

## DIN IEC 61452



ICS 17.240

**Strahlungsmessgeräte –  
Messung der Aktivität oder Emissionsrate von Gammastrahlung  
emittierenden Radionukliden –  
Kalibrierung und Einsatz von Germanium-Spektrometern  
(IEC 61452:2021)**

Nuclear instrumentation –  
Measurement of activity or emission rate of gamma-ray emitting radionuclides –  
Calibration and use of germanium-based spectrometers  
(IEC 61452:2021)

Instrumentation nucléaire –  
Mesure des taux d'émission gamma de radionucléides –  
Etalonnage et utilisation des spectromètres germanium  
(IEC 61452:2021)

Gesamtumfang 100 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE

## Inhalt

|                                                                                                     | Seite |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------|-------|
| Nationales Vorwort.....                                                                             | 7     |
| Nationaler Anhang NA (informativ) Zusammenhang mit europäischen und internationalen Dokumenten..... | 8     |
| Nationaler Anhang NB (informativ) Literaturhinweise.....                                            | 9     |
| Einleitung.....                                                                                     | 10    |
| 1 Anwendungsbereich.....                                                                            | 11    |
| 2 Normative Verweisungen.....                                                                       | 11    |
| 3 Begriffe und Symbole.....                                                                         | 12    |
| 3.1 Begriffe.....                                                                                   | 12    |
| 3.2 Symbole.....                                                                                    | 17    |
| 4 Aufbau der Gerätschaften.....                                                                     | 18    |
| 5 Peakanalyse und Kalibrierverfahren.....                                                           | 19    |
| 5.1 Energiekalibrierung.....                                                                        | 19    |
| 5.2 Kalibrierung der Energieauflösung.....                                                          | 19    |
| 5.3 Peaksuch-Algorithmen.....                                                                       | 20    |
| 5.4 Messung der Peakposition und Peakfläche.....                                                    | 20    |
| 5.5 Effizienzkalibrierung (Messung der Detektorausbeute).....                                       | 20    |
| 5.5.1 Allgemeines.....                                                                              | 20    |
| 5.5.2 Standardisierungskoeffizient für spezifische Radionuklide.....                                | 21    |
| 5.5.3 Detektorausbeute als Funktion der Energie.....                                                | 21    |
| 5.5.4 Ausbeutefunktion.....                                                                         | 22    |
| 6 Messung von Gammastrahlung mit HPGe-Spektrometern.....                                            | 24    |
| 6.1 Messung der Energie der Gammastrahlung.....                                                     | 24    |
| 6.2 Messung von Gamma-Emissionsraten und Aktivitäten für Radionuklide.....                          | 24    |
| 6.2.1 Allgemeines.....                                                                              | 24    |
| 6.2.2 Subtraktion interferierender Peaks im Nulleffekt.....                                         | 25    |
| 6.2.3 Radioaktiver Zerfall.....                                                                     | 26    |
| 6.2.4 Aufstockung (Zufallssummation).....                                                           | 28    |
| 6.2.5 Echte Koinzidenzsummation (Kaskade).....                                                      | 28    |
| 6.2.6 Korrektur für Ausbeuteübertragung.....                                                        | 29    |
| 7 Leistungsprüfungen des Spektrometriesystems.....                                                  | 31    |
| 7.1 Allgemeines.....                                                                                | 31    |
| 7.2 Uhren der Vielkanalanalysatoren und der digitalen Signalverarbeitung.....                       | 32    |
| 7.3 Ausgleich des Gleichspannungsniveaus und des Nullpunkts.....                                    | 32    |
| 7.4 Energiekalibrierung.....                                                                        | 32    |
| 7.5 Spektrometerausbeute und Energieauflösung.....                                                  | 32    |
| 7.6 Aufstockung (Zufallssummation).....                                                             | 33    |
| 8 Leistungsprüfungen der Analysesoftware.....                                                       | 33    |
| 8.1 Allgemeines.....                                                                                | 33    |

|        |                                                                                                                                      |    |
|--------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| 8.2    | Prüfung des automatischen Peaksuch-Algorithmus.....                                                                                  | 34 |
| 8.3    | Prüfung der Unabhängigkeit der Peakfläche vom Verhältnis Bruttopeakhöhe zu Höhe des Kontinuums.....                                  | 36 |
| 8.4    | Prüfung der Suche von Dublettpeaks und der Fitting-Algorithmen.....                                                                  | 37 |
| 9      | Verifizierung des gesamten Analysevorgangs.....                                                                                      | 40 |
| 9.1    | Beurteilung der Größe der echten Koinzidenzsummation.....                                                                            | 40 |
| 9.2    | Abweichungen in der relativen Ausbeute der Totalabsorptionslinie.....                                                                | 43 |
| 9.3    | Genauigkeit der Ausbeute der Totalabsorptionslinie.....                                                                              | 44 |
| 10     | Radionuklididentifizierung.....                                                                                                      | 44 |
| 10.1   | Allgemeines.....                                                                                                                     | 44 |
| 10.2   | Identifizierung durch Multipeak-Analyse und Korrektur für Interferenzen durch andere Radionuklide.....                               | 45 |
| 10.3   | Nachweisgrenzen.....                                                                                                                 | 45 |
| 11     | Unsicherheiten und ihre Fortpflanzung.....                                                                                           | 45 |
| 12     | Mathematische Modellierung von Ausbeute und Korrekturfaktoren.....                                                                   | 48 |
| 12.1   | Allgemeines.....                                                                                                                     | 48 |
| 12.2   | Mathematische Berechnungen der Ausbeute der Totalabsorptionslinie.....                                                               | 49 |
| 12.2.1 | Allgemeines.....                                                                                                                     | 49 |
| 12.2.2 | Aufbau des Detektormodells.....                                                                                                      | 49 |
| 12.2.3 | Erstellung von Probengeometrien.....                                                                                                 | 50 |
| 12.2.4 | Validierung des Detektors und des Probenbehälters.....                                                                               | 50 |
| 12.2.5 | Abschätzung von Unsicherheiten bei Monte-Carlo-Codes für Ausbeuten der Totalabsorptionslinien.....                                   | 51 |
| 12.3   | Abschätzung von Unsicherheiten aus Geometrieabweichungen.....                                                                        | 51 |
| 12.4   | Ausbeuteübertragung.....                                                                                                             | 52 |
| 12.5   | Korrekturen für echte Koinzidenzsummation.....                                                                                       | 52 |
|        | Anhang A (informativ) Verfahren zur Charakterisierung eines HPGe-Gammaspektrometers.....                                             | 54 |
| A.1    | Allgemeines.....                                                                                                                     | 54 |
| A.2    | Abgleich des Nullpunkts (pole-zero) und des Gleichspannungsniveaus.....                                                              | 54 |
| A.2.1  | Grundlage für Systeme mit analoger Elektronik.....                                                                                   | 54 |
| A.2.2  | Abgleich des Nullpunkts (pole-zero).....                                                                                             | 54 |
| A.2.3  | Abgleich des Gleichspannungsniveaus.....                                                                                             | 54 |
| A.3    | Anpassung der unteren Diskriminatorschwelle (LLD), des Nullpunkts des Analog-Digital-Umsetzers und der Anfangsenergieskalierung..... | 56 |
| A.3.1  | Grundlage.....                                                                                                                       | 56 |
| A.3.2  | Anpassung der unteren Diskriminatorschwelle.....                                                                                     | 56 |
| A.3.3  | Einstellung des Nullpunkts des Analog-Digital-Umsetzers und der anfänglichen Energieskala.....                                       | 56 |
| A.4    | Überprüfung der Echtzeituhr des Vielkanalanalysators.....                                                                            | 58 |
| A.4.1  | Grundlage.....                                                                                                                       | 58 |
| A.4.2  | Vorgehensweise.....                                                                                                                  | 58 |
| A.5    | Digitale Elektronik.....                                                                                                             | 58 |

|                       |                                                                                                                                              |    |
|-----------------------|----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| A.6                   | Messung der Energieauflösung und des Peak-zu-Compton-Verhältnisses.....                                                                      | 59 |
| A.6.1                 | Grundlage.....                                                                                                                               | 59 |
| A.6.2                 | Messung der Energieauflösung bei 122 keV und 1 332 keV.....                                                                                  | 60 |
| A.6.3                 | Messung des Peak-zu-Compton-Verhältnisses für $^{60}\text{Co}$ .....                                                                         | 61 |
| A.7                   | Korrektion für Verluste aufgrund der Zählrate.....                                                                                           | 61 |
| A.7.1                 | Grundlage.....                                                                                                                               | 61 |
| A.7.2                 | Empirisches oder Quellenverfahren.....                                                                                                       | 62 |
| A.7.3                 | Verfahren der Verlängerung der Livetime (siehe [18]).....                                                                                    | 64 |
| A.7.4                 | Verfahren mit Impulsgenerator (siehe [10], [14] und [17] bis [22]).....                                                                      | 65 |
| A.7.5                 | Verfahren mit virtuellem Impulsgenerator und Addition von „N“ Impulsen.....                                                                  | 68 |
| A.8                   | Messung der Ausbeutekurve der Totalabsorptionslinie.....                                                                                     | 69 |
| A.8.1                 | Grundlage.....                                                                                                                               | 69 |
| A.8.2                 | Messung von Standardisierungskoeffizienten für spezifische Radionuklide.....                                                                 | 69 |
| A.8.3                 | Messung der Detektorausbeute gegen die Energie für große Quelle-Detektor-Abstände.....                                                       | 70 |
| A.8.4                 | Messung der Detektorausbeute gegen die Energie für kleine Quelle-Detektor-Abstände.....                                                      | 73 |
| A.9                   | Herstellung von Referenzquellen aus Normallösungen.....                                                                                      | 74 |
| A.9.1                 | Grundlage.....                                                                                                                               | 74 |
| A.9.2                 | Herstellung von radioaktiven Normalen.....                                                                                                   | 74 |
| A.9.3                 | Herstellung von Bodenproben.....                                                                                                             | 75 |
| A.9.4                 | Herstellung von Filterproben.....                                                                                                            | 76 |
| Anhang B (informativ) | Messung von Peakposition und Nettofläche und deren Unsicherheiten.....                                                                       | 77 |
| B.1                   | Allgemeines.....                                                                                                                             | 77 |
| B.2                   | Verfahren ohne Anpassung (Fit).....                                                                                                          | 77 |
| B.3                   | Verfahren mit Anpassung (Fit).....                                                                                                           | 78 |
| Anhang C (informativ) | Gleichungen zur Korrektur für echte Koinzidenzsumma-<br>tion von Kaskaden-Gammaquanten.....                                                  | 80 |
| C.1                   | Gleichungen für Korrekturfaktoren für echte Koinzidenzsumma-<br>tion.....                                                                    | 80 |
| C.1.1                 | Allgemeines.....                                                                                                                             | 80 |
| C.1.2                 | Korrekturfaktoren für echte Koinzidenzsumma-<br>tion für ein einfaches Zerfallsschema.....                                                   | 81 |
| C.1.3                 | Korrekturfaktor für das 591-keV-Gammaquant aus dem Zerfall des $^{154}\text{Eu}$ .....                                                       | 83 |
| C.1.4                 | Allgemeiner Fall.....                                                                                                                        | 87 |
| C.1.5                 | Berechnung der Gesamtausbeute.....                                                                                                           | 87 |
| Anhang D (informativ) | Konstruktion von Abschirmungen für HPGe-Spektrometer.....                                                                                    | 89 |
| D.1                   | Konstruktionsmaterialien.....                                                                                                                | 89 |
| D.2                   | Ausführung der Abschirmung.....                                                                                                              | 89 |
| D.2.1                 | Allgemeines.....                                                                                                                             | 89 |
| D.2.2                 | Ausführung der Abschirmung (für Detektoren, mit denen unterschiedliche Proben niedriger oder<br>hoher Aktivität gemessen werden sollen)..... | 89 |
| D.2.3                 | Ausführung der Abschirmung für Detektoren, mit denen nur Umweltproben der gleichen Form und<br>Größe gemessen werden.....                    | 89 |

