

**DIN ISO 20042
(VDE 0493-2042)**
DIN

Diese Norm ist zugleich eine **VDE-Bestimmung** im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.

VDE

ICS 13.280

Einsprüche bis 2017-01-18

Entwurf
**Bestimmung der Radioaktivität –
Gammastrahlung emittierende Radionuklide –
Allgemeines Messverfahren mittels Gammaskpektrometrie
(ISO/CD 20042:2016)**

Measurement of radioactivity –
Gamma-emitting radionuclides –
Generic test method using gamma spectrometry
(ISO/CD 20042:2016)

Mesurage de la radioactivité –
Radionucléides émetteurs gamma –
Méthode d'essai générique par spectrométrie gamma
(ISO/CD 20042:2016)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-11-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 97 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE
DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist ...

Inhalt	Seite
Nationales Vorwort.....	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	8
2 Normative Verweisungen	8
3 Begriffe	9
4 Formelzeichen	11
5 Prinzip.....	12
6 Validierungsmessungen mittels Gammaskpektrometrie	14
6.1 Allgemeines	14
6.2 Schritt 1: Nutzeranforderungen	14
6.3 Schritt 2: Technische Anforderungen	14
6.4 Schritt 3: Detaillierte Ausführung	16
6.5 Schritt 4: Inbetriebnahme	16
6.6 Schritt 5: Validierungsuntersuchungen.....	16
6.7 Schritt 6: Robustheit	16
6.8 Schritt 7: Betrieb und Wartung	17
7 Kernzerfallsdaten.....	17
7.1 Empfohlene Kernzerfallsdaten	17
7.2 Auswahl von Gammalinien für die Aufnahme in Bibliotheken zur Spektralanalyse	18
7.3 Zerfallsketten	18
8 Kalibrierung des Detektors bezüglich Energie und Ansprechwahrscheinlichkeit.....	18
8.1 Energiekalibrierung.....	18
8.2 Kalibrierung bezüglich Ansprechwahrscheinlichkeit	19
8.3 Referenzquelle(n) für die Energiekalibrierung.....	20
8.4 Referenzquelle(n) für die Kalibrierung bezüglich Nachweiswahrscheinlichkeit	20
9 Probenbehälter	21
10 Verfahren	22
10.1 Verfahren der Probenmessung	22
10.2 Analyse des Spektrums.....	24
11 Darstellung der Ergebnisse	25
11.1 Berechnung der Aktivität pro Gramm der Probe	25
11.2 Bestimmung der charakteristischen Grenzen	26
12 Prüfbericht	26
Anhang A (normativ) Qualitätssicherung und Programm zur Qualitätskontrolle	27
A.1 Allgemeines	27

	Seite
A.2 Einflussgrößen	27
A.3 Überprüfung der Geräte	27
A.4 Überprüfung des Verfahrens	27
A.5 Qualitätssicherungsplan	27
A.6 Energiekalibrierung	27
A.7 Kalibrierung bezüglich Nachweiswahrscheinlichkeit	28
A.8 Halbwertsbreite	28
A.9 Untergrund	28
A.10 Überprüfung der Messungen	28
A.11 Schulung und Beurteilung der Mitarbeiter	28
A.12 Dokumentation	28
Anhang B (normativ) Korrekturen an dem Analyseprozess	29
B.1 Allgemeines	29
B.2 Probengeometrie	29
B.3 Korrektur bezüglich Zusammensetzung und Dichte (interne Absorption)	30
B.4 Pulsaufstockung (en: pile up)	31
B.5 Kaskaden-Summenkorrektur (en: true summing correction)	32
Anhang C (normativ) Unsicherheitsbudget	33
C.1 Allgemeines	33
C.2 Unsicherheitskomponenten	33
C.3 Umsetzung des Unsicherheitsbudgets	34
Anhang D (informativ) Detektortypen	35
D.1 Charakteristika von Halbleiter-Detektoren	35
D.2 Charakteristika von Szintillations-Detektoren	36
Anhang E (informativ) Beispiel: Berechnung des ¹³⁷ Cs Aktivitätsgehalts und der charakteristischen Grenzen in einer wässrigen Probe	37
E.1 Prinzip	37
E.2 Messung	37
E.3 Berechnung des Aktivitätsgehalts	37
E.4 Charakteristische Grenzen	40
E.5 Erkennungsgrenze	40
E.5 Nachweisgrenze	41
Anhang F (informativ) Beispiel: Simulation von Korrekturfaktoren bezüglich Probenpositionierung, Geometrie, Matrix, Dichte und Kaskaden-Summentation	42
F.1 Einleitung	42
F.2 Einfluss des Abstandes zwischen Probe und Detektor (H1)	43
F.3 Einfluss der Achsenverschiebung (PA)	43
F.4 Einfluss der Füllhöhe (HS)	44
F.5 Nachweiswahrscheinlichkeit für verschiedene Probenschichten	45

F.6	Einfluss der Dichte (RO) und der Matrix (MA).....	46
F.7	Auswirkung der Kaskaden-Summenkorrektur [en: true summing (cascade) correction] als Funktion des Abstandes von Probe zu Detektor (H1).....	47
F.8	Zusammenfassung	47
	Literaturhinweise.....	48

Bilder

Bild 1	– Schema der Validierung	14
Bild E.1	– ¹³⁷ Cs-Photolinie in einem Gammaspektrum einer wässrigen Prüfprobe	38
Bild F.1	– Geometrie: Filter relative Nachweiswahrscheinlichkeit als Funktion von H1 [in mm]	43
Bild F.2	– Geometrie: 0,25 l Becher relative Nachweiswahrscheinlichkeit als Funktion von H1 [in mm].....	43
Bild F.3	– Geometrie: Filter relative Nachweiswahrscheinlichkeit als Funktion von PA [in mm]	44
Bild F.4	– Geometrie: 0,25 l Becher relative Nachweiswahrscheinlichkeit als Funktion von PA [in mm].....	44
Bild F.5	– Geometrie: 0,25 l Becher relative Volumen-Nachweiswahrscheinlichkeit als Funktion der Füllhöhe HS [in mm]	45
Bild F.6	– Geometrie: 0,25 l Becher, relative Zählereignisse pro Schicht	46
Bild F.7	– Geometrie: 0,25 l Becher Einfluss der Dichte [in g/cm ³] auf die relative Nachweiswahrscheinlichkeit.....	46
Bild F.8	– Geometrie: 0,25 l Becher Einfluss der Matrix auf die relative Nachweiswahrscheinlichkeit	46
Bild F.9	– Geometrie: Punktquelle Intensität der Zählverluste durch die Kaskade als Funktion von H1 [in mm]	47
Bild F.10	– Geometrie: 0,25 l Becher Intensität der Zählverluste durch die Kaskade als Funktion von H1 [in mm]	47

Tabellen

Tabelle 1	– Normreferenzen für Probennahme und Probenpräparation für verschiedene Arten von Proben	23
Tabelle B.1	– Korrekturen bezüglich Probengeometrie	29
Tabelle B.2	– Korrektur bezüglich Zusammensetzung und Dichte	30
Tabelle B.3	– Korrektur bezüglich Pulsaufstockung (en: pile up)	31
Tabelle B.4	– Kaskaden-Summenkorrektur (en: true summing correction).....	32
Tabelle C.1	– Komponenten vom Type A.....	33
Tabelle C.2	– Komponenten vom Type B.....	34
Tabelle D.1	– Charakteristika von Halbleiter-Detektoren für Prüfproben und tragbare Gammaspektrometer	35
Tabelle D.2	– Charakteristika von Szintillations-Detektoren	36
Tabelle E.1	– Gemessene Zählereignisse für die auf dem Detektor platzierte Prüfprobe im Bereich der ¹³⁷ Cs-Photolinie, $t_m = 60\,000\text{ s}$	39
Tabelle E.2	– Die Tabellenüberschrift ist noch einzusetzen.....	39
Tabelle F.1	– Die Tabellenüberschrift ist noch einzusetzen	42

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument ISO/CD 20042 „Measurement of radioactivity – Gamma-emitting radionuclides – Generic test method using gamma spectrometry“ (CD, en: Committee Draft) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des CD entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigefügt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument ISO/CD 20042 wurde vom TC 85/SC 2 der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erarbeitet und den nationalen Komitees zur Stellungnahme vorgelegt.

Die IEC und das Europäische Komitee für Elektrotechnische Normung (CENELEC) haben vereinbart, dass ein auf IEC-Ebene erarbeiteter Entwurf für eine Internationale Norm zeitgleich (parallel) bei IEC und CENELEC zur Umfrage (CDV-Stadium) und Abstimmung als FDIS (en: Final Draft International Standard) bzw. Schluss-Entwurf für eine Europäische Norm gestellt wird, um eine Beschleunigung und Straffung der Normungsarbeit zu erreichen. Dokumente, die bei CENELEC als Europäische Norm angenommen und ratifiziert werden, sind unverändert als Deutsche Normen zu übernehmen.

Da der Abstimmungszeitraum für einen FDIS bzw. Schluss-Entwurf prEN nur 2 Monate beträgt, und dann keine sachlichen Stellungnahmen mehr abgegeben werden können, sondern nur noch eine „JA/NEIN“-Entscheidung möglich ist, wobei eine „NEIN“-Entscheidung fundiert begründet werden muss, wird bereits der CD als DIN-Norm-Entwurf veröffentlicht, um die Stellungnahmen aus der Öffentlichkeit frühzeitig berücksichtigen zu können.

Für dieses Dokument ist das nationale Arbeitsgremium GUK 967.2 „Aktivitätsmessgeräte für den Strahlenschutz“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE (www.dke.de) zuständig.

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.

Der Zusammenhang der zitierten Dokumente mit den entsprechenden Deutschen Dokumenten ergibt sich, soweit ein Zusammenhang besteht, grundsätzlich über die Nummer der entsprechenden IEC-Publikation. Beispiel: IEC 60068 ist als EN 60068 als Europäische Norm durch CENELEC übernommen und als DIN EN 60068 ins Deutsche Normenwerk aufgenommen.

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

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.

Einleitung

Ein jeder wird mit natürlicher Umgebungsstrahlung exponiert. Die natürlichen Quellen der Strahlung sind kosmische Strahlung und natürlich auftretende radioaktive Substanzen, die innerhalb der Erde selbst und im menschlichen Körper vorhanden sind. Menschliche Aktivitäten, die den Umgang mit Strahlung und radioaktiven Stoffen beinhalten, verursachen Strahlenexposition zusätzlich zur natürlichen Exposition. Einige dieser Aktivitäten, wie zum Beispiel Bergbau und die Verwendung von Erz, das natürliche radioaktive Stoffe (NORM) enthält, und die Energieerzeugung durch Verbrennung von Kohle, die derartige Stoffe enthält, erhöhen die Exposition durch natürliche Strahlungsquellen. Kernkraftwerke und andere kerntechnische Einrichtungen verwenden radioaktive Stoffe und erzeugen radioaktive Abwässer und Abfälle während ihres Betriebs und bei ihrem Rückbau. Die Verwendung radioaktiver Stoffe in Industrie, Landwirtschaft und Forschung nimmt in der ganzen Welt zu.

Auch bewirken alle diese menschlichen Aktivitäten üblicherweise Strahlenexpositionen, die jedoch nur einen kleinen Teil des globalen mittleren Niveaus der natürlichen Strahlenexposition betragen. Die medizinische Anwendung von Strahlung ist die größte und weiter wachsende künstliche Quelle für Strahlenexpositionen in entwickelten Ländern. Dieses beinhaltet die diagnostische Radiologie, die Strahlentherapie, die Nuklearmedizin und die interventionelle Radiologie.

Strahlenexposition entsteht auch als Ergebnis von beruflichen Aktivitäten. Diese ergeben sich bei Arbeitern in der Industrie, Medizin und Forschung beim Umgang mit Strahlung oder radioaktiven Stoffen, als auch bei Passagieren und Besatzungsmitgliedern während des Luftverkehrs und bei Astronauten. Das mittlere Niveau der beruflichen Strahlenexposition ist üblicherweise unterhalb des globalen Mittelwertes der natürlichen Exposition [1].

