kann. Insbesondere bei Messverfahren, für die die Brutto- und die Nulleffektimpulszahlen annähernd gleich groß sind (d. h. $n_g/n_0 \approx 1$), werden bei der konservativen Vorgehensweise die Erkennungs- und Nachweisgrenzen – in nicht-konservativer Weise – systematisch zu niedrig ermittelt. Beispiele werden hierzu in Anhang J und Anhang K gegeben.

4.2 Direkte Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung

4.2.1 Allgemeines

Durch die direkten Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessverfahren wird die gesamte fest haftende und nicht fest haftende Alpha- oder Beta-Oberflächenkontamination unmittelbar an Materialien bestimmt. Dieses Verfahren ist anwendbar, solange für die kontaminierte Schicht die jeweilige Sättigungsschichtdicke nicht überschritten wird und keine überdeckenden Absorptionsschichten vorhanden sind.

Bei der Bestimmung der Oberflächenaktivität sind zu berücksichtigen:

- das Ansprechvermögen des Messgerätes;
- der Wirkungsgrad der kontaminierten Oberfläche nach DIN ISO 7503-1.

Die Messung der Oberflächenaktivität durch Alpha-Strahler und durch Beta-Strahler mit einer Maximalenergie $> 0,15$ MeV ist nach DIN ISO 7503-1 vorzunehmen. Für Beta-Strahler mit einer Maximalenergie $\leq 0,15$ MeV und Elektroneneinfang-Strahler gilt E DIN ISO 7503-3:2007-04. Das Ansprechvermögen des Messgerätes und der Wirkungsgrad der kontaminierten Oberfläche liegen für diese Strahler deutlich niedriger.

Das Oberflächenansprechvermögen kann bei einem Radionuklidgemisch je nach der maximalen Energie der Teilchen stark variieren. Sofern die relativen Anteile der einzelnen Radionuklide über die auszumessende Materialcharge schwanken, ist für ein Radionuklidgemisch daher:

- ein nach Radionuklidanteilen gewichtetes Oberflächenansprechvermögen, oder
- das niedrigste Oberflächenansprechvermögen der im Gemisch vorliegenden Radionuklide zu verwenden, oder
- ein Schlüsselnuklid festzulegen, dessen Oberflächenansprechvermögen zu verwenden ist.

4.2.2 Relevante Typ B-Messunsicherheiten

Für die Messung einer flächenbezogenen Aktivität wird in der Regel das Modell nach Gleichung (25) verwendet.

$$a = \frac{(r_g - r_0 \lambda)}{\varepsilon_{D,NV} \cdot \varepsilon_M \cdot f_G} = w \cdot (r_g - r_0 \lambda) \quad (25)$$

Dabei ist

- r_g die Zählrate der Bruttomessung in s^{-1} ;
- r_0 die Zählrate der Nulleffektmessung in s^{-1} ;
- λ der Faktor zur Berücksichtigung der Variabilität des Nulleffektes als Konsequenz des Einflusses des Messgutes (Abschirmung, natürliche Radioaktivität);
- $\varepsilon_{D,NV}$ das Oberflächenansprechvermögen des Detektors für den Nuklidvektor NV in $cm^2/(s \text{ Bq})$;

ε_M der Emissionswirkungsgrad des Messgutes;

f_G der Geometriefaktor zur Berücksichtigung der Geometrie des Messgutes.

Nach Gleichung (8) ergibt sich für $u_{\text{rel}}(w)$:

$$u_{\text{rel}}^2(w) = \frac{u^2(\varepsilon_{D,NV})}{\varepsilon_{D,NV}^2} + \frac{u^2(\varepsilon_M)}{\varepsilon_M^2} + \frac{u^2(f_G)}{f_G^2} \quad (26)$$

In den einzelnen Größen des Messmodells sind folgende Typ B-Messunsicherheiten enthalten:

- Unterschiede zwischen dem tatsächlich vorliegenden und dem für die Kalibrierung verwendeten Nuklidgemisch (siehe dazu auch DIN 25457-4, DIN 25457-6 und DIN 25457-7); $u(\varepsilon_{D,NV})$;
- Oberflächenbeschaffenheit des Messgutes, insbesondere die Selbstabsorption (siehe 4.2.5); $u(\varepsilon_M)$;
- Geometrie des Messgutes, insbesondere alle Abweichungen zwischen Kalibrier- und Messgeometrie (siehe 4.2.6); $u(f_G)$;
- Schwankungsbreite des Nulleffekts (z. B. Einstrahlungen aus der Umgebung) sowie bei Messungen an mineralischen Strukturen Schwankungen des Gehalts an natürlichen Radionukliden (siehe DIN 25457-6 und DIN 25457-7); $u(\lambda)$.

ANMERKUNG Die Schwankungsbreite des Nulleffekts kann dann zu Null gesetzt werden, wenn vorausgesetzt werden kann, dass sich der Nulleffekt während der Messungen, für die er herangezogen wird, nicht verändert. In diesem Fall ergibt sich $\lambda = 1$ und $u(\lambda) = 0$.

Die gesamte Unsicherheit $u(a)$ ergibt sich nach den Gleichungen (15) und (16). Beispiel siehe Anhang H.

Das in Gleichung (25) beschriebene Modell gilt für stationäre Messungen. Bei dynamischen Verfahren ist auch die Überstreichzeit (siehe Tabelle 3 und 4.2.7.2) mit einer Unsicherheit behaftet.

Für die vollständige quantitative Analyse für Nachweis- und Erkennungsgrenzen sind die in Gleichung (26) aufgeführten Größen zusammen mit ihren Messunsicherheiten zu berücksichtigen.

Für Freigabemessungen wird vielfach von einem vereinfachten Modell ausgegangen, bei dem insbesondere die Größen $\varepsilon_{D,NV}$, ε_M , f_G und λ so festgelegt werden, dass die Messung konservativ, d. h. überschätzend ist. Durch diese konservative Herangehensweise ist es im vereinfachten Modell möglich, nur unter Berücksichtigung der Unsicherheiten der Brutto- und Nulleffektzählraten die charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und obere Grenze des Vertrauensbereiches) festzulegen.

4.2.3 Anforderungen an die Messgeräte

Für die Messungen sind Alpha- oder Beta-Kontaminationsmessgeräte zu verwenden, welche die Anforderungen nach DIN EN 60325 (VDE 0493-2-1) erfüllen. Für Entscheidungsmessungen sollten Geräte mit linearer Skala oder mit digitaler Anzeige verwendet werden. Die Geräte müssen eine akustische und sollten eine optische Alarmanzeige besitzen und müssen für eine dynamische Messung über eine Höranzeige für die Impulsrate verfügen.

Zur Messung der Beta-Oberflächenaktivität muss das Ansprechvermögen des Messgerätes für je einen Beta-Strahler mit einer Maximalenergie $< 0,4$ MeV, zwischen $0,4$ MeV und 1 MeV sowie > 1 MeV (z. B. Co-60 ($0,3$ MeV), Tl-204 ($0,8$ MeV), Sr-90/Y-90 ($0,5/2,3$ MeV)) bekannt sein. Zur Messung der Alpha-Oberflächenaktivität muss das Ansprechvermögen des Messgerätes bekannt sein. Für beide Messverfahren muss der minimal erreichbare und der maximal zulässige Abstand zwischen der empfindlichen Oberfläche des Detektors und der Oberfläche des Strahlers bekannt sein.

In Tabelle A.1 ist beispielhaft das Oberflächenansprechvermögen verschiedener Zählsonden für verschiedene Alpha- und Beta-Strahler und Fe-55 bei minimal erreichbarem Abstand angegeben. In Tabelle A.2 werden entsprechende Daten für einen Oberflächenkontaminationsmessgerät mit Plastiksintillationsdetektoren angeben.

