

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1452**

Première édition
First edition
1995-08

**Instrumentation nucléaire –
Mesure des taux d'émission gamma
de radionucléides – Etalonnage et
utilisation des spectromètres germanium**

**Nuclear instrumentation –
Measurement of gamma-ray emission rates
of radionuclides – Calibration and use of
germanium spectrometers**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 1452: 1995

Numéros des publications

Depuis le 1er janvier 1997, les publications de la CEI sont numérotées à partir de 60000.

Publications consolidées

Les versions consolidées de certaines publications de la CEI incorporant les amendements sont disponibles. Par exemple, les numéros d'édition 1.0, 1.1 et 1.2 indiquent respectivement la publication de base, la publication de base incorporant l'amendement 1, et la publication de base incorporant les amendements 1 et 2.

Validité de la présente publication

Le contenu technique des publications de la CEI est constamment revu par la CEI afin qu'il reflète l'état actuel de la technique.

Des renseignements relatifs à la date de reconfirmation de la publication sont disponibles dans le Catalogue de la CEI.

Les renseignements relatifs à des questions à l'étude et des travaux en cours entrepris par le comité technique qui a établi cette publication, ainsi que la liste des publications établies, se trouvent dans les documents ci-dessous:

- «Site web» de la CEI*
- **Catalogue des publications de la CEI**
Publié annuellement et mis à jour régulièrement (Catalogue en ligne)*
- **Bulletin de la CEI**
Disponible à la fois au «site web» de la CEI* et comme périodique imprimé

Terminologie, symboles graphiques et littéraux

En ce qui concerne la terminologie générale, le lecteur se reportera à la CEI 60050: *Vocabulaire Electrotechnique International* (VEI).

Pour les symboles graphiques, les symboles littéraux et les signes d'usage général approuvés par la CEI, le lecteur consultera la CEI 60027: *Symboles littéraux à utiliser en électrotechnique*, la CEI 60417: *Symboles graphiques utilisables sur le matériel. Index, relevé et compilation des feuilles individuelles*, et la CEI 60617: *Symboles graphiques pour schémas*.

* Voir adresse «site web» sur la page de titre.

Numbering

As from 1 January 1997 all IEC publications are issued with a designation in the 60000 series.

Consolidated publications

Consolidated versions of some IEC publications including amendments are available. For example, edition numbers 1.0, 1.1 and 1.2 refer, respectively, to the base publication, the base publication incorporating amendment 1 and the base publication incorporating amendments 1 and 2.

Validity of this publication

The technical content of IEC publications is kept under constant review by the IEC, thus ensuring that the content reflects current technology.

Information relating to the date of the reconfirmation of the publication is available in the IEC catalogue.

Information on the subjects under consideration and work in progress undertaken by the technical committee which has prepared this publication, as well as the list of publications issued, is to be found at the following IEC sources:

- **IEC web site***
- **Catalogue of IEC publications**
Published yearly with regular updates (On-line catalogue)*
- **IEC Bulletin**
Available both at the IEC web site* and as a printed periodical

Terminology, graphical and letter symbols

For general terminology, readers are referred to IEC 60050: *International Electrotechnical Vocabulary* (IEV).

For graphical symbols, and letter symbols and signs approved by the IEC for general use, readers are referred to publications IEC 60027: *Letter symbols to be used in electrical technology*, IEC 60417: *Graphical symbols for use on equipment. Index, survey and compilation of the single sheets* and IEC 60617: *Graphical symbols for diagrams*.

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC
1452**

Première édition
First edition
1995-08

**Instrumentation nucléaire –
Mesure des taux d'émission gamma
de radionucléides – Etalonnage et
utilisation des spectromètres germanium**

**Nuclear instrumentation –
Measurement of gamma-ray emission rates
of radionuclides – Calibration and use of
germanium spectrometers**

© CEI 1995 Droits de reproduction réservés — Copyright — all rights reserved

Aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie et les microfilms, sans l'accord écrit de l'éditeur.

No part of this publication may be reproduced or utilized in any form or by any means, electronic or mechanical, including photocopying and microfilm, without permission in writing from the publisher.

Bureau Central de la Commission Electrotechnique Internationale 3, rue de Varembe Genève, Suisse



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE XD

Pour prix, voir catalogue en vigueur
For price, see current catalogue

AVA Documents
Document Sharing Hub

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	8
INTRODUCTION	10
Articles	
1 Domaine d'application et objet	12
2 Références normatives	14
3 Définitions et symboles	14
3.1 Sens spécial pour certains mots	14
3.2 Définitions	14
3.3 Symboles	22
4 Installation de l'appareillage	24
5 Procédures d'étalonnage et d'analyse des pics	26
5.1 Algorithme de recherche de pics	26
5.2 Détermination de la position et de la surface des pics	26
5.3 Etalonnage en énergie	28
5.4 Etalonnage en efficacité	28
5.4.1 Normalisation pour des radionucléides spécifiques	30
5.4.2 Efficacité du détecteur en fonction de l'énergie	30
5.4.3 Courbe ou tableau d'efficacité	32
6 Mesure du rayonnement gamma avec les spectromètres Ge	34
6.1 Mesure de l'énergie des rayonnements gamma	34
6.2 Mesure du taux d'émission gamma et de l'activité des radionucléides	34
6.2.1 Soustraction des pics parasites dans le bruit de fond	36
6.2.2 Décroissance radioactive	36
6.2.3 Empilement d'impulsions (sommation aléatoire)	40
6.2.4 Sommation en cascade (coïncidence)	42
6.2.5 Correction d'atténuation	44
7 Contrôle des performances de l'ensemble de spectrométrie	48
7.1 Horloges de l'analyseur multicanal	48
7.2 Réglage du décalage continu et du pôle-zéro	48
7.3 Etalonnage en énergie	48
7.4 Efficacité du système et résolution	50
7.5 Empilement des impulsions (sommation aléatoire)	50
8 Contrôle des performances du logiciel d'analyse	52
8.1 Essais de l'algorithme de recherche automatique de pic	54
8.2 Essais d'indépendance de la surface du pic par rapport au quotient amplitude brute du pic sur amplitude du fond continu	58
8.3 Essais des algorithmes de reconnaissance de pic double et d'ajustement des pics	60

CONTENTS

	Page
FOREWORD	9
INTRODUCTION	11
Clause	
1 Scope and object	13
2 Normative references	15
3 Definitions and symbols	15
3.1 Special word usage	15
3.2 Definitions	15
3.3 Symbols	23
4 Installation of instrumentation	25
5 Peak analysis and calibration procedures	27
5.1 Peak-finding algorithm	27
5.2 Peak position and area measurement	27
5.3 Energy calibration	29
5.4 Efficiency calibration measurement	29
5.4.1 Standardization for specific radionuclides	31
5.4.2 Detector efficiency as a function of energy	31
5.4.3 Efficiency function or look-up table	33
6 Gamma-ray measurements with Ge spectrometers	35
6.1 Measurement of gamma-ray energies	35
6.2 Measurement of gamma-ray emission rates and radionuclide activities	35
6.2.1 Subtraction of interference peaks in the background	37
6.2.2 Radioactive decay	37
6.2.3 Pulse pile-up (random summing)	41
6.2.4 Cascade (coincidence) summing	43
6.2.5 Attenuation corrections	45
7 Performance tests of the spectrometry system	49
7.1 Multichannel-analyzer clocks	49
7.2 D.C. offset and pole-zero settings	49
7.3 Energy calibration	49
7.4 System efficiency and resolution	51
7.5 Pulse pile-up (random summing)	51
8 Performance tests of the analysis software	53
8.1 Test of automatic peak-finding algorithm	55
8.2 Test of independence of peak-area from the gross peak-height to continuum-height ratio	59
8.3 Test of the doublet-peak finding and fitting algorithms	61