Mit der zunehmenden Verwendung von Strahlung nehmen auch das mögliche Gesundheitsrisiko und die Bedenken der Öffentlichkeit zu. Deshalb werden alle diese Expositionen regelmäßig erfasst, um das Verständnis für globale Niveaus und zeitliche Trends bei der Exposition der Öffentlichkeit und der Arbeiter zu verbessern, um die Komponenten der Strahlenexposition zu untersuchen als auch, um ein Maß für ihre relative Bedeutung zur Verfügung zu stellen, und um auftauchende Probleme, die mehr Aufmerksamkeit und Untersuchungen erfordern, zu identifizieren. Während die Dosiswerte der Arbeiter meistens direkt gemessen werden, werden die Dosiswerte der Öffentlichkeit üblicherweise mittels indirekter Methoden unter Verwendung der Ergebnisse von Messungen der Radioaktivität an verschiedenen Quellen wie Abfall, Abwasser und/oder Umgebungsproben bestimmt.

Für den Prozess der Dosismessung ist es wesentlich, dass sich die Interessenvertreter (die Betreiber, die zuständigen Behörden, die örtlichen Informationskomitees und Vereine, usw.) auf geeignete Methoden und Verfahren für Probenahme, Handhabung, Transport, Speicherung und Aufbereitung der Proben, Prüfverfahren und für die Berechnung der Messunsicherheit einigen, um sicher zu stellen, dass die aus den Programmen zur Radioaktivitätsüberwachung erhaltenen Daten für den beabsichtigten Verwendungszweck geeignet sind. Da verlässliche, vergleichbare und für den Messzweck geeignete Daten wesentliche Voraussetzungen für jede auf Messungen der Radioaktivität basierende Entscheidung über die öffentliche Gesundheit sind, sind Internationale Normen für geprüfte und validierte Radionuklid-Prüfverfahren ein wichtiges Werkzeug für die Erzeugung solcher Messergebnisse. Die Anwendung von Normen dient auch dazu, eine kontinuierliche Vergleichbarkeit der Prüfergebnisse verschiedener Prüflaboratorien sicher zu stellen. Laboratorien wenden sie an, um ihre technische Qualifikation zu demonstrieren und um Eignungsprüfungen im Rahmen von Ringversuchen erfolgreich abzuschließen, zwei Voraussetzungen zur Erlangung der nationalen Akkreditierung. Zurzeit stehen über hundert internationale Normen für die Anwendung von Prüflaboratorien zur Messung der wesentlichen Radionuklide zur Verfügung. Diese wurden von Technischen Komitees der Internationalen Organisation für Normung, einschließlich ISO/TC85, und von der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) erstellt.

Fachgrundnormen helfen den Prüflaboratorien, den Messprozess zu managen und spezifische Normen helfen durch die Beschreibung von Prüfverfahren dem für die Radioaktivitätsmessungen verantwortlichen Personal. Letztere Normen überdecken Prüfverfahren für

- natürliche Radionuklide (einschließlich Kalium-40, Kohlenstoff-14 und diejenigen, die aus den Zerfallsreihen von Thorium und Uran herrühren, insbesondere Radium-226, Radium-228, Uran-234, Uran-238, Blei-210), die in jedem Material von natürlicher Herkunft gefunden werden können, oder die aus technischen Prozessen, die natürlich vorkommendes radioaktives Material beinhalten, freigesetzt werden

können (zum Beispiel Bergbau und Verarbeitung von mineralischen Sanden oder die Produktion und Verwendung von Phosphatdüngern):

- künstliche Radionuklide, wie die Transurane (Americium, Plutonium, Neptunium, Curium), Tritium, Kohlenstoff-14, Strontium-90, und gammastrahlende Radionuklide, die in Abfall, flüssigen und gasförmigen Ableitungen, in Umweltmedien (Wasser, Luft, Boden, Flora und Fauna), Lebensmitteln und Futter und als Ergebnis genehmigter Ableitungen in die Umwelt und als Fallout aus Explosionen von Kernwaffen in der Atmosphäre und von Unfällen wie die in Tschernobyl und Fukushima vorkommen.

Der Anteil der Untergrunddosisleistung, die auf den Menschen aus der Umgebungsstrahlung, hauptsächlich Gammastrahlung, einwirkt, ist sehr variabel und hängt von Faktoren wie der Radioaktivität im lokalen Gestein und Boden, der Art des Baumaterials und der Konstruktion der Häuser ab, in denen die Menschen leben und arbeiten.

Eine verlässliche Bestimmung der Aktivitätskonzentration der Gammastrahlung emittierenden Radionuklide in verschiedenen Umweltmedien ist für die Abschätzung der möglichen menschlichen Exposition (der Bevölkerung und der Arbeiter) durch die Radioaktivität aus allen diesen Quellen erforderlich, um die Übereinstimmung mit den Strahlenschutz- und Umweltschutzregeln zu belegen oder Anleitungen zur Reduzierung der Gesundheitsrisiken zur Verfügung zu stellen. Gammastrahlung emittierende Radionuklide werden auch als Tracer in Biologie, Medizin, Physik, Chemie und Ingenieurwesen verwendet; Genaue Messungen der Radionuklide werden auch für den Heimatschutz und in Verbindung mit der Nicht-Weitergabe von Kernwaffen verwendet.

Diese Internationale Norm beschreibt die allgemeinen Anforderungen und Instrumentierungen, um, nach geeigneter Probennahme, Probenhandhabung und Prüfmusteraufbereitung, die Aktivitätskonzentration von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden in Proben in einem Prüflabor oder direkt vor Ort zu quantifizieren.

Diese Norm muss im Zusammenhang mit einem Qualitätssicherungs-Managementsystem (ISO 17025) verwendet werden. Sie bildet die Grundlage für Messaufgaben unter Verwendung von Gammaspektrometrie, wie sie in [ISO 18589-3](#), [ISO 18589-7](#), ISO 10703, ISO 13164-2 und ISO 13165-3 angegeben sind.

Diese Norm gehört zu einem Satz von allgemeinen internationalen Normen zur Messung der Radioaktivität wie zum Beispiel ISO 19361.

Bestimmung der Radioaktivität – Gammastrahlung emittierende Radionuklide – Allgemeines Messverfahren mittels Gammaskpektrometrie

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm beschreibt Verfahren zur Bestimmung der Aktivität (in Bq) von gammastrahlenden Radionukliden mittels Gammaskpektrometrie in festen, flüssigen oder gasförmigen Proben nach geeigneter Vorbereitung in einem Prüflaboratorium. Hierzu gehören die folgenden Anwendungen:

- Routineüberwachung der freigesetzten Radioaktivität, die von kerntechnischen Anlagen oder von Orten, die erhöhte Konzentrationen von natürlich auftretenden radioaktiven Stoffen ableiten, stammt;
- Beiträge zur Bestimmung der Ausbreitung von Radioaktivität in der Umgebung;
- Untersuchung von Unfällen und Zwischenfällen mit dem Ziel, Sanierungsmaßnahmen zu planen und deren Effektivität zu überwachen;
- Beurteilung von möglicherweise kontaminierten Abfallstoffen aus den Hinterlassenschaften bei der Stilllegung kerntechnischer Anlagen;
- Überwachung von radioaktiven Kontaminationen in Stoffen wie Boden, Lebensmitteln, Futter, Trinkwasser, Grundwasser, Seewasser oder Klärschlamm;
- Messungen zur Abschätzung der Aktivitätsaufnahme (durch Inhalation, Nahrungsaufnahme oder Injektion) von gammastrahlenden Radionukliden in den Körper.

Es wird angenommen, dass der Anwender dieser Norm Informationen zur Zusammensetzung der Prüfproben (oder des Geländes) und der zu analysierenden Radionuklide erhalten hat. Es wird ebenfalls angenommen, dass die Prüfproben homogenisiert und repräsentativ für die zu prüfenden Stoffe sind.

Es sind allgemeine Anleitungen zur Präparation der Proben für die Messungen enthalten, jedoch müssen einige Probenarten gemäß den Anforderungen von speziellen Normen, auf die in diesem Dokument Bezug genommen wird, präpariert werden. Die allgemeinen Empfehlungen können auch für die Vor-Ort-Messung von Gammastrahlern hilfreich sein. Diese Norm beinhaltet allgemeine Ratschläge für die Auswahl von Ausrüstungsgegenständen (eine Liste der zu berücksichtigen Faktoren) (detailliertere Informationen sind im [Anhang A](#) enthalten), Detektoren (detailliertere Informationen sind im [Anhang D](#) enthalten) und zur Inbetriebnahme von Geräten und der Validierung von Verfahren. Der informative [Anhang F](#) fasst für typische Gammaskpektrometrie-Systeme die Einflüsse verschiedener Messparameter auf deren Ergebnisse zusammen. Qualitätskontrolle und routinemäßige Wartung werden ebenfalls abgedeckt, aber die elektrische Prüfung des Detektors und der Elektronik zur Pulsverarbeitung sind ausgeschlossen. Es wird angenommen, dass jedwede verwendete Software zur Datensammlung und zur Analyse in Übereinstimmung mit den relevanten Software-Normen, wie ISO/IEC 12207, geschrieben und geprüft wurde.

Die Kalibrierung unter Verwendung von Referenzmaterialien und/oder numerischem Verfahren wird abgedeckt, einschließlich der Verifikation der Ergebnisse. Sie beinhaltet auch das Verfahren zur Abschätzung des Aktivitätsgehalts der Probe (in Bq) aus dem Spektrum. Das Verfahren zur Vor-Ort-Messung von Gammastrahlung emittierenden Radionukliden wird von [ISO 18589-7](#) abgedeckt und liegt außerhalb des Anwendungsbereichs dieses Dokumentes.

Diese Norm behandelt, ohne darauf beschränkt zu sein, Gammastrahler, die Photonen im Energiebereich von 5 keV bis 3000 keV emittieren. Die Mehrzahl der Messungen fällt jedoch in den Bereich von 40 keV bis 2000 keV. Die Aktivität (in Bq) reicht von den niedrigen Niveaus (im Sub-Bq-Bereich), wie sie bei Umgebungsproben oder bei Personen bei der Ganzkörperzählung auftreten, bis zu den Niveaus bei Unfallbedingungen und hochaktiven Abfällen.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene

Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO 542, *Oilseeds – Sampling*

ISO 707, *Milk and milk products – Guidance on sampling*

ISO 5500, *Oilseed residues – Sampling*

ISO 5538, *Milk and milk products – Sampling – Inspection by attributes*

ISO 5667-1, *Water quality – Sampling – Part 1: Guidance on the design of sampling programmes and sampling techniques*

ISO 5667-10, *Water quality – Sampling – Part 10: Guidance on sampling of waste waters*

ISO 10381-1, *Soil quality – Sampling – Part 1: Guidance on the design of sampling programmes*

ISO 10381-2, *Soil quality – Sampling – Part 2: Guidance on sampling techniques*

ISO 10381-3, *Soil quality – Sampling – Part 3: Guidance on safety*

ISO 10381-4, *Soil quality – Sampling – Part 4: Guidance on the procedure for investigation of natural, near-natural and cultivated sites*

ISO 10381-5, *Soil quality – Sampling – Part 5: Guidance on the procedure for the investigation of urban and industrial sites with regard to soil contamination*

ISO 10381-7, *Soil quality – Sampling – Part 7: Guidance on sampling of soil gas*

ISO 10703, *Water quality – Determination of the activity concentration of radionuclides – Method by high resolution gamma-ray spectrometry*

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

ISO 17604, *Microbiology of the food chain – Carcass sampling for microbiological analysis*

ISO 18589-2, *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 2: Guidance for the selection of the sampling strategy, sampling and pre-treatment of samples*

ISO 18589-3, *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 3: Test method of gamma-emitting radionuclides using gamma-ray spectrometry*

ISO 18589-7, *Measurement of radioactivity in the environment – Soil – Part 7: In situ measurement of gamma-emitting radionuclides*

ISO 24333, *Cereals and cereal products – Sampling*

ISO/IEC Guide 98-3:2008, *Uncertainty of measurement – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM: 1995)*

ISO/IEC 12207 *Systems and software engineering – Software life cycle processes*

ISO/IEC 17025, *General requirements for the competence of testing and calibration laboratories*

IEC 61453, *Nuclear instrumentation – Scintillation gamma ray detector systems for the assay of radionuclides – Calibration and routine tests*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die folgenden Begriffe.