|                                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |    |
|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| D.2.4 Aktive Abschirmung.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                        | 94 |
| Literaturhinweise .....                                                                                                                                                                                                                                                                                                              | 97 |
| <b>Bilder</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                        |    |
| Bild 1 – Ausbeute der Totalabsorptionslinie als Funktion der Energie der Gammastrahlung.....                                                                                                                                                                                                                                         | 23 |
| Bild 2 – $\varepsilon_f E_f$ (keV) <sup>0,835</sup> als Funktion der Energie der Gammastrahlung.....                                                                                                                                                                                                                                 | 24 |
| Bild 3 – Definition von Zeiten für Zerfallskorrektur.....                                                                                                                                                                                                                                                                            | 27 |
| Bild 4 – Abweichung der gemessenen Peakfläche als Funktion der Höhe des Kontinuums.....                                                                                                                                                                                                                                              | 37 |
| Bild 5 – Abweichung von gleich großen Peakflächen von Dublett-Peaks für verschiedene Abstände.....                                                                                                                                                                                                                                   | 39 |
| Bild 6 – Abweichung ungleich großer Peakflächen von Dublett-Peaks für verschiedene Verhältnisse der Impulshöhe.....                                                                                                                                                                                                                  | 40 |
| Bild 7 – Korrekturen für die Kaskadensumme der 591-keV-Gammalinie des <sup>154</sup> Eu.....                                                                                                                                                                                                                                         | 42 |
| Bild 8 – Partielles HPGe-Gammaspektrum eines langlebigen Gemischs.....                                                                                                                                                                                                                                                               | 43 |
| Bild 9 – Ergebnisse der Monte-Carlo-Simulation zur Berechnung der Korrekturfaktoren für echte Koinzidenzsumme: Beispiel für <sup>134</sup> Cs unter verschiedenen geometrischen Bedingungen (Punkt oder Volumen) (Filter oder Wasser) mit der Quelle in verschiedenen Abständen zum Fenster des HPGe-Detektors.....                  | 53 |
| Bild A.1 – Impulse am Verstärkerausgang mit richtiger und falscher Einstellung des Nullpunkts (pole-zero) .....                                                                                                                                                                                                                      | 55 |
| Bild A.2 – Verteilung der Halbwertsbreite von Spektrallinien als Funktion der Energie.....                                                                                                                                                                                                                                           | 60 |
| Bild A.3 – Definition von Zeiten zur Impulsbearbeitung durch einen Analog-Digital-Umsetzer.....                                                                                                                                                                                                                                      | 62 |
| Bild A.4 – Aufstockungskorrektur als Funktion der integrierten Zählrate.....                                                                                                                                                                                                                                                         | 64 |
| Bild A.5 – Impulsformen an Vorverstärker und Verstärker, resultierend aus unterschiedlichen Impulsformen des Impulsgenerators.....                                                                                                                                                                                                   | 66 |
| Bild A.6 – Gammaspektrum eines Radionuklid-Normalgemischs.....                                                                                                                                                                                                                                                                       | 72 |
| Bild B.1 – Gut aufgelöster Peak mit Kontinuum.....                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 78 |
| Bild C.1 – Zerfallsschema mit drei Übergängen.....                                                                                                                                                                                                                                                                                   | 83 |
| Bild C.2 – Partielles Zerfallsschema von <sup>154</sup> Eu.....                                                                                                                                                                                                                                                                      | 84 |
| Bild D.1 – Auf die Masse des Germaniumkristalls von zwei HPGe-Detektoren im selben Labor normierte Nulleffektspektren.....                                                                                                                                                                                                           | 90 |
| Bild D.2 – Erweiterte Ansicht des Nulleffektspektrums eines Detektors mit geringem Nulleffekt in Bild D.1..                                                                                                                                                                                                                          | 92 |
| Bild D.3 – Nulleffektspektren eines Standard-HPGe-Detektors mit Standard-Abschirmung (oben), eines HPGe-Detektors mit einer Abschirmung jeweils mit geringem Nulleffekt (Mitte) und eines unterirdisch in einer Tiefe von 500 mwe platzierten HPGe-Detektors mit einer Abschirmung jeweils mit sehr geringem Nulleffekt (unten)..... | 93 |
| Bild D.4 – Niederenergetischer Teil des Nulleffektspektrums eines HPGe-Detektors mit einer dünnen (0,4 µm) oberen Totschicht und einem 0,5 mm dicken Kohlenstoff-Epoxid-Fenster.....                                                                                                                                                 | 94 |
| Bild D.5 – Ohne Probe aufgenommenes Nulleffekt-Gammaspektrum und sukzessive Abschirmungsschritte zur Verringerung der Zählraten.....                                                                                                                                                                                                 | 96 |
| <b>Tabellen</b>                                                                                                                                                                                                                                                                                                                      |    |
| Tabelle NA.1.....                                                                                                                                                                                                                                                                                                                    | 8  |
| Tabelle 1 – Nettopeakflächen als Funktion der Höhe des Kontinuums.....                                                                                                                                                                                                                                                               | 36 |
| Tabelle 2 – Fortpflanzung der Unsicherheit für einfache Funktionen.....                                                                                                                                                                                                                                                              | 47 |
| Tabelle 3 – Beiträge zur Unsicherheit.....                                                                                                                                                                                                                                                                                           | 48 |

Tabelle A.1 – Anpassung der Energiekanäle, damit sich eine Energiegleichung mit Achsenabschnitt null ergibt..... 57

Tabelle D.1 – Liste typischer Nulleffektpeaks aus den Zerfallsreihen von <sup>232</sup>Th und <sup>226</sup>Ra in einem HPGE-Detektor..... 91

## Nationales Vorwort

*Vorausgegangener Norm-Entwurf: E DIN IEC 61452:2019-06.*

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium DKE/K 967 „Mess-, Steuer- und Regelungstechnik im Zusammenhang mit ionisierender Strahlung“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE ([www.dke.de](http://www.dke.de)) zuständig.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DKE ([www.dke.de](http://www.dke.de)) und DIN ([www.din.de](http://www.din.de)) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Die enthaltene IEC-Publikation wurde vom IEC/TC 45 „Nuclear instrumentation“ erarbeitet und unterliegt dem Copyright der IEC .

Das IEC-Komitee hat entschieden, dass der Inhalt dieses Dokuments bis zu dem Datum (stability date) unverändert bleiben soll, das auf der IEC-Website unter „<http://webstore.iec.ch>“ zu diesem Dokument angegeben ist. Zu diesem Zeitpunkt wird entsprechend der Entscheidung des Komitees das Dokument

- bestätigt,
- zurückgezogen,
- durch eine Folgeausgabe ersetzt oder
- geändert.

Das Original-Dokument enthält Bilder in Farbe, die in der Papierversion in einer Graustufen-Darstellung wiedergegeben werden. Elektronische Versionen dieses Dokuments enthalten die Bilder in der originalen Farbdarstellung.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. IEC ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

## Nationaler Anhang NA (informativ)

### Zusammenhang mit europäischen und internationalen Dokumenten

Für den Fall einer undatierten Verweisung im normativen Text (Verweisung auf ein Dokument ohne Angabe des Ausgabedatums und ohne Hinweis auf eine Abschnittsnummer, eine Tabelle, ein Bild usw.) bezieht sich die Verweisung auf die jeweils aktuellste Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments.

Für den Fall einer datierten Verweisung im normativen Text bezieht sich die Verweisung immer auf die in Bezug genommene Ausgabe des Dokuments.

Eine Information über den Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden deutschen Dokumenten ist nachstehend wiedergegeben.

**Tabelle NA.1**

| Europäisches Dokument                                                                                                                                                 | Internationales Dokument | Deutsches Dokument                       | Klassifikation im VDE-Vorschriftenwerk |
|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------|------------------------------------------|----------------------------------------|
| -                                                                                                                                                                     | IEC 60050-395            | <sup>a</sup>                             | -                                      |
| -                                                                                                                                                                     | IEC 60973                | DIN IEC 60973<br>zurückgezogen           | -                                      |
| EN ISO 11929 (alle Teile)                                                                                                                                             | ISO 11929 (alle Teile)   | DIN EN ISO 11929 (VDE 0493) (alle Teile) | VDE 0493                               |
| EN ISO 20042                                                                                                                                                          | ISO 20042                | DIN EN ISO 20042 (VDE 0493-2042)         | 0493-2042                              |
| <sup>a</sup> „Internationales Elektrotechnisches Wörterbuch – Deutsche Ausgabe“, Online-Zugang: <a href="https://www.dke.de/dke-iev">https://www.dke.de/dke-iev</a> . |                          |                                          |                                        |

## Nationaler Anhang NB (informativ)

### Literaturhinweise

DIN EN ISO 11929 (VDE 0493) (alle Teile), *Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung - Grundlagen und Anwendungen*

DIN EN ISO 20042 (VDE 0493-2042), *Bestimmung der Radioaktivität - Gammastrahlung emittierende Radionuklide - Allgemeines Messverfahren mittels Gammaspektrometrie*

DIN IEC 60973 (zurückgezogen), *Prüfverfahren für Germanium-Gammastrahlungsdetektoren; Identisch mit IEC 60973:1989*

## Einleitung

Ein typisches Gammaskpektrometer besteht aus einem Detektor aus hochreinem Germanium (HPGe, en: high purity germanium) mit seinem Kryostaten und Vorverstärker, der mit flüssigem Stickstoff oder mechanisch gekühlt wird, in Verbindung mit analogen oder digitalen Elektronikmodulen, einschließlich Hochspannungsversorgung des Detektors und Signalverarbeitung (Verstärkung, Vielkanalumwandlung und Speicherung) und Datenauslesegeräten. Die Spektrometer sind Bestandteil von oder angeschlossen an Computer und Messungs-Software. Oft umgibt eine Abschirmung den Detektor, um die durch Umgebungsuntergrundstrahlung hervorgerufene Zählrate zu reduzieren. Durch primäre Wechselwirkungen der Photonen (Röntgen- und Gammastrahlung) im HPGe-Kristall (durch photoelektrische Absorption, den Compton-Effekt oder Paarbildung) wird Energie auf Elektronen übertragen, deren Energie letztendlich durch die Erzeugung von Elektron-Loch-Paaren freigegeben wird. Diese Elektronen und Löcher werden gesammelt, um einen Impuls zu erzeugen, dessen Amplitude proportional ist zur Energie, die im aktiven Volumen des HPGe-Kristalls deponiert wurde. Diese Impulse werden verstärkt, geformt und nach Impulshöhe sortiert, um ein Histogramm zu erzeugen, das die Anzahl der vom Detektor absorbierten Photonen als Funktion der Energie zeigt. Nach Sammeln einer ausreichenden Anzahl von Impulsen zeigt das Histogramm ein Spektrum mit einem oder mehreren Peaks mit näherungsweise Normal-(Gauß-)Verteilung, die Photonen entsprechen, welche ihre gesamte Energie auf den Detektor übertragen haben. Ein Kontinuum aus den Ereignissen in Bezug auf die partielle Energiedisposition wird mit ihnen überlagert.

Die aufgezeichnete Peakfläche ist abhängig von der Emissionsrate der Gammastrahlung und von der energieabhängigen Detektorausbeute. Die Emissionsrate  $R(E)$  für ein Gammaquant der Energie  $E$  wird berechnet durch Dividieren der Nettopeakfläche  $N(E)$  der Totalabsorptionslinie durch die Livetime  $T_L$  während der Messung und die Ausbeute der Totalabsorptionslinie  $\varepsilon(E)$  des Detektors für die benutzte Zählgeometrie. Eine Kurve oder eine Funktionsnäherung der Ausbeute der Totalabsorptionslinie erlaubt die Interpolation zwischen den vorhandenen Kalibrierpunkten. Korrekturen können erforderlich sein für:

- a) den Zerfall der Quelle während der Probenahme (z. B. bei Luftfiltern) und Messung und/oder Einwuchs;
- b) den Zerfall der Quelle zwischen einem vorhergehenden Zeitpunkt und der Messung und/oder dem Einwuchs;
- c) die Schwächung der Photonen innerhalb und außerhalb der Quelle, die nicht durch die Kalibrierung der Ausbeute der Totalabsorptionslinie erfasst wird;
- d) eine Korrektur für den erfassten Raumwinkel, die nicht durch die Kalibrierung der Ausbeute der Totalabsorptionslinie erfasst wird;
- e) die echte Koinzidenzsumation (Kaskade);
- f) den Verlust von Impulsen durch Aufstockung (bei hohen Zählraten).

# Strahlungsmessgeräte – Messung der Aktivität oder Emissionsrate von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden – Kalibrierung und Einsatz von Germanium-Spektrometern

## 1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument stellt Verfahren zu Kalibrierung und Gebrauch von Spektrometern mit hochreinem Germanium zur Messung der Energien und Emissionsraten von Photonen im Energiebereich von 45 keV bis etwa 3 000 keV und zur Berechnung der Aktivität von Radionukliden basierend auf diesen Messungen auf. Es werden Mindestanforderungen für automatische Peaksuche angegeben. Dieses Dokument stellt Verfahren zur Messung der Ausbeute der Totalabsorptionslinie mit kalibrierten Quellen auf.

Es werden Leistungsprüfungen beschrieben, die sicherstellen, dass das Spektrometer innerhalb akzeptabler Grenzwerte arbeitet. Mit diesen Prüfungen werden die Grenzen der Algorithmen zur Peaksuche und zum Anpassen an einzelne Peaks und Multipletts ermittelt. Weiterhin werden Verfahren zur Messung der und Korrektur für die Aufstockung vorgeschlagen. Es wird eine Prüfung zur Ermittlung der annähernden Größe der echten Koinzidenzsumme beschrieben. Techniken zur Überprüfung der Ergebnisse der Spektralanalyse auf große Fehler, die aus der echten Koinzidenzsumme von Kaskaden-Gammaquanten im Detektor entstehen können, werden empfohlen. Zum Erstellen von Datenbibliotheken für die Identifizierung von Radionukliden, Zerfallskorrekturen, der Konversion von Gamma-Emissionsraten in Zerfallsraten und Monte-Carlo-Simulationen werden Empfehlungen gegeben.