Articles	Pages
9 Vérification du processus complet d'analyse	62
9.1 Evaluation de l'importance des sommations en cascade	62
9.2 Erreur absolue sur la détermination de l'efficacité relative dans le pic d'énergie totale	66
9.3 Précision de l'efficacité dans le pic d'énergie totale	68
10 Identification d'un radionucléide	68
11 Incertitudes et composition des incertitudes	70
Annexes	
A Procédures de caractérisation d'un spectromètre gamma Ge	96
B Mesure de la position d'un pic, de la surface nette et de leurs incertitudes	148
C Equations pour corriger la sommation en cascade de rayonnements gamma	156
D Construction de blindages pour les spectromètres Ge	178
E Bibliographie	186

LISTE DES TABLEAUX

1 Surface nette de pic mesurée en fonction de l'amplitude du fond continu	58
2 Incertitudes	76
3 Contributions à l'incertitude	78
A.1 Réglage des canaux pour que la courbe d'énergie (canaux) passe par zéro	100

LISTE DES FIGURES

1 Efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie gamma	80
2 $\varepsilon_f \cdot E_f$ (keV) ^{0,835} en fonction de l'énergie gamma	82
3 Spécification des temps pour les corrections de décroissance	84
4 Ecart sur la surface du pic en fonction de l'amplitude du fond continu	86
5 Ecart sur les surfaces de doublets d'égale amplitude pour différentes séparations	88
6 Ecart sur les surfaces de doublets inégaux pour différents rapports d'amplitude	90
7 Correction de sommation en cascade pour le gamma de 591 keV de ¹⁵⁴ Eu	92
8 Spectre gamma Ge partiel d'une source composite à vie longue	94
A.1 Impulsions de sortie de l'amplificateur montrant des compensations de pôle correctes et incorrectes	134
A.2 Distribution de LTMH de pics spectraux en fonction de l'énergie	136
A.3 Spécification des temps lors du traitement des impulsions par le CAN	138
A.4 Correction des empilements en fonction du taux de comptage total intégral	140
A.5 Formes d'impulsions du préamplificateur et de l'amplificateur pour différentes formes d'impulsions test	142
A.6 Spectre gamma d'une source composite de référence	144
A.7 Motif mosaïque d'un filtre à air de référence	146
B.1 Pic bien résolu avec fond continu	154

Clause	Page
9 Verification of the entire analysis process	63
9.1 Assessment of the magnitude of cascade summing	63
9.2 Absolute error in the relative full-energy-peak efficiency	67
9.3 Accuracy of the full-energy-peak efficiency	69
10 Radionuclide identification	69
11 Uncertainties and uncertainty propagation	71
Annexes	
A Procedures for characterization of a Ge gamma-ray spectrometer	97
B Measurement of peak position, net area and their uncertainties	149
C Equations for the correction of cascade gamma-ray summing	157
D Construction of shields for Ge spectrometers	179
E Bibliography	186

LIST OF TABLES

1 Measured net-peak areas as a function of continuum height	59
2 Uncertainties	77
3 Uncertainty contributions	79
A.1 Adjustment of energy channels to yield energy equation with zero intercept	101

LIST OF FIGURES

1 Full-energy-peak efficiency as a function of gamma-ray energy	81
2 $\epsilon_f \cdot E_f$ (keV) ^{0,835} as a function of gamma-ray energy	83
3 Specification of times for decay corrections	85
4 Deviation in peak area as a function of continuum height	87
5 Deviation in equally sized doublet peak areas for different separations	89
6 Deviation in unequally sized doublet peak areas for different pulse-height ratios	91
7 Cascade-summing corrections for a ¹⁵⁴ Eu 591 keV gamma ray	93
8 Partial Ge gamma-ray spectrum of a long-lived mix	95
A.1 Amplifier output pulses showing correct and incorrect pole-zero cancellation	135
A.2 Distribution of FWHM of spectral peaks as a function of energy	137
A.3 Specification of times for pulse processing by an ADC	139
A.4 Pulse pile-up correction as a function of integral counting rate	141
A.5 Preamplifier and amplifier pulse shapes resulting from different pulser shapes ...	143
A.6 Gamma-ray spectrum of a mixed radionuclide standard	145
A.7 Mosaic pattern of an air-filter standard	147
B.1 Well-resolved peak with continuum	155

Figures	Pages
C.1 Schéma de désintégration à trois transitions	174
C.2 Schéma partiel de désintégration de ^{154}Eu	176
D.1 Spectre gamma de bruit de fond enregistré en l'absence de source	182
D.2 Spectre gamma de bruit de fond enregistré avec un échantillon d'eau dans un récipient enveloppant	184

Figures	Page
C.1 A three-transition decay scheme	175
C.2 Partial decay scheme of ^{154}Eu	177
D.1 Background gamma-ray spectrum taken with no sample	183
D.2 Background gamma-ray spectrum taken with a reentrant (Marinelli) beaker sample of water	185

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

INSTRUMENTATION NUCLÉAIRE –

Mesure des taux d'émission gamma de radionucléides – Etalonnage et utilisation des spectromètres germanium

AVANT-PROPOS

- 1) La CEI (Commission Electrotechnique Internationale) est une organisation mondiale de normalisation composée de l'ensemble des comités électrotechniques nationaux (Comités nationaux de la CEI). La CEI a pour objet de favoriser la coopération internationale pour toutes les questions de normalisation dans les domaines de l'électricité et de l'électronique. A cet effet, la CEI, entre autres activités, publie des Normes internationales. Leur élaboration est confiée à des comités d'études, aux travaux desquels tout Comité national intéressé par le sujet traité peut participer. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec la CEI, participent également aux travaux. La CEI collabore étroitement avec l'Organisation Internationale de Normalisation (ISO), selon des conditions fixées par accord entre les deux organisations.
- 2) Les décisions ou accords officiels de la CEI en ce qui concerne les questions techniques, préparés par les comités d'études où sont représentés tous les Comités nationaux s'intéressant à ces questions, expriment dans la plus grande mesure possible un accord international sur les sujets examinés.
- 3) Ces décisions constituent des recommandations internationales publiées sous forme de normes, de rapports techniques ou de guides et agréées comme telles par les Comités nationaux.
- 4) Dans le but d'encourager l'unification internationale, les Comités nationaux de la CEI s'engagent à appliquer de façon transparente, dans toute la mesure possible, les Normes internationales de la CEI dans leurs normes nationales et régionales. Toute divergence entre la norme de la CEI et la norme nationale ou régionale correspondante doit être indiquée en termes clairs dans cette dernière.

La Norme internationale CEI 1452 a été établie par le comité d'études 45 de la CEI: Instru-
mentation nucléaire.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
45/337/DIS	45/362/RVD

Le rapport de vote indiqué dans le tableau ci-dessus donne toute information sur le vote ayant abouti à l'approbation de cette norme.

Les annexes A, B, C, D et E sont données uniquement à titre d'information.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

NUCLEAR INSTRUMENTATION –

**Measurement of gamma-ray emission rates of radionuclides –
Calibration and use of germanium spectrometers**

FOREWORD

- 1) The IEC (International Electrotechnical Commission) is a worldwide organization for standardization comprising all national electrotechnical committees (IEC National Committees). The object of the IEC is to promote international cooperation on all questions concerning standardization in the electrical and electronic fields. To this end and in addition to other activities, the IEC publishes International Standards. Their preparation is entrusted to technical committees; any IEC National Committee interested in the subject dealt with may participate in this preparatory work. International, governmental and non-governmental organizations liaising with the IEC also participate in this preparation. The IEC collaborates closely with the International Organization for Standardization (ISO) in accordance with conditions determined by agreement between the two organizations.
- 2) The formal decisions or agreements of the IEC on technical matters, prepared by technical committees on which all the National Committees having a special interest therein are represented, express, as nearly as possible, an international consensus of opinion on the subjects dealt with.
- 3) They have the form of recommendations for international use published in the form of standards, technical reports or guides and they are accepted by the National Committees in that sense.
- 4) In order to promote international unification, IEC National Committees undertake to apply IEC International Standards transparently to the maximum extent possible in their national and regional standards. Any divergence between the IEC Standard and the corresponding national or regional standard shall be clearly indicated in the latter.