4.2.4 Anforderungen an die Kalibrierstrahler

Als Kalibrierstrahler sind Dünnschichtstrahler bekannter Aktivität und Oberflächenemissionsrate zu verwenden. Die Fläche des Kalibrierstrahlers sollte der Detektoroberfläche des verwendeten Messgeräts entsprechen. Die Oberflächenemissionsrate des Kalibrierstrahlers $q_{2\pi,F}$ kann häufig dem Kalibrierstrahlerzertifikat entnommen werden (siehe Anhang A). Liegt kein derartiges Zertifikat vor, kann die Oberflächenemissionsrate bei bekannter Aktivität nach DIN ISO 7503-1:1990-07, A.4.1, berechnet werden.

4.2.5 Oberflächenbeschaffenheit des Messgutes

Die Oberflächenbeschaffenheit beeinflusst den Emmissionswirkungsgrad des Messgutes. Bei Metallen beeinflussen z. B. Schmutz- oder Oxidschichten auf der Oberfläche des Messgutes den Emmissionswirkungsgrad. Für eine Oberfläche mit einer kontaminierten Schicht, die der Sättigungsschichtdicke entspricht (Alpha-Strahler wenige μm , Beta-Strahler wenige mm) kann in Anlehnung an die DIN ISO 7503-1 von einem Emmissionswirkungsgrad des Messgutes von $\varepsilon_M = 0,25$ ausgegangen werden. Bei sehr dünnen Absorptionsschichten darf $\varepsilon_M = 0,5$ verwendet werden (z. B. bei polierten Metalloberflächen). In Bild A.1 ist die Abnahme der Zählrate des Detektors in Abhängigkeit von der flächenbezogenen Masse der Absorptionsschicht für verschiedene Radionuklide angegeben.

Bei porösen Materialien wie z. B. Beton und Holz ist mit einem tieferen Eindringen der Kontamination zu rechnen. Dies ist durch gesonderte Untersuchungen zu berücksichtigen.

4.2.6 Abhängigkeit der Zählrate des Detektors von den geometrischen Bedingungen

Bei Beta-Oberflächenaktivitätsmessungen an gekrümmten Oberflächen müssen die unterschiedlichen Abstände zwischen dem Messgut und der Detektoroberfläche für verschiedene Krümmungen entweder durch einen Geometriefaktor oder durch eine Kalibrierung, bei der die entsprechenden Kalibrierabstände gewählt worden sind, berücksichtigt werden. Wird ein Geometriefaktor zur Ausmessung von gekrümmten Oberflächen bestimmt (siehe z. B. [6]), so ist dieser bei der Wahl der Mess- und Ansprechzeiten oder der Überstreichzeiten zu berücksichtigen. Der Geometriefaktor kann als das Verhältnis der Zählrate des Detektors für die gegebene geometrische Anordnung zur Zählrate einer Kalibrierquelle bestimmt werden. Bei größeren Abständen ist zu prüfen, ob eine Korrektur überhaupt möglich ist.

Die Abhängigkeit des Oberflächenansprechvermögens eines Detektors vom Abstand zwischen Kalibrierstrahler und Detektoroberfläche zeigt Bild A.2 für ausgewählte Radionuklide.

Das Verhältnis aus dem Oberflächenansprechvermögen ε_D des aktuellen Messabstandes der Messung zum Oberflächenansprechvermögen ε_D des Messabstandes der aktuellen Kalibrierung bzw. Herstellerangaben wird als f_G beschrieben.

Für ungünstige Geometrien (z. B. Rippen, Profile, Sacklöcher) sind konservative Kalibrierfaktoren zu verwenden (siehe z. B. [6]). Für bestimmte Geometrien stehen speziell geformte Detektoren zur Verfügung. Im Zweifelsfall darf das Verfahren der direkten Oberflächenaktivitätsmessung nicht angewendet werden.

Bei Alpha-Oberflächenaktivitätsmessungen an gekrümmten Oberflächen sollte der maximale Abstand zwischen dem Messgut und der Detektoroberfläche kleiner als der Kalibrierabstand sein.

Anhand von Bild B.1 kann die Reichweite von Alpha-Teilchen in Abhängigkeit von ihrer Energie (siehe Tabelle B.1) in verschiedenen Medien als Anhaltspunkt für zulässige Abstände ermittelt werden. Die Abschirmwirkung der Detektoreintrittsfolie ist zusätzlich zu berücksichtigen.

4.2.7 Festlegung eines Alarmwerts

4.2.7.1 Allgemeines

Im Rahmen der Freigabe werden Oberflächenaktivitätsmessungen zur Prüfung der Unterschreitung des Freigabewerts eingesetzt. Dazu ist ein Alarmwert vorzugeben, bei dessen Unterschreitung sichergestellt ist, dass der Freigabewert mit vorgegebenem Vertrauensniveau unterschritten wird.

4.2.7.2 Beta-Oberflächenaktivitätsmessung

4.2.7.2.1 Beta-Oberflächenaktivitätsmessung mit konservativer Bewertung des Messeffekts

Die Zählrate des Alarmwerts r_{AW} für die Beta-Oberflächenaktivitätsmessung wird durch Gleichung (27) als Bruttowert beschrieben:

$$r_{AW} = r_0 + r_{FGW} - r_{VB} \quad (27)$$

Dabei ist

- r_{AW} der einzustellende Alarmwert bei der Messung in s^{-1} ;
- r_0 die Zählrate des Nulleffekts (Nulleffektzählrate) in s^{-1} ;
- r_{FGW} die Zählrate, die dem Freigabewert entspricht in s^{-1} (abhängig vom Messverfahren, siehe Tabelle 3);
- r_{VB} die Zählrate, die der Intervallbreite des Vertrauensbereiches (einseitig) in s^{-1} entspricht.

Die Zählrate des Vertrauensbereichs ist:

$$r_{VB} = k_{1-\gamma/2} \sqrt{\frac{r_0}{t_0} + \frac{r_{AW}}{t_g}} \quad (28)$$

Dabei ist

- $k_{1-\gamma/2}$ das Quantil der Standardnormalverteilung;
- t_g die Messzeit der Bruttoeffektmessung in s;
- t_0 die Messzeit der Nulleffektmessung in s.

Die durch Einsetzen der Gleichung (28) in Gleichung (27) entstehende quadratische Gleichung wird gelöst durch:

$$r_{AW} = r_0 + r_{FGW} + \frac{k_{1-\gamma/2}^2}{2 \cdot t_g} - \frac{1}{2} \cdot \sqrt{\frac{4 \cdot r_{FGW} \cdot k_{1-\gamma/2}^2}{t_g} + \frac{k_{1-\gamma/2}^4}{t_g^2} + 4 \cdot k_{1-\gamma/2}^2 \cdot r_0 \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right)} \quad (29)$$

Für die Beta-Oberflächenaktivitätsmessung werden drei Messverfahren angewendet:

- die stationäre Impulszählung (siehe Anhang D);
- die stationäre Impulsratenmessung (siehe Anhang E) und
- die dynamische Impulsratenmessung (siehe Anhang F).

Bei stationären Messungen ergibt sich die minimale Messzeit $t_{\min}$ aus der Bedingung, dass die Nachweisgrenze gleich r_{FGW} gesetzt wird.

Bei dynamischen Messungen ergibt sich die minimale Überstreichzeit $t_{ü,min}$ aus der Bedingung, dass die Nachweisgrenze gleich r_{FGW} gesetzt wird. Bei handgeführten Messungen sollte die Nachweisgrenze gleich $0,5 r_{FGW}$ gesetzt werden bzw. die Überstreichzeit $t_{ü,min}$ verdoppelt werden.

Ist die Messzeit $t \geq t_{min}$ oder die Überstreichzeit $t_{ü} \geq t_{ü,min}$, stellt die Unterschreitung des vorgegebenen Alarmwerts die Einhaltung des Freigabewerts sicher.