Die Messung von Röntgenemissionsraten ist hier nicht enthalten, da für Röntgenlinien andere Anpassungsfunktionen erforderlich sind; denn Röntgenlinien haben eine intrinsisch andere Peakform als Gammastrahlungslinien. Weiterhin sind Röntgenlinien komplexe Multipletts (z. B. umfassen die K-Röntgenstrahlen des TI zehn einzelne Komponenten, die vier teilweise auflösbare Peaks bilden). Dieses Dokument erstreckt sich nicht auf die Messung der Emissionsraten von Linien der Vernichtungsstrahlung oder Single- oder Double-Escape-Linien, die durch partielle Energiedeposition bei Paarbildung entstehen. Escape-Linien könnten andere Anpassungsfunktionen benötigen als vergleichbare Totalabsorptionslinien. Weiterhin besitzen Vernichtungsstrahlung und Single-Escape-Linien eine andere, größere Breite als eine Gammastrahlungslinie vergleichbarer Energie. Die Diskussion akzeptabler Verfahren zur Messung der Nachweisgrenzen bezogen auf spezifische Radionuklide liegt außerhalb des Anwendungsbereichs dieses Dokuments.

Zweck dieses Dokuments ist, eine Grundlage für die Routinekalibrierung und Nutzung von Germanium (HPGe)-Halbleiterdetektoren zur Messung der Emissionsraten und dadurch der Aktivitätsmessung von Radionukliden in einer Probe zu geben. Es ist gedacht zur Nutzung durch Personen, die die Prinzipien der HPGe-Gammaspektrometrie verstehen und für die Erstellung korrekter Verfahren zur Kalibrierung und Nutzung solcher Detektoren verantwortlich sind. Dieses Dokument ist primär vorgesehen für analytische Routinemessungen. Verwandte Dokumente sind IEC 60973 und ISO 20042.

## 2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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).

IEC 60050-395:2014, *International Electrotechnical Vocabulary (IEV) – Part 395: Nuclear instrumentation – Physical phenomena, basic concepts, instruments, systems, equipment and detectors*

IEC 60050-395:2014/AMD1:2016

IEC 60050-395:2014/AMD2:2020

IEC 60973, *Test procedures for germanium gamma-ray detectors*

ISO 11929 (alle Teile), *Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the confidence interval) for measurements of ionizing radiation – Fundamentals and application*

ISO 20042, *Measurement of radioactivity – Gamma-ray emitting radionuclides – Generic test method using gamma-ray spectrometry*

JCGM 100:2008, *Evaluation of measurement data – Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM)*

JCGM 200:2012, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*, 3<sup>rd</sup> edition 2008 version with minor corrections

### 3 Begriffe und Symbole

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach IEC 60050–395 und JCGM 200 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- IEC Electropedia: verfügbar unter <http://www.electropedia.org/> und IEC Glossary: verfügbar unter <http://std.iec.ch/glossary>
- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <http://www.iso.org/obp>

#### 3.1 Begriffe

##### 3.1.1

##### **Genauigkeit**

en **accuracy**

Grad der Übereinstimmung zwischen dem gemessenen Wert einer Größe und dem wahren Wert einer Messgröße

[QUELLE: JCGM 200:2012]

##### 3.1.2

##### **Aktivität**

*A*

en **activity**

Anzahl  $dN$  spontaner Kernübergänge oder Kernzerfälle für eine Menge eines Radionuklids  $N$  im Zeitintervall mit der Dauer  $dt$ , geteilt durch diese Dauer

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Einheit der Aktivität ist Becquerel (Bq).

[QUELLE: IEC 60050-395:2014, 395-01-05]

##### 3.1.3

##### **Analog-Digital-Umsetzer**

A/D-Umsetzer

**ADC**, en: analog-to-digital converter

elektronisches Gerät, das benutzt wird, um die Amplitude eines Spannungsimpulses vom analogen auf digitales Format umzuwandeln

##### 3.1.4

##### **ADC-Konversionsverstärkung**

en **ADC conversion gain**

Anzahl der Kanäle, über welche sich die gesamte Amplitude erstrecken kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Üblicherweise werden in der HPGe-Gammaspektrometrie 4 096 bis 16 384 Kanäle benutzt.

**3.1.5****Schwächung**en **attenuation**

Nettoverlust an primären Photonen einer gegebenen Energie an einem Detektor, entsteht durch deren Wechselwirkungen mit Materie entweder durch Streuung oder Absorption in der Probe oder in Material zwischen Probe und aktivem Volumen des Detektors

**3.1.6****Nulleffekt**en **background**

spektrale Daten einschließlich Linien, die nicht durch die Quelle, sondern durch radioaktiven Zerfall in der Umgebung oder durch kosmische Strahlung im Detektor oder in dessen unmittelbarer Nähe hervorgerufen werden (siehe 3.1.11)

**3.1.7****Kalibrierung**en **calibration**

Bestimmung eines Werts, der eine gemessene Anzahl in eine gewünschte physikalische Größe umwandelt (z. B. Impulshöhe in Photonenenergie oder Impulse je Sekunde in Emissionsrate)

**3.1.8****Kaskadenübergänge**en **cascade transitions**

Gammaquanten beim radioaktiven Zerfall eines Radionuklids, die aufeinanderfolgend innerhalb der Auflösungszeit eines Spektrometers emittiert werden

**3.1.9****echte Koinzidenzsummation**en **true coincidence summing**

gleichzeitiger Nachweis von zwei oder mehr Photonen, die aus einem einzigen radioaktiven Zerfall stammen und einen einzigen beobachteten (Summen-)Impuls ergeben (auch Kaskadensummation)

**3.1.10****kombinierte Standardunsicherheit**en **combined standard uncertainty**

Standardunsicherheit eines Messergebnisses, wenn dieses Ergebnis aus den Werten einer Anzahl anderer Größen gewonnen wird, welche gleich der positiven Quadratwurzel einer Summe von Gliedern ist, wobei die Glieder Varianzen oder Kovarianzen dieser anderen Größen sind, gewichtet danach, wie das Messergebnis mit Änderungen dieser Größen variiert

Anmerkung 1 zum Begriff: Siehe JCGM 100:2008 GUM 1995 mit geringfügigen Korrekturen.

**3.1.11****Kontinuum**en **continuum**

Teil einer Impulshöhenverteilung, der unter einem Peak liegt, einschließlich Beiträgen, die von Quelle, Detektor und Messbedingungen abhängen und die Form des Spektrums beeinflussen

**3.1.12****konventionell wahrer Wert <einer Messgröße>**en **conventional true value <of a quantity>**

allgemein akzeptierter bester Schätzer des Werts dieser Größe

Anmerkung 1 zum Begriff: Er wird üblicherweise gemeinsam mit der zugeordneten Unsicherheit durch ein nationales oder internationales TransfERNormal oder ein Referenzinstrument bestimmt, das gegen ein nationales oder internationales TransfERNormal kalibriert wurde.

### 3.1.13

#### **Zählrate**

en **counting rate**

Anzahl der von einem Detektor je Zeiteinheit in einem ausgewählten Spannungs- oder Energieintervall registrierten Impulse (angegeben in  $s^{-1}$ )

### 3.1.14

#### **Crossover-Gammaquant**

en **crossover gamma-ray**

Gammaquant, das durch einen Übergang zwischen zwei nichtbenachbarten Kernenergieniveaus entsteht

### 3.1.15

#### **Totzeit**

en **dead time**

Zeitspanne, während der ein Zählsystem keinen eingehenden Impuls verarbeiten kann

### 3.1.16

#### **Gleichspannungsniveau**

en **direct current (DC) level**

Wert der Eingangs- oder Ausgangsspannung eines gleichspannungsgekoppelten Geräts, in Abwesenheit von Impulsen

### 3.1.17

#### **Gleichspannungsverschiebung**

en **direct current (DC) offset**

Unterschied zwischen einem Strom- oder Spannungsniveau und einem Referenzniveau

### 3.1.18

#### **Emissionsintensität je Zerfall**

#### **Emissionsintensität und Ausbeute**

$P(E)$  oder  $P_{\gamma}(E)$

en **emission intensity per decay**

**emission intensity and yield**

Wahrscheinlichkeit, dass bei einem radioaktiven Zerfall die Emission einer bestimmten Strahlung erfolgt

Anmerkung 1 zum Begriff: Emissionsintensitäten von Gammastrahlung werden häufig je 100 Zerfälle ausgedrückt.

### 3.1.19

#### **Energieauflösung – Halbwertsbreite**

#### **FWHM**

en **energy resolution, full width at half maximum**

Breite eines Peaks auf der halben Höhe des Peakmaximums, wobei die Basislinie vom Kontinuum aus gemessen wird

### 3.1.20

#### **Energieauflösung – Zehntelwertsbreite**

#### **FWTM**

en **energy resolution, full width at tenth maximum**

Breite eines Peaks bei einem Zehntel der Höhe des Peakmaximums, wobei die Basislinie vom Kontinuum aus gemessen wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Bei einer Normal-(Gauß-)Verteilung ist FWTM das 1,823-Fache der FWHM.

### 3.1.21

#### **Messfehler**

#### **Fehler der Messung**

en **error**

**measurement error**

gemessener Größenwert minus einen Referenzgrößenwert

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Konzept des „Messfehlers“ kann benutzt werden, wenn

- a) es einen einzigen Referenzgrößenwert als Bezug gibt, der vorliegt, wenn eine Kalibrierung mit Hilfe eines Messstandards mit vernachlässigbarer Messunsicherheit vorgenommen wird oder wenn ein konventioneller Größenwert gegeben ist, in welchem Fall der Messfehler bekannt ist;
- b) angenommen wird, dass eine Messgröße einen einzigen wahren Wert besitzt oder einen Satz von wahren Werten in einem Bereich vernachlässigbarer Größe, in dem die Messunsicherheit unbekannt ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Messfehler sollte nicht mit Produktionsfehler oder menschlichem Fehler verwechselt werden.

[QUELLE: JCGM 200:2012]

### 3.1.22

#### Totalabsorptionslinie

#### Photolinie

#### FEP

en **full-energy peak**  
**photopeak**

Spektrallinie, die aus der vollständigen (totalen) Absorption der Energie eines Photons im aktiven Volumen eines Germaniumkristalls stammt, und die Sammlung aller daraus resultierenden Ladungsträger

### 3.1.23

#### Ausbeute der Totalabsorptionslinie

$\varepsilon(E)$

en **full-energy-peak efficiency**

Verhältnis zwischen der Anzahl der Ereignisse in der Nettopeakfläche der Totalabsorptionslinie und der Anzahl der Photonen dieser Energie, die von einer Quelle mit festgelegten Kennwerten emittiert werden, bei einer festgelegten Messgeometrie (d. h. Quelle-Detektor-Abstand, Art der Quelle)

### 3.1.24

#### Verzweigungsverhältnis der Gammastrahlung

$f(E)$

en **gamma-ray branching ratio**

bei einem gegebenen angeregten Kernzustand das Verhältnis der Emissionsrate einer bestimmten Gammastrahlung zur gesamten Übergangsrate aus diesem Zustand

### 3.1.25

#### Emissionsrate der Gammastrahlung

$R(E)$

en **gamma-ray emission rate**

Rate, mit der Gammastrahlung einer gegebenen Energie aus dem Zerfall eines bestimmten Radionuklids von einer gegebenen Quelle emittiert wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Emissionsrate der Gammastrahlung ist die Aktivität mal der Emissionsintensität dieser Gammastrahlung.

### 3.1.26

#### Livetime

$T_L$

Zeitintervall eines Impulses, während dessen das Zählsystem imstande ist, Eingangsimpulse zu verarbeiten

### 3.1.27

#### Vielkanal-Impulshöhen-Analysator

VKA

en **multichannel pulse-height analyser**

elektronisches Gerät, das Impulse nach ihrer Amplitude aufzeichnet und speichert. Es besteht funktional aus drei Einheiten:

- einem Analog-Digital-Wandler, der die Messung der Impulsamplituden ermöglicht;
- Speicherregister (eines für jeden Kanal des Spektrums) zum Zusammenzählen der Impulse, die eine Amplitude innerhalb eines gegebenen Spannungsinkrements haben;
- einem Eingangs-/Ausgangsteil, das die Übergabe der spektralen Information an andere Geräte wie z. B. Computer oder ein anderes Anzeigergerät oder permanente Speichermedien erlaubt.