3.1

Photolinie

(en: photopeak)

in einem Gammaskpektrum beobachtet Linie auf Grund von Ereignissen, die die gesamte Energie des Photons im Detektormaterial deponieren, üblicherweise näherungsweise gaußförmig

3.2

Radionuklide

(en: radionuclide)

radioaktives Nuklid mit einer spezifizierten Kernladungszahl und Masse

3.3

Halbwertsbreite (FWHM)

(en: full width half maximum (FWHM))

Breite (in keV) der Photolinie bei der Hälfte des höchsten Wertes der Linie über dem Hintergrund-Kontinuum

3.4

Referenzquelle

(en: reference source)

Material (fest, flüssig oder gasförmig), das ein oder mehrere Radionuklide bekannter Aktivität (in Bq oder Bq/g oder Bq/ml) enthält und das so hergestellt ist, dass die Aktivität rückführbar auf nationale oder internationale primäre Radioaktivitätsnormale ist

3.5

Zerkleinerung

(en: comminution)

Reduzierung einer festen Probe auf kleine oder winzige Teile

3.6

Kalzinierung

(en: calcination)

Entfernung von flüchtigen Bestandteilen und von Wasser durch Erhitzen auf 135°C und 180°C

Anmerkung 1 zum Begriff Die Kalzinierung wird üblicherweise an Proben wie Erde angewendet.

3.7

Fraktionierung

(en: fractionation)

Trennprozess, bei dem eine bestimmte Menge einer Mischung (Gas, Feststoff, Flüssigkeit, Suspension oder Isotop) während einer Phasenumwandlung in eine Anzahl kleinerer Mengen (Fraktionen) geteilt wird, in denen die Zusammensetzung entsprechen einem Gradienten variiert (Flüssigkeiten zum Beispiel durch Destillation, Kristallisation, fraktioniertes Einfrieren, Chromatografie)

3.8

Perkolation

(en: percolation)

Trenntechnik zum selektiven Anreichern von Ionen eines Elements, zum Beispiel durch Ionenaustausch oder Ausfällen

3.9

Vor Ort

(en: in situ)

bezieht sich auf die Verwendung von tragbaren Gammaskpektrometern zur direkten Messung des Aktivitätsgehalts von großen Objekten wie Abfallfässern

3.10

Echtzeit

(en: real time)

Zeitspanne (in Sekunden), die zur Erfassung des Spektrums verwendet wurde

3.11

Live-Zeit

(en: live time)

Zeitspanne (in Sekunden), während der die Pulse während einer Messzeit (Echtzeit) verarbeitet wurden

Anmerkung 1 zum Begriff Die gesamte Geräte-Totzeit während der Messung eines Spektrums ergibt sich zu Echtzeit (en: real time) minus Live-Zeit (en: live time).

3.12

Erkennungsgrenze

(en: decision threshold)

Aktivitätswert, oberhalb dessen geschlossen werden kann, dass in der Probe (mit einer gegebenen Wahrscheinlichkeit) eine Aktivität nachgewiesen wurde

3.13

Nachweisgrenze

(en: detection limit)

kleinster wahrer Wert der Aktivität, der mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit erkannt werden kann

3.14

Weglänge

(en: pathlength)

(Definition muss noch hinzugefügt werden)

4 Formelzeichen

Für dieses Dokument gelten die folgenden Formelzeichen.

A Aktivität (in Bq) jedes Radionuklids in der Kalibrierquelle zur Kalibrierzeit (t_c). Die Aktivität ist gegeben durch:

$$A = A_0 \cdot e^{-\lambda(t_c - t_0)}$$

A_0 Aktivität jedes Radionuklids in der Kalibrierquelle zur zertifizierten Bezugszeit (t_0)

a Aktivität (in Bq) eines Radionuklids in der Probe

a^* Erkennungsgrenze (in Bq)

$a^\#$ Nachweisgrenze (in Bq)

$\tilde{a}$ Wahrer Wert der Aktivität

ε_E Nachweiswahrscheinlichkeit bei der Energie E

P_E Emissionswahrscheinlichkeit je Zerfall von Gammastrahlung eines Radionuklids mit der Energie E

λ Zerfallskonstante eines Radionuklids (in s^{-1}). Die Zerfallskonstante entspricht $\ln 2 \cdot t_{1/2}^{-1}$

m	Menge der Probe (in kg)
$n_{N,E}, n_{Ns,E}$	Anzahl der Zählereignisse in der Nettofläche einer Linie bei der Energie E im Probenspektrum beziehungsweise im Kalibrierspektrum
u	Die dem Messergebnis zugeordnete Standardunsicherheit (in Bq)
U	Erweiterte Unsicherheit berechnet gemäß $U = k \cdot u$, dabei ist k der Erweiterungsfaktor
t	Zähldauer des Probenspektrums (in s)
t_s	Zähldauer des Kalibrierspektrums (in s)
$t_{1/2}$	Halbwertszeit des Radionuklids (in s)
T	Temperatur

5 Prinzip

Die in den zu analysierenden Prüfproben vorhandene Aktivität von gammastrahlenden Radionukliden wird üblicherweise unter Verwendung von hochauflösenden, gammaspektrometrischen Techniken bestimmt, die auf der Analyse der Energien und der Linienflächen der Totalabsorptionslinien basieren.

ANMERKUNG 1 In bestimmten Fällen können Detektoren mit geringerer Auflösung wie Natriumjodid oder andere Szintillationsmaterialien für die Messung der Radioaktivität in Prüfproben verwendet werden. Zum Beispiel sind Detektoren mit geringer Auflösung nützlich für das schnelle Screening von Lebensmittelproben im Fall eines nuklearen Unfalls, aber hochauflösende Spektrometrie ist für Proben notwendig, die komplexe Radionuklid-Mischungen enthalten, wie zum Beispiel Umweltproben.

Die Beschaffenheit und die Geometrie sowohl des Detektors als auch der Prüfproben erfordern geeignete Kalibrierungen bezüglich Energie und Effizienz. Bei Halbleiterdetektoren werden durch die Wechselwirkung von ionisierender Strahlung mit dem Detektormaterial (durch den Photoeffekt, den Compton-Effekt oder durch Paarbildung) freie Ladungsträger erzeugt. An den Detektorkristall wird mittels einer Hochspannungsvorspannung angelegt, die zu einem elektrischen Feld führt. Die freien Ladungsträger (Elektronen und Löcher) werden durch das elektrische Feld in Richtung der Elektroden des Detektors beschleunigt. Die gesammelte Ladung wird durch einen Vorverstärker in einen Ausgangs-Spannungspuls konvertiert und der Ausgangspuls wird durch den Hauptverstärker verstärkt und geformt. Die maximale Pulshöhe wird mittels eines Analog-Digital-Wandler (ADC) in einen digitalen Wert umgewandelt und die Pulshöhe mittels eines Vielkanal-Analysators (MCA) gespeichert. Die Pulshöhe ist proportional zur Menge der freien Ladungsträger und daher zur Energie der ionisierenden Strahlung, die den Detektor getroffen hat.

Das vom MCA gespeicherte Spektrum zeigt eine Anzahl von Linien (Photolinien), die dem kontinuierlichen Untergrund aus gestreuter Strahlung überlagert sind. Die Linien sind näherungsweise Gaußförmig. Die zum Schwerpunkt der Linie gehörende Kanalnummer des Spektrums hängt von der Energie der nachgewiesenen Photonen ab und die Nettofläche der Linie ist zu der Anzahl der Photonen mit dieser Energie proportional, die mit dem Detektor während der Zählzeitspanne wechselgewirkt haben. Die Nettofläche der Linie wird üblicherweise von dem Analyse-Softwarepaket bestimmt, und zwar mit einer der zwei folgenden verschiedenen Techniken [2]:

– Summationsmethode

Die Anzahl der Zählereignisse in der Linie wird berechnet, indem die Gesamtzahl der Zählereignisse in dem interessierenden Bereich um die Linie addiert wird und davon der kontinuierliche Untergrund abgezogen wird. Die Gesamtzahl der Zählereignisse ist gegeben durch

$$N = \sum_{i=L}^H C_i \quad (1)$$

Dabei ist

N die Gesamtzahl der Zählereignisse vom Kanal L bis zum Kanal H im Spektrum;

C_i die Anzahl der Zählereignisse im Kanal Nr. i .

Unter der Annahme eines linearen Untergrund-Kontinuums unter der Linie ergibt sich der Untergrund in dem gleichen interessierenden Bereich zu

$$B = \frac{n(C_L + C_H)}{2} \quad (2)$$

Dabei ist

B die Anzahl der Zählereignisse im Untergrund vom Kanal L bis zum Kanal H ;

N die Anzahl der Kanäle in dem interessierenden Bereich ($=H-L+1$).

Die Netto-Linienfläche ergibt sich zu $N-B$ und die Standardunsicherheit der Linienfläche (unter der Annahme einer Poisson-Verteilung für die Inhalte jedes Kanals) zu

$$u = \left(\sum_{i=L}^H C_i + \frac{n^2(C_L + C_H)}{4} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (3)$$

Verschiedene Softwarepakete verwenden verschiedene Methoden, um die oberen und unteren Grenzen des interessierenden Bereichs und die Form der Untergrundfunktion zu bestimmen.

Die Linienposition wird generell aus den Netto-Zählereignissen in jedem Kanal bestimmt,

$$C_h = \frac{\sum_{i=L}^H i \cdot C'_i}{\sum_{i=L}^H C'_i} \quad (4)$$

Dabei ist

C_h die Linienposition (Kanalnummer);

C' die Zahl der Netto-Zählereignisse (Gesamt minus Untergrund).

– Approximationsmethode

Bei dieser Methode wird die Nettofläche der Linie durch eine nichtlineare Kleinste-Quadrate-Approximation einer analytischen Funktion an die Zählereignisse bestimmt. Die analytische Funktion ist üblicherweise eine Gaußfunktion, aber einige Ansätze beinhalten einen oder mehrere exponentielle Ausläufer, um die Form der Linie besser anzunähern. Die Nettofläche und die Position der Linie werden aus den Parametern der Approximation bestimmt. Weitere Details zur Unsicherheit der Linienfläche bei Verwendung dieser Methode sind in [2] angegeben.

Die Approximationsmethode muss zur Trennung überlappender Linien in einem Spektrum verwendet werden.

Die in der Prüfprobe vorhandenen Radionuklide können aus den Energien der vorhandenen Linien identifiziert werden; auch kann die Aktivität (in Bq) in der Prüfprobe bestimmt werden, und zwar aus der in der Photolinie beobachteten Zählrate, korrigiert bezüglich Faktoren wie Nachweiswahrscheinlichkeit, Gamma-Emissionswahrscheinlichkeit und Halbwertszeit. Es ist auch darauf zu achten, dass Korrekturen der Ergebnisse bezüglich Effekten wie Kaskaden-Summation (en: true coincidence summing) angebracht werden (die von vielen kommerziellen Softwarepaketen zur Analyse des Spektrums nicht abgedeckt werden).

ANMERKUNG 2 Diese Beschreibung gilt für Halbleiterdetektoren einschließlich CdZnTe, aber ähnliche Prinzipien können auch auf andere Detektoren (NaI(Tl), LaBr₃(Ce), usw.) angewendet werden.

6 Validierungsmessungen mittels Gammaskpektrometrie

6.1 Allgemeines

Kapitel 6 beschreibt die zu befolgenden Schritte beginnend beim Aufstellen der Anforderungen des Kunden und der Auswahl der Geräte bis zu Betrieb und Wartung, wie auch von ISO 17025 gefordert. Es müssen dokumentierte Nachweise, dass die Gammaskpektrometrie und die Messverfahren den Anforderungen der Kunden entsprechen, vorhanden sein. Das Verfahren der Validierung wird in Bild 1 zusammengefasst.