International Standard IEC 1452 has been prepared by IEC technical committee 45: Nuclear instrumentation.

The text of this standard is based on the following documents:

DIS	Report on voting
45/337/DIS	45/362/RVD

Full information on the voting for the approval of this standard can be found in the report on voting indicated in the above table.

Annexes A, B, C, D and E are for information only.

INTRODUCTION

Un spectromètre gamma classique comprend un détecteur en germanium (Ge) avec son cryostat refroidi de manière mécanique ou par azote liquide, un préamplificateur, une source de polarisation du détecteur, un amplificateur, un convertisseur analogique/numérique (CAN), un dispositif de stockage multicanal du spectre et des afficheurs de données. Ces spectromètres comprennent ou sont communément associés à des ordinateurs et leur logiciel. Un blindage de protection contre les radiations entoure souvent le détecteur pour limiter le taux de comptage du bruit de fond (voir annexe D pour les directives de construction du blindage). Les photons (rayons X et gamma) interagissent avec le cristal de germanium pour produire des paires électron-trou. Ces électrons et trous sont groupés et forment une impulsion dont l'amplitude est proportionnelle à l'énergie libérée dans le volume actif du cristal de germanium. Ces impulsions sont amplifiées, mises en forme et triées d'après leur amplitude, à l'aide d'un convertisseur analogique/numérique (CAN) afin de produire un histogramme représentant, en fonction de l'énergie, le nombre de photons absorbés par le détecteur. Après empilement d'un nombre suffisant d'impulsions, l'histogramme affiche un spectre contenant un ou plusieurs pics avec une répartition normale (gaussienne) correspondant aux photons qui ont transmis toute leur énergie au détecteur.

Le taux d'émission d'une source $R(E)$ de rayonnement gamma d'énergie E est obtenu en divisant la surface nette $N(E)$ du pic d'énergie totale par le temps actif T_L et l'efficacité dans le pic d'énergie totale $\epsilon(E)$ du détecteur, pour la géométrie de comptage utilisée. Une courbe ou représentation fonctionnelle de l'efficacité du pic d'énergie totale permet une interpolation entre les points de calibration. Il est possible d'avoir à apporter des corrections pour

- 1) les pertes d'impulsions dues à leur empilement (pour des taux de comptage élevés);
- 2) les sommations en cascade (coïncidences);
- 3) la décroissance de la source pendant l'échantillonnage (par exemple avec des filtres à air) et le comptage;
- 4) la décroissance de la source depuis une période de comptage précédente; et
- 5) l'atténuation de photons à l'intérieur et à l'extérieur de la source, qui ne sont pas prises en compte par la calibration de l'efficacité du pic d'énergie totale.

INTRODUCTION

A typical gamma-ray spectrometer consists of a germanium (Ge) detector with its liquid-nitrogen or mechanically refrigerated cryostat and preamplifier, detector bias supply, amplifier, analog-to-digital converter (ADC), multichannel storage of the spectrum, and data-readout devices. The spectrometers frequently include or are associated with computers and their software. A radiation shield often surrounds the detector to reduce the counting rate from room background radiation (see annex D for shield construction guidelines). Photons (X and gamma rays) interact with the Ge crystal to produce electron-hole pairs. These electrons and holes are collected to produce a pulse whose amplitude is proportional to the energy deposited in the active volume of the Ge crystal. These pulses are amplified, shaped and sorted according to pulse height using an analog-to-digital converter (ADC) to produce a histogram showing, as a function of energy, the number of photons absorbed by the detector. After the accumulation of a sufficient number of pulses the histogram will display a spectrum with one or more peaks with an approximately normal (Gaussian) distribution corresponding to photons that transferred their entire energy to the detector.

A source emission rate, $R(E)$, for a gamma ray of energy E is determined by dividing the net area, $N(E)$, in the full-energy peak by the live time, T_L , and full-energy-peak efficiency, $\epsilon(E)$, of the detector for the counting geometry used. A curve or functional representation of the full-energy-peak efficiency permits interpolation between available calibration points. Corrections may be needed for

- 1) the loss of pulses due to pulse pile-up (at high counting rates);
- 2) cascade (coincidence) summing;
- 3) the decay of the source during sampling (e.g. with air filters) and counting;
- 4) the decay of the source from a previous time to the counting period; and
- 5) attenuation of photons within and external to the source that is not accounted for by the full-energy-peak efficiency calibration.

INSTRUMENTATION NUCLÉAIRE –

Mesure des taux d'émission gamma de radionucléides – Etalonnage et utilisation des spectromètres germanium

1 Domaine d'application et objet

L'objet de la présente norme est d'établir des méthodes de calibration et d'utilisation de spectromètres au germanium pour la mesure de l'énergie et des taux d'émission de rayonnements gamma s'échelonnant entre 59 keV et environ 3 000 keV et, à partir de ces mesures, le calcul de l'activité des sources. Les conditions minimales de recherche automatisée de pic sont indiquées. Cette norme définit aussi les méthodes de mesure de l'efficacité dans le pic d'énergie totale avec des sources calibrées.

Les essais de performances décrits permettent de vérifier que le fonctionnement du spectromètre Ge reste dans les limites acceptables. Ces essais évaluent les limites des algorithmes utilisés pour localiser et adapter des pics simples et multiplets. Des méthodes pour mesurer et corriger les empilements d'impulsions sont suggérées. Un essai permettant de vérifier l'ampleur approximative des sommations en cascade est décrit. Des techniques d'examen sont recommandées pour détecter dans les résultats d'analyse spectrale des erreurs importantes dues à la sommation de rayonnements gamma en cascade dans le détecteur. Des suggestions sont faites pour l'établissement des bibliothèques de données pour l'identification des radionucléides, pour les corrections de décroissance et pour la conversion des taux d'émission de rayonnement gamma en taux de décroissance.

La mesure des taux d'émission des rayons X n'est pas incluse car les fonctions d'ajustement sont différentes pour les pics X dont les formes sont intrinsèquement différentes de celles des pics de rayonnement gamma. De plus, les pics des rayons X sont des multiplets complexes (par exemple les rayons X_K de TI comprennent huit composantes formant quatre pics individuels partiellement résolus). Cette norme n'aborde pas la mesure des taux d'émission concernant les pics d'annihilation d'un rayonnement ou des pics d'échappement simple et double résultant d'une libération d'énergie partielle dans le détecteur par la production de paires. Il est possible que les pics d'échappement puissent nécessiter des fonctions d'ajustement différentes de celles requises pour les pics d'énergie totale équivalents. Par ailleurs, la largeur des pics d'annihilation de rayonnement et d'échappement simple est supérieure à celle du pic d'énergie gamma correspondante. Cette norme n'aborde pas les méthodes de mesure des limites inférieures de détection du fait qu'elles s'appliquent à des radionucléides particuliers.

Le but de cette norme est de fournir une base destinée à la calibration de routine et à l'utilisation de détecteurs à semi-conducteurs en germanium (Ge) pour la mesure du taux d'émission de rayonnements gamma et donc de l'activité des radionucléides d'un échantillon. Elle est destinée à des personnes connaissant les principes des spectromètres gamma germanium et qui sont chargées du développement de méthodes correctes de calibration et d'utilisation de ces détecteurs. Cette norme est essentiellement destinée aux mesures analytiques habituelles. La CEI 973 lui est apparentée.

NUCLEAR INSTRUMENTATION –

Measurement of gamma-ray emission rates of radionuclides – Calibration and use of germanium spectrometers

1 Scope and object

This standard establishes methods for the calibration and use of germanium spectrometers for the measurement of gamma-ray energies and emission rates over the energy range from 59 keV to approximately 3 000 keV and the calculation of source activities from these measurements. Minimum requirements for automated peak finding are stated. This standard establishes methods for measuring the full-energy peak efficiency with calibrated sources.