### 3.1.28

#### **Peak-zu-Compton-Verhältnis für die 1 332-keV-Linie des $^{60}\text{Co}$**

en **peak-to-Compton ratio for the 1 332 keV  $^{60}\text{Co}$  peak**

Verhältnis der Höhe der Totalabsorptionslinie für  $^{60}\text{Co}$ , gemessen bei 1 332 keV, zur mittleren Höhe des korrespondierenden Comptonplateaus zwischen 1 040 keV und 1 096 keV

### 3.1.29

#### **Nullpunktabgleich**

en **pole-zero cancellation**

Einstellung des Nullpunkts eines impulsformenden Verstärkers; passt den Nullpunkt der Nullpunktschaltung so an, dass sie exakt die Ausgangspolung des Vorverstärkers aufhebt und somit einen unipolaren Signalimpuls (d. h. ohne Unter- oder Überspringen) am Verstärkerausgang erzeugt

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Prozedur konvertiert den lang andauernden Vorverstärker-Impuls in einen Impuls kurzer Länge, der sich zur Signaloptimierung und nachfolgenden Impulshöhenanalyse eignet.

### 3.1.30

#### **Impuls-Basislinie**

en **pulse baseline**

Mittelwert des Niveaus, von dem ein Impuls in Abwesenheit eines darauffolgenden überlappenden Impulses abweicht und zu ihm zurückkehrt

### 3.1.31

#### **Aufstockung Pile-up**

#### **Zufallssummation**

en **pulse pile-up**  
**random summing**

Auftreten zweier zeitlich eng aufeinanderfolgender Impulse, die von unterschiedlichen Zerfällen herrühren, so dass sie sich in ihren Impulshöhen und -formen beeinflussen

Anmerkung 1 zum Begriff: Gewöhnlich verarbeitet das System die beiden Impulse als einen zusammengesetzten Impuls, der in einem Kanal des Spektrums gespeichert wird, der sich von den Kanälen unterscheidet, in denen die einzelnen Impulse gespeichert worden wären.

Anmerkung 2 zum Begriff: Aufstockung ist eine Funktion des Quadrats der Zählrate und der Verstärker-Impulsbreite.

### 3.1.32

#### **Echtzeit-Zähldauer**

$T_r$

en **real time counting period**

Zähldauer, die nicht für Zeitspannen kompensiert ist, während derer ein Gerät ein Signal nicht bearbeiten kann

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Echtzeit eines Impulses ist gleich der Livetime plus der Totzeit.

### 3.1.33

#### **relative Ausbeute der Totalabsorptionslinie <zur Detektorspezifikation>**

$\varepsilon_r$

en **relative full-energy-peak efficiency <for detector specification>**

Verhältnis der Ausbeute der Totalabsorptionslinie für eine punktförmige Strahlungsquelle von  $^{60}\text{Co}$  (1 332-keV-Photonen) zu der eines NaI(Tl)-Kristalls von 7,6 cm Durchmesser  $\times$  7,6 cm Höhe bei einem Quelle-Detektor-Abstand von 25 cm (das heißt  $1,2 \times 10^{-3}$ ).

$$\varepsilon_r = 0,833 \times 10^3 \times \frac{n(1\ 332)}{R(1\ 332)} \quad (1)$$

Dabei ist

- $n(1\ 332)$  die gemessene Zählrate der Totalabsorptionslinie;  
 $R(1\ 332)$  die Emissionsrate der 1 332-keV-Photonen einer  $^{60}\text{Co}$ -Quelle;  
 $0,833 \times 10^3$  der Kehrwert der Ausbeute der Totalabsorptionslinie des NaI(Tl)-Detektors bei dieser Energie und diesem Abstand.

### 3.1.34

#### Probe

en **sample**

mit dem HPGe-Detektor gemessenes radioaktives Material zur Bestimmung der Aktivität und/oder Emissionsrate

### 3.1.35

#### Konstante der Impulsformungszeit

#### Index

en **shaping-time constant index**

Angabe der geformten Impulsbreite (Breite eines geformten Impulses auf 50 % seiner Peakhöhe). Wenn nicht anders festgelegt, ist diese Breite  $f_{1/2}$

### 3.1.36

#### Quelle

en **source**

kalibriertes radioaktives Material zur Bestimmung des Ansprechverhaltens des HPGe-Detektors

### 3.1.37

#### Standardisierungskoeffizient

$S_c(i, E)$

en **standardization coefficient**

Faktor zur direkten Umrechnung der Impulse unter einer Netto-Totalabsorptionslinie einer bestimmten Energie  $E$  eines spezifischen Radionuklids  $i$  in die Aktivität des Radionuklids

### 3.1.38

#### Gesamtzählausbeute

$\varepsilon_t(E)$

en **total efficiency**

Verhältnis der Anzahl aufgezeichneter Impulse im gesamten Energiespektrum zur Anzahl der Photonen, die von der Quelle einer bestimmten Energie  $E$  emittiert werden, in einem festgelegten Quelle-Detektor-Abstand

### 3.1.39

#### Unsicherheit

en **uncertainty**

nichtnegativer Parameter, der die Streuung der Werte charakterisiert, die vernünftigerweise der Messgröße auf der Grundlage der benutzten Information zugeordnet werden können

[QUELLE: JCGM 200:2012]

## 3.2 Symbole

- $A$  Aktivität oder Zerfälle je Sekunde eines Nuklids (Bq)  
 $B(E)$  Nettozählrate eines interferierenden Nulleffektpeaks bei der Energie  $E$   
 $C_i$  multiplikativer Korrekturfaktor, wobei  $i$  für Folgendes steht: a (Schwächung), c (echte Koinzidenzsummutation), d (Zerfall) oder r (Aufstockung)

|                    |                                                                                                                                                                       |
|--------------------|-----------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $e$                | 2,71828... Basis des natürlichen oder Napier-Logarithmus, $\ln$                                                                                                       |
| $f(E)$             | Anteil der Übergänge aus einem Energieniveau, das Gammastrahlung mit Energie $E$ erzeugt                                                                              |
| $N(E)$             | Nettoimpulse in einer Totalabsorptionslinie aufgrund einer Gammastrahlung der Energie $E$                                                                             |
| $n(E)$             | Nettozählrate in einer Totalabsorptionslinie aufgrund einer Gammastrahlung der Energie $E$                                                                            |
| $P(E)$             | Wahrscheinlichkeit je Zerfall oder Emissionsintensität je Zerfall für ein Gammaquant der Energie $E$                                                                  |
| $R(E)$             | Emissionsrate von Gammastrahlen der Energie $E$ durch Nuklei in einer Probe                                                                                           |
| $S_c(i, E)$        | Anteil der Zerfälle eines Radionuklids $i$ in einer Probe, die zu Impulsen in einer Totalabsorptionslinie korrespondierend zu einem Gammaquant der Energie $E$ führt  |
| $f_{1/2}$          | Konstante der Impulsformungszeit (Breite eines geformten Impulses auf 50 % seiner Peakhöhe)                                                                           |
| $T_{1/2}$          | Halbwertszeit                                                                                                                                                         |
| $\lambda$          | Zerfallskonstante, $\lambda = \ln(2)/T_{1/2}$                                                                                                                         |
| $T_L$              | Zähldauer, Livetime                                                                                                                                                   |
| $T_r$              | Zähldauer, Echtzeit                                                                                                                                                   |
| $T_d$              | Zerfallsdauer von einem Referenzzeitpunkt bis zum Beginn der Zähldauer                                                                                                |
| $\alpha_K(E)$      | innerer Konversionskoeffizient, K-Schale: Verhältnis der Übergänge der Energie $E$ , die durch innere K-Konversion entstehen, zu denen, die Gammastrahlung emittieren |
| $\alpha_t(E)$      | innerer Konversionskoeffizient, gesamt: Verhältnis der Übergänge der Energie $E$ , die durch innere Konversion entstehen, zu denen, die Gammastrahlung emittieren     |
| $\varepsilon(E)$   | Ausbeute der Totalabsorptionslinie für Gammastrahlung der Energie $E$                                                                                                 |
| $\varepsilon_r$    | relative Ausbeute der Totalabsorptionslinie zur Detektorspezifikation                                                                                                 |
| $\varepsilon_i(E)$ | Gesamtzählausbeute zum Nachweis von Gammastrahlung der Energie $E$ , die Impulse mit Impulshöhen größer als das Niveau des Verstärkerrauschens erzeugt                |
| $\omega_K$         | K-Schalen-Fluoreszenzausbeute: Anteil von atomaren K-Leerstellen, die zur Emission von K-Röntgenstrahlung führen                                                      |
| $\Pi$              | Operator, der das Produkt der Korrekturfaktoren zurückgibt                                                                                                            |

## 4 Aufbau der Gerätschaften

Das HPGe-Spektrometer wird so platziert, dass eine stabile, saubere Stromversorgung verfügbar ist, oder über einen Stromrichter oder eine unterbrechungsfreie Stromversorgung zur Verfügung steht. Stelle sicher, dass die Umgebungstemperatur stabil ist und den vom Hersteller festgelegten Betriebsbedingungen entspricht. Das Spektrometer wird vor störender Untergrundstrahlung abgeschirmt, einschließlich der natürlichen Strahlung aus Wänden, Fußboden und Decke sowie der kosmischen Strahlung. Der Detektor sollte von Geräten, die Erschütterungen und Schwingungen erzeugen, isoliert sein (siehe auch Anhang D).

Vorsicht – Beim Füllen des Dewargefäßes mit flüssigem Stickstoff ( $\text{LN}_2$ ) muss das Verschütten in der Nähe des Kryostaten oder Vorverstärkers vermieden werden, weil es zu Rissen in den Vakuumdichtringen des Kryostaten führen oder den Vorverstärker beschädigen könnte. Um Verzerrungen des gemessenen Spektrums durch Mikrofonie zu vermeiden, sollten während des Füllens keine Daten erfasst werden.

Empfehlung – Häufig befinden sich die zum Betrieb des HPGe-Spektrometers erforderlichen Geräte in mehr als einem Gerätegestell, oder sie sind an zwei oder mehr Orten aufgestellt, so dass nicht alle Komponenten im selben Stromkreis sind bzw. nicht den gleichen Erdkontakt besitzen. Dies kann Masseschleifen erzeugen, die die Detektorauflösung negativ beeinflussen. Zum Vermeiden solcher Masseschleifen sollten alle Geräte an derselben Mehrfachsteckdose angeschlossen sein. Diese Mehrfachsteckdose sollte an einer zweckmäßigen Steckdose angeschlossen sein. Weiterhin ist es wünschenswert, alle Kabel, die zum Vorverstärker führen, zu bündeln, also die Kabel der Hochspannungsversorgung, die Signal- und Testimpulskabel usw.

Die Herstelleranweisungen und die Verfahren in Anhang A zu Installation und vorläufigem Testen der Einzelkomponenten müssen befolgt werden. Die Energieauflösung (d. h. FWHM, FWTM und FWHM) bei 122 keV ( $^{57}\text{Co}$ ) und bei 1 332 keV ( $^{60}\text{Co}$ ) sowie das Peak-zu-Compton-Verhältnis bei 1 332 keV wird wie im Herstellerhandbuch zum Detektor beschrieben gemessen. IEC 60973 und Anhang A dieses Dokuments könnten ebenfalls für die Durchführung der oben genannten Einstellungen und Messungen hilfreich sein.

Die vom Hersteller empfohlenen experimentellen Bedingungen für die Erstinstallation der Geräte sind üblicherweise so gewählt, dass das HPGe-Spektrometer die verschiedenen Herstellerspezifikationen (z. B. Energieauflösung) erfüllt. Diese Bedingungen sind für Routineanalysen oft nicht optimal. Daher sollte der Anwender die unterschiedlichen Einstellungen des Spektrometers, einschließlich der Konstante der Impulsformungszeit des Verstärkers, der Basislinien-Wiederherstellung, des Nullpunktabgleichs usw. für eine Leistung unter Routinezählbedingungen optimieren, bevor die Leistungsprüfungen dieses Dokuments durchgeführt werden. Beispielsweise sollte das Timing von Rückstellsignalen bei Reset-Vorverstärkern geprüft werden.

Sollten die gemessenen Werte nicht den Herstellerangaben entsprechen, sollte die Kalibrierung nicht fortgesetzt werden, bis das Problem untersucht und nach Möglichkeit gelöst worden ist. Alle Einstellungen und experimentellen Bedingungen müssen in einem Logbuch für jedes einzelne HPGe-Spektrometer dokumentiert werden, ebenso wie alle Veränderungen oder Wartungsarbeiten zu dem Zeitpunkt, zu dem sie durchgeführt werden.

## 5 Peakanalyse und Kalibrierverfahren

### 5.1 Energiekalibrierung

Die Energiekalibrierung (Gammastrahlungsenergie als Funktion der Kanalzahl) eines HPGe-Spektrometriesystems muss durch Messung der Positionen ausgewählter Totalabsorptionslinien mit großen Peakhöhe-zu-Nulleffekt-Verhältnissen und präzise bekannten Energien durchgeführt werden. Die Energien der ausgewählten Linien sollten den interessierenden Energiebereich abdecken. Labore besitzen unter Umständen Detektoren, die unterschiedliche Energiebereiche abdecken können, so dass die Nullstellung der Analog-Digital-Umsetzer und Diskriminatoren zusammen mit der Verstärkung eingestellt sein sollten wie benötigt. Ein Verfahren, um Nullstellung und Verstärkung eines Analog-Digital-Umsetzer einzustellen, ist in A.3.3 beschrieben. Wenn alle Detektoren eines Labors denselben Energiebereich abdecken müssen, ist es hilfreich, die Nullstellung der Analog-Digital-Umsetzer und Diskriminatoren zusammen mit der Verstärkung so einzustellen, dass alle Spektrometer dieselbe Verstärkung haben. Dies erlaubt den direkten Vergleich von Spektren von verschiedenen Detektoren.