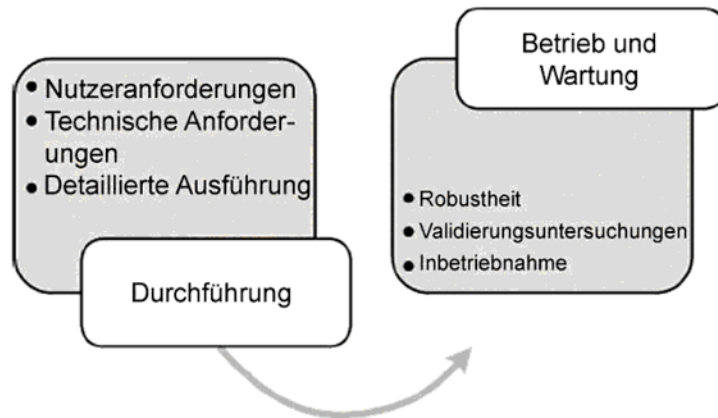


Bild 1 – Schema der Validierung

6.2 Schritt 1: Nutzeranforderungen

Die Spezifikationen für das Spektrometriesystem müssen definiert werden, einschließlich Energiebereich, charakteristische Grenzen, maximale Aktivität und des vom Kunden geforderten Wertes für Unsicherheit. Die Spezifikationen müssen, soweit erforderlich in Abstimmung mit andern Mitarbeitern, ebenfalls die folgenden Punkte berücksichtigen:

- Kompatibilität mit vorhandenen Geräten;
- Ort (zum Beispiel Nähe zu hochradioaktiven Quellen, Beschleunigern, Reaktoren);
- Umgebungsbedingungen;
- Trainings-Anforderungen;
- notwendige Dokumentation;
- Probendurchsatz und Umlaufzeiten;
- Aktivität der Proben;
- erforderliche Messunsicherheiten.

Die Nutzeranforderungen können auch durch den Kunden oder lokale, nationale oder internationale Anforderungen als Kriterien für bestanden/nicht bestanden (zum Beispiel Prüfung ob der Aktivitätsgehalt einer Trinkwasser-Probe die nationalen Anforderungen erfüllt) festgelegt sein. Dieses sollte bei der Abschätzung der erforderlichen charakteristischen Grenzwerte berücksichtigt werden. Der Wert für die Nachweisgrenze sollte daher niedriger als die erforderlichen Grenzwerte sein.

6.3 Schritt 2: Technische Anforderungen

Die technischen Anforderungen an das Spektrometriesystem müssen so festgelegt werden, dass die in Schritt 1 (6.2) festgelegten Anforderungen eingehalten werden. Diese Anforderungen müssen folgendes beinhalten:

- Charakteristika des Detektors (zum Beispiel p-leitendes oder n-leitendes Germanium, Detektorgeometrie, Material des Detektorfensters, Verwendung von selektiertem Material mit niedrigem Untergrund) (siehe [Anhang D](#) hinsichtlich weiterer Informationen zur Auswahl des Detektor-Typs);

- Art des Kühlsystems, sofern erforderlich (flüssiger Stickstoff oder elektrische Kühlung);
- Sofern zutreffend, Art des Szintillationsdetektors (zum Beispiel NaI(Tl), LaBr₃);
- Abschirmung oder andere Methoden zur Reduzierung der Untergrundstrahlung;
- System zur Positionierung der Proben / automatischer Probenwechsler;
- Umgebungsbedingungen;
- Art der Elektronik zur Signalverarbeitung (analog oder digital);
- Art des Vorverstärkers (ohmsche Rückkopplung, optische Rückkopplung);
- Anforderungen an die Spannungsversorgung;
- Anforderungen an die Software zur Datensammlung, Analyse und Speicherung (Zeitdauer);
- Minimierung der Korrekturfaktoren, um die Anforderungen bezüglich Messunsicherheiten zu erfüllen (siehe [Anhänge B, C und F](#)).

Es wird empfohlen, die folgenden Aspekte zu berücksichtigen (siehe auch [\[3\]](#)):

- 1) Der Detektor sollte normalerweise von allen Seiten (einschließlich der Grundfläche) abgeschirmt sein, um Untergrundsignale, die von den natürlich vorkommenden Radionukliden im Baumaterial oder aus anderen Quellen ionisierender Strahlung, wie einem Beschleuniger, stammen, zu reduzieren. Es ist normalerweise ausreichen, den Detektor mit 10 cm dicken Wänden aus Blei mit niedriger Aktivität abzuschirmen. Die Wände können mit Cadmium- und Kupferschichten oder anderen Materialien abgedeckt sein, um die Fluoreszenz-Röntgenstrahlung aus der Wechselwirkung der Gammastrahlung mit dem Blei abzuschwächen, insbesondere wenn Messungen unterhalb 100 keV erforderlich sind.
- 2) Eine Reduzierung des Radons innerhalb der Abschirmung ist angebracht, um niederaktive Proben (auf dem Niveau der Umgebungsstrahlung) zu messen. Dies kann erreicht werden, indem der Stickstoff, der aus dem Dewar-Kühler verdampft, die Luft im Innern der Abschirmung verdrängt. Zu anderen Schritten zur Reduktion des Untergrundes gehört die Verwendung von selektiertem, aktivitätsarmem Blei, von aktivitätsarmem Material für den Detektor selbst, von Zwangsbelüftung des Labors und von Filterung der Luft. Auch kann eine Anti-Koinzidenz-Abschirmung verwendet werden.
- 3) Auf dem Markt gibt es drei hauptsächliche Geometrien von Germaniumdetektoren: planare, koaxiale und Bohrlochdetektoren. In Abhängigkeit von den Gegebenheiten hat jede Bauart ihre speziellen Vorteile. Zum Beispiel werden koaxiale Detektoren bei großen Probenvolumina verwendet, während Bohrlochdetektoren am effizientesten bei kleinen Probenvolumina sind, wohingegen planare Detektoren effizient beim Nachweis von Energien unterhalb von 200 keV sind. Detailliertere Informationen zu Detektoren sind im [Anhang D](#) und in [\[4\]](#) enthalten.
- 4) Für den Laborgebrauch sollte das Spektrometer an einem Standort mit einer stabilen Umgebungstemperatur zwischen 16 °C und 27 °C aufgebaut sein. Es ist anzumerken, dass Änderungen in der Umgebungstemperatur die Verstärkung der Verstärker beeinflussen können und die Energiekalibrierung signifikant verändern können. Die Stromversorgung sollte sauber und stabil sein oder mit einer Netzspannungsaufbereitung oder eine unterbrechungsfreien Stromversorgung ausgerüstet sein. Die Erdung des Gerätes sollte getrennt sein und nur an einem Punkt mit der örtlichen Erde verbunden sein, um Erdungsschleifen, die die Auflösung des Detektors beeinflussen, zu vermeiden.
- 5) Es wird empfohlen, dass die Spezifikationen eine Anforderung für eine automatische Hochspannungs-Abschaltung und für ein Alarmsignal beinhalten, das bei Temperaturanstieg des Kristalls auf Grund von Fehlfunktionen des Kryostaten oder der elektrischen Kühlung aktiviert wird.
- 6) Wo immer mit flüssigen Stickstoff umgegangen wird, wird wegen des Risikos von Sauerstoffmangel ein Sauerstoffmangel-Alarm empfohlen.
- 7) Abhängig von der geforderten Genauigkeit und der gewünschten Nachweisgrenze ist es im Allgemeinen erforderlich, hochqualitative Detektoren zu verwenden, deren Energie-Auflösung besser als 2 keV (für die ⁶⁰Co-Linie bei 1,3 MeV) ist und die für ¹³⁷Cs ein Peak-zu-Compton-Verhältnis zwischen 50 und 80 haben.
- 8) Die erforderlichen charakteristischen Grenzen sollten bei der Aufstellung der Technischen Spezifikationen (die Typ und Größe des Detektors, die Geometrie und die Erfordernis einer Abschirmung bestimmen) berücksichtigt werden. Es kann erforderlich sein, für die Abschätzung der charakteristischen Grenzen auf wissenschaftliche Literatur oder vorhergehende Experimente mit ähnlichen Detektoren zu verweisen.

- 9) Es ist darauf zu achten, dass die Referenzquellen und die Prüfproben den Detektor, die Probenhalterung oder die Abschirmungen nicht kontaminieren. Eine Schutzfolie auf dem Probenhalter kann zweckdienlich sein.

6.4 Schritt 3: Detaillierte Ausführung

Basierend auf den obigen Spezifikationen können Hersteller kontaktiert werden, um verfügbare Instrumente und Software zu identifizieren. Die detaillierte Ausführung des Systems muss dann dokumentiert werden, dabei sind Hersteller und Modellnummern der gewählten Komponenten, ein Vergleich mit den ursprünglichen Spezifikationen und die Rechtfertigung für jede Abweichung von den Spezifikationen aufzulisten.

6.5 Schritt 4: Inbetriebnahme

Die Erst-Inbetriebnahme des Systems muss dokumentiert werden, dies beinhaltet:

- Aufzeichnung von Gerätetyp, Hersteller, Standort, Seriennummer;
- Checkliste für die Teile;
- Prüfung der Oberflächenbeschaffenheit;
- Eine Aufzeichnung, dass die zur Verfügung gestellten Betriebsmittel für die Geräte geeignet sind (zum Beispiel elektrische Netzversorgung);
- Eine Aufzeichnung von Dokumenten einschließlich Bestandszeichnungen, Wartungsprogramm, Bedienungsanweisung und Ergebnissen von Hersteller-Prüfungen.

6.6 Schritt 5: Validierungsuntersuchungen

Prüfungen zum Nachweis, dass das Spektrometriesystem die Spezifikationen einhält und gebrauchstauglich ist, müssen durchgeführt und dokumentiert werden. Für den Nachweis der Konformität mit den Spezifikationen sind geeignete statistischen Prüfungen (wie der t-Test) zu verwenden. Die wesentlichen zu prüfenden Charakteristika beinhalten (siehe auch [3]):

- Energieauflösung (Breite bei der Hälfte des höchsten Wertes der Totalabsorptionslinie), die es dem Detektor ermöglicht, zwei benachbarte Gammalinien zu trennen. Diese Prüfung muss in dem für die Messungen interessierenden Energiebereich durchgeführt werden;
- Nachweiswahrscheinlichkeit, die den Prozentsatz der Photonen angibt, die in der Totalabsorptionslinie nachgewiesen werden, relativ zu der Anzahl der emittierten Photonen;
- Peak-zu-Compton-Verhältnis;
- Auswirkungen von Variationen bei der Probenpräparation, -Geometrie und -Zusammensetzung;
- Wiederholbarkeit der Probenpositionierung;
- Auswirkung von Variationen der Umgebungsbedingungen (zum Beispiel Temperatur) auf die Ergebnisse (dies kann durch Beobachtung der Qualitätskontrollen über eine lange Zeit erreicht werden);
- Charakteristische Grenzen;
- Genauigkeit der gewählten Totzeitkorrektur-Verfahren.

Das Programm zur Wartung und Qualitätskontrolle muss zusammen mit dem Betriebsablauf festgelegt werden (weitere Details zum Programm der Qualitätskontrolle sind im [Anhang A](#) angegeben). Andere Prüfungen können vom Hersteller empfohlen werden.

6.7 Schritt 6: Robustheit

Es müssen Prüfungen zum Nachweis, dass das Spektrometriesystem die Spezifikationen beim Routinebetrieb einhält, durchgeführt und dokumentiert werden. Dies sollte den Nachweis beinhalten, dass für Proben, die von verschiedenen Mitarbeitern unter verschiedenen Bedingungen untersucht werden, konsistente Ergebnisse erhalten werden.

Die Genehmigung zur Inbetriebsetzung des Spektrometrie-Systems muss dokumentiert werden.