Performance tests are described that ascertain if the Ge spectrometer is functioning within acceptable limits. These tests evaluate the limitations of the algorithms used for locating and fitting single and multiplet peaks. Methods for the measurement of and the correction for pulse pile-up are suggested. A test to ascertain the approximate magnitude of cascade summing is described. Techniques are recommended for the inspection of spectral-analysis results for large errors resulting from summing of cascade gamma rays in the detector. Suggestions are provided for the establishment of data libraries for radionuclide identification, decay corrections and the conversion of gamma-ray emission rates to decay rates.

The measurement of X-ray emission rates is not included because different functional fits are required for X-ray peaks, which have intrinsically different peak shapes than gamma-ray peaks. Further, X-ray peaks are complex multiplets (e.g. the K X-rays of Tl are composed of eight components that form four partially resolved individual peaks). This standard does not address the measurement of emission rates of annihilation radiation peaks or single- and double-escape peaks resulting from partial energy deposition in the detector from pair production. Escape peaks may require different fitting functions than comparable full-energy peaks. Further, annihilation radiation and single-escape peaks have a different and larger width than a corresponding gamma-ray energy. Discussion of acceptable methods for measuring the lower limits of detection as they relate to specific radionuclides is beyond the scope of this standard.

The object of this standard is to provide a basis for the routine calibration and use of germanium (Ge) semiconductor detectors for the measurement of gamma-ray emission rates and thereby the activities of the radionuclides in a sample. It is intended for use by persons who have an understanding of the principles of Ge gamma-ray spectrometry and are responsible for the development of correct procedures for the calibration and use of such detectors. This standard is primarily intended for routine analytical measurements. A related document is IEC 973.

2 Références normatives

Les documents normatifs suivants contiennent des dispositions qui, par suite de la référence qui y est faite, constituent des dispositions valables pour la présente Norme internationale. Au moment de la publication, l'édition indiquée était en vigueur. Tout document normatif est sujet à révision et les parties prenantes aux accords fondés sur la présente Norme internationale sont invitées à rechercher la possibilité d'appliquer les éditions les plus récentes des documents normatifs indiqués ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 973: 1989, *Méthodes d'essais de détecteurs gamma en germanium*

CEI 1151: 1992, *Instrumentation nucléaire – Amplificateurs et préamplificateurs utilisés avec des détecteurs de rayonnements ionisants – Méthodes d'essais*

CEI 1342: 1995, *Instrumentation nucléaire – Analyseurs d'amplitude multicanaux – Principales caractéristiques, prescriptions techniques et méthodes d'essai*

3 Définitions et symboles

3.1 Sens spécial pour certains mots

Les mot «doit» implique une obligation; l'expression «il convient de» illustre une recommandation; enfin le mot «peut» indique une permission. Pour être conforme à cette norme, la spectrométrie Ge doit être exécutée conformément aux exigences, mais pas nécessairement aux recommandations; cependant, il convient de justifier le non-respect d'une recommandation.

3.2 Définitions

Pour les besoins de la présente Norme internationale, les définitions suivantes s'appliquent.

3.2.1 erreur absolue (d'une mesure): Résultat d'une mesure diminué de la valeur admise, à mesurer.

3.2.2 activité (A): Nombre prévu de désintégrations nucléaires spontanées (transformations) en unité de temps à partir d'un état d'énergie spécifié (à l'exclusion des décroissances instantanées à partir d'un niveau nucléaire inférieur) pour une quantité donnée d'un radionucléide. Son unité (SI) est le becquerel (Bq) qui correspond à une désintégration par seconde. L'activité a souvent été exprimée en curies, avec $3,7 \times 10^{10}$ Bq correspondant exactement à une curie.

3.2.3 convertisseur analogique/numérique (CAN): Dispositif électronique utilisé pour convertir l'amplitude d'une impulsion de tension d'un format analogique en format numérique.

3.2.4 gain de conversion d'un CAN: Le gain de conversion d'un CAN indique le nombre de canaux sur lequel la plage d'amplitude totale peut être étendue; en général, on utilise entre 2 048 et 8 192 canaux pour la spectrométrie Ge.

2 Normative references

The following normative documents contain provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the editions indicated were valid. All normative documents are subject to revision, and parties to agreements based on this International Standard are encouraged to investigate the possibility of applying the most recent edition of the normative documents indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 973: 1989, *Test procedures for germanium gamma-ray detectors*

IEC 1151: 1992, *Nuclear instrumentation – Amplifiers and preamplifiers used with detectors of ionizing radiation – Test procedures*

IEC 1342: 1995, *Nuclear instrumentation – Multichannel pulse height analyzers – Main characteristics, technical requirements and test methods*

3 Definitions and symbols

3.1 Special word usage

The word "shall" denotes a requirement; the word "should" denotes a recommendation; and the word "may" denotes permission. To conform to this standard, Ge spectrometry shall be performed in accordance with its requirements, but not necessarily with its recommendations; however, justification should be documented for deviations from a recommendation.

3.2 Definitions

For the purpose of this International Standard, the following definitions apply:

3.2.1 absolute error (of a measurement): The result of a measurement minus the conventional true value of the measurand.

3.2.2 activity (A): The expected number of spontaneous nuclear decays (transformations) in unit time from a specified energy state (excluding prompt decays from a lower nuclear level) for a given amount of a radionuclide. Its standard (SI) unit is the becquerel (Bq) where one Bq equals one decay per second. Activity has often been expressed in curies, where $3,7 \times 10^{10}$ Bq equal one curie, exactly.

3.2.3 analog-to-digital converter (ADC): An electronic device used to convert the amplitude of a voltage pulse from analog to digital format.

3.2.4 ADC conversion gain: The conversion gain of an ADC specifies the number of channels over which the full amplitude span can be spread; usually 2 048 to 8 192 channels are used for Ge gamma-ray spectrometry.

3.2.5 atténuation: Perte nette, mesurée sur le détecteur, de photons primaires d'énergie déterminée, occasionnée par leur interaction avec la matière, résultant d'un processus de diffusion ou d'absorption, dans un échantillon ou dans un matériau situé entre l'échantillon et le cristal du détecteur.

3.2.6 bruit de fond: Données spectrales, y compris les pics, qui ne sont pas générées par la source mais proviennent plutôt de la désintégration radioactive intervenant dans le milieu environnant ou d'interactions de rayonnements cosmiques à l'intérieur ou à proximité du détecteur (voir 3.2.12: fond continu).

3.2.7 calibration: Détermination d'une valeur qui convertit une mesure en une quantité physique (par exemple amplitude d'une impulsion en énergie de photon, ou impulsions par seconde en taux d'émission).

3.2.8 sommation en cascade de rayonnements X et gamma (sommation de coïncidences): Détection simultanée de plusieurs photons provenant d'une seule désintégration nucléaire et donnant lieu à l'observation d'une seule impulsion (sommée).

3.2.9 transitions en cascade: Rayonnements gamma émis séquentiellement dans la décroissance radioactive d'un atome simple, pendant le temps de résolution du spectromètre.

3.2.10 sommation de coïncidences: Voir 3.2.8 sommation en cascade de rayonnements X et gamma.

3.2.11 incertitude combinée: Incertitude résultant de la combinaison, à l'aide des méthodes statistiques classiques, des incertitudes des catégories A et B définies par le Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). Les incertitudes de catégorie A sont évaluées par l'application de méthodes statistiques à une série de mêmes mesures et sont caractérisées par l'écart type estimé, s_A . Les incertitudes de catégorie B sont attribuées aux quantités dont la variation n'est pas observée explicitement. Elles sont déterminées, à partir d'autres informations, par approximation par rapport à un «écart type» s_B correspondant, dont on assume l'existence. Ces incertitudes sont combinées comme des écarts types.