Die Kalibrierquelle sollte für eine hinreichend lange Zeit gemessen werden, so dass ausreichend viele Impulse (d. h. mindestens 20 000) in den Peaks registriert werden. So kann die Peakposition mit einer Präzision von  $< 0,2$  keV gemessen werden. Die Peakpositionen bei den Kalibrierenergien sollten benutzt werden, um die Koeffizienten der Fitfunktion (linear oder quadratisch) zu bestimmen. Sie werden für die spätere Auswertung der Energien gemessener Linien in den Spektren der Proben gespeichert. Differenzen der Peakpositionen in der Größenordnung von 0,5 keV bei Probenspektren sind typischerweise ausreichend für die korrekte Radionuklididentifizierung. Wenn die lineare oder quadratische Funktion den gesamten Energiebereich nicht hinreichend gut beschreibt, ist es unter Umständen erforderlich, weitere Korrekturen für Nichtlinearität der Impulshöhen durchzuführen. Hilfreiche Strahlenquellen zur Messung der Nichtlinearität der Impulshöhen sind  $^{152}\text{Eu}$  oder  $^{110\text{m}}\text{Ag}$  und  $^{56}\text{Co}$  oder  $^{88}\text{Y}$  oder  $^{144}\text{Ce}/^{144}\text{Pr}$  oder eine gemischte Gammaquelle (siehe A.8.2).

Empfehlung – Die Kalibrierung von FWHM und niederenergetischen Ausläufern von Peaks ist hilfreich für automatische Peaksuchroutinen. Diese Kalibrierung kann gleichzeitig mit der Energiekalibrierung durchgeführt werden.

### 5.2 Kalibrierung der Energieauflösung

Die Energieauflösung ist ein wichtiger Parameter in Peaksuch-Algorithmen und bei der Bestimmung von Peakflächen. Die Peakbreite wird durch verschiedene Faktoren beeinflusst, wie beispielsweise elektronisches Rauschen oder die Zählrate, und ist abhängig von der deponierten Energie. Die Kalibrierung der Energieauflösung muss wie die Energiekalibrierung durchgeführt werden, indem die Halbwertsbreite

(FWHM) der ausgewählten Totalabsorptionslinien im interessierenden Energiebereich bestimmt wird. Die experimentellen Bedingungen sollten den gleichen Kriterien entsprechen wie die für die Energiekalibrierung (beide Kalibrierungen können gleichzeitig durchgeführt werden). In einer ersten Annäherung sollte das Quadrat der Halbwertsbreite eine lineare Funktion der Energie sein.

### 5.3 Peaksuch-Algorithmen

Wird bei der Spektralanalyse eine automatische Peaksuchroutine benutzt, sollte sie in der Lage sein, kleine, gut geformte Singulett mit statistisch signifikanter Peakfläche (oberhalb des Kontinuums) zu finden. Die Peaksuchroutine sollte ebenfalls Multiplettpeaks finden können (und erkennen können, ob es sich um Singulett oder Multipletts handelt), die das Peakflächen-Kriterium für ein Singulett erfüllen, die gleiche Intensität besitzen und um eine Halbwertsbreite voneinander getrennt sind (Prüfverfahren siehe Abschnitt 8). Die Optimierung der Peaksuch-Parameter des Peaksuch-Algorithmus bleibt dem Anwender oder Softwarelieferanten überlassen (siehe Anhang B). Diese sollten so eingestellt werden, dass statistisch signifikante Peaks gefunden, jedoch eine minimale Anzahl falscher Peaks festgestellt werden (siehe Leistungsprüfungen in Abschnitt 8). Alternativ ist es möglich, eine Bibliothek für die Suche nach Peaks bei bestimmten Energien im Spektrum zu verwenden.

### 5.4 Messung der Peakposition und Peakfläche

Es darf ein beliebiges Verfahren, mit dem konsistent zufriedenstellende Ergebnisse unter bestimmten Messbedingungen und Analysenanforderungen erhalten werden, zur Bestimmung von Peakposition und -fläche verwendet werden. Vorrangig hilfreich zur Analyse komplexer Spektren, die Multiplettpeaks enthalten, sind nichtlineare und lineare Peakanpassungs- oder Peakfitverfahren. Im Allgemeinen erfordern solche ausgeklügelten Peakfitverfahren größere Erfahrung vom Anwender. Gammaskopiker sollten vor der Nutzung nichtlinearer Anpass- oder Fitfunktionen, die gleichzeitig eine Gauß-Verteilung und eine Tailingfunktion enthalten, ausgiebig geschult werden. In jedem Falle sollte die gleiche Technik zur Bestimmung der Peakflächen bei der Untersuchung unbekannter Proben eingesetzt werden wie bei der Bestimmung der Zählausbeute. Wann immer die Wahl besteht, werden Analysen einzelner Gammalinien (d. h.  $> 3$  FWHM Abstand) anstelle solcher mit überlappenden Interferenzen (d. h.  $< 3$  FWHM Abstand) empfohlen.

Warnung – Der Peakfitting-Algorithmus könnte die Energieabhängigkeit von Aufstockungskorrekturen beeinflussen (siehe 7.6 und Abschnitt A.7).

Empfehlung – Es ist sehr hilfreich, die Qualität einer Peakanpassung durch Anzeige der gezählten Impulse des Spektrums im Peakbereich gemeinsam mit der Fitfunktion und dem Kontinuum visuell zu bewerten. Diese Möglichkeit könnte bei der Aufklärung fragwürdiger Ergebnisse helfen. Weiterhin wird eine Anzeige der Residuen zwischen der Fitfunktion und den Daten in Einheiten der geschätzten Standardabweichung der Daten empfohlen.

### 5.5 Effizienzkalibrierung (Messung der Detektorausbeute)

#### 5.5.1 Allgemeines

Für die Kalibrierung der Detektorausbeute werden drei Verfahren beschrieben:

- die Messung eines Standardisierungskoeffizienten für eine spezifische Gammalinie eines spezifischen Radionuklids durch direkten Vergleich mit einem radioaktiven Normal bekannter Aktivität;
- die Messung der Ausbeute der Totalabsorptionslinie als Funktion der Energie; und
- Berechnungen oder Modellierungen. Diese können anstelle der Messwerte benutzt werden, um die Ausbeute aus einer gemessenen Zählgeometrie für eine andere Zählgeometrie abzuleiten, jedoch muss für mindestens eine typische Geometrie eine zufriedenstellende Übereinstimmung durch direkte Messung gezeigt werden. Monte-Carlo-Simulationen dürfen zur Bestimmung der Detektorausbeute benutzt werden. Dies erfordert Kenntnisse aller Maße des Detektors, die vom Hersteller des Detektors zur Verfügung gestellt werden müssen. Validierungsmessungen müssen durchgeführt werden, um die Genauigkeit der Simulationen zu ermitteln.

Für die Vorgehensweise nach b) werden zwei Fälle betrachtet:

- 1) Quelle-Detektor-Abstände, für die im Wesentlichen keine Korrekturen für die echte Koinzidenzsumme erforderlich sind, d. h. Abstände größer als 10 cm; und
- 2) kleine Quelle-Detektor-Abstände, die für Sensitivität bei kleinen Aktivitäten erforderlich sind, die jedoch die Genauigkeit der Quellenkonfigurationsgeometrie beeinflussen und Korrekturen für die echte Koinzidenzsumme erfordern könnten.

Abschnitt A.8 enthält Vorgehensweisen zur Messung der Zählrate für jede der experimentellen Bedingungen.

### 5.5.2 Standardisierungskoeffizient für spezifische Radionuklide

Wenn die Aktivität oder Gamma-Emissionsraten einer begrenzten Anzahl von Radionukliden gemessen werden müssen, ist es am genauesten, sie gegen eine standardisierte Probe des gleichen Radionuklids in exakt der gleichen Quellengeometrie und Matrix zu messen. Aus den Messungen standardisierter Proben kann ein Standardisierungskoeffizient einer ausgewählten Gammalinie eines bestimmten Radionuklids berechnet werden. Der Standardisierungskoeffizient konvertiert die Nettopeakfläche, geteilt durch die Livetime, in die Aktivität des gemessenen Radionuklids. Die Notwendigkeit der Interpolation zwischen gemessenen Werten der Ausbeute, der Korrektur für echte Koinzidenzsumme und der Berücksichtigung der Unsicherheit der Emissionsintensität wird somit vermieden. Sind die Zählraten der Proben niedrig oder nahe bei denen der Standardprobe, können auch Aufstockungskorrekturen entfallen.

Insbesondere bei Messungen im Bohrloch eines HPGe-Bohrlochdetektors kann eine starke echte Koinzidenzsumme von Gammalinien aus Kaskaden oder von Röntgenquanten aus Elektroneneinfang bzw. Emission von Konversionselektronen mit koinzidenten Gammastrahlen auftreten (siehe auch den ersten Warnhinweis in 6.2.5). Daher wird das Verfahren mit Standardisierungskoeffizienten als Verfahren zur Kalibrierung der Ausbeute für derartige oder ähnliche experimentelle Bedingungen empfohlen.

### 5.5.3 Detektorausbeute als Funktion der Energie

#### 5.5.3.1 Allgemeines

Das allgemeine Verfahren zur Messung der Emissionsraten von Gammastrahlung ist, eine Detektorausbeutekurve als Funktion der Energie für eine bestimmte Geometrie und einen festgelegten Energiebereich zu ermitteln. Die Ausbeutewerte dazwischenliegender Energien werden durch Interpolation zwischen gemessenen Werten bestimmt. Bei diesem Verfahren sind unter Umständen Korrekturen für Aufstockung und echte Koinzidenzsumme von Gammastrahlung erforderlich. Wenn die Gamma-Emissionsintensitäten bekannt sind, können die zugehörigen Aktivitäten der Radionuklide aus den Gamma-Emissionsraten berechnet werden.

#### 5.5.3.2 Große Quelle-Detektor-Abstände

Bei großen Abständen zwischen Probe und Detektor (typischerweise Abstände > 10 cm) kann die Unsicherheit der Wiederholpräzision der Proben-Detektor-Geometrie – und bei der Korrektur für echte Koinzidenzsumme der Photonenimpulse im Detektor – für Routinemessungen üblicherweise vernachlässigt werden. Daher werden Messungen bei großen Abständen zwischen Probe und Detektor gegenüber Messungen bei kleinen Abständen bevorzugt, solange die Aktivität der Probe groß genug ist, um innerhalb der vorgesehenen Zählzeit eine hinreichende Genauigkeit zu erreichen.

#### 5.5.3.3 Kleine Quelle-Detektor-Abstände

Analysen von Proben mit kleinen Aktivitäten werden an vielen unterschiedlichen kerntechnischen Anlagen durchgeführt. Proben flüssiger Ableitungen oder aus der Umwelt erfordern typischerweise kleine Abstände zwischen Probe und Detektor und lange Zählzeiten. Diese experimentellen Bedingungen können durch die großen Beiträge des Nulleffekts, schlechte Reproduzierbarkeit des Abstands zwischen Probe und Detektor, und großen Effekten der echten Koinzidenzsumme, wenn zwei oder mehr Gammaquanten koinzident vom selben Radionuklid emittiert werden, große Unsicherheiten und Messfehler erzeugen. Beispielsweise erzeugt eine Unsicherheit der Reproduzierbarkeit von  $\pm 1,0$  mm bei 5 cm Abstand zwischen Probe und

Detektor eine zusätzliche relative Messunsicherheit von etwa 4 % in der Nettopeakfläche für eine punktförmige Strahlungsquelle und einem HPGe-Detektor von 5 cm Durchmesser. Eine ähnliche oder sogar größere Unsicherheit kann sich aus der echten Koinzidenzsummutation von Gammastrahlung bei einem Abstand von 5 cm zwischen Quelle und Detektor für eine punktförmige Strahlungsquelle in Abhängigkeit des Radionuklid-Zerfallschemas ergeben.

Wann immer es möglich ist, sollte eine Probe mindestens 5 cm vom Detektor entfernt sein. Korrekturen für echte Koinzidenzsummutation sollten für alle Peaks durchgeführt werden, die es erfordern. Dies ist besonders wichtig, wenn der Abstand zwischen Quelle und Detektor  $< 5$  cm ist (siehe 6.2.5). Große Probenbehälter haben einen großen mittleren Abstand zwischen Quelle und Detektor, auch wenn sie sich in unmittelbarer Nähe zum Detektor befinden. Dieser Effekt reduziert den Effekt der echten Koinzidenzsummutation.