6.8 Schritt 7: Betrieb und Wartung

Prüfungen gemäß dem festgelegten Programm sollten durchgeführt und deren Ergebnisse aufgezeichnet werden, um zu zeigen, dass das Spektrometriesystem weiterhin die Spezifikationen einhält. Diese Prüfungen können folgendes beinhalten:

- Häufige Tests zur Qualitätskontrolle der Kalibrierungen bezüglich Energie und Nachweiswahrscheinlichkeit, die den interessierenden Energiebereich überdecken;
- Teilnahme an Übungen zur Eignungsprüfungen;
- interne Programme zur Gegenprobe;
- Messungen der Nachweiswahrscheinlichkeit des Spektrometrie-Systems und Vergleich mit vorhergehenden Messungen / Kalibrierungen;

Die Nachweiswahrscheinlichkeit muss auch nach einer Reparatur des Detektors, einem wesentlichen Upgrade von Software oder Hardware, das die Linienform beeinflussen kann (einschließlich aller Änderungen der Pulsformungs-Zeiten (en: shaping times) oder des Aussortiersystems für aufgestockte Pulse (en: pile ups), oder allen Änderungen des Proben-Behälters, der Geometrie, der physikalischen oder chemischen Form, die die Nachweiswahrscheinlichkeit beeinflussen können, nachgemessen werden. Sofern irgendwelche wesentlichen Änderungen zu beobachten sind, muss das Spektrometer nachkalibriert werden.

Das Spektrometer muss auch mit festgelegter Häufigkeit nachkalibriert werden, dabei müssen für das Intervall zwischen den Kalibrierungen jede bei den Qualitätskontrollen beobachtete Drift, der Zerfall der Prüfquellen, die Anwendung (einschließlich örtlichen Vorschriften) und die Anforderungen bezüglich der Sicherstellung der Mitarbeiterkompetenz berücksichtigt werden.

Es wird als bewährtes Verfahren angesehen, die Durchführung der Kalibrierung hinsichtlich Nachweiswahrscheinlichkeit alle 1 bis 5 Jahre durchzuführen und die Kurven der Detektor-Nachweiswahrscheinlichkeit mit denjenigen von vorhergehenden Kalibrierungen zu vergleichen (sofern die Abweichungen größer als 5 % sind muss die Ursache untersucht und es müssen Korrekturmaßnahmen ergriffen werden).

Sofern für die Kalibrierung numerische Verfahren verwendet werden, müssen die Empfehlungen des Herstellers für die Nach-Kalibrierung befolgt werden.

Es wird empfohlen, Prüfungen zur Qualitätskontrolle mindesten wöchentlich durchzuführen. Tägliche Prüfungen werden empfohlen, wenn Proben mit niedrigen Aktivitäten gemessen werden müssen, da dann keine Linien in dem Spektrum vorhanden sind, die zur internen Kontrolle verwendet werden können.

7 Kernzerfallsdaten

7.1 Empfohlene Kernzerfallsdaten

Daten zum Kernzerfall (Halbwertszeiten, Gamma-Energien und Emissionswahrscheinlichkeiten) sind aus der wissenschaftlichen Literatur, Datenbanken und anderen Veröffentlichungen verfügbar. Es gibt häufig Unterschiede zwischen den Werten, die von den verwendeten Originaldaten und der Evaluationsmethode abhängen.

Zur Sicherstellung konsistenter Ergebnisse aus den gammaspektrometrischen Messungen sollten die für die Kalibrierung der Geräte oder für die Abschätzung des Aktivitätsgehalts von Proben verwendet Kernzerfallsdaten, deshalb aus dem Projekt zur Evaluation von Kernzerfallsdaten (en: Decay Data Evaluation Project) (http://www.nucleide.org/DDEP_WG/DDEPdata.htm) stammen. Sofern in dieser Datenbank für das interessierende Radionuklid keine evaluierten Kernzerfallsdaten verfügbar sind, sollten die folgenden Evaluationen herangezogen werden:

- Joint Evaluated Fission and Fusion (JEFF) Library (<http://www.oecd-neo.org/dbdata/>);
- Evaluated Nuclear Data File (ENDF) (<https://www-nds.iaea.org/exfor/endl.htm>).

7.2 Auswahl von Gammalinien für die Aufnahme in Bibliotheken zur Spektralanalyse

Die meisten Pakete zur Analyse von Gammaspektren erfordern, dass der Benutzer im Voraus die zu analysierenden Radionuklide, die Gammaemissionen und diejenigen Gammaemissionen, die zur Abschätzung der Aktivität der vorhandenen Radionuklide verwendet werden sollen, auswählt. Diese Informationen werden in einer Spektralanalyse-Bibliothek aufgezeichnet, und die Gründe für die Auswahl sollten dokumentiert werden. Die folgenden Kriterien sollten für die Auswahl von Gammalinien zur Aufnahme in die Spektralanalyse-Bibliothek verwendet werden:

- intensive Linie mit kleiner Unsicherheit für die Emissionswahrscheinlichkeit;
- Linie, die von anderen Photolinien im Zerfallsschema des Radionuklids, von Linien von anderen in der Probe oder im Untergrundspektrum vorhandenen Radionukliden und von Artefakten im Spektrum (wie Rückstreulinien, Escape-Peaks und Compton-Kanten) gut getrennt ist (mehrere FWHM);
- Linie in einem Energiebereich, in dem die Kalibrierung des Instruments gut bekannt ist (typischer Weise oberhalb von 300 keV);
- Kleine Kaskaden-Summenkorrektur (en: true summing correction).

Die Verwendung der 511 keV Linie aus der Positronen-Annihilation sollte aus den folgenden Gründen vermieden werden: die Annihilation kann außerhalb der Probe erfolgen, so dass die Geometrie der Probe unklar ist; eine Positronen-Annihilation während des Fluges muss korrigiert werden; die Linie ist auf Grund des Dopplereffekts verbreitert und könnte vom Software-Paket nicht richtig bestimmt werden; hochenergetische Photonen aus anderen Zerfällen oder von anderen Radionukliden könnten in der Probe oder im Umgebungsmaterial zu Paarproduktionen führen, die zu zusätzlichen Zählereignissen in der 511 keV Linie führen.

Die Verwendung von Röntgenstrahlung sollte ebenfalls für die Abschätzung der Probenaktivität vermieden werden. Auf Grund der sehr kurzen Lebensdauer der angeregten Atomzustände kann die Lorentz-Verbreiterung der Linie signifikant sein und zu hoch- und niederenergetischen Ausläufern der Linien führen; als Folge kann die Software zur Linienanalyse die Linienfläche dieser Linien unterschätzen, wenn diese Ausläufer von dem verwendeten Modell nicht berücksichtigt werden.

Weitere Linien, die die oben angegebenen Kriterien nicht erfüllen, sollten in die Spektralanalyse-Bibliothek aufgenommen werden, um sicher zu stellen, dass bei Messungen von Gamma-Emissionen die Störungen durch andere Radionuklide von dem interessierenden Radionuklid subtrahiert werden. Dennoch sollten nur Linien, die die obigen Kriterien erfüllen, zur Berechnung der Aktivität des Radionuklids verwendet werden. Um die Berechnung der Unsicherheit zu vereinfachen, wird empfohlen, dass nur eine Linie zur Berechnung der Aktivität des Radionuklids verwendet wird.

7.3 Zerfallsketten

Der Algorithmus, der von der Analyse-Software für die Bestimmung der Aktivitäten der in der Probe vorhandenen Radionuklide verwendet wird, muss überprüft werden, um zu beurteilen, wie die Aktivität von Radionukliden in Zerfallsketten berechnet wird. Falls keine Korrekturen für Zerfallsketten durchgeführt werden müssen die Aktivitäten der betroffenen Radionuklide von Hand berechnet werden [5]. Alternativ kann, sofern Radionuklide in einer Zerfallskette im Gleichgewicht mit einem langlebigen Mutterradionuklid sind, die Halbwertszeit der Tochternuklide gleich derjenigen des Mutterradionuklids gesetzt werden.

Falls dieser Effekt nicht berücksichtigt wird, können sich Fehler in der Analyse ergeben, da die Analyse-Software das Vorhandensein von Radionukliden mit sehr kurzen Halbwertszeiten ablehnen könnte.

8 Kalibrierung des Detektors bezüglich Energie und Ansprechwahrscheinlichkeit

8.1 Energiekalibrierung

Für eine verlässliche Identifikation der Radionuklide sollte die Genauigkeit der Energiekalibrierung im Energiebereich besser als 0,1 keV sein. Die Energiekalibrierung des Spektrometers muss daher unter Verwendung einer Quelle erstellt werden, die Radionuklide enthält, die Gamma-Photonen im gesamten interessierenden Energiebereich emittieren. Diese Kalibrierung legt einen Zusammenhang zwischen der

Kanalnummer des Linienschwerpunkts und der bekannten Energie der Photonen fest. Diese Aufgabe wird üblicherweise unter Verwendung einer kommerziell verfügbaren Software durchgeführt, die den Linienschwerpunkt (Kanal) bestimmt und diesen der Energie (in keV) zuordnet. Die Software bestimmt auch die Halbwertsbreite der Totalabsorptionslinien. Diese Informationen werden von dem Liniensuch-Algorithmus und für die Berechnung der minimal nachweisbaren Aktivitäten benutzt.

Die Zählrate des Detektors muss derart sein, dass die Linienform nicht durch Impulsaufstockung (en: pulse pile-up) gestört wird; eine Totzeit von weniger als 5 % ist normalerweise ausreichend. Die Linienposition sollte mit einer Genauigkeit von besser als 0,1 keV (eine Linienfläche von näherungsweise 100 000 Zählereignissen erfüllt bei einem Germaniumspektrometer normalerweise diese Anforderung) bestimmt werden.

Eine Kalibrierkurve (Energie als Funktion der Kanalnummer) sollte mittels Anpassung nach der Methode der kleinsten Quadrate berechnet werden, so dass die Linienenergien interpoliert werden können. Eine lineare oder quadratische Funktion ist normaler Weise ausreichend, aber Polynome höherer Ordnung können erforderlich sein. Ein ähnliches Verfahren sollte für die Bestimmung der Halbwertsbreite als Funktion der Energie verwendet werden.

Bei einer Extrapolation der Kurve der Energiekalibrierung ist Vorsicht geboten. Linien im Untergrundspektrum oder Röntgenstrahlung sollte verwendet werden, um die Genauigkeit der extrapolierten Kurve zu prüfen, und die Extrapolation sollte graphisch dargestellt werden, um eine Prüfung hinsichtlich großer Abweichungen von einer linearen Funktion durch Komponenten mit quadratischer oder höherer Ordnung durchzuführen.

8.2 Kalibrierung bezüglich Ansprechwahrscheinlichkeit

Die folgenden Konzepte können zur Bestimmung der Ansprechwahrscheinlichkeit in Erwägung gezogen werden:

- direkter Vergleich mit einer Referenzquelle des gleichen Radionuklids. Dieser Ansatz ist geeignet, wenn das Ziel der Messung die Bestimmung der Aktivität eines einzigen Radionuklids ist oder wenn die Photonenenergie in einem Energiebereich ist, der schwer zu kalibrieren ist (üblicherweise 20 keV bis 100 keV). Es kann auch erforderlich sein, wenn Kaskaden-Summenkorrekturen (en: true summing corrections) signifikant sind (zum Beispiel bei der Messung einer Gammastrahlung emittierenden Radionuklids mit einem komplexen Zerfallsschema unter Verwendung eines Detektors mit hoher Ansprechwahrscheinlichkeit, wie bei einem Bohrlochdetektor);
- Messung der Nachweiswahrscheinlichkeit für die Totalabsorptionslinie als Funktion der Energie;
- Berechnung der Nachweiswahrscheinlichkeit für die Totalabsorptionslinie als Funktion der Energie mittels Monte-Carlo-Simulation oder anderer Modellierungstechniken. Derartige numerische Verfahren sind empfindlich bezüglich der Eingangsparameter wie Detektorabmessungen, und sie sollten daher unter Verwendung von mindestens einem Referenzmaterial überprüft werden, das Gamma-Photonen emittiert, die den gesamten interessierenden Energiebereich abdecken. Sofern eine Abweichung zwischen der mit dem Modell berechneten Nachweiswahrscheinlichkeit und der Referenzquelle gefunden wird, muss die Abweichung untersucht und Korrekturen an dem numerischen Modell angebracht werden.