3.2.12 fond continu: Partie de la distribution d'amplitudes située sous un pic, y compris celles dues à la source, au détecteur et aux conditions de mesures, qui affecte la forme du spectre.

3.2.13 valeur absolue admise (d'une mesure): Meilleure estimation communément acceptée de la valeur de cette quantité. Celle-ci et son incertitude associée seront normalement déterminées à l'aide d'un étalon secondaire national ou international, ou par un instrument de référence qui a été calibré par rapport à un étalon secondaire national ou international, ou par mesure avec assurance qualité d'un laboratoire national ou international ou d'un laboratoire secondaire qualifié.

3.2.14 taux de comptage: Taux auquel les impulsions du détecteur sont enregistrées dans un intervalle de tension donné. L'unité est l'inverse de seconde (s^{-1}).

3.2.15 rayonnement gamma de passage: Rayonnement gamma se produisant entre deux niveaux nucléaires non adjacents.

3.2.5 attenuation: The net loss at the detector of primary photons of a given energy resulting from their interaction with matter either due to the occurrence of scattering or absorption in the sample or in material between the sample and the detector crystal.

3.2.6 background: Spectral data including peaks not caused by the source but rather resulting from radioactive decay occurring in the surrounding environment or from cosmic-ray interactions in or adjacent to the detector (see 3.2.12, continuum).

3.2.7 calibration: The determination of a value that converts a measured number into a desired physical quantity (e.g. pulse-height into photon energy, or counts per second into emission rate).

3.2.8 cascade summing of X and gamma rays (also coincidence summing): The simultaneous detection of two or more photons originating from a single nuclear disintegration that results in only one observed (summed) pulse.

3.2.9 cascade transitions: Gamma rays in the radioactive decay of a single atom that are emitted sequentially and within the resolving time of the spectrometer.

3.2.10 coincidence summing: See cascade summing of X and gamma rays.

3.2.11 combined uncertainty: The uncertainty resulting from the combining of category A and category B uncertainties, as defined by the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM), using standard statistical methods. Category A uncertainties are evaluated by applying statistical methods to a series of repeated measurements and are characterized by the estimated standard deviation, s_A ; category B uncertainties are assigned to quantities whose variation is not explicitly observed. Category B uncertainties are determined by estimating from other information an approximation to a corresponding "standard deviation," s_B , whose existence is assumed. They are combined as if they are all standard deviations.

3.2.12 continuum: The part of the pulse-height distribution lying underneath a peak including contributions associated with the source, detector, and measuring conditions that affect the spectral shape.

3.2.13 conventional true value (of a quantity): The commonly accepted best estimate of the value of that quantity. This and its associated uncertainty will normally be determined by a national or international transfer standard, or by a reference instrument that has been calibrated against a national or international transfer standard, or by measurement quality assurance with a national or international laboratory or qualified secondary laboratory.

3.2.14 counting rate: The rate at which detector pulses are being registered in a selected voltage interval. The unit is reciprocal seconds (i.e. s^{-1}).

3.2.15 crossover gamma ray: A gamma ray occurring between two non-adjacent nuclear levels.

3.2.16 temps mort: Durée pendant laquelle un système d'exploitation n'est pas en mesure de traiter une impulsion d'entrée.

3.2.17 efficacité de détection: Rapport entre le nombre d'impulsions sélectionnées enregistrées par unité de temps et le nombre de photons émis par la source par unité de temps. Voir également efficacité dans le pic d'énergie totale et efficacité totale.

3.2.18 niveau de courant continu (c.c.): Niveau de la tension d'entrée ou de sortie d'un instrument couplé en continu en l'absence d'impulsions.

3.2.19 écart de courant continu (c.c.): Différence entre un niveau de courant ou de tension et un niveau de référence.

3.2.20 probabilité d'émission par désintégration [$P(E)$ ou $P_\gamma(E)$] (également rendement): Probabilité pour qu'une désintégration radioactive soit suivie par l'émission du rayonnement spécifié. Les probabilités d'émission gamma sont souvent exprimées par 100 décroissances.

3.2.21 résolution en énergie, largeur totale à mi-hauteur (LTMH): Largeur totale mesurée à la moitié de l'amplitude maximale du pic dont la ligne de base est calculée à partir du continuum.

3.2.22 résolution en énergie, largeur totale à un dixième de l'amplitude maximale (LT0,1H): Largeur totale mesurée à un dixième de l'amplitude maximale du pic dont la ligne de base est calculée à partir du continuum (pour une répartition normale (gaussienne), LT0,1H est égale à LTMH multipliée par 1,823).

3.2.23 pic d'énergie totale (également photopic): Pic dans le spectre résultant de l'absorption totale d'un photon d'énergie donnée dans le volume actif du cristal de germanium et la collection de toute la charge résultante.

3.2.24 efficacité du pic d'énergie totale [$\varepsilon(E)$]: Le rapport entre le nombre de chocs dans la surface nette du pic d'énergie totale et le nombre de photons de cette énergie émis par une source de caractéristiques spécifiées et pour une distance source-détecteur donnée.

3.2.25 rapport de branchement de rayonnement gamma [$f(E)$]: Pour un état excité donné, il s'agit du rapport entre le taux d'émission d'un rayonnement gamma particulier et le taux de transition totale obtenu à partir du niveau (à ne pas confondre avec la probabilité d'émission par désintégration).

3.2.26 taux d'émission de rayonnement gamma [$R(E)$]: Taux auquel un rayonnement gamma, d'une énergie donnée, dû à la désintégration d'un radionucléide particulier, est émis par une source donnée. Le taux d'émission gamma est égal à la valeur de l'activité que multiplie la probabilité d'émission gamma.

3.2.27 temps actif (T_L): Intervalle de temps d'un comptage pendant lequel un système de comptage est capable de traiter des impulsions d'entrées. Le temps réel est égal à la somme du temps actif et du temps mort.

3.2.28 analyseur d'amplitude multicanal: Equipement électronique qui enregistre et stocke les impulsions en fonction de leur amplitude. Il est composé de trois parties fonctionnelles:

3.2.16 dead time: The time during which an operating system is unable to process an input pulse.

3.2.17 detection efficiency: The ratio between the number of selected pulses recorded per unit time to the number of photons emitted by the source per unit time. Also see full-energy-peak efficiency and total efficiency.

3.2.18 direct current (d.c.) level: The input or output voltage level on a d.c.-coupled instrument when there are no pulses present.

3.2.19 direct current (d.c.) offset: The difference between a current or voltage level and a reference level.

3.2.20 emission probability per decay [$P(E)$ or $P_\gamma(E)$] (also yield and abundance): The probability that a radioactive decay will be followed by the emission of the specified radiation. Gamma-ray emission probabilities are often expressed per 100 decays.

3.2.21 energy resolution, full width at half maximum (FWHM): The width of a peak at half of the maximum peak height where the baseline is measured from the continuum.

3.2.22 energy resolution, full width at tenth maximum (FW0,1M): The width of a peak at one tenth of the maximum peak height where the baseline is measured from the continuum. (For a normal (Gaussian) distribution, FW0,1M is 1,823 times its FWHM.)

3.2.23 full-energy peak (also photopeak): A peak in the spectrum resulting from the complete (total) absorption of a photon of a given energy in the active volume of the germanium crystal and collection of all of the resulting charge.

3.2.24 full-energy-peak efficiency [$\epsilon(E)$]: The ratio between the number of counts in the net area of the full-energy peak to the number of photons of that energy emitted by a source with specified characteristics for a specified source-to-detector distance.

3.2.25 gamma-ray branching ratio [$f(E)$]: For a given excited state, it is the ratio of the emission rate of a particular gamma ray to the total transition rate from the level (not to be confused with emission probability per decay).