#### 5.5.3.4 Marinelli-Becher

Ein Marinelli-Becher (IEC 60973) ist ein Behälter mit einer Einbuchtung in seinem Boden, die es erlaubt, den Behälter über und um das Detektorgehäuse zu stellen. Diese Geometrie erzeugt eine große Sensitivität zur Messung gammastrahlender Radionuklide. Abhängig von der Größe des Marinelli-Bechers und der Detektorausbeute sind unter Umständen signifikante Korrekturen für echte Koinzidenzsummutation erforderlich, und die entsprechenden Korrekturen sollten abgeschätzt oder explizit berechnet werden. Die Prüfung in 9.1 ist unter Umständen hilfreich dabei, aufzuzeigen, ob Korrekturen für echte Koinzidenzsummutation vermieden werden können.

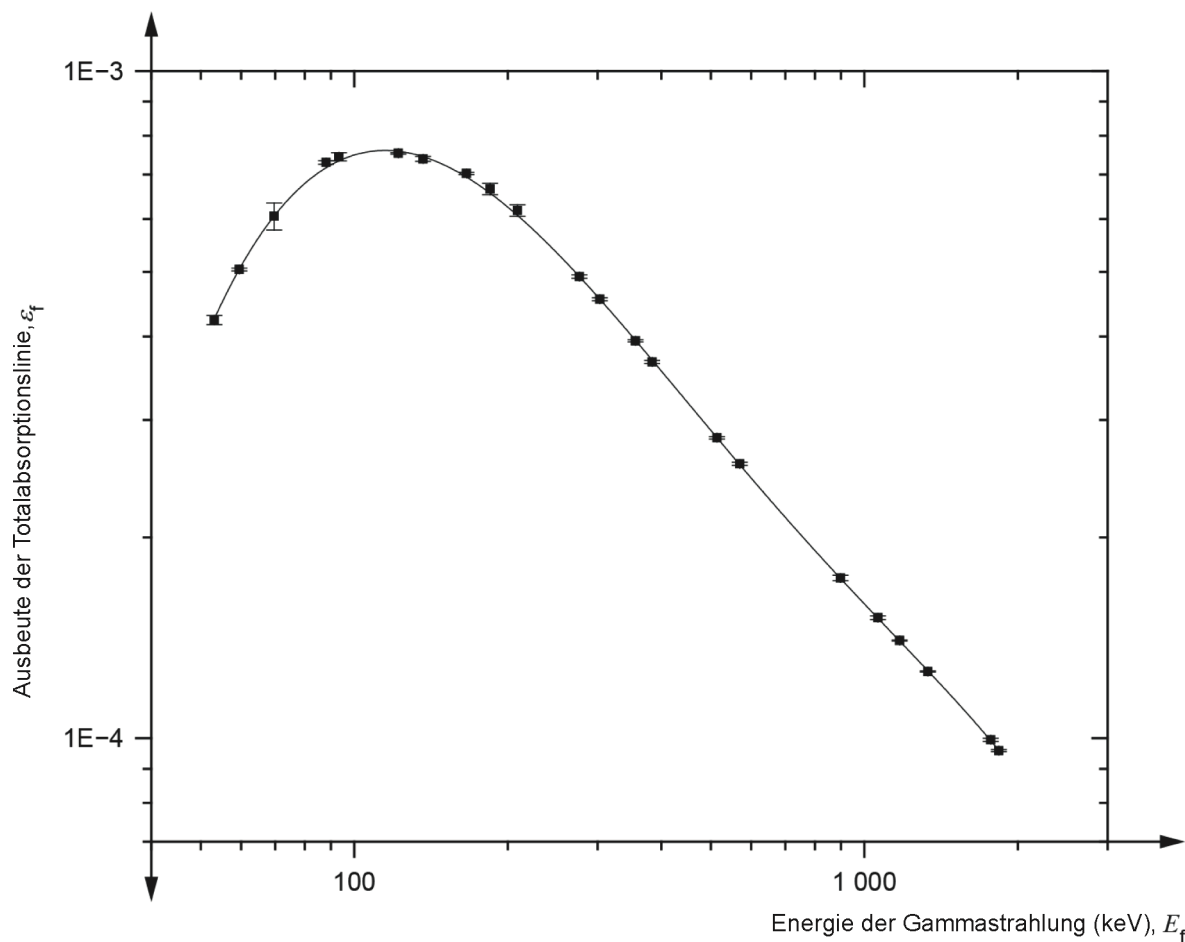
#### 5.5.4 Ausbeutefunktion

Die Werte der Ausbeute der Totalabsorptionslinie  $\varepsilon(E)$  bei der Energie  $E$  sollten graphisch dargestellt werden entweder a) als  $\varepsilon(E)$  in einer log-log-Darstellung (siehe Bild 1) oder b) als Funktion  $Y = \varepsilon(E) \times E^a$  in einer linearen Auftragung ( $a$  ist dabei eine Normierungskonstante wie in Bild 2 gezeigt). Diese zweite Funktion zeigt eine bessere graphische Auflösung der Ausbeutedaten.

Zwischen den Einzelwerten der Ausbeute sollten keine größeren Energielücken sein (besonders unterhalb 300 keV), die eine große Unsicherheit bei der Interpolation erzeugen. Ausbeutewerte für Energien unterhalb des niedrigsten gemessenen Energieausbeutepunkts dürfen nicht zur Bestimmung von Gamma-Emissionsraten benutzt werden. Oberhalb von etwa 300 keV nähert sich die Ausbeute als Funktion der Energie bei log-log-Skalierung innerhalb weniger Prozent einer Geraden. Bei vielen Detektoren ist die Abweichung von der Geraden zwischen 500 keV und 1 000 keV nur gering. Im Bereich  $2 \text{ MeV} < E < 4 \text{ MeV}$  dürfen die Ausbeutewerte durch lineare Extrapolation über den höchsten gemessenen Wert hinaus mit geringen Abstrichen an der Genauigkeit abgeschätzt werden. Jedoch ist es am besten, diese Extrapolation über die höchste gemessene Ausbeute hinaus zu vermeiden.

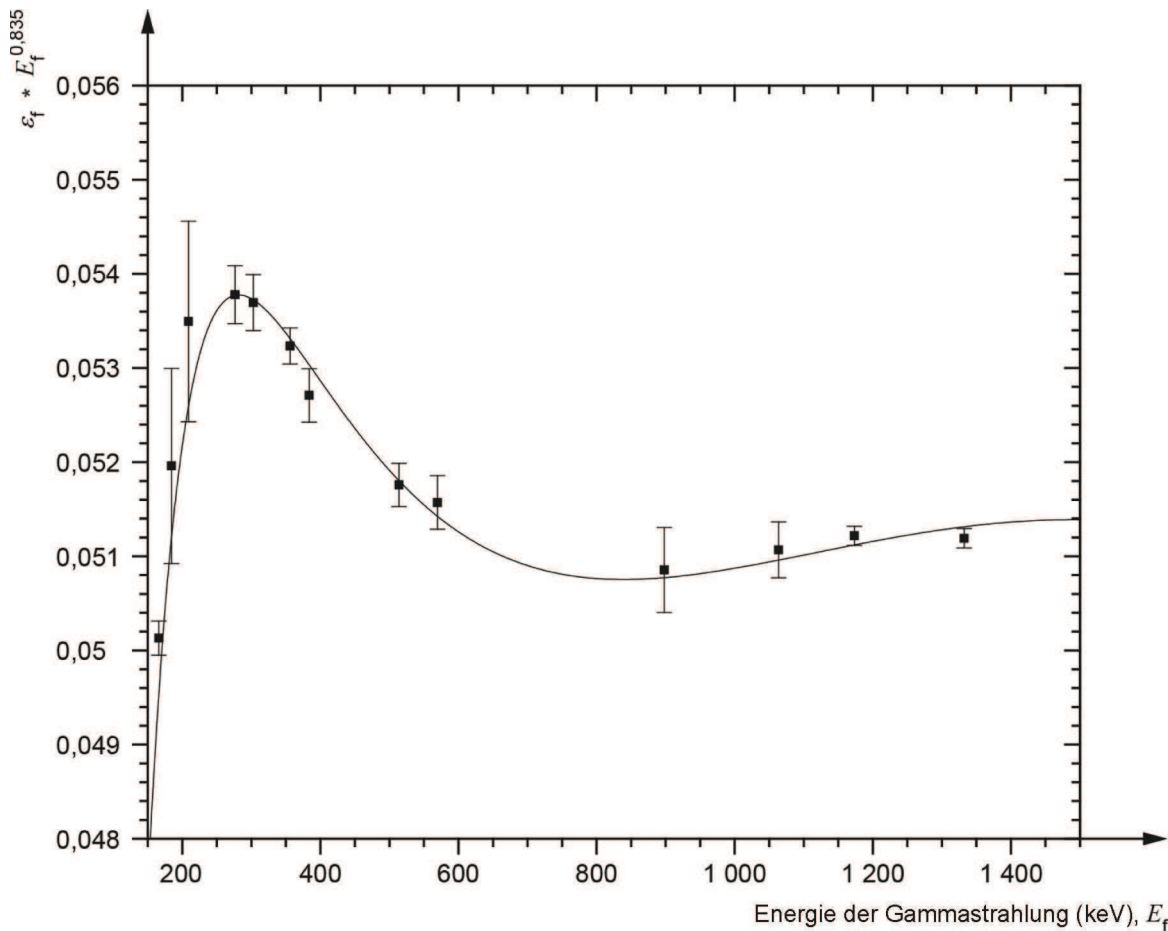
Werden die Ausbeutedaten an eine Funktion angepasst, sollte die Anzahl der angepassten Datenpunkte die Anzahl der zu bestimmenden Funktionsparameter um etwa den Faktor zwei überschreiten. Weiterhin sollten keine größeren Lücken in dem anzupassenden Energiebereich auftreten, wenn Oszillationen der Fitfunktion vermieden werden müssen. Die Extrapolation der Fitfunktion über die gemessenen Ausbeutedaten hinaus ist mit großen systematischen Fehlern behaftet.

**Empfehlung** – Als Fitfunktionen dürfen unterschiedliche Funktionen eingesetzt werden. Die Residuen des Fits und  $\chi^2$  geteilt durch die Freiheitsgrade können eine Aussage über die Güte der Anpassung liefern. Der Vergleich unterschiedlicher Fits kann Informationen bereitstellen, die die Auswahl der Funktion mit dem besten Fit für die Ausbeutedaten erlaubt. Der Anwender kann zwei (oder mehr) Energiebereiche für die Anpassung der Ausbeutedaten festlegen: Die Konsistenz zwischen den Fits sollte um die Nullstellen geprüft werden.



ANMERKUNG      Ausbeute als Funktion der Energie in einer log-log-Darstellung für eine punktförmige Strahlungsquelle im Abstand von 45 cm zum Detektor für ein koaxiales HPGe-Spektrometer.

**Bild 1 – Ausbeute der Totalabsorptionslinie als Funktion der Energie der Gammastrahlung**



ANMERKUNG Ein Teil der Daten in Bild 1, aufgezeichnet als  $\epsilon_f E_f (\text{keV})^{0.835}$  gegen die Energie der Gammastrahlung  $E_f (\text{keV})$ , wobei  $\epsilon_f$  die Ausbeute der Totalabsorptionslinie bei  $E_f (\text{keV})$  und  $E_f (\text{keV})$  die Energie der Gesamtenergielinie sind.

**Bild 2 –  $\epsilon_f E_f (\text{keV})^{0.835}$  als Funktion der Energie der Gammastrahlung**

## 6 Messung von Gammastrahlung mit HPGe-Spektrometern

### 6.1 Messung der Energie der Gammastrahlung

Die Energien der Gammastrahlung werden üblicherweise aus einer vorhergehenden Energiekalibrierung abgeleitet (siehe 5.3 und 5.4). Manchmal ist es wünschenswert, die Energien direkt aus dem Spektrum zu ermitteln. In diesem Falle muss die Kalibrierung anhand identifizierter Gammalinien mit genau bekannten Energien erfolgen.

### 6.2 Messung von Gamma-Emissionsraten und Aktivitäten für Radionuklide

#### 6.2.1 Allgemeines

Die Probe muss in der gleichen Quelle-Detektor-Geometrie gemessen werden wie diejenige, mit der die Ausbeute bestimmt wurde, es sei denn, die Unterschiede können akkurat durch Berechnung ausgeglichen werden. Das Gammastrahlungsspektrum muss für eine ausreichend lange Zähldauer mit der gleichen Verstärkung aufgenommen werden wie bei der Energiekalibrierung, um eine akzeptable statistische Unsicherheit zu erzeugen. Die Energien der Gammalinien im Spektrum müssen durch Anwenden der oben beschriebenen Energiekalibrierung identifiziert werden.

Warnung – Ist die Probengeometrie (z. B. der Quelle-Detektor-Abstand, die Art der Quelle) nicht identisch mit der für die Quelle zur Ermittlung der Ausbeute, müssen weitere Korrekturen für Unterschiede in den Raumwinkeln, das Verhältnis Fläche/Volumen der Quelle und/oder Matrizen durchgeführt werden.