In Tabelle 3 sind für einen Vertrauensbereich von 95 % für die drei Messverfahren Gleichungen für die Nachweisgrenze, für die Erkennungsgrenze, für die minimale Messzeit $t_{ü,min}$, für die minimale Überstreichzeit $t_{ü,min}$ und die minimale Ansprechzeit τ_{min} sowie für die dem Freigabewert entsprechende Zählrate r_{FGW} angegeben.

4.2.7.2.2 Beta-Oberflächenaktivitätsmessung bei vollständiger Berücksichtigung der Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten

Für Beta-Oberflächenaktivitätsmessungen ist bei vollständiger Berücksichtigung der Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten die obere Grenze des Vertrauensbereichs nach den Gleichungen (21) bzw. (22) für jede Einzelmessung zu berechnen und mit dem Freigabewert zu vergleichen. Die Festlegung eines Alarmwerts für eine Vielzahl von Messungen ist in diesem Fall nicht praktikabel.

4.2.7.3 Alpha-Oberflächenaktivitätsmessung

Aufgrund der bei der Alpha-Oberflächenaktivitätsmessung auftretenden geringen Anzahl der Impulse ist hier die Impulsratenmessung ungeeignet. Deshalb wird für die Alpha-Oberflächenaktivitätsmessung die stationäre Impulszählung angewendet.

Für die Berechnung des Alarmwerts bei niedrigen Impulsanzahlen ist im Prinzip die Poisson-Statistik anzuwenden. Aus Gründen der Praktikabilität wird hier eine kontinuierliche Näherung nach DIN ISO 11929 benutzt. Ein Beispiel dazu wird im Anhang H gegeben.

ANMERKUNG Aufgrund der besonderen, im Folgenden dargestellten Umstände bei der Alpha-Oberflächenaktivitätsmessung ist eine Unterscheidung der Vorgehensweise mit konservativer Bewertung des Messeffekts und der vollständigen Berücksichtigung der Typ A- und Typ B-Messunsicherheiten nicht erforderlich:

- Weitgehende Unabhängigkeit des Oberflächenansprechvermögens des Detektors vom Nuklidvektor;
- Die Kalibriergeometrie deckt die Messgeometrie nach 4.2.6 immer konservativ ab;
- Da die Messmethode nur anwendbar ist, wenn die Selbstabsorption durch eine Oberflächenschicht auszuschließen ist, ist eine Unsicherheit der Selbstabsorption nicht zu berücksichtigen;
- Ein Nulleffektabzug findet bei der Alpha-Oberflächenkontaminationsmessung in der Praxis nicht statt.

4.2.8 Messablauf

Für stationäre Messungen ist das Messgut in rasterförmige Flächen einzuteilen, auf die der Detektor aufgesetzt wird. Bei Überschreitung des Alarmwerts ist die betreffende Fläche zu markieren.

Bei dynamischen Messungen ist der Detektor gleichmäßig über die Oberfläche des Messgutes zu bewegen. Die nach Tabelle 3 ermittelte minimale Überstreichzeit sowie der maximal zulässige Abstand zwischen Detektorfenster und Oberfläche des Messgutes sind einzuhalten. Wenn bei Bewegung des Detektors über die zu messende Fläche der Alarmwert überschritten wird, so ist diese Stelle zu markieren. Markierte Flächen sind nochmals durch stationäre Messungen zu prüfen.

Bei der dynamischen Messung ist als wichtigstes (qualitatives) Hilfsmittel zur Auffindung von Oberflächenkontaminationen die akustische Einzelimpulsregistrierung zu verwenden.

Tabelle 3 — Messparameter für verschiedene Messverfahren bei einem Vertrauensbereich von 95 %

Verfahren	Nachweisgrenze der Nettozählrate s^{-1}	Erkennungsgrenze der Nettozählrate s^{-1}	$t_{\min}$ s	$t_{\ddot{u},\min}$ s	$\tau_{\min}$ s	r_{FGW} s^{-1}
stationäre Impulszählung	$3,3 \sqrt{r_0 \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right)}$	$1,65 \sqrt{r_0 \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_g} \right)}$	$\frac{22 \cdot r_0}{a_{\text{FGW}}^2 \cdot \varepsilon_{\text{D,NV}}^2 \cdot \varepsilon_{\text{M}}^2 \cdot f_{\text{G}}^2}$	—	—	$a_{\text{FGW}} \cdot \varepsilon_{\text{D,NV}} \cdot \varepsilon_{\text{M}} \cdot f_{\text{G}}$
stationäre Impulsratenmessung	$3,3 \sqrt{\frac{r_0}{2} \left(\frac{1}{\tau_0} + \frac{1}{\tau_g} \right)}$	$1,65 \sqrt{\frac{r_0}{2} \left(\frac{1}{\tau_0} + \frac{1}{\tau_g} \right)}$	$1,3 \cdot \tau_{\min}$	—	$\frac{22 \cdot r_0}{a_{\text{FGW}}^2 \cdot \varepsilon_{\text{D,NV}}^2 \cdot \varepsilon_{\text{M}}^2 \cdot f_{\text{G}}^2}$	$a_{\text{FGW}} \cdot \varepsilon_{\text{D,NV}} \cdot (1 - e^{-t_g / \tau_g}) \cdot \varepsilon_{\text{M}} \cdot f_{\text{G}}$
dynamische Impulsratenmessung	$3,3 \sqrt{\frac{r_0}{2} \left(\frac{1}{\tau_0} + \frac{1}{\tau_g} \right)}$	$1,65 \sqrt{\frac{r_0}{2} \left(\frac{1}{\tau_0} + \frac{1}{\tau_g} \right)}$	—	$1,1 \cdot \tau_{\min}$	$\frac{39 \cdot r_0}{a_{\text{FGW}}^2 \cdot \varepsilon_{\text{D,NV}}^2 \cdot \varepsilon_{\text{M}}^2 \cdot f_{\text{G}}^2}$	$a_{\text{FGW}} \cdot \varepsilon_{\text{D,NV}} \cdot \left(1 - \frac{\ln(2 - e^{-t_{\ddot{u}} / \tau})}{t_{\ddot{u}} / \tau} \right) \cdot \varepsilon_{\text{M}} \cdot f_{\text{G}}$
t_0	Messzeit der Nulleffektmessung in s		τ_0	Ansprechzeit für die Nulleffektmessung bei Impulsratenmessgeräten in s nach DIN EN 60325 (VDE 0493-2-1)		
t_g	Messzeit der Bruttoeffektmessung in s		τ_g	Ansprechzeit für die Bruttoeffektmessung bei Impulsratenmessgeräten in s		
$t_{\min}$	minimale Messzeit bei der Entscheidungsmessung in s, angegeben für $t_0 = t_g = t_{\min}$		$\tau_{\min}$	minimale Ansprechzeit bei der Entscheidungsmessung in s für $\tau_0 = \tau_g = \tau_{\min}$		
$t_{\ddot{u}}$	Überstreichzeit für eine Messstrecke entsprechend der Detektorbreite		$\varepsilon_{\text{D,NV}}$	Oberflächenansprechvermögen des Detektors für den Nuklidvektor NV in $s^{-1} \text{ Bq}^{-1} \text{ cm}^2$		
r_0	Nulleffektzählrate in s^{-1}		a_{FGW}	Freigabewert z. B. nach Anlage III Tabelle 1 Spalte 4 der StrlSchV in Bq cm^{-2}		
τ	Ansprechzeit $\tau = \tau_0 = \tau_g$		$t_{\ddot{u},\min}$	minimale Überstreichzeit für eine Messstrecke entsprechend der Detektorbreite bei der Entscheidungsmessung in s für $\tau_0 = \tau_g = \tau_{\min}$		
ε_{M}	Emissionswirkungsgrad des Messgutes		f_{G}	Geometriefaktor zur Berücksichtigung der Geometrie des Messgutes		