3.2.26 gamma-ray emission rate [$R(E)$]: The rate at which a gamma ray of a given energy from the decay of a particular radionuclide is emitted from a given source. The gamma-ray emission rate is the activity times the gamma-ray emission probability.

3.2.27 live time (T_L): The time interval of a count during which a counting system is capable of processing input pulses. Real time equals live time plus dead time.

3.2.28 multichannel pulse-height analyzer (MCA): An electronic device that records and stores pulses according to their height. It consists of three function segments:

- 1) un CAN permettant de mesurer l'amplitude de l'impulsion,
- 2) des registres mémoire (un par canal du spectre) pour compter le nombre d'impulsions ayant une amplitude se situant dans un incrément de tension donné et
- 3) une section entrée/sortie permettant de transférer des informations spectrales vers d'autres équipements tels qu'un ordinateur, un écran cathodique, ou des moyens d'affichage ou de stockage permanent (tel qu'un disque ou une bande magnétique).

3.2.29 LNNR: Laboratoire national de normalisation pour les mesures radioactives.

3.2.30 rapport pic sur Compton pour le pic de 1 332 keV du ^{60}Co : Rapport entre la hauteur du pic d'énergie totale du ^{60}Co mesurée à 1 332 keV et la hauteur moyenne du plateau Compton correspondant entre 1 040 keV et 1 096 keV.

3.2.31 compensation de pôle: Le réglage du pôle/zéro sur l'amplificateur de mise en forme détermine la position du zéro du circuit de compensation de pôle, pour annuler exactement le pôle de sortie du préamplificateur et générer ainsi un signal simple pôle (c'est-à-dire sans rebonds) en sortie de l'amplificateur. Cette opération convertit le signal d'entrée à «longue traînée» en signal à «traînée courte» pour l'optimisation du signal et l'analyse ultérieure de la hauteur d'impulsion. Une annulation correcte du pôle/zéro est une nécessité absolue de façon à prévenir une dégradation du spectre même à des taux modérés ($2\,000\text{ s}^{-1}$). (Voir la figure A.1 comme exemple d'ajustement correct d'annulation du pôle/zéro).

3.2.32 ligne de base de l'impulsion: Niveau moyen à partir duquel une impulsion débute et vers lequel elle retourne, en l'absence d'une impulsion de recouvrement suivante.

3.2.33 empilement d'impulsions (quelquefois appelé sommation aléatoire): Occurrence de deux impulsions successives très proches dans le temps mais issues de deux désintégrations séparées, telles qu'elles contribuent mutuellement à la forme et à l'amplitude de l'autre impulsion. Généralement, le système traite les deux entrées comme une simple impulsion composite qui est stockée dans un canal spectral différent de celui où les deux impulsions auraient été stockées. L'empilement d'impulsions est une fonction du carré du taux de comptage et de la durée d'impulsion de l'amplificateur.

3.2.34 temps réel (T_r): le temps de comptage non compensé pour les périodes pendant lesquelles un appareil pourrait ne pas pouvoir répondre. Le temps réel d'un comptage est égal au temps actif plus le temps mort.

3.2.35 efficacité relative dans le pic d'énergie totale pour la spécification du détecteur (ϵ_r): Rapport de l'efficacité de détection dans le pic d'énergie totale pour une source ponctuelle de ^{60}Co (photons 1 332 keV), par rapport à celle d'un cristal NaI(Tl) de 7,6 cm de diamètre $\times$ 7,6 cm de hauteur, pour une distance source-détecteur de 25 cm.

$$\epsilon_r = 0,833 \times 10^3 \times \frac{n(1332)}{R(1332)} \quad (1)$$

où

$n(1332)$ est le taux de comptage mesuré du pic d'énergie totale, et

$R(1332)$ est le taux d'émission gamma 1 332 keV de la source ^{60}Co .

La constante est l'inverse de l'efficacité du pic d'énergie totale du détecteur NaI(Tl) pour cette énergie et cette distance.

- 1) an ADC to provide a means of measuring pulse amplitude;
- 2) memory registers (one for each channel of the spectrum) totally the number of pulses having an amplitude within a given voltage increment; and
- 3) an input/output section that permits transfer of the spectral information to other devices such as a computer, cathode ray tube (CRT) or other display or permanent storage media (such as disk or magnetic tape storage).

3.2.29 NSLR: A country's national standardizing laboratory for radioactivity measurements.

3.2.30 peak-to-Compton ratio for the 1 332 keV ^{60}Co peak: The ratio of the full-energy-peak height, for ^{60}Co measured at 1 332 keV, to the average height of the corresponding Compton plateau between 1 040 keV and 1 096 keV.

3.2.31 pole-zero cancellation: The pole-zero adjustment on the shaping amplifier adjusts the zero location of the pole-zero network to exactly cancel the preamplifier output pole and thus provide single-pole (i.e. no under or overshoot) response of the signal pulse at the amplifier output. This operation converts the long-tailed preamplifier pulse to a short-tailed pulse suitable for signal optimization and subsequent pulse-height analysis. Proper pole-zero cancellation is an absolute necessity to prevent spectral degradation at even moderate ($2\,000\text{ s}^{-1}$) rates (see figure A.1 for an example of proper adjustment for pole-zero cancellation).

3.2.32 pulse baseline: The average of the level from which a pulse departs and to which it returns in the absence of a following overlapping pulse.

3.2.33 pulse pile-up (sometimes called random summing): Occurrence of two successive pulses closely associated in time but from separate decays such that they contribute to each other's pulse height and shape. Usually, the system processes the two inputs as a composite single pulse which is stored in a spectral channel different from that at which either of the component pulses would have been stored. Pulse pile-up is a function of the square of the counting rate and of the amplifier pulse width.

3.2.34 real time counting period (T_r): Counting time uncompensated for periods in which an instrument might be unable to respond. Real time of a count equals live time plus dead time.

3.2.35 relative full-energy-peak efficiency for detector specification (ϵ_r): The ratio of full-energy-peak detection efficiency for a point source of ^{60}Co (1 332 keV photons) to that of a NaI(Tl) crystal of 7,6 cm diameter $\times$ 7,6 cm high for a source-to-detector distance of 25 cm.

$$\epsilon_r = 0,833 \times 10^3 \times \frac{n(1332)}{R(1332)} \quad (1)$$

where

$n(1332)$ is the measured full-energy peak counting rate; and

$R(1332)$ is the 1 332 keV gamma-ray emission rate from the ^{60}Co source.

The constant is the reciprocal of the full-energy-peak efficiency of the NaI(Tl) detector at that energy and distance.

3.2.36 Index de mise en forme: Indicateur de la largeur de l'impulsion mise en forme. Cette durée est $t_{1/2}$ (voir 3.3), sauf stipulation contraire.

3.2.37 coefficient de normalisation $S_c(i, E)$: Facteur utilisé pour la conversion directe des chocs contenus dans l'aire nette d'un pic photon d'énergie donnée E , dû à un radionucléide i , en activité.

3.2.38 efficacité totale $[\varepsilon_t(E)]$: Le rapport de deux quantités: 1) le nombre d'impulsions dans la totalité du spectre d'énergie dû à un photon d'une énergie donnée sur 2) le nombre de photons émis par la source pour une distance source-détecteur spécifiée.

3.2.39 Incertitude: L'imprécision probable d'une valeur rapportée, exprimée en écarts types normalisés. Voir 3.2.11 incertitude combinée.