Die Zählrate der Nettofläche von jeder der interessierenden Gammalinien wird wie in 5.4 beschrieben berechnet. Die Ausbeute der Totalabsorptionslinie für jede der interessierenden Linien wird aus der Ausbeutefunktion ermittelt, wie in 5.5.4 beschrieben. Die Anzahl der Gammaquanten, die für jede Totalabsorptionslinie je Sekunde emittiert wurden,  $R(E)$ , wird wie folgt berechnet:

$$R(E) = (n(E) - B(E)) \frac{\prod C_i}{\varepsilon(E)} \quad (2)$$

Dabei ist

|                  |                                                                                                                                                        |
|------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| $n(E)$           | die Nettozählrate in der Totalabsorptionslinie bei Energie $E$ ; $N(E)/T_L$ , wobei $N(E)$ die Nettopeakfläche und $T_L$ die Livetime der Zählung ist; |
| $B(E)$           | die Nettozählraten beliebiger interferierender Peaks im Nulleffekt;                                                                                    |
| $\varepsilon(E)$ | die Ausbeute der Totalabsorptionslinie;                                                                                                                |
| $C_i$            | die multiplikativen Korrekturfaktoren (wobei $i = d, r, c$ bzw. $a$ , wie im Folgenden festgelegt); und                                                |
| $\Pi$            | der Operator, der das Produkt der Korrekturfaktoren zurückgibt.                                                                                        |

Die Korrekturfaktoren  $C_i$  beinhalten Korrekturen für den Zerfall während der Zähldauer ( $i = d1$ ) und vom Beginn der Zähldauer bis zu einem Referenzzeitpunkt ( $i = d2$ ), Aufstockung ( $i = r$ ), echte Koinzidenzsumation ( $i = c$ ) und Unterschiede in der Schwächung durch die Probenzählgeometrie verglichen zur der des Normals ( $i = a$ ). Jeder Korrekturfaktor muss angewandt werden, wenn seine Größe voraussichtlich ein Drittel der akzeptablen Ungenauigkeit in der resultierenden Gamma-Emissionsrate überschreitet.

Wenn nur ein Nuklid zur Totalabsorptionslinie beiträgt, wird die Rate des Kernzerfalls oder die Aktivität (in der Einheit Becquerel, Bq) berechnet durch Division der Gamma-Emissionsrate (in der Einheit  $s^{-1}$ ) durch die zugehörige Gamma-Emissionsintensität  $P(E)$ , siehe Gleichung (3).

$$A = \frac{R(E)}{P(E)} \quad (3)$$

### 6.2.2 Subtraktion interferierender Peaks im Nulleffekt

Große Proben können den Detektor so von der Umgebungsuntergrundstrahlung abschirmen, dass sich eine niedrigere Zählrate ergibt als bei einer Messung ohne Probe. Zudem enthalten alle Böden etwas natürliche Radioaktivität von  $^{40}\text{K}$ , Th und U. Daher muss, wenn große Proben mit niedriger Aktivität gemessen werden, ein Nulleffektspektrum mit einer Blindprobe der gleichen Geometrie und Dichte gemessen werden. Die Messdauer des Nulleffekts muss mindestens gleich lang sein wie die Zähldauer der Messprobe.

Das Nulleffektspektrum der Blindprobe, normiert auf die gleiche Zähldauer, könnte Kanal für Kanal vom Probenspektrum subtrahiert werden. Vorzugsweise sollte das Nulleffektspektrum jedoch ausgewertet werden, um die Zählraten der Peaks des Nulleffektspektrums  $B(E)$  bei den Energien  $E$  zu erhalten. Wird (bevorzugt) das letztere Verfahren angewandt, werden die Zählraten für die Peaks des Nulleffektspektrums von den entsprechenden Zählraten der Nettopeakfläche  $n(E)$  im Probenspektrum subtrahiert (siehe Gleichung (2)). Die Zählstatistik jedes registrierten Impulses bleibt durch die Subtraktion der entsprechenden Zählraten der Peaks des Nulleffektspektrums von denen der Proben erhalten. Dieses Verfahren ist auch weniger anfällig für kleine Schwankungen der Energiekalibrierung. Das Spektrum der Blindprobe sollte nach Möglichkeit daraufhin überprüft werden, ob alle Nulleffektpeaks identifiziert und keine falschen Peaks ausgewertet wurden.

### 6.2.3 Radioaktiver Zerfall

#### 6.2.3.1 Allgemeines

Der Korrektionsfaktor, der den radioaktiven Zerfall ausgleicht, besteht üblicherweise aus zwei Komponenten:

- Zerfall während der Messdauer; und
- Zerfall seit einem vorhergehenden Zeitpunkt, üblicherweise eine Probenbestrahlungszeit (z. B. bei der Neutronenaktivierungsanalyse) oder dem Zeitpunkt einer Probenahme oder ein Referenzzeitpunkt.

Bei der Probenahme radioaktiver Proben oder bei der Bestrahlung über eine Zeitspanne vergleichbar mit der Halbwertszeit der interessierenden Radionuklide muss noch ein dritter Korrektionsfaktor angewandt werden. Diese Korrektionsfaktoren werden im Folgenden bezeichnet als  $C_{d1}$ ,  $C_{d2}$  bzw.  $C_{d3}$ . Der Gesamtkorrektionsfaktor für radioaktiven Zerfall kann ausgedrückt werden als

$$C_d = C_{d1} \times C_{d2} \times C_{d3} \quad (4)$$

Bild 3 zeigt die Zeiten, für die jede Korrektion für die Gleichungen zur Zerfallskorrektion in 6.2.3.2, 6.2.3.3 und 6.2.3.4 erfolgt.

#### 6.2.3.2 Radioaktiver Zerfall während der Zähldauer

Wenn während der Zähldauer signifikanter Zerfall ( $> 10\%$ ) stattfindet, ist es notwendig, die Nettopeakfläche zu korrigieren, so dass die Gamma-Emissionsraten oder Aktivitäten der Radionuklide zu Beginn der Messung bestimmt werden. Wird diese Korrektion nicht angewandt, wenn signifikanter Zerfall während der Zähldauer stattfindet, werden die gemessenen Gamma-Emissionsraten für einen Zeitpunkt nach Messbeginn angegeben. Die folgende Gleichung beschreibt diese multiplikative Korrektion:

$$C_{d1} = \frac{\lambda T_r}{1 - e^{-\lambda T_r}} \quad (5)$$

Dabei ist

|           |                                                                                            |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------|
| $C_{d1}$  | der Korrektionsfaktor für Zerfall während der Messung;                                     |
| $\lambda$ | die Zerfallskonstante, $\lambda = \ln(2)/T_{1/2}$ , wobei $T_{1/2}$ die Halbwertszeit ist; |
| $T_r$     | die Echtzeit der Messung; und                                                              |
| $e$       | = 2,718 28... die Basis des natürlichen Logarithmus.                                       |

Diese Korrektion setzt eine konstante Totzeit während der Messung voraus. Ändert sich die Totzeit während des Messintervalls signifikant, entsteht ein systematischer Fehler.

#### 6.2.3.3 Radioaktiver Zerfall vom Beginn der Zähldauer bis zu einem Referenzzeitpunkt

Die Korrektion für den radioaktiven Zerfall vom Beginn der Zähldauer bis zu einem Referenzzeitpunkt wird bestimmt durch die folgende Gleichung:

$$C_{d2} = e^{\lambda T_d} \quad (6)$$

Dabei ist

|          |                                                                                           |
|----------|-------------------------------------------------------------------------------------------|
| $C_{d2}$ | der Korrektionsfaktor für den Zerfall vom Referenzzeitpunkt bis zum Beginn der Zähldauer; |
| $T_d$    | die Zerfallsdauer von einem Referenzzeitpunkt bis zum Beginn der Zähldauer.               |

#### 6.2.3.4 Korrektur während der Probenahme oder der Bestrahlungsdauer

Es können zwei Möglichkeiten zur Berechnung der Korrektur zu Beginn der Aktivierung einer Probe verwendet werden, nämlich mit konstanter Rate während der Bestrahlung oder mit konstanter Rate der Aktivitätsmessung (siehe Bild 3). Wenn Interesse an der Anzahl der Atome in der nichtbestrahlten Probe besteht, die zur Aktivierung während einer Bestrahlung zur Verfügung stehen, z. B. bei der Neutronenaktivierungsanalyse, ist eine Sättigungsaktivität hilfreich (das ist die Anzahl der Atome, die bei Sättigung aktiviert wären). Hierbei ist

$$C_{d3} = \frac{1}{1 - e^{-\lambda T_i}} \quad (7)$$

Dabei ist

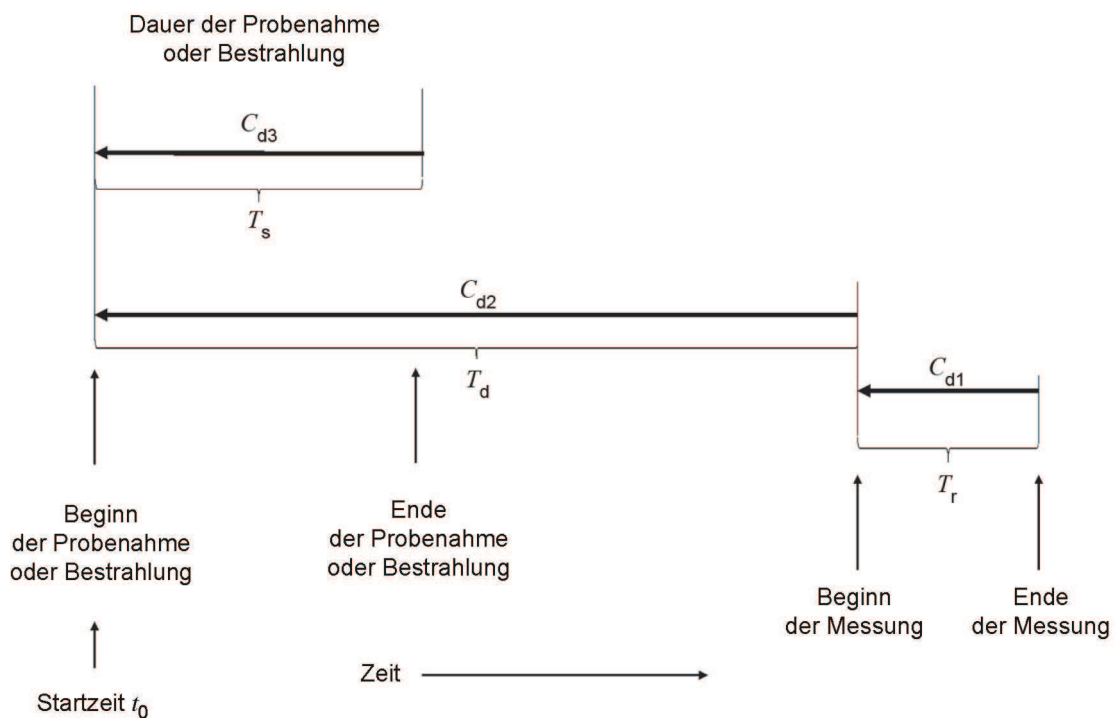
$T_i$  die Bestrahlungsdauer.

Werden jedoch bereits aktivierte Nuklide bei konstanter Rate erfasst, wie z. B. bei der Erfassung von Radionukliden bei Untersuchungen von Reaktorabwasser, kann ein Wert, der die Zerfallsrate im beprobten Abwasserstrom zum Zeitpunkt  $T_s$  darstellt, von Interesse sein (siehe Bild 3). Hierbei ist

$$C_{d3} = \frac{\lambda T_s}{1 - e^{-\lambda T_s}} \quad (8)$$

Dabei ist

$T_s$  die Probenahmedauer.



**ANMERKUNG** Definition verschiedener Ereignisse ausgedrückt in Zeiteinheiten, wobei  $t_0$  die Startzeit,  $T_s$  die Dauer der Probenahme oder Bestrahlung,  $T_d$  die Zerfallsdauer der Probe und  $T_r$  die Echtzeit sind. Die Pfeile zeigen auf die Zeitpunkte, zu denen die jeweilige Zerfallskorrektur anwendbar ist.

**Bild 3 – Definition von Zeiten für Zerfallskorrektur**

#### 6.2.4 Aufstockung (Zufallssummation)

Aufstockungskorrektur muss angewandt werden, wann immer die erwünschte Messgenauigkeit es erfordert. Die Aufstockungskorrektur  $C_r$  darf mithilfe eines von mehreren Verfahren gemessen werden. Drei weit verbreitete Messverfahren sind:

- Verfahren 1: Einsatz einer beweglichen intensiven Gammastrahlenquelle niedriger Energie und einer fest angebrachten Quelle höherer Gammaenergie oder – alternativ – eines Satzes von Quellen, deren relative Aktivitäten präzise bekannt sind, mit Zählraten der Quellen von etwa  $300 \text{ s}^{-1}$  bis zu  $40\,000 \text{ s}^{-1}$ ;
- Verfahren 2: Einsatz von Techniken zur Verlängerung der Livetime, wobei diese zur Kompensation der unterdrückten Aufstockungsimpulse verlängert wird; und
- Verfahren 3: Einsatz eines Präzisionspulsers mit bekannter Wiederholfrequenz (angeschlossen an den Prüfeingang des Vorverstärkers).