4.2.9 Qualitätssicherung

Zur Qualitätssicherung der Messungen sind folgende Maßnahmen durchzuführen:

- a) vor erstmaliger Nutzung eines Messgerätes und nach Reparaturen:
 - Überprüfung der Funktionstüchtigkeit und auf Übereinstimmung mit den Spezifikationen;
 - Messung des Gerätenulleffektes;
 - Kalibrierung des Messgerätes mit einem Flächenstrahler, der entsprechend den Anforderungen nach 4.2.4 ausgewählt wurde;
 - Festlegung der Grenzwerte für den Gerätenulleffekt und den bzw. die Prüfstrahler (Für die Alpha- und Betamessung wird jeweils mindestens ein Prüfstrahler benötigt. Die Prüfstrahler müssen nicht kalibriert sein und auch nicht die Anforderungen nach 4.2.4 erfüllen).
- b) mindestens jährlich oder bei seltener Nutzung zu Beginn einer Messkampagne:
 - Kalibrierung des Messgerätes mit einem Flächenstrahler, der entsprechend den Anforderungen nach 4.2.4 ausgewählt wurde;
 - erforderlichenfalls Anpassung der Grenzwerte für den Gerätenulleffekt und den bzw. die Prüfstrahler.
- c) mindestens arbeitstäglich zu Beginn und Ende der Arbeiten:
 - Kontrolle des Messgerätes auf Unversehrtheit der Folie am Messfenster;
 - Kontrolle der Gasfüllung bei Messgeräten mit Proportionalzähler;
 - Kontrolle der Funktion des Signalgebers;
 - Messung des Gerätenulleffektes in einer Umgebung ohne zusätzliches Strahlungsfeld und Vergleich mit den festgelegten Grenzwerten;
 - Kontrolle der Kalibrierung mit einem oder mehreren Prüfstrahlern und Vergleich mit den festgelegten Grenzwerten.

Zur frühzeitigen Erkennung von Veränderungen des Messgerätes empfiehlt es sich, für die Prüfung des Nulleffektes und der Kalibrierung Kontrollkarten zu führen. Hierdurch können nicht nur kurzfristige, sondern auch allmähliche Veränderungen leichter erkannt werden.

Weitere Möglichkeiten der Qualitätssicherung sind Mehrfachmessungen mit dem gleichen Messgerät und Parallelmessungen mit anderen Messgeräten an denselben Messpunkten. Das ist vor allem bei auffälligen Messergebnissen zu empfehlen.

Bei den Messungen sind die für das jeweilige Messgerät geeigneten Umgebungsbedingungen (z. B. Temperatur) einzuhalten.

Bei dynamischen Messungen ist zu beachten, dass verschiedene Messgeräte unterschiedliche Varianten der Summierung und Mittelwertbildung über die eingestellten Messintervalle nutzen.

4.3 Indirekte Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung

4.3.1 Allgemeines

Durch die indirekte Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung kann die Aktivität auf Oberflächen durch Entnahme von Wischproben bestimmt werden. Dieses Verfahren dient in erster Linie der Ergänzung von Direktmessungen an Stellen, die einer Direktmessung nicht zugänglich sind. Es ermöglicht zwar, die Oberflächenaktivität mit einer niedrigeren Nachweisgrenze als durch direkte Oberflächenaktivitätsmessung nach 4.2 zu bestimmen. Jedoch erfasst diese Methode nur die nicht fest haftende Aktivität mit schwer zu quantifizierendem Entnahmefaktor, der für den jeweiligen Einzelfall festzulegen ist. Nach DIN ISO 7503-1 kann der Entnahmefaktor konservativ zu 0,1 gewählt werden, falls er nicht experimentell ermittelt wird.

Bei der Bestimmung der Oberflächen-Gesamtaktivität ist

- das Ansprechvermögen des Messgeräts,
- der Emissionswirkungsgrad der Wischprobe sowie
- im Falle des Vorliegens von alpha-strahlenden Radionukliden die Sättigungsschichtdicke der Wischprobe zu beachten, siehe hierzu auch DIN ISO 7503-1.

HINWEIS 1 Die Wischprobe einer glatten Oberfläche kann mittels eines Wischtest-Blättchens genommen werden. Eine raue Oberfläche kann mittels einer abziehbaren Klebefolie beprobt werden.

HINWEIS 2 Zur Beurteilung der Freigabefähigkeit von Oberflächen, die wesentlich größer als die erlaubte Mittelungsfläche sind, können so genannte Screeningtests herangezogen werden, die an der gesamten Oberfläche genommen werden.

4.3.2 Relevante Typ B-Messunsicherheiten

Für die Messung einer flächenbezogenen Aktivität a wird in der Regel das Modell nach Gleichung (30) verwendet.

$$a = \frac{(r_g - r_0 \lambda)}{\varepsilon_{D,NV} \cdot \varepsilon_M \cdot f_E \cdot F} \quad (30)$$

Dabei ist

- r_g die Zählrate der Bruttomessung in s^{-1} ;
- r_0 die Zählrate der Nulleffektmessung in s^{-1} ;
- λ der Faktor zur Berücksichtigung der Variabilität des Nulleffekts als Konsequenz des Einflusses des Messgutes (bei Wischproben ist in der Regel $\lambda = 1$);
- $\varepsilon_{D,NV}$ das Ansprechvermögen des Detektors für den Nuklidvektor NV;
- ε_M der Emissionswirkungsgrad der Wischprobe;
- f_E der Entnahmefaktor;
- F die beprobte Fläche in cm^2 .

Bei der indirekten Oberflächen-Gesamtaktivitätsmessung sind folgende Typ B-Messunsicherheiten bei der Bewertung der Messergebnisse zu berücksichtigen:

- Unterschiede zwischen dem tatsächlich vorliegenden und dem für die Kalibrierung verwendeten Nuklidgemisch; $u(\varepsilon_{D,NV})$;
- Entnahmefaktor und dessen Abhängigkeit von chemischen und physikalischen Randbedingungen bei der Entnahme (siehe 4.3.1); $u(f_E)$;
- Selbstabsorption in der Wischprobe, Emissionswirkungsgrad; $u(\varepsilon_M)$;
- tatsächlich beprobte Fläche; $u(F)$.

Für die vollständige quantitative Analyse für Nachweis- und Erkennungsgrenzen sind die in Gleichung (30) aufgeführten Größen zusammen mit ihren Messunsicherheiten zu berücksichtigen.

Für Freigabemessungen wird vielfach von einem vereinfachten Modell ausgegangen, bei dem insbesondere die Größen $\varepsilon_{D,NV}$, ε_M , f_E (siehe 4.3.1) und F so festgelegt werden, dass die Messung konservativ, d. h. überschätzend ist. Durch diese konservative Herangehensweise ist es im vereinfachten Modell möglich, nur unter Berücksichtigung der Unsicherheiten der Brutto- und Nulleffektzählraten die charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und obere Grenze des Vertrauensbereichs) festzulegen (siehe dazu auch Anhang I).

4.3.3 Anforderungen an die Messanordnung

Die Nulleffektzählrate in der Messeinrichtung muss für die Nachweisführung hinreichend niedrig sein. Weiter gilt 4.2.3. Zur Messung werden vorzugsweise Proportionalzählrohre oder Szintillationszähler verwendet.

4.3.4 Anforderungen an den Kalibrierstrahler

Als Kalibrierstrahler ist ein Dünnschichtstrahler bekannter Aktivität mit einer der Probe entsprechenden Fläche zu verwenden. Weiter gilt 4.2.4.

4.3.5 Kalibrierung

Die Kalibrierung ist in der gleichen geometrischen Anordnung wie bei der Messung vorzunehmen.