In allen obigen Fällen muss zur Analyse des Spektrums sowohl für die Kalibrierung als auch für die Probenmessung derselbe Algorithmus verwendet werden.

Die Nachweiswahrscheinlichkeit wird durch die folgenden Faktoren beeinflusst:

- Detektor;
- Probengeometrie in Bezug auf den Detektor (Raumwinkel);
- Probendichte und Charakteristika des Probenbehälters;
- Masse und chemische Zusammensetzung der Probe.

Wird einer dieser Faktoren geändert, dann muss die Nachweiswahrscheinlichkeit unter den neuen Bedingungen erneut bestimmt werden.

Wenn kein numerisches Modell verwendet wird, dann muss die Messung der Prüfprobe unter den gleichen Messbedingungen erfolgen wie sie für die Kalibrierung des Gammaspektrometrie-Systems verwendet

wurden. Insbesondere müssen die Mess-Geometrie, die Position der Referenzquelle in Bezug auf den Detektor und die Prüfproben und die Matrizen der Referenzquelle übereinstimmen. Wenn für das Verfahren zur Kalibrierung bezüglich Ansprechwahrscheinlichkeit ein numerisches Modell verwendet wird, dann müssen die zur Beschreibung der Probe verwendeten Parameter mit dem zu messenden Gegenstand übereinstimmen.

Bei den meisten praktischen Messungen ist die Totzeit des Instruments bei der Kalibrierung höher als die Probenaktivitäten. Die Aktivität der Quelle zur Kalibrierung bezüglich Ansprechwahrscheinlichkeit muss derart sein, dass die Linienform durch die Zählrate nicht verfälscht wird und dass die Analyse-Software eine genaue Totzeitkorrektur anwendet; eine Totzeit von weniger als 5 % reicht normaler Weise aus. Größere Totzeiten können verwendet werden, aber ein Nachweis der Genauigkeit der Totzeitkorrektur ist erforderlich.

Die Linien der Spektren müssen genügend Zählereignisse enthalten, so dass die Unsicherheit der Linienfläche klein im Vergleich zu anderen Beiträgen zur Unsicherheit ist.

Die Ansprechwahrscheinlichkeit für jede Linie im Kalibrierspektrum muss wie folgt berechnet werden:

$$\varepsilon_E = \frac{n_{N_s,E}}{A \cdot P_E \cdot t_s} \cdot m \quad (5)$$

Die Nachweiswahrscheinlichkeit muss als Funktion der Energie berechnet und eine Funktion (sofern erforderlich) angepasst werden, um eine Interpolation der Nachweiswahrscheinlichkeit zu ermöglichen. Die Nachweiswahrscheinlichkeit ist eine stark veränderliche Funktion der Energie und die Software-Pakete bieten die Auswahl verschiedener Funktionen an. Die für die Messungen auszuwählende Funktion muss auf der Bewertung der Güte der Parameter der Anpassung (Chi-Quadrat) und visueller Überprüfung der Funktion basieren. Eine Extrapolation der Kalibrierfunktion für die Nachweiswahrscheinlichkeit zu Energien oberhalb oder unterhalb des Bereichs der Kalibrierpunkte sollte nicht angewendet werden, außer sie wird durch andere Belege wie die Modellierung unterstützt.

8.3 Referenzquelle(n) für die Energiekalibrierung

Die Energiekalibrierung des Spektrometers muss unter Verwendung einer Quelle erstellt werden, die Radionuklide enthält, deren emittierte Gamma-Photonen den gesamten interessierenden Energiebereich überdecken. Die Quelle kann beliebig konstruiert sein, aber die Totzeit des für die Messung verwendeten Spektrometers muss derart sein, dass die Linienform nicht verfälscht wird. Für hochauflösende Instrumente wie Germaniumspektrometer sollte die Quelle Gamma-Photonen emittieren, die über den ganzen interessierenden Energiebereich verteilt sind. Die Anzahl der zu verwendenden Linien hängt von der Ordnung des Polynoms ab, das für die Kalibrierkurve der Energie als Funktion der Kanalnummer benötigt wird; normalerweise sollten (5 bis 10) Linien ausreichend sein. Quellen, die langlebige Radionuklide (zum Beispiel ^{152}Eu , ^{241}Am , ^{60}Co , ^{137}Cs) enthalten, werden für diesen Zweck empfohlen. Zur regelmäßigen Überprüfung der Energiekalibrierung kann eine geringere Anzahl von Energielinien verwendet werden.

ANMERKUNG Die Energiekalibrierung kann durch die Quellenkonstruktion beeinflusst werden, aber dieser Einfluss ist für die meisten praktischen Messungen vernachlässigbar.

8.4 Referenzquelle(n) für die Kalibrierung bezüglich Nachweiswahrscheinlichkeit

8.4.1 Allgemeines

Die übliche Methode zur Kalibrierung des Spektrometers besteht darin, die Nachweiswahrscheinlichkeit als Funktion der Energie für eine festgelegte Geometrie und einen festgelegten Energiebereich zu bestimmen. Eine oder mehrere Referenzquellen mit einem oder mehreren Radionukliden können hierfür verwendet werden. Die Werte für Aktivität oder Emissionsrate des Radionuklids (der Radionuklide) in der Referenzquelle (den Referenzquellen) müssen auf nationale oder internationale Normale rückführbar sein.

Die Energien der emittierten Gammastrahlung müssen über den gesamten zu analysierenden Energiebereich derart verteilt sein, dass die energieabhängige Nachweiswahrscheinlichkeit des Gerätes in ausreichend genauer Weise bestimmt werden kann. Für die meisten Anwendungen ist die Genauigkeit für den Energiebereich von 60 keV bis 1836 keV ausreichend, wenn eine Vielfach-Radionuklidquelle verwendet wird,

die alle oder die Meisten der folgenden Radionuklide beinhaltet: ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{51}Cr , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{54}Mn , ^{60}Co , ^{65}Zn , ^{88}Y .

Zur Aktivitätsbestimmung von Radionukliden, die Gamma- oder Röntgenstrahlung im Energiebereich kleiner als 60 keV emittieren, kann das Spektrometrie-System unter Verwendung eines Referenzmaterials kalibriert werden, das die interessierenden Radionuklide enthält.

Es kann erforderlich sein, die Kaskaden-Summenkorrekturen (en: true summing corrections) für das zur Kalibrierung verwendete Radionuklid zu berücksichtigen (zum Beispiel für ^{60}Co und ^{88}Y).

8.4.2 Referenzquellen für Laborsysteme

Referenzquellen für laborbasierte Spektrometrie-Systeme müssen so gut wie möglich mit Geometrie, Dichte und Matrix der zu messenden Proben übereinstimmen. Referenzquellen können aus standardisierten Lösungen hergestellt oder als umschlossene Quellen gekauft werden. Nur standardisierten Lösungen oder Referenzmaterialien, die rückführbar auf nationale oder internationale Aktivitäts-Primärnormale sind, dürfen verwendet werden.

Falls kein Referenzmaterial zur Verfügung steht, dass mit den Proben übereinstimmt, müssen Korrekturfaktoren berechnet, dokumentiert und auf die Messergebnisse angewendet werden, um die Unterschiede in der Nachweiswahrscheinlichkeit auf Grund von Geometrie, Dichte und Matrix zu berücksichtigen.

Falls ein Referenzmaterial durch Verdünnung einer Standardlösung hergestellt wird, muss die Herstellerempfehlung bezüglich chemischer Form der Verdünnung befolgt werden (um das Risiko zu reduzieren, dass sich das aktive Material auf dem Verdünnungsgefäß niederschlägt). Es wird weiterhin empfohlen, dass der Dosiervorgang Prüfungen hinsichtlich möglicher Verluste an aktivem Material und der Genauigkeit der Dosierung beinhaltet (zum Beispiel sollten gewichtsanalytische, volumetrische oder radiometrische Techniken verwendet und eine Gegenprobe durchgeführt werden).

8.4.3 Referenzquellen zur Verwendung in Verbindung mit numerischen Methoden

Referenzquellen zur Verwendung für Gammaspektrometrie-Systeme, die auf numerischen Modellen basieren, müssen gemäß den Herstellerempfehlungen verwendet werden. Die Werte für Aktivität oder Emissionsrate der Referenzquellen müssen auf nationale oder internationale Normale rückführbar sein.

9 Probenbehälter

Probenbehälter sollten unter Berücksichtigung der folgenden Faktoren verwendet werden:

- Reproduzierbarkeit der Messungen ([Anhang F](#) enthält Informationen zum Einfluss von Probengeometrie und -Positionierung auf die Reproduzierbarkeit);
- Einfluss der Probengeometrie auf die Selbstabsorption;
- Optimierung der Nachweiswahrscheinlichkeit (zum Beispiel die Verwendung von Marinellibechern zur Maximierung der Nachweiswahrscheinlichkeit für niederaktive Proben oder die Verwendung von Vorrichtungen zur Positionierung hochaktiver Proben in einem festgelegten Abstand vom Detektor zur Reduzierung von Totzeiteffekten);
- Wasserdichte Behälter zur Reduzierung des Verdampfungsrisikos bei Lösungen;
- hermetisch verschlossene Behälter für Proben, die flüchtige Elemente wie Iod oder gasförmige Radionuklide wie Radon beinhalten;
- Risiko chemischer Reaktionen mit der Prüfprobe oder dem Referenzmaterial;
- einfache Befüllbarkeit (eine Weithals-Öffnung wird empfohlen);
- Durchsichtigkeit und klare Füllstandsanzeige zur Sicherstellung konsistenter Füllhöhen;
- Robustheit, falls versehentlich fallengelassen (jede Kontamination des Detektors oder des umgebenden Material ist extrem schwer zu entfernen);

- Absorption von niederenergetischen Gamma-Photonen oder Röntgenstrahlung im Behältermaterial (das bedeutet die Verwendung von dünnem Material, um die Nachweiswahrscheinlichkeit zu maximieren, oder von dickem Material, um niederenergetische Gamma-Photonen oder Röntgenstrahlung zu absorbieren, um dadurch die Kaskaden-Summenkorrekturen (en: corrections for true summing) oder die Totzeit-Korrekturen zu reduzieren).

Falls Behälter wiederverwendet werden, ist zur Vermeidung von Kreuz-Kontaminationen Sorgfalt bei der gründlichen Reinigung erforderlich.

10 Verfahren

10.1 Verfahren der Probenmessung

10.1.1 Probennahme

Proben müssen in Übereinstimmung mit den relevanten Normen gesammelt werden (siehe [Tabelle 1](#)).

Die folgenden Informationen müssen aufgezeichnet werden:

- Eindeutige Kennung für die Probe;
- Ortsangabe;
- Quellenangabe für das für die Probennahme befolgte Verfahren;
- Datum und Zeit der Probennahme;
- Probenbeschreibung (physikalische, chemische, biologische Form, Masse Volumen).

Eine spezielle Handhabung der Proben kann zur Vermeidung von Zersetzung erforderlich sein, falls das Risiko einer langen Verzögerung (mehrere Tage) zwischen der Probennahme und der Messung besteht. Falls die Probe verderblich ist, wird ein Transport und/oder eine Lagerung in Abwesenheit von Licht und bei einer Temperatur von $1\text{ °C} < T < 5\text{ °C}$ vor Verarbeitung und/oder Messung empfohlen.

10.1.2 Probenpräparation

Die Techniken zur Probenpräparation müssen dokumentiert werden. Die eindeutige Kennung für die Probe, die Messwerte für Probenmasse, chemische und physikalische Eigenschaften (zum Beispiel flüssig, fest, gasförmig) und Herkunftsart (Boden, Grass, Milch, Seewasser, Klärschlamm, usw.) müssen aufgezeichnet werden. Zusätzliche Informationen zur Probennahme (Datum, Ortsangabe, usw.) können dem Analytiker zur Verfügung gestellt werden, um im Verfahren der Spektrums-Analyse berücksichtigt zu werden.