3.3 Symboles

A	activité, ou désintégrations par seconde, d'un échantillon
$B(E)$	taux de comptage net d'un pic de bruit de fond à l'énergie E
C_i	facteur multiplicatif de correction où i est: a (atténuation), c (somme en cascade), d (décroissance) ou r (empilement)
e	2,71828 ... base de logarithmes naturels ou népériens, $\ln$
$f(E)$	fraction de transitions à partir d'un niveau produisant des rayonnements gamma d'énergie E
$N(E)$	chocs nets dans un pic d'énergie totale dus à un rayonnement gamma d'énergie E
$n(E)$	taux de comptage net dans un pic d'énergie totale dû à un rayonnement gamma d'énergie E
$P(E)$	probabilité par décroissance d'un rayonnement gamma d'énergie E
$R(E)$	taux d'émission de rayonnement gamma d'énergie E par noyaux dans un échantillon
$S_c(i, E)$	fraction de décroissance d'un radionucléide i , dans un échantillon qui conduit à des chocs dans un pic d'énergie totale correspondant à un rayonnement gamma d'énergie E
$t_{1/2}$	index de mise en forme (durée d'une impulsion mise en forme à 50 % de son amplitude crête) (CEI 1151)
$T_{1/2}$	demi-vie
T_L	temps actif
T_r	temps réel
$\alpha_K(E)$	rapport des transitions d'énergie E produites par conversion interne K sur celles qui émettent des rayonnements gamma
$\alpha_t(E)$	rapport des transitions d'énergie E produites par conversion interne sur celles qui émettent des rayonnements gamma
$\varepsilon(E)$	efficacité dans le pic d'énergie totale de rayonnements gamma d'énergie E
ε_r	efficacité relative dans le pic d'énergie totale pour la spécification d'un détecteur

3.2.36 shaping-time index: An indicator of shaped pulse width. Unless otherwise specified, that width is $t_{1/2}$ (see 3.3).

3.2.37 standardization coefficient $S_c(i,E)$: A factor used for the direct conversion of the counts contained under a photon net area counting peak of a given energy, E , and from a specific radionuclide, i , to the activity of the radionuclide.

3.2.38 total efficiency $[\epsilon_t(E)]$: The ratio of two quantities: 1) the number of pulses in the entire energy spectrum due to a photon of a given energy to 2) the number of photons emitted by the source for a specified source-to-detector distance.

3.2.39 uncertainty: The likely inaccuracy of a reported value, expressed in terms of estimated standard deviations. See 3.2.11, combined uncertainty.

3.3 Symbols

A	the activity, or decays per second, of a sample
$B(E)$	net counting rate of an interfering background peak at energy E
C_i	multiplicative correction factor, where i is: a (attenuation), c (cascade summing), d (decay), or r (pile-up)
e	2,71828... base of natural or Napierian logarithms, $\ln$
$f(E)$	the fraction of transitions from a level which produce gamma rays with energy E
$N(E)$	net counts in a full-energy peak due to a gamma ray of energy E
$n(E)$	net counting rate in a full-energy peak due to a gamma ray of energy E
$P(E)$	the probability per decay for a gamma ray with energy E
$R(E)$	the emission rate of gamma rays with energy E by nuclei in a sample
$S_c(i,E)$	the fraction of decays of radionuclide, i , in a sample which lead to counts in a full-energy peak corresponding to a gamma ray of energy E
$t_{1/2}$	shaping-time index (width of a shaped pulse at 50 % of its peak height) (IEC 1151)
$T_{1/2}$	half life
T_L	the live-time counting period
T_r	the real-time counting period
$\alpha_K(E)$	the ratio of transitions of energy E that occur by K internal conversion to those that emit gamma rays
$\alpha_I(E)$	the ratio of transitions of energy E that occur by internal conversion to those that emit gamma rays.
$\epsilon(E)$	the full-energy-peak efficiency for gamma rays of energy E
ϵ_r	relative full-energy-peak efficiency for detector specification

$\varepsilon_t(E)$	efficacité totale pour la détection d'un rayonnement gamma d'énergie E et la production d'une impulsion d'amplitude supérieure au niveau de bruit de l'amplificateur
Π	opération qui s'applique aux produits (analogue à Σ qui désigne une opération s'appliquant aux sommes)
ω_K	fraction de vacances atomiques K qui conduit à des rayonnements X_K

4 Installation de l'appareillage

Placer le spectromètre Ge à proximité d'une alimentation stable et exempte de perturbations ou la lui procurer par un conditionneur de réseau ou un onduleur. S'assurer que la température ambiante est constante et inférieure à 27 °C (80 °F), ou installer le spectromètre dans une baie à air conditionné. Assurer sa protection contre les rayonnements de bruit de fond, y compris le rayonnement naturel émis par les murs, le sol et le plafond ou résultant de rayons cosmiques. Il est recommandé d'isoler le détecteur de matériels produisant des vibrations.

Précaution – Lors du remplissage du dewar du détecteur avec de l'azote liquide (LN_2), éviter d'en renverser à proximité du cryostat ou du préamplificateur, ce qui pourrait provoquer des fissures sur les bagues d'étanchéité du cryostat ou endommager le préamplificateur. Il est recommandé de ne pas acquérir de données pendant la durée du remplissage afin d'éviter une distorsion du spectre mesuré due à des effets microphoniques.

Suivre les instructions du constructeur pour l'installation et les tests préliminaires de chaque composant (c'est-à-dire détecteur avec cryostat et préamplificateur, amplificateur, source de polarisation, CAN et stockage multicanal). Régler le gain de l'amplificateur de telle façon que le rayonnement gamma d'énergie la plus élevée ait une impulsion de tension légèrement inférieure au maximum acceptable en entre du CAN (se reporter aux spécifications du constructeur). Vérifier la précision des horloges de l'analyseur multicanal et régler la tension de décalage et le circuit de compensation de pôle de l'amplificateur d'après les procédures indiquées dans le manuel utilisateur fourni par le constructeur ou celles indiquées en annexe A. Mesurer la résolution d'énergie (c'est-à-dire LTMH et LT0,1H) à 122 keV (^{57}Co) et à 1 332 keV (^{60}Co) et le rapport pic-Compton à 1 332 keV comme décrit par le constructeur du détecteur dans son manuel utilisateur. (La CEI 973 et l'annexe A de la présente norme peuvent s'avérer utiles dans l'exécution des réglages et mesures ci-dessus). Il convient de régler le discriminateur bas niveau du CAN au-dessus du bruit, mais il doit être inférieur au pic d'énergie de rayonnement gamma le plus faible à prendre en compte.

Recommandation – L'appareillage associé à un spectromètre Ge est souvent réparti dans plusieurs boîtiers ou dans plusieurs emplacements de sorte que tous les composants ne sont pas connectés au même circuit ou ne partagent pas la même prise de terre. Il peut en résulter des bouclages de terre qui affectent la résolution du détecteur. Afin d'éviter ce phénomène, il est recommandé d'utiliser un seul boîtier de raccordement dans lequel tous les appareils peuvent être branchés. Il convient ensuite de connecter le boîtier dans une prise principale adaptée. Il est également préférable de lier en faisceau tous les câbles allant au préamplificateur tels que ceux de polarisation du détecteur, de signal, de test, etc.

Les valeurs relevées qui ne répondent pas aux prescriptions du fabricant doivent être corrigées avant de procéder à l'étalonnage. L'ensemble des conditions d'expérimentation et de réglage doit être consigné dans le registre de chaque spectromètre Ge. De même, toute modification ou opération d'entretien doit être mentionnée ainsi que la date de réalisation.

- $\epsilon_t(E)$ the total efficiency for detecting a gamma ray of energy E and producing a pulse with a height greater than the noise level of the amplifier
- Π an operation of taking products (analogous to Σ designating an operation of taking sums)
- ω_K the fraction of atomic K vacancies which lead to K X-rays

4 Installation of instrumentation

Locate the Ge spectrometer where stable, clean power is available or provide it via a power conditioner or uninterruptable power supply. Assure that the ambient temperature is stable and below 27 °C (80 °F) or install it in an air-conditioned equipment rack. Shield the spectrometer from interfering background radiation, including natural radiation emitted from the walls, floor, and ceiling, or resulting from cosmic-rays. The detector should be isolated from vibration producing equipment.