4.3.6 Nulleffektbestimmung

Der Nulleffekt ist mit einer Messzeit zu bestimmen, die mindestens der der Bruttoeffektmessung entspricht, und es sind mindestens 10 Impulse zu zählen.

4.3.7 Durchführung der Messung

Die auszuwertende Wischprobe ist in die durch die Kalibrierung festgelegte Position zu bringen. Es gelten die Festlegungen nach 4.2.7 für die stationäre Impulszählung. Bei der Auswertung der Messung ist der Entnahmefaktor zu berücksichtigen.

Es ist darauf zu achten, dass durch die Proben der Detektor und seine Umgebung nicht kontaminiert werden.

4.3.8 Qualitätssicherung

Zur Qualitätssicherung der Messungen sind folgende Maßnahmen durchzuführen.

- a) vor erstmaliger Nutzung eines Messgerätes und nach Reparaturen:
 - Überprüfung der Funktionstüchtigkeit und auf Übereinstimmung mit den Spezifikationen;
 - Messung des Nulleffektes aller Messpositionen;
 - Kalibrierung aller Messpositionen des Messgerätes mit einem kalibrierten Flächenstrahler (für die Alpha- und Betamessung wird jeweils mindestens ein kalibrierter Flächenstrahler benötigt);
 - Bestimmung des Übersprechverhaltens zwischen Alpha- und Betakanal jeder Messposition;
 - Festlegung der Grenzwerte für den Nulleffekt und den bzw. die Prüfstrahler (für die Alpha- und Betamessung wird jeweils mindestens ein Prüfstrahler benötigt, Prüfstrahler müssen nicht kalibriert sein).
- b) mindestens jährlich oder bei seltener Nutzung zu Beginn einer Messkampagne:
 - Kalibrierung aller Messpositionen des Messgerätes mit einem kalibrierten Flächenstrahler, (für die Alpha- und Betamessung wird jeweils mindestens ein kalibrierter Flächenstrahler benötigt);
 - Bestimmung des Übersprechverhaltens zwischen Alpha- und Betakanal jeder Messposition;
 - erforderlichenfalls Anpassung der Grenzwerte für den Nulleffekt und den bzw. die Prüfstrahler;

- c) mindestens arbeitstglich:
 - Kontrolle des Gasflusses bei Proportionalzhlern zu Beginn und Ende der Arbeiten;
 - Kontrolle der Kalibrierung aller Messpositionen mit einem oder mehreren Prfstrahlern und Vergleich mit den festgelegten Grenzwerten.
- d) mindestens monatlich oder bei seltener Nutzung zu Beginn einer Messkampagne:
 - Messung des Nulleffektes aller Messpositionen und Vergleich mit den festgelegten Grenzwerten.

Zur frhzeitigen Erkennung von Vernderungen der Messeinrichtung empfiehlt es sich, fr die Prfung des Nulleffektes und der Kalibrierung Kontrollkarten zu fhren. Hierdurch knnen nicht nur kurzfristige, sondern auch allmhliche Vernderungen leichter erkannt werden.

Zur zustzlichen Kontrolle des Nulleffektes knnen auch Messproben genutzt werden, die bei der Messung keine Aktivitt aufweisen.

Eine weitere Mglichkeit der Qualittssicherung sind Mehrfachmessungen, vorzugsweise an einer anderen Messposition bei Gerten mit mehreren Messpositionen. Das ist vor allem bei aufflligen Messergebnissen zu empfehlen.

4.4 Spektrometrische Messverfahren

4.4.1 Gammaskpektrometrie an Materialproben

4.4.1.1 Allgemeines

In gammaskpektrometrischen Messungen knnen das Gemisch und die Aktivitt der beim radioaktiven Zerfall Gamma- oder charakteristische Rntgenstrahlung emittierenden Radionuklide (im Folgenden als gammastrahlende Radionuklide bezeichnet) in Materialproben bestimmt werden.

Das Messverfahren kann im Rahmen der Freigabe z. B. eingesetzt werden, um

- anhand von Stichproben aus einer groeren Materialcharge das Gemisch der gammastrahlenden Radionuklide oder ihre rumliche Verteilung zu ermitteln,
- im Entscheidungsverfahren anhand einer Probe aus dem Material mit homogener Aktivittsverteilung (z. B. aus einer Schmelze bei metallischen Reststoffen bzw. aus einer homogenisierten Bauschuttcharge) die Einhaltung von Freigabewerten zu prfen,
- im Entscheidungsverfahren anhand einer Anzahl von Proben unter Verwendung statistischer Auswertungsverfahren die Einhaltung der Freigabekriterien zu prfen.

4.4.1.2 Relevante Messunsicherheiten

Bei der Gammaskpektrometrie an Materialproben sind insbesondere folgende Messunsicherheiten bei der Bewertung der Messergebnisse zu bercksichtigen:

- Soweit erforderlich sind die Unsicherheiten aufgrund von Nulleffekt- und Interferenzkorrekturen (durch Strmlinien) zu quantifizieren und zu bercksichtigen;

ANMERKUNG Hierfr ist eine Erweiterung des Modells der Auswertung nach 4.1 erforderlich (siehe 4.4.1.5.3). Im Anhang J ist ein Beispiel behandelt.

- Die Korrekturfaktoren bei Radionukliden, die Kaskadenzerflle aufweisen, sollten in Abhngigkeit von Detektor und Probengeometrie bekannt sein und einschlielich deren Unsicherheiten bei der Auswertung bercksichtigt werden;
- Unterschiede zwischen der rumlichen Verteilung der tatschlich vorliegenden Aktivitt und der bei der Kalibrierung zugrunde gelegten Verteilung, insbesondere bei der Mglichkeit von Inhomogenitten (siehe 4.4.1.3 und 4.4.1.4);
- Auswirkungen der Unterschiede von Dichte und Matrix zwischen tatschlicher Probe und Kalibrierstandard sowie der Variation von Dichte und Matrix innerhalb der Proben.

4.4.1.3 Probenentnahme

Aus der zu untersuchenden Materialcharge sind repräsentative Proben zu entnehmen. Die Anzahl, die Masse und die Art der Proben hängen vom Untersuchungszweck, von den Materialeigenschaften und von der Herkunft des zu untersuchenden Materials ab. Bei der Probenentnahme ist darauf zu achten, dass das Radionuklidgemisch und die Aktivität durch die Entnahme selbst nicht verändert werden (z. B. durch Abdampfen an der Materialoberfläche beim Brennschneiden).

Grundsätzlich sollte die Probenentnahme zur Ermittlung eines Nuklidvektors vor der Dekontamination erfolgen. Bei Dekontaminationsverfahren, die zu einer wesentlichen Änderung der Nuklidverhältnisse in der Kontamination führen können (z. B. bei chemischen Dekontaminationsverfahren), ist die Probenentnahme nach diesem Dekontaminationsschritt durchzuführen.

ANMERKUNG Mechanische Dekontaminationsverfahren führen in der Regel nur zu einer geringfügigen Änderung der relativen Anteile der Radionuklide.

Falls das Material vor der Freigabe eingeschmolzen wird, ist die Probe aus der Schmelze zu entnehmen.

Bei oberflächlich kontaminiertem Material sind Proben für die Entscheidungsmessung insbesondere aus denjenigen Bereichen zu entnehmen, in denen Aktivität in das Materialinnere eingedrungen sein kann (z. B. an Schweißnähten, Fugen, Rissen oder Poren).

4.4.1.4 Probenaufbereitung

Die Proben sind durch Aufbereitung in eine solche Geometrie zu bringen, für die der Detektor kalibriert ist. Auf Vergleichbarkeit von Probe und Kalibrierstrahler (z. B. hinsichtlich Material und Aktivitätsverteilung) ist zu achten. Sofern die nach 4.4.1.3 entnommene Probe nicht als Ganzes gemessen werden kann, ist darauf zu achten, dass die gemessene Teilprobe repräsentativ für die entnommene Probe ist.