Die Probe muss normalerweise gemäß den Anforderungen der in [Tabelle 1](#) aufgelisteten Normen präpariert werden. Falls keine relevante Norm zur Verfügung steht, müssen die Proben für die Messung gemäß den Anforderungen des Kunden präpariert werden, die Radionuklide analysiert, die Probenbehälter und die erforderliche Messempfindlichkeit ausgewählt werden. Dabei ist zu beachten, dass die Homogenität sichergestellt wird, die Probengeometrie optimiert wird, die Dichtekorrekturen minimiert werden, der Verlust von Aktivität minimiert wird (zum Beispiel von flüchtigen Proben) und die notwendige Haltbarkeitsdauer sichergestellt wird. Objekte in der Probe, die Heterogenität verursachen könnten, müssen entfernt werden und Rückstände müssen, sofern notwendig, getrennt gemessen werden. Sofern erforderlich, können Proben fraktioniert werden (zum Beispiel nach Teilchengröße, fester oder kolloidaler Phase). Die Präparationstechnik kann auch vom zur Verfügung stehenden Stichprobenumfang abhängen.

Feste Proben können wie zur Verfügung gestellt, getrocknet oder verascht ausgemessen werden. Ofentrocknung und Gefriertrocknung, Kalzinierung, sowie Fraktionierung und Zerkleinerung können angewendet werden.

Flüssige Proben können wie zur Verfügung gestellt, angereichert oder verdünnt ausgemessen werden. Anreicherung kann durch Verdampfung, Perkolation unter Verwendung von Ionenaustauschharz, oder Anreicherung durch Ausfällung unter Verwendung von selektiven Fällungsmitteln erfolgen.

Gasförmige Proben können unter Atmosphärendruck in gasdichten Behältern wie zur Verfügung gestellt ausgemessen werden, oder in robusten, vakuumdichten und druckfesten Behältern mit speziellen Verbindungen zum Befüllen und Ausmessen unter Druck ausgemessen werden.

Der Probenzustand (frisch, trocken oder verascht) muss aufgezeichnet werden, so dass der Analytiker die zu verwendende geeignete Kalibrierung und mögliche Korrekturfaktoren bezüglich Selbstabsorption bestimmen kann. Ähnlich müssen der Grad der Anreicherung (Gewichtsverhältnis frisch/trocken, Flüssigkeitskonzentration) und das Aktivitätsniveau des Radionuklids spezifiziert werden, um Situationen zu identifizieren, die von Routine-Labormessungen abweichen. Falls ein Anreicherungsverfahren wie Verdampfung oder Perkolation verwendet wird, muss die chemische Ausbeute des Verfahrens für die relevanten Elemente bestimmt werden.

Tabelle 1 – Normreferenzen für Probennahme und Probenpräparation für verschiedene Arten von Proben

Art der Probe	Normreferenz
Wasser	
Trinkwasser und Grundwasser	ISO 10703 ISO 5667-1
Seewasser (vor Ort)	ISO 18589-7
Niederschlag (Regen)	
Abfallwasser, Klärschlamm	ISO 5667-10
Lebensmittel	
Milch und Milchprodukte	ISO 707 ISO 5538
Fleisch von Schlachttieren	ISO 17604
Getreide und Getreideerzeugnisse	ISO 24333
Fisch, Schalentiere und Krebstiere	
Vegetation	
Ölsaaten	ISO 542
Rückstände von Ölsaaten	ISO 5500
Lebensmittel	
Pflanzen und Vegetation	
Erde, Fels, Untergrund, Baumaterialien	
Erde, Fels, Untergrund, Baumaterialien	ISO 18589-2
Gartenerde, Äcker, städtische oder industrielle Flächen, die Baumaterial oder Bauschutt enthalten können, sowie von menschlichen Aktivitäten unberührte Erde	ISO 10381-1 ISO 10381-2 ISO 10381-3 ISO 10381-4 ISO 10381-5
Erdgas	ISO 10381-7
Erde – vor-Ort-Messungen	
Oberflächenkontamination und Bodenkontamination (Umgebung)	ISO 18589-7
Oberflächenkontamination und Kontamination der Wände von Gebäuden	
Ganzkörperzählung, Zählung <i>im lebenden Organismus (in vivo)</i>	

10.1.3 Beladung des Probenbehälters

Der Probenbehälter muss wie folgt beladen werden (siehe auch [ISO 18589-3](#)):

- Der Behälter ist bis zur gleichen Höhe zu befüllen wie sie für die Referenzquelle verwendet wurde. Die Füllung ist mit bloßen Auge zu überprüfen, und es ist so lange Material nachzufüllen bis die Referenzlinie erreicht ist. Falls nicht genügend Material vorhanden ist, kann ein Korrektionsfaktor anzuwenden sein ([Anhang F](#) kann hinzugezogen werden, um die Größenordnung des Effekts abzuschätzen). Ein mechanisches Füllgerät, wie ein Vibrationstisch, kann verwendet werden, um gleichbleibendes Füllen sicher zu stellen;
- Die Probenmasse und/oder das Probenvolumen sind aufzuzeichnen;
- Der Behälter ist zu verschließen;
- Die Außenseite des Behälters ist zu reinigen, um mögliche Kontaminationen beim Füllvorgang zu entfernen. Der Behälter kann in einer sauberen Kunststoffüte verschlossen werden, um das Kontaminationsrisiko von Detektor und Probenhalter zu reduzieren.

Bei der Messung von gasförmigen Zerfallsprodukten (zum Beispiel $^{222}\text{Rn}/^{226}\text{Ra}$) muss der verschlossene Behälter lange genug gelagert werden, um radioaktives Gleichgewicht zu erreichen.

10.1.4 Speicherung des Probenspektrums

Die Prüfprobe wird für die Messung im Spektrometer in einer genau reproduzierbaren Position platziert, und zwar an der gleichen Position wie die Kalibrierquelle. Das Spektrum wird zusammen mit der Startzeit und dem Messdatum gespeichert. Die Totzeit des Gerätes muss in dem Bereich der Totzeiten sein, der von der Validierung abgedeckt ist (falls die Totzeit größer als dieser Wert ist, dann kann eine Positionierhalterung gebaut werden, die den Abstand zwischen Quelle und Detektor vergrößert, und es muss für diese Position eine Kalibrierung bezüglich Nachweiswahrscheinlichkeit durchgeführt werden).

Das Spektrum wird so lange erfasst bis die geforderte Nachweisgrenze erreicht ist oder ausreichend Zählereignisse in der Linienfläche (oder den Linienflächen) sind, um die geforderte Unsicherheit zu erreichen. Dabei ist das Erfordernis der Subtraktion des Untergrundes zu berücksichtigen. Dies kann viele Stunden dauern.

10.2 Analyse des Spektrums

10.2.1 Verfahren für Messsysteme in Laboratorien

Die Energie und die Nettoflächen der Linien im Spektrum müssen mit der gleichen Software zur Spektrumsanalyse identifiziert werden wie sie zur Kalibrierung des Instruments verwendet wurde. Linien müssen den Radionukliden in der Probe zugeordnet werden.

In Anhängigkeit von der Anwendung und lokalen Vorschriften wird eine visuelle Untersuchung aller Spektren empfohlen, um sicherzustellen, dass alle Linien im Spektrum identifiziert wurden, und dass überlappende Linien korrekt entfaltet wurden.

Die Entfaltung von überlappenden Linien kann eine manuelle Justierung von Analyse-Parametern erfordern, um eine gute Anpassung an die Daten sicher zu stellen.

Möglicherweise werden Artefakte im Spektrum beobachtet und sollten identifiziert werden, wie Summenlinien, Röntgenfluoreszenz von Abschirmmaterialien, „Escape“-Linien und Compton-Kanten.

Detaillierte Informationen sind in [\[4\]](#) und der wissenschaftlichen Literatur zu finden.

10.2.2 Korrekturen bezüglich Untergrund und Störungen

Die für die Bestimmung der Aktivitäten der Radionuklide verwendeten Flächen der Totalabsorptionslinien müssen hinsichtlich der Untergrundanteile korrigiert werden, dabei ist jedweder Unterschied in der Messzeit bei der Probe und beim Untergrund zu berücksichtigen.

Der Detektor, der Probenbehälter oder die Detektorumgebung können kontaminiert sein oder natürlich vorkommende Radionuklide enthalten (siehe auch [ISO 18589-3](#)). Dies kann Linien im Spektrum hervorrufen, die nicht von der Probe stammen. Deshalb muss in festgelegten, kurzen Zeitabständen ein Untergrundspektrum aufgezeichnet werden, um es vom Probenspektrum zu subtrahieren, und um jede Kontamination des Detektors zu erkennen, so dass er, sofern erforderlich, gereinigt werden kann.

Weitere zu berücksichtigende Ratschläge während der Messung natürlicher Radionuklide im Boden und Informationen zu spektroskopischen Störungen sind in [ISO 18589-3](#) gegeben.

Große Proben können den Detektor von der Umgebungs-Untergrundstrahlung abschirmen. Das Untergrundspektrum sollte unter Verwendung einer Blindprobe, die frei von den interessierenden Radionukliden ist, erhalten werden, und in der gleichen Geometrie wie die zu messenden Proben.

Die Zählereignisse des Untergrundes sollten mindestens für die gleiche Zeitspanne akkumuliert werden wie die Proben.

Das Untergrundspektrum kann analysiert werden, um die Herkunft der Linien im Spektrum (zum Beispiel natürlich vorkommende radioaktive Verunreinigungen im Detektormaterial) mit dem Ziel zu identifizieren, eine Prüfung bezüglich Kontamination von Detektor, Abschirmung, Probenbehälter oder Probenhalter durchzuführen.

Zu anderen Einflüssen auf das Untergrundspektrum können luftgetragene Radioaktivität wie Radon oder Radioaktive Quellen, die in der Umgebung des Detektors gelagert werden, beitragen.

11 Darstellung der Ergebnisse

11.1 Berechnung der Aktivität pro Gramm der Probe

Die Aktivität (a) jedes Radionuklides in der Probe wird durch die [Gleichungen \(4\)](#), (6) und (7) angegeben:

$$a = n_{N,E} \cdot f_d \cdot P_E \cdot \varepsilon_E \cdot t \cdot m \quad (6)$$

Dabei ist

$$f_d = e^{\lambda t_i} \cdot \left[\frac{\lambda t}{1 - e^{-\lambda t}} \right] \quad (7)$$

der Korrektionsfaktor bezüglich des radioaktiven Zerfalls während der Zählzeitspanne t , und t_i ist die Zeitspanne zwischen dem Bezugszeitpunkt für die Messung und dem Beginn der Zählzeitspanne.

ANMERKUNG 1 t_i ist positiv, wenn der Bezugszeitpunkt vor dem Messzeitpunkt liegt.

ANMERKUNG 2 Diese Berechnung kann üblicherweise von dem Softwarepaket zur Analyse durchgeführt werden.

Bezüglich der folgenden Effekte müssen Korrekturen an den Ergebnissen angebracht werden:

- Unterschiede zwischen der Prüfprobe und der für die Kalibrierung verwendeten Referenzquelle;
- Totzeit und Pulsaufstockung (en: pile up);
- Kaskaden-Summation (en: true summing).

Empfehlungen für die Anwendung von Korrekturen bezüglich dieser Effekte sind im [Anhang B](#) zusammengefasst.

11.2 Bestimmung der charakteristischen Grenzen

Die charakteristischen Grenzen müssen gemäß ISO 11929 abgeschätzt werden, sofern vom Kunden oder von örtlichen, nationalen oder internationalen Vorschriften kein alternatives Verfahren spezifiziert wird. Ein Beispiel für eine Untersuchung einer Probe mit ^{137}Cs ist im [Anhang E](#) angegeben.