Obwohl jedes dieser Verfahren eine leicht abweichende Korrektur liefert, liegt der Unterschied zwischen den Verfahren typischerweise bei weniger als 20 % der Korrektur. Der Typ des Analog-Digital-Umsetzers und des Algorithmus zur Bestimmung der Peakfläche können sich auf die Größe der Energieabhängigkeit der Aufstockungskorrektur auswirken.

Eine Beschreibung des Verfahrens mit einem Quellsatz ist in A.7.2 gegeben. Beschreibungen von Verfahren 2 und Verfahren 3 zur Messung der Aufstockungskorrektur können in A.7.3 bzw. A.7.4 sowie in der Literatur gefunden werden. Der Einsatz dieser anderen Arten automatischer elektronischer Korrekturmöglichkeiten der Aufstockung ist zulässig, wenn die Validierungsprüfung unter „Aufstockung (Zufallssummation)“ in 7.6 bestanden wurde.

Empfehlung – Bei der Einstellung des Systems müssen die Empfehlungen des Herstellers beachtet werden. Wenn analoge Elektronik verwendet wird, sollte die Konstante der Impulsformzeit des Verstärkers so gesetzt werden, dass die Gesamtleistung des Spektrometers optimiert wird, wenn hohe Zählraten aufgezeichnet werden müssen (d. h. Abwägen der Energieauflösung gegen die Zählratenleistung). Größere Indizes der Impulsformungszeit ( $f_{1/2} > 5 \mu\text{s}$ ) ergeben typischerweise eine bessere Energieauflösung, aber eine schlechtere Zählratenleistung. Für Verstärker, die bei einer unipolaren Konstante der Impulsformungszeit von  $f_{1/2} = 5 \mu\text{s}$  betrieben werden, beträgt die Impulsbreite bei 1 % Impuls-Level etwa  $12 \mu\text{s}$ ; bei Inputzählraten von  $< 1\,000 \text{ s}^{-1}$ , beträgt die Aufstockungskorrektur üblicherweise  $< 1 \%$  und darf vernachlässigt werden.

Warnung – Hohe Zählraten können zu Totzeit-Unsicherheiten im Analog-Digital-Umsetzer und zur Aufstockung von Impulsen im Verstärker führen. Obwohl die Livetime-Uhr des Vielkanalanalysators nur Zeiten erfasst, während die impulsverarbeitenden Schaltkreise Impulse annehmen können, können bei sehr hohen Raten ( $> 10\,000 \text{ s}^{-1}$ ) die Unterschiede in der Livetime-Uhr signifikant werden ( $> 5 \%$ ). Bei digitaler Elektronik wird die vom Hersteller bereitgestellte Aufstockungsunterdrückung verwendet und verifiziert, dass die Peakfläche und Auflösung nicht für den gesamten erforderlichen Zählbereich beeinflusst werden.

Warnung – Pile-up-Rejektoren sind unter Umständen hilfreich bei hohen Zählraten, da sie das Speichern von aufgestockten Impulsen im Spektrum verhindern und dadurch das Kontinuum zwischen und unter den Spektrallinien unterdrücken. Wenn der Vorgang der Aufstockungsunterdrückung abhängig von den Impulsamplituden ist, könnten inakzeptabel große Messfehler in der Korrektur der Zählraten von Nettopeakflächen resultieren. Daher ist der Einsatz von Aufstockungsunterdrückung mit oder ohne Livetime-Ausgleich oder von verlustfreien Messtechniken nur zulässig, wenn der Anwender zeigt, dass sie keine inakzeptablen Messfehler in der Messung erzeugt, siehe 7.6. Kommerziell erhältlich sind verlustfreie Zählmodule und Programme, die die Totzeit während der Datenerfassung überwachen, um eine variable Totzeit zu kompensieren. Für weitergehende Informationen wird auf die Handbücher, Broschüren und Kataloge der Hersteller verwiesen. Die Leistung dieser Systeme muss vor der Nutzung mit der Leistungsprüfung unter „Aufstockung (Zufallssummation)“ in 7.6 überprüft werden. Die Grundlagen, nach denen einige verlustfreie Zählmodule arbeiten, könnten zur Verzerrung der Zählstatistik führen.

#### 6.2.5 Echte Koinzidenzsummation (Kaskade)

Korrekturen für echte Koinzidenzsummation müssen immer dann angewandt werden, wenn die Zählbedingungen signifikante Koinzidenzsummationseffekte von Gammastrahlung bei interessierenden

Radionukliden hervorrufen. Dabei sollte angenommen werden, dass diese Korrekturen für alle Zählgeometrien erforderlich sind, bei denen der mittlere Abstand Probe zu Detektor < 10 cm beträgt, außer es wurde als verzichtbar nachgewiesen.

Koinzidenzsummutation ist abhängig vom Radionuklidzerfallsschema und von der Detektorausbeute. Es gibt zwei Arten von Effekten: „Summing-out“, das zum Verlust von Impulsen aus der Totalabsorptionslinie führt, und „Summing-in“, was zum Addieren von Impulsen zur Totalabsorptionslinie führt (z. B. kann der 2 734-keV-Crossoverpeak mit niedriger Emissionswahrscheinlichkeit beim Zerfall von  $^{88}\text{Y}$  Impulse von der Summation der 898-keV- und 1 836-keV-Kaskadengammalinien mit hoher Emissionswahrscheinlichkeit enthalten). Programme, die zur Bestimmung der Korrekturen für echte Koinzidenzsummutation  $C_c$  für spezifische Radionuklide und Quelle-Detektor-Geometrien entwickelt wurden, sind in der Literatur beschrieben ([2]<sup>1</sup>, [28], [29], [42], [43]). Eine kurze Beschreibung der echten Koinzidenzsummutation und der Gleichungen, die erforderlich sind, um die Verluste oder Gewinne eines Gammapeaks zu bestimmen, sind in Anhang C angeführt.

Vorsicht – Charakteristische Röntgenstrahlung aus Elektroneneinfang oder Übergängen mit innerer Konversion können ebenfalls mit Gammastrahlen summieren, wenn Detektoren mit dünnen Fenstern eingesetzt werden, um gleichzeitig niederenergetische Röntgen- und Gammastrahlung zu messen. Eine Alternative zur Verringerung dieses Effekts ist das Einfügen eines Absorbers (z. B. 0,5 mm dickes Kupfer, 1 mm dickes Zinn) zwischen Quelle und Detektor, wenn das nicht gegen die grundlegenden Ziele der Messung verstößt. Korrekturen für die Schwächung von Photonen müssen bei der Benutzung eines Absorbers (einschließlich von Absorbern für Betastrahlung) durchgeführt werden, wenn die Ausbeutekurve nicht mit Absorber aufgenommen wurde. Wenn Software zur Durchführung der Korrekturen für Koinzidenzsummutation eingesetzt wird, müssen keine Absorber hinzugefügt werden.

Vorsicht – Betateilchen und die mit ihnen einhergehende Bremsstrahlung, die beim Zerfall von Beta-emittierenden Radionukliden entstehen, können signifikant zum Kontinuum eines Spektrums beitragen. Weiterhin folgen die Gammaquanten prompt der Betastrahlung (wenn isomere Übergänge außer Betracht gelassen werden). In den meisten Programmen zur Korrektur für echte Koinzidenzsummutation ist die Koinzidenzsummutation von Betateilchen und der mit ihnen einhergehenden Bremsstrahlung nicht enthalten. Unter diesen Umständen kann das Einfügen eines Absorbers mit niedriger Ordnungszahl zwischen Quelle und Detektor die Detektion von Betateilchen signifikant reduzieren und somit auch ihre Summation mit Gammaquanten. Die Korrektur für die Schwächung von Gammastrahlung im Absorber für Betateilchen muss in der Bestimmung der Ausbeute enthalten sein oder als separate Korrektur berechnet werden.

## 6.2.6 Korrektur für Ausbeuteübertragung

### 6.2.6.1 Allgemeines

Immer wenn sich die Zählgeometriebedingungen von den Kalibrierbedingungen unterscheiden, müssen Korrekturen für Ausbeuteübertragung eingeführt werden. Diese Korrekturen sollten Folgendes berücksichtigen:

- Änderungen des Quelle-Detektor-Abstands;
- Unterschiede in Form, Matrix und Dichte der Probe;
- externe Absorber.

Es können Ausbeuteübertragungsverfahren (numerisch oder Monte Carlo) verwendet werden, um diese Korrekturen zu berechnen (siehe Abschnitt 12). In einfachen Fällen, in denen keine Änderung der Geometrie vorliegt, kann die Schwächungskorrektur als Produkt von zwei Komponenten berechnet werden, die externe Absorber  $C_{a1}$  und Unterschiede in der Matrix oder Dichte identisch geformter Proben  $C_{a2}$  berücksichtigen. Diese Korrekturen werden dann kombiniert als

$$C_a = C_{a1} \times C_{a2} \quad (9)$$

Dabei ist

$C_a$  die Schwächungskorrektur.

<sup>1</sup> Nummern in eckigen Klammern beziehen sich auf die Literaturhinweise.

### 6.2.6.2 Schwächung außerhalb der Probe

Wird ein Absorber zwischen Probe und Detektor eingefügt, ist die Korrektur für die Strahlschwächung durch den Absorber wie folgt:

$$C_{a1} = e^{\mu \rho d} \quad (10)$$

Dabei ist

- $\mu$  der Massen-Schwächungskoeffizient (in Abhängigkeit der Energie und des Absorbermaterials);
- $\rho$  die Dichte des Absorbers; und
- $d$  die mittlere Dicke des Absorbers.

Für kleine Probe-Detektor-Abstände muss diese Gleichung unter Umständen geändert oder die Korrektur direkt gemessen werden.

Empfehlung – Der Massen-Schwächungskoeffizient für verschiedene Elemente, Verbindungen und Gemische kann experimentell bestimmt [51] und zudem gefunden werden auf z. B.: <https://physics.nist.gov/PhysRefData/Xcom/html/xcom1.html>

### 6.2.6.3 Schwächung innerhalb der Probe (Selbstabsorption)

#### 6.2.6.3.1 Allgemeines

Wenn die Ausbeute der Totalabsorptionslinie nicht mit einem Normal mit der gleichen Matrix und Dichte wie die der Probe gemessen werden kann, ist unter Umständen eine weitere Schwächungskorrektur zu der für die Ausbeute der Totalabsorptionslinie erforderlich (dabei müssen die physikalische Konfiguration von Normal und Probe gleich sein). Eine Korrektur muss durchgeführt werden, wenn ohne Korrektur ein signifikanter resultierender Messfehler erwartet wird. Diese Korrektur ist am wichtigsten für niederenergetische Gamma- oder Röntgenstrahlung und Proben, die Elemente mit hohen Ordnungszahlen enthalten.

#### 6.2.6.3.2 Berechnung für eine gleichmäßig ebene Probe

Die Korrektur für die Selbstabsorption in einer ausgedehnten homogenen Probe kann durch numerische Integration (der Übertragung durch eine Materialschicht nach Lambert-Beerschem Gesetz) über die Probendicke durchgeführt werden. Für große Quelle-Detektor-Abstände (relativ zu den Maßen einer gleichmäßig ebenen Probe) darf die relative Korrektur für die Selbstabsorption (die nicht in der gemessenen Ausbeute enthalten ist) abgeschätzt werden nach:

$$C_{a2} = \frac{\mu_u(E) \rho_u d}{1 - e^{-\mu_u(E) \rho_u d}} \times \frac{1 - e^{-\mu_s(E) \rho_s d}}{\mu_s(E) \rho_s d} \quad (11)$$

Dabei ist

- $\mu_u(E)$  der Massen-Schwächungskoeffizient bei Energie  $E$  der Probe;
- $\mu_s(E)$  der Massen-Schwächungskoeffizient bei Energie  $E$  des Normals für die Ausbeutemessung;
- $\rho_u$  die Dichte der Probe;
- $\rho_s$  die Dichte des Normals für die Ausbeutemessung; und
- $d$  die Dicke des Normals bzw. der Probe.

#### 6.2.6.3.3 Gemessene Korrektur

Die Schwächungskorrektur (relativ zu der des Normals für die Ausbeutemessung) für Proben der gleichen Form, aber bestehend aus einer anderen Matrix oder Dichte darf gemessen werden. Dazu sollte ein Normal der gleichen Form, aber anderer Matrix oder Dichte mit Gammastrahlung, die den interessierenden Energiebereich abdeckt, unter den gleichen Bedingungen wie bei der Bestimmung der Ausbeutekurve gemessen werden. Die