4.4.1.5 Messung der Probenaktivität

4.4.1.5.1 Anforderungen an die Messanordnung

Die Messungen sind in einem Bereich mit möglichst geringer Untergrundstrahlung, vorzugsweise in einer Abschirmung durchzuführen. Auf die Konstanz und die Minimierung der Nulleffektzählrate für die bei den Entscheidungsmessungen wichtigen Gamma-Linien über die Dauer der Proben- und Nulleffektmessung ist zu achten. Die Messung der Probenaktivität ist mit einem Halbleiterdetektor mit einer Energieauflösung $\leq 2,5$ keV für die Gammalinie der Energie 1 332 keV aus dem Zerfall des Co-60 durchzuführen.

Falls Gamma-Quanten mit Energien kleiner als 80 keV nachgewiesen werden müssen, ist ein Detektor mit einem Kristall mit möglichst dünner Totschicht und einem Fenster mit möglichst geringer Absorption zu verwenden (z. B. n-Typ Reinstgermaniumdetektor).

4.4.1.5.2 Messablauf

Die auszuwertende Probe ist in die durch die Kalibrationsmethode festgelegte Sollposition zu bringen. Die Messzeiten für die Entscheidungsmessungen sind so zu wählen, dass die Einhaltung von Freigabewerten durch das Messergebnis sichergestellt ist (siehe 4.4.1.7).

Es ist darauf zu achten, dass durch die Proben der Detektor und seine Umgebung nicht kontaminiert werden und dass sich in der Nähe der Messanordnung keine weiteren, das Messergebnis beeinflussenden radioaktiven Proben befinden.

ANMERKUNG Mechanische Erschütterungen, starke Geräuscheinwirkungen, starke Temperaturschwankungen oder hochfrequente Störungen in der Netzversorgung können zu einer Verschlechterung der Energieauflösung und zu Messfehlern führen.

4.4.1.5.3 Auswertung der Spektren

Die Auswertung der Vielkanalspektren erfolgt in der Regel mit Hilfe einer Spezialsoftware auf einem Rechner. Ihr ist eine Radionuklidbibliothek mit den in dem zu untersuchenden Material vorkommenden gammastrahlenden Radionukliden mit den jeweils zugehörigen Spektrallinien (Energie, relative Häufigkeit je Zerfall) zugrunde zu legen.

Wird im Rahmen der Voruntersuchung im Probenspektrum eine Spektrallinie gefunden, die im Untergrundspektrum und in der Radionuklidbibliothek nicht enthalten ist, so ist deren Herkunft zu klären.

Die Nettopeakflächen und deren statistische Unsicherheiten sind anhand der Kalibrierfaktoren für die jeweilige Probengeometrie in die Aktivitäten der Probe und deren Unsicherheiten umzurechnen. Unterschiede in der Selbstabsorption in der Mess- und Kalibrierprobe dürfen rechnerisch korrigiert werden.

In der Laborgammaspektrometrie ist die Auswertung von Spektren unter konservativen Annahmen zur Aktivitätsberechnung nicht üblich. Bei einfachen Aufgabenstellungen kann die Auswertung direkt entsprechend 4.1 erfolgen. Sollten Eingangsgrößen mit signifikanten Beiträgen zur Messunsicherheit (multiplikativ oder additiv) auftreten, kann die Aktivität und deren Unsicherheit nach den Gleichungen (31) bis (35) gelöst werden. Die charakteristischen Grenzen, der beste Schätzer und dessen Unsicherheit werden wie in 4.1 beschrieben ermittelt.

Über das Modell der Auswertung nach 4.1 hinaus, behandeln die folgenden Gleichungen die Korrektur einer Einzellinie durch Störeinflüsse, die im Spektrum nicht auflösbar sind. Hierbei sind zwei Möglichkeiten denkbar:

- 1) Das Nulleffektspektrum weist die gleiche Linie auf. Dies ist bei natürlichen Radionukliden immer zu untersuchen, bei künstlichen Radionukliden u. a. bei Kontamination der Messeinrichtung oder starker Störeinstrahlung durch die Abschirmung. Die Linie besitzt die Energie E_1 .
- 2) Eine Linie eines anderen Radionuklids überlagert die auszuwertende Energielinie. Das andere Radionuklid muss mindestens bei einer Energie E_2 eine eindeutig auswertbare Linie besitzen.

Im Folgenden werden beide Effekte in Kombination betrachtet. Die korrigierte Aktivität des Radionuklids bei der Linie E_1 errechnet sich aus:

$$y = \frac{w}{t} (n_{n,1} - \xi n_{n,2} - n_{n,1,NE}) \quad (31)$$

Das Modell der Auswertung entsprechend den Gleichungen (17) und (18) wurde erweitert; dabei wurde aus Gründen der Übersichtlichkeit generell $n_{n,E} = n_{g,E} - n_{0,E}$ (Nettopeakfläche) gesetzt.

Dabei ist

- $n_{n,1}$ die Nettopeakfläche der „doppelt gestörten“ Energielinie bei E_1 ;
- $n_{n,2}$ die Nettopeakfläche der ungestörten Energielinie bei E_2 des Störnuklides, dessen Störeinfluss bei E_1 korrigiert werden soll;
- $n_{n,1,NE}$ die Nettopeakfläche bei E_1 im Nulleffektspektrum korrigiert auf die Messzeit t bei der Aktivitätsmessung; und
- ξ der Korrekturfaktor durch die unterschiedlichen Emissionswahrscheinlichkeiten p und Nachweiswahrscheinlichkeiten ε für das Störnuklid für die Energielinien bei E_1 und E_2 .

Der Korrekturfaktor ξ errechnet sich aus

$$\xi = \frac{p_1 \varepsilon_1}{p_2 \varepsilon_2}, \text{ wobei } u(p_i) = 0 \quad (32)$$

gesetzt wird.

Dabei ist

- p_i die Emissionswahrscheinlichkeit für die Energielinien E_i ($i = 1, 2$);

ε_i die Nachweiswahrscheinlichkeiten für die Energielinien E_i ($i = 1, 2$).

Damit ergibt sich ein $u(y)$ von:

$$u(y) = \sqrt{(w/l)^2 \left\{ u^2(n_{n,1}) + \xi^2 \left[u^2(n_{n,2}) + n_{n,2}^2 (u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_1) + u_{\text{rel}}^2(\varepsilon_2)) \right] + u^2(n_{n,1,NE}) \right\} + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (33)$$

wobei

$$w = (p_{E,R} \cdot \varepsilon_1 \cdot m \cdot f_{\text{att},E} \cdot f_{c,E,R,G})^{-1} \quad (34)$$

und im Falle einer linearen Untergrundkorrektur (siehe Bild 1):

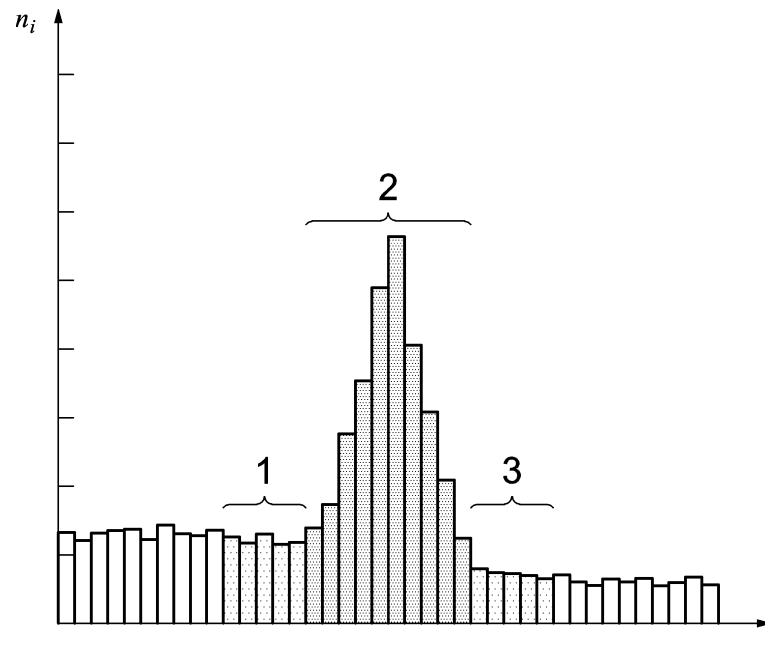
$$u(n_{n,E}) = \sqrt{u^2(n_{g,E}) + u^2(n_{0,E})} = \sqrt{n_{g,E} + \left(\frac{b}{2l}\right)^2 (n_{A1} + n_{A2})} \quad (35)$$

Die Berechnung von $u_{\text{rel}}(w)$ erfolgt nach Gleichung (8).