12 Prüfbericht

Der Prüfbericht muss den Anforderungen von ISO 17025 entsprechen und muss zusätzlich die folgenden Informationen beinhalten:

- Hinweis auf die Übereinstimmung mit dieser Norm;
- Kennzeichnung der Probe;
- Einheiten, in denen die Ergebnisse angegeben sind;
- Prüfergebnisse und beigeordnete Unsicherheit;
- Nachweisgrenzen für die vom Kunden spezifizierten Radionuklide oder je nach Anwendungsfall (dies kann, je nach Anforderung des Kunden, im Prüfbericht als „nicht größer als“ oder „<“ oder „≤“ angegeben sein);
- Verfahren zur Abschätzung der Nachweisgrenze oder Hinweis auf ISO 11292;
- Vertrauensniveaus, die für die Angabe der Unsicherheit und der Nachweisgrenze verwendet wurden;
- Alle Faktoren oder Annahmen, die die angegebenen Ergebnisse beeinflussen könnten (zum Beispiel Homogenität oder Zusammensetzung der Proben).

ANMERKUNG Bei einigen Messungen kann die berechnete Aktivität unterhalb der in ISO 11929 definierten Erkennungs- oder Nachweisgrenze liegen. In Abhängigkeit von den Anforderungen des Kunden können die Messungen wie folgt angegeben werden:

- Bei Aktivitäten unterhalb der Erkennungsgrenze a^* kann das Ergebnis als $\leq a^*$ angegeben werden;
- Bei Aktivitäten unterhalb der Nachweisgrenze kann das Ergebnis als $\leq a^\#$ angegeben werden.

Anhang A (normativ)

Qualitätssicherung und Programm zur Qualitätskontrolle

A.1 Allgemeines

Arbeiten zur Qualitätskontrolle müssen die Anforderungen von ISO/IEC 17025 erfüllen. Die Einflussgrößen, die jedes Messverfahren beeinflussen, werden in den zugehörigen relevanten ISO/IEC Normen diskutiert.

A.2 Einflussgrößen

Einige Größen können einen unterschiedlichen Einflussgrad auf die Messung haben. Besonders ist darauf zu achten, den Einfluss von solchen Parametern so gering wie möglich zu halten, die eine systematische Messabweichung bewirken und zu einem nicht repräsentativen Ergebnis für die zu untersuchende Situation führen. Gelingt es nicht, genügend Vorsichtsmaßnahmen zu ergreifen, so wird die Anwendung von Korrekturfaktoren an dem Messergebnis erforderlich. Die Einflussgrößen, die diese Messmethoden beeinflussen, werden im [Anhang B](#) diskutiert.

A.3 Überprüfung der Geräte

Wesentliche Geräteparameter (Nachweiswahrscheinlichkeit, Untergrund) müssen im Rahmen eines Qualitätssicherungsprogramms überprüft werden, dass von dem Labor in Übereinstimmung mit den Anweisungen des Herstellers etabliert wurde.

A.4 Überprüfung des Verfahrens

Eine Überprüfung der Genauigkeit des Verfahrens muss regelmäßig durchgeführt werden. Dies kann durch folgendes erreicht werden:

- Teilnahme an nationalen oder internationalen Ringvergleichen;
- Untersuchung von Referenzmaterialien.

A.5 Qualitätssicherungsplan

Ein Qualitätssicherungsplan muss etabliert werden, der die Aktionen beschreibt, die sicherstellen, dass die übermittelten Messergebnisse der Spezifikation des Kunden entsprechen.

Dieser Qualitätssicherungsplan muss folgendes beinhalten:

- Regelmäßige Qualitätsprüfungen;
- Überprüfungs-/Test-Messungen;
- Schulung der Mitarbeiter und deren Beurteilung;
- Dokumentation der Ergebnisse der Prüfungen zur Qualitätskontrolle.

Die Häufigkeit der Prüfungen muss auf den Ergebnissen von Validierungsstudien und historischen Aufzeichnungen basieren.

A.6 Energiekalibrierung

Die Energiekalibrierung des Systems muss regelmäßig überprüft werden, indem eine oder mehrere gammastrahlende Quelle(n), deren Energien genau bekannt sind, und die den interessierenden Energiebereich überdecken, gezählt werden. Die Energiekalibrierung muss wiederholt werden, falls eine der gemessenen Energien außerhalb des erforderlichen Bereichs liegt (typischerweise 0,2 keV).

A.7 Kalibrierung bezüglich Nachweiswahrscheinlichkeit

Die Reproduzierbarkeit der Nachweiswahrscheinlichkeiten von Totalabsorptionslinien muss regelmäßig mit einer radioaktive Quelle mit langer Halbwertszeit überprüft werden, die mindestens niederenergetische (kleiner als 100 keV) und hochenergetische (größer als 1 300 keV) Gammastrahlung emittiert. Für diese Prüfungen muss die gleiche Geometrie mit einem reproduzierbaren Quelle-Detektor-Abstand (vorzugsweise mehr als 10 cm) verwendet werden. Es müssen in jeder Linie mindestens 20 000 Zählereignisse gesammelt werden. Shewhart-Regelkarten (ISO 7870-2) sollten verwendet werden, um Abweichungen in den Linienzählraten nachzuweisen, und Abweichungen müssen untersucht und, sofern erforderlich, Korrekturmaßnahmen ergriffen werden.

A.8 Halbwertsbreite

Während der regelmäßigen Prüfung bezüglich der Nachweiswahrscheinlichkeit muss auch die Auflösung des Systems (FWHM) gemessen werden, und zwar sowohl bei niedrigen als auch bei hohen Energien. Shewhart-Regelkarten (ISO 7870-2) sollten verwendet werden, um Abweichungen in den gemessenen FWHM-Werten nachzuweisen, und Abweichungen müssen untersucht und, sofern erforderlich, Korrekturmaßnahmen ergriffen werden.

Jeder langfristig ansteigende Trend in den FWHM-Werten muss ebenfalls untersucht werden, da er auf Verschlechterung von Komponenten des Vorverstärkers (oder auf anderer Fehler) hinweisen kann.

A.9 Untergrund

Mindestens einmal pro Jahr oder nach möglichen Kontaminationen muss der Untergrund im Detail geprüft werden, indem das neueste Untergrundspektrum mit dem vorherigen verglichen wird. Die Gesamtzahl der Zählereignisse in den Spektren und die Energien der Linien sollten verglichen werden. Jede signifikante Zunahme des Untergrundes muss untersucht werden.

ANMERKUNG Untergrundspektren können im Laufe der Zeit, auf Grund von Änderungen der Konzentration von natürlich vorkommendem radioaktivem Material in der Luft, variieren.

A.10 Überprüfung der Messungen

Es wird empfohlen, dass Laboratorien an nationalen oder internationalen Eignungsprüfungen teilnehmen. In diesen Übungen erhalten die Teilnehmer gammastrahlende Radionuklide und werden aufgefordert, die vorhandenen Radionuklide zu identifizieren und zu quantifizieren (und die abgeschätzte Unsicherheit anzugeben). Die Laborergebnisse müssen mit den veröffentlichten Werten verglichen werden, und Abweichungen von dem angegebenen Aktivitätsgehalt müssen untersucht und Korrekturmaßnahmen ergriffen werden.

Für *Vor-Ort*-Messungen werden Verifikations-Übungen von nationalen und internationalen Organisationen organisiert. An einer ausgewählten Fläche, deren nominelle Aktivität pro Flächeneinheit und/oder pro Masse bekannt ist, führen alle Teilnehmer Messungen durch und analysieren diese (zum Beispiele durch Untersuchung von Proben oder bekannter Quellen). Die Ergebnisse der teilnehmenden Teams werden mit den nominellen Werten verglichen und mit den Mittelwerten der Werte der anderen Teams.

A.11 Schulung und Beurteilung der Mitarbeiter

Ein Weiterbildungsplan und regelmäßige Beurteilung müssen für die Mitarbeiter, die mit der Planung der Messungen, den Messungen selbst, der Datenanalyse und der Berichterstattung betraut sind, etabliert werden.

Es wird empfohlen, dass die Mitarbeiter, die *Vor-Ort*-Messungen ausführen, an speziellen Kursen zur Messtechnik teilnehmen, die von Experten, Ausbildungsstätten, oder Herstellern von Messausrüstungen und Softwareproduzenten durchgeführt werden, und die Mitarbeiter durch regelmäßige Messkampagnen oder Schulungsprogramme zu trainieren.

A.12 Dokumentation

Aufzeichnungen der Ergebnisse aller Qualitätsüberprüfungen und der Daten sind aufzubewahren. Alle Abweichungen und Korrekturmaßnahmen sind ebenfalls aufzuzeichnen.

Anhang B (normativ)

Korrekturen an dem Analyseprozess

B.1 Allgemeines

Wenn keine Korrekturen bezüglich der folgenden Faktoren vorgenommen werden, kann dies zu systematischen Messabweichungen für den Schätzwert der Aktivität des Radionuklides führen.

- Unterschiede zwischen der Geometrie der Prüfprobe und der Referenzquelle;
- Unterschiede zwischen der Zusammensetzung und/oder Dichte der Prüfprobe und der Referenzquelle;
- Koinzidenz-Summieren (en: true coincidence summing);
- Effekte durch Pulsaufstockung (en: pile up).

Die Größe jeder dieser systematische Messabweichungen muss abgeschätzt und mit der Messunsicherheit verglichen werden, die für das Erfüllen der Kundenanforderungen erforderlich ist. Sofern erforderlich, muss eine Korrektur an den Schätzwerten der Aktivität durchgeführt werden und im Unsicherheitsbudget eine Komponente für die Unsicherheit der Korrektur aufgenommen werden. Falls keine Korrektur vorgenommen wird muss im Unsicherheitsbudget eine Komponente aufgenommen werden, die auf dem Schätzwert für die Größe der Effekte basiert.

Die folgenden Tabellen fassen die Methoden zur Minimierung der Effekte, zur Abschätzung der Größe der Effekte und zur Abschätzung der Korrekturfaktoren genauer zusammen. Andere Methoden können verwendet werden, aber sie müssen aufgezeichnet und dokumentiert werden.

In Abhängigkeit von den Details der verwendeten Messtechnik (zum Beispiel, wenn das Spektrometer mit einer Antikoinzidenz-Abschirmung ausgerüstet ist) können auch andere Korrekturfaktoren erforderlich sein. Diese Faktoren müssen ebenfalls identifiziert, ihre Auswirkungen abgeschätzt und Korrekturen angewendet werden.

B.2 Probengeometrie

Tabelle B.1 – Korrekturen bezüglich Probengeometrie

Grund für die Korrektur	Die Probengeometrie (üblicherweise die Füllhöhe im Behälter) entspricht möglicherweise nicht der Geometrie, die für die Kalibrierung des Gerätes benutzt wurde. Dies kann zu einer Änderung der Nachweiswahrscheinlichkeit führt, die sich als Funktion der Energie ändert. ANMERKUNG In den meisten Arrangements ist die Korrektur geringer als erwartet, da die Zählereignisse im Detektor von dem Teil der Probe dominiert werden, der am nächsten zum Detektor ist.
Minimierung der Korrektur	Die Korrektur kann minimiert werden, indem sichergestellt wird, dass die gleiche Geometrie für die Proben und für die Referenzquelle verwendet wird. Bei flüssigen Proben kann das Volumen kontrolliert werden, indem ein bekanntes Volumen durch Verwendung eines kalibrierten Glaskolbens oder Zylinders eingegossen wird, anstatt Markierungen auf dem Probenbehälter zu verwenden. Die Geometrie von Feststoffquellen kann kontrolliert werden, indem Werkzeuge zum Verpacken verwendet werden, die sicherstellen, dass der Probenbehälter bis zu einer kontrollierten Höhe gefüllt wird.
Abschätzung der Größe	Die Größe des Effekts kann abgeschätzt werden, indem Proben bekannter Aktivität mit den geringstmöglichen und höchstmöglichen Werten des interessierenden Parameters präpariert werden (zum Beispiel Füllhöhe) und die Schätzwerte der Aktivitäten verglichen werden. Alternativ können Monte-Carlo-Verfahren oder halbempirische Modelle verwendet werden.
Abschätzung des Korrekturfaktors	Der Korrekturfaktor kann abgeschätzt werden, indem ein Satz von Proben bekannter Aktivität unter Veränderung der Geometrie (zum Beispiel Füllhöhe) präpariert werden. Alternativ können Monte-Carlo-Verfahren oder halbempirische Modelle verwendet werden.