Dabei ist

- $n_{g,E}$ die Anzahl der gezählten Impulse in der Bruttopeakfläche bei der Energie E;
- $n_{0,E}$ die Anzahl der gezählten Impulse im Untergrund bei der Energie E;
- $n_{n,E}$ die Anzahl der gezählten Impulse in der Nettopeakfläche bei Energie E;
- $p_{E,R}$ die Emissionswahrscheinlichkeit für das betrachtete Radionuklid R bei der Energie E;
- m die Probenmasse;
- $f_{\text{att},E}$ der Faktor zur Korrektur der Eigenabsorption bei Energie E;
- $f_{c,E,R,G}$ der Faktor zur Korrektur der Koinzidenzen bei Energie E für das Radionuklid R bei der Messgeometrie G;
- $n_{A1}; n_{A2}$ die Anzahl der Impulse des Untergrundes im Bereich A1 bzw. A2 jeweils der Breite l ;
- l die Breite der Bereiche zur Bestimmung des Untergrundes;
- b die Breite der Peakfläche.

Im Grenzfall $\xi = 0$ und $n_{n,1,NE} = 0$ treten die Gleichungen wie in 4.1 wieder auf. Bei einer signifikanten Korrektur durch die hier betrachteten Einflussgrößen in $u(\xi)$ und über $u(n_{n,1,NE})$ würden sich auch die charakteristischen Grenzen erhöhen. Derartige Korrekturen im Spektrum sind nur bei identifizierten Nettopeakflächen möglich. Andernfalls ergeben sich keine Modifikationen bei der Erkennungsgrenze. Es ist anwendungsbezogen die Frage zu klären, ob der Nachweis der Eignung eines Verfahrens über die linienspezifische Nachweisgrenze einer interferenzkorrigierten Energielinie erfolgen sollte.



Legende

- 1 Bereich A_1 der Breite l
- 2 Bereich B der Breite b
- 3 Bereich A_2 der Breite l
- i Kanalnummer

Bild 1 — Gamma-Spektrometrie mit linearem Untergrundabzug

Anhand der Erkennungsgrenze ist für die relevanten Spektrallinien aus der Radionuklidbibliothek zu entscheiden, ob unter den gemessenen Impulsen ein Beitrag der Probe vorliegt oder nicht. Für die nicht nachgewiesenen relevanten Radionuklide aus der Radionuklidbibliothek sind die in der Messung erreichte Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze anzugeben.

4.4.1.6 Kalibrierung der Messeinrichtung

4.4.1.6.1 Energiekalibrierung

Die Energiekalibrierung der Messeinrichtung ist mit einem Mischpräparat oder mit Kalibrierquellen vorzunehmen, die mehrere Spektrallinien emittieren. Die Spektrallinien müssen den interessierenden Energiebereich möglichst gleichmäßig überdecken. Die aus der berechneten Kalibrierkurve abgeleitete Energie für die nachgewiesenen Spektrallinien muss für eine sichere Identifikation der Spektrallinien bei der Analyse der Spektren durch das Auswerteprogramm hinreichend genau sein.

4.4.1.6.2 Effizienzkalibrierung

Für die Umrechnung der gemessenen Nettopeakflächen der Spektrallinien in die Aktivität der Radionuklide in der Probe ist die Messanordnung für die Probengeometrie zu kalibrieren. Dazu sind Kalibrierproben mit Radionukliden zu verwenden, deren Spektrallinien den gesamten Energiebereich der zu erwartenden Spektrallinien aus der Probe abdecken.

ANMERKUNG 1 Die Spektrallinien der Kalibrierstrahler sollten umso dichter liegen, je stärker sich die Effizienz in einem Energieintervall ändert.

ANMERKUNG 2 Die Intensitäten der für die Kalibrierung maßgeblichen Spektrallinien der Kalibrierstrahler aus einem Mischpräparat sollten die gleiche Größenordnung besitzen.

Für die Kalibrierung dürfen Standardpräparate in einer Form, die der Geometrie des Messgutes nahe kommt, verwendet werden. Alternativ kann die Geometrie der Kalibrierung auf die Geometrie des Messgutes umgerechnet werden (z. B. durch Verwendung von Monte-Carlo-Simulationen). In der Regel werden folgende Geometrien verwendet:

- Flächengeometrie;
- Zylindergeometrie;
- Ringschalengeometrie;
- Punktstrahler (insbesondere als Bezugswert für Monte-Carlo-Simulationen).

ANMERKUNG 3

- a) Für Messungen, in denen eine möglichst hohe absolute Effizienz erzielt werden soll, ist die Ringschalengeometrie zu empfehlen.
- b) Die Flächengeometrie kann u. a. zur Untersuchung von oberflächlich kontaminierten Proben mit ebener Oberfläche oder von Kratz- oder Schleifproben von kontaminierten Teilen eingesetzt werden.
- c) Zur Herstellung der Kalibrierproben für zylindrische Geometrien aus den handelsüblichen Präparaten mit inaktivem Vergleichsmaterial sind folgende Verfahren möglich:
 - Sandwich aus scheibenförmigen Präparaten und dünnen Zylindern des zu untersuchenden Materials;
 - Einbringen von Spänen aus dem zu untersuchenden Material in ein Gefäß mit der gewünschten Geometrie und Auffüllen der Hohlräume zwischen den Spänen mit der Kalibrierlösung;
 - Mischen einer Kalibrierlösung mit einer Lösung, in der das zu untersuchende Material aufgelöst wurde.

4.4.1.7 Nachweisgrenze, Erkennungsgrenze und Vertrauensbereich

Die Nachweisgrenzen, die Erkennungsgrenzen und die Vertrauensbereiche für die Probenaktivitäten sind nach DIN ISO 11929 zu berechnen. Im Anhang J sind verschiedene Beispiele zur Gamma-Spektrometrie angegeben.

Die Messwerte sind mit den Erkennungsgrenzen nuklidspezifisch zu vergleichen. Falls der jeweilige Messwert größer als die Erkennungsgrenze ist, wurde in der Probe Aktivität des betreffenden Nuklids gefunden. Bei der Festlegung der erforderlichen Nachweisgrenze sind ggf. vor der Durchführung der Messkampagne Einflüsse aus dem zu unterstellenden Nuklidvektor zu berücksichtigen.

ANMERKUNG Bei einem erwarteten Aktivitätsverhältnis zwischen Cs-137 und Am-241 von beispielsweise 50 zu 1 ist bei der Bestimmung der Nachweisgrenze von Am-241 die Berücksichtigung des Comptonuntergrundes aus der Aktivität an Cs-137 bei der Auswertung des Bereiches um 60 keV unverzichtbar, was durch gängige Auswerteprogramme sichergestellt ist.

Wird das Messergebnis der einzelnen Probe direkt mit den Freigabewerten verglichen, so ist die obere Grenze des Vertrauensbereiches des Messwertes für den Vergleich heranzuziehen. Hierbei ist die einseitige Irrtumswahrscheinlichkeit von 5 % zur Festlegung des Vertrauensbereiches zu verwenden. Bei vergleichsweise großen Messunsicherheiten (auch aufgrund kleiner Nettopeakflächen) kann es erforderlich sein, auch in der Laborgammaspektrometrie den besten Schätzer und dessen Standardunsicherheit zu berechnen (siehe 4.1).

4.4.1.8 Qualitätssicherung

Zur Qualitätssicherung der Messungen sind folgende Maßnahmen durchzuführen:

- a) vor erstmaliger Nutzung eines Gamma-Spektrometers sowie nach Veränderungen und Reparaturen:
 - Überprüfung der Funktionstüchtigkeit und auf Übereinstimmung mit den Spezifikationen;
 - Messung des Nulleffektes;
 - Energiekalibrierung;

- Effizienzkalibrierung des Messgerätes mit geeigneten kalibrierten Standards entsprechend 4.4.1.6.2;
 - Festlegung der Grenzwerte für den Nulleffekt, die Abweichung der Lage der Gamma-Linien vom Sollwert, die Halbwertsbreite der Peaks und die Aktivität der verwendeten Kontrollprobe(n).
- b) mindestens monatlich oder bei seltener Nutzung zu Beginn einer Messkampagne:
- Messung des Nulleffektes;
 - Energiekalibrierung;
 - Kontrolle der Effizienzkalibrierung des Messgerätes mit einer geeigneten Kontrollprobe.
- c) bei Verdacht auf Kontamination und Veränderungen an den Abschirmungen:
- Messung des Nulleffektes.
- d) arbeitstäglich:
- visuelle Prüfung der Sauberkeit des Detektors und der Messkammer;
 - Kontrolle der Energiekalibrierung an den Peaks in den gemessenen Spektren (dazu können auch die Peaks der natürlichen Radionuklide verwendet werden);
 - Kontrolle der Halbwertsbreite in gemessenen Spektren.

Verschiedene Gamma-Linien des gleichen Nuklids sollten zur Plausibilitätskontrolle der Messergebnisse verwendet werden. Analoges gilt für die Ergebnisse der Nuklide einer Zerfallsreihe, wenn das radioaktive Gleichgewicht nicht gestört ist.

Bei der Auswertung der Spektren sind Linieninterferenzen zu beachten und zu korrigieren.

Die Teilnahme an Ringversuchen ist ein wichtiges Mittel zur externen Qualitätssicherung und daher für routinemäßig betriebene Messeinrichtungen zweckmäßig. Ersatzweise können auch Messvergleiche mit anderen Labors genutzt werden.

Weitere Möglichkeiten der Qualitätssicherung sind Mehrfachmessungen mit dem gleichen Messgerät und Parallelmessungen mit anderen Messgeräten an denselben Proben. Das ist vor allem bei auffälligen Messergebnissen zu empfehlen.

Die zur Einwaage der Proben genutzte Waage ist mindestens jährlich mit einem kalibrierten Massestück zu kalibrieren. Monatlich ist mit einem Massestück die Kalibrierung zu kontrollieren. Dieses Massestück muss nicht kalibriert sein.

Zur Messung von Proben sind die gleichen Messgefäße wie zur Effizienzkalibrierung zu nutzen, wenn keine rechnerische Kalibrierung z. B. durch Monte-Carlo-Simulation genutzt wird. Vor allem bei niedrigen Energien kann es sonst zu systematischen Fehlern kommen.

Zur frühzeitigen Erkennung von Veränderungen der Messeinrichtung empfiehlt es sich, für die Prüfung des Nulleffektes, der Energiekalibrierung, der Halbwertsbreite und der Effizienzkalibrierung Kontrollkarten zu führen. Hierdurch können nicht nur kurzfristige sondern auch allmähliche Veränderungen leichter erkannt werden.

4.4.2 In-situ-Gammaspektrometrie

4.4.2.1 Allgemeines

Unter der In-situ-Gammaspektrometrie ist die nuklidspezifische Direktmessung der vom Messgut emittierten Photonenstrahlung zu verstehen. Den Vorteilen

- einer schnellen Freigabeentscheidung mittels einer Direktmessung und damit
- einer uneingeschränkten Reproduzierbarkeit der erzielten Ergebnisse (zerstörungsfreie Prüfung),
- einer möglichen Erfassung von eingedrungenen oder überdeckter Aktivität und
- einer hohen Repräsentativität der erzielten Messergebnisse

stehen als Nachteile insbesondere längere Messzeiten verglichen mit zählenden Messverfahren (z. B. Freimessanlagen, Kontaminationsmonitor) an großvolumigen Messgütern gegenüber.

Der verwendete Detektor wird gegen Einstrahlung von der Seite und von hinten abgeschirmt, um den Sichtbereich der Messeinrichtung festlegen zu können (kollimierte In-situ-Gammaspektrometrie, siehe z. B. DIN 25462). Unter für die Freigabe geeigneten Randbedingungen werden auch Detektoren ohne zusätzliche Abschirmung eingesetzt (unkollimierte In-situ-Gammaspektrometrie, siehe z. B. DIN 25457-7).

ANMERKUNG 1 Die In-situ-Gammaspektrometrie kann auch unterstützend bei der Charakterisierung des Nuklidgemisches und seiner räumlichen Verteilung eingesetzt werden.

ANMERKUNG 2 Die normativen Festlegungen 4.4.2.2 bis 4.4.2.8 können sinngemäß auch für Fassscanner angewendet werden.

4.4.2.2 Relevante Messunsicherheiten

Bei der In-situ-Gammaspektrometrie sind prinzipiell dieselben Messunsicherheiten bei der Bewertung der Messergebnisse zu berücksichtigen, wie sie in 4.4.1.2 für die Laborgammaspektrometrie dargestellt worden sind.

Im Gegensatz dazu sind jedoch die Unterschiede zwischen der räumlichen Verteilung der tatsächlich vorliegenden Aktivität und der bei der Kalibrierung zugrunde gelegten Verteilung (siehe 4.4.2.5) i. A. der führende Beitrag zur Messunsicherheit. Korrekturen aufgrund von Kaskadenzerfällen sind wegen des Abstandes zwischen Detektor und Strahlungsquelle vernachlässigbar.

4.4.2.3 Anwendungsbereich

Die In-situ-Gammaspektrometrie kann bei der Freigabe von radioaktiven Stoffen zur Bestätigung der Einhaltung von massen- und flächenbezogenen Freigabewerten eingesetzt werden. Der Nachweis der Einhaltung flächenbezogener Freigabewerte bei einer Mittelungsfläche von 1 000 cm² sollte mit anderen Messverfahren erfolgen. Bei Mittelungsflächen von 1 m² oder mehr und insbesondere bei eingedrungenen Aktivität, wie dies bei der Freigabe von Gebäudestrukturen und Bodenflächen im Allgemeinen der Fall ist, stellt die In-situ-Gammaspektrometrie das vorteilhaftere Freigabemessverfahren dar.

Die Praxis zeigt, dass bei fast allen bei der Stilllegung kerntechnischer Anlagen auftretenden Radionuklidgemischen und den Freigabewerten nach StrlSchV spektrometrische Direktmessverfahren zur Bestätigung der Einhaltung der Kriterien aller Freigabepfade eingesetzt werden können.

Bei der Freigabemessung von radioaktiven Stoffen in Fässern oder sonstigen Gebinden (Volumenquellen) sind bei geringer spezifischer Aktivität natürlicher Radionuklide im Messgut und einem hohen Anteil von intensitätsstarken Gamma-Strahlern im Radionuklidgemisch zählende Messverfahren (z. B. Freimessanlagen) gegenüber dem spektrometrischen Messverfahren in Bezug auf die Messzeiten im Vorteil.