Precaution – When filling the detector dewar with liquid nitrogen (LN_2), avoid spilling it in the vicinity of the cryostat or preamplifier which could lead to cracks in the vacuum seal rings of the cryostat or damage to the preamplifier. To avoid distortion of the measured spectrum by microphonics, data should not be acquired during the filling process.

Follow the manufacturer's instructions for installation and preliminary testing of the individual components (i.e. detector with cryostat and preamplifier, amplifier, high-voltage bias supply, ADC, and multichannel storage). Adjust the amplifier gain so that the highest energy gamma-ray of interest has a voltage pulse just below the maximum voltage pulse acceptable to the ADC input (see manufacturer's specifications). Check the accuracy of the multichannel analyzer clocks, and adjust the d.c. offset and the pole-zero setting on the amplifier following the procedures given in the manufacturer's user manual or those in annex A. Measure the energy resolution (i.e. FWHM and $FW0,1M$) at 122 keV (^{57}Co) and at 1 332 keV (^{60}Co), and the peak-to-Compton ratio at 1 332 keV as described by the detector manufacturer's user manual. (IEC 973 and annex A of this standard may be useful in performing the above adjustments and measurements.) The ADC lower-level discriminator should be set above the noise but shall be below the lowest energy gamma-ray peak of interest.

Recommendation – Often the instrumentation associated with a Ge spectrometer is located in more than one equipment rack or in two or more locations so that all components are not plugged into the same circuit or do not share the same ground. This can result in ground loops that adversely affect the detector resolution. To avoid such loops, a single connector box should be used into which all of the instruments can be plugged. This box, in turn, should be plugged into a convenient main receptacle. Also, it is desirable to bundle together all of the cables leading to the preamplifier, such as the cables from the detector-bias supply, the signal- and test-pulse cables, etc.

If the measured values do not meet the manufacturer's specifications, the calibration should not proceed until the problem has been corrected. All settings and experimental conditions shall be documented in a log book for each specific Ge spectrometer, and any changes or maintenance shall be so indicated at the time they occur.

Les conditions d'expérimentation recommandées par le fabricant pour la mise en place initiale de l'équipement sont généralement conçues pour permettre au spectromètre Ge de répondre aux différentes spécifications du fabricant (c'est-à-dire la résolution en énergie). Ces conditions ne sont pas toujours remplies de manière optimale lors des analyses de routine. Pour cette raison, il revient à l'utilisateur de s'occuper de régler le spectromètre, y compris l'index de mise en forme de l'amplificateur, la restitution du niveau de base et la compensation de pôle, etc. afin d'obtenir les performances optimales dans des conditions de comptage habituelles, avant de procéder aux essais de fonctionnement de cette norme. Ainsi par exemple, on devra vérifier la durée des signaux de blocage dans le cas des préamplificateurs pulsés.

5 Procédures d'étalonnage et d'analyse des pics

5.1 *Algorithme de recherche de pics*

Lorsqu'on emploie une procédure automatique de recherche de pics dans l'analyse du spectre, il convient qu'elle soit capable de détecter des petits pics simples bien formés dont les surfaces sont statistiquement importantes (au-dessus du bruit de fond). Il convient que la procédure d'ajustement de pic permette de trouver des pics multiplets, répondant au critère de surface de pic s'un singlet et qui présentent approximativement la même intensité et sont séparés par une largeur totale à mi-hauteur (voir l'article 8 pour les procédures d'essais). L'optimisation des paramètres de recherche de pics de l'algorithme de recherche de pics est laissé à l'utilisateur ou au fournisseur de logiciel. Il convient que ces paramètres soient réglés de manière que les pics statistiquement importants puissent être trouvés avec un nombre minimal de faux pics signalés (voir l'article 8 pour les essais de performance).

Des estimations de surface du pic peuvent être requises dans des régions du spectre où les pics sont presque ou totalement indécélables par l'algorithme de détection. Dans ce cas, si la position et l'amplitude du pic sont connus en fonction de l'énergie, un ajustement linéaire peut être effectué pour mesurer l'amplitude des impulsions.

5.2 *Détermination de la position et de la surface des pics*

La meilleure méthode à préconiser pour la détermination de la position et de la surface des pics, est celle qui allie simplicité et résultats régulièrement satisfaisants pour les conditions de mesure et les impératifs d'analyse. Les méthodes linéaires et non linéaires d'ajustement des pics sont surtout utiles pour les spectres complexes comprenant des pics multiplets. En général, les personnes utilisant ces méthodes plus sophistiquées doivent posséder un certain savoir-faire. (Il convient que les spécialistes de spectrométrie gamma soient parfaitement entraînés avant d'utiliser les fonctions d'adaptation non linéaires comprenant à la fois une gaussienne et une fonction de traînée). Dans tous les cas, il convient d'utiliser la même technique de mesure de la surface des pics pour l'analyse d'échantillons inconnus que celle utilisée pour mesurer l'efficacité du détecteur. Lorsqu'on a le choix, les analyses de pics gamma simples (c'est-à-dire une séparation > 3 LTMH) sont recommandées par rapport aux pics présentant des interférences (c'est-à-dire une séparation < 3 LTMH).

Attention – L'algorithme d'ajustement de pics peut influencer sur la dépendance énergétique des corrections d'empilement (voir 7.5 et A.5.1)

Recommandation – Il est utile de pouvoir évaluer visuellement la qualité de l'ajustement d'un pic quelconque au moyen de l'affichage du nombre de coups du spectre dans la région du pic superposés à la fonction d'ajustement et au bruit de fond. Cette possibilité peut permettre de résoudre certains cas douteux. L'affichage du résidu entre la fonction d'ajustement et les données, en unités d'écart-type estimé des données, est également recommandée.

The experimental conditions recommended by the manufacturer for initial installation of the instrumentation are usually intended to assure that the Ge spectrometer meets the various specifications (e.g. energy resolution) claimed by the manufacturer. These conditions often are not optimum for routine analyses. Therefore, the user should adjust the various spectrometer settings including the amplifier shaping-time index, baseline restorer, pole-zero cancellation, etc. for optimal performance under routine counting conditions before conducting the performance tests in this standard. For example, timing of any blanking signals for reset preamplifiers should be checked.

5 Peak analysis and calibration procedures

5.1 Peak-finding algorithm

If an automated peak-finding routine is used in the spectral analysis, it should be able to find small, well-formed single peaks whose areas are statistically significant (above background). The peak-fitting routine should be able to find multiplet peaks that meet the peak-area criterion for a singlet, are approximately the same intensity and are separated by one full-width-at-half-maximum (see clause 8 for the test procedures). Optimization of the peak-search parameters of the peak-finding algorithm is left to the user or software vendor. These should be adjusted so that statistically significant peaks are found with a minimum number of false peaks being reported (see performance tests in clause 8).

At other times, peak-area estimates may be required in regions of the spectrum where the peaks are nearly or actually invisible to the peak-finding algorithm. In this situation, if the peak widths and positions are known as a function of energy, a linear fit can be made to measure the pulse heights.

5.2 Peak position and area measurement

The simplest method that consistently produces satisfactory results for the measuring conditions and analysis requirements is the best and recommended method for measuring the peak position and area. Nonlinear and linear peak-fitting methods are primarily useful for complex spectra containing multiplet peaks. In general, more experience is required of the person using these more sophisticated peak-fitting methods. (Gamma-ray spectroscopists should be thoroughly trained before using nonlinear fitting functions containing both a Gaussian and a tailing function.) In all cases the same peak-area measuring technique should be used for the analysis of unknown samples as is used to measure the detector efficiency. Analyses of single gamma-ray peaks (i.e. >3 FWHM separation) are recommended over those with overlapping interferences (i.e. <3 FWHM separation) whenever there is a choice.

Warning – The peak-fitting algorithm may influence the energy dependence of pile-up corrections (see 7.5 and A.5.1).

Recommendation – It is very helpful to be able to evaluate the quality of any peak fit visually through a display of the spectral counts in the peak region with the fitted function and background superimposed. This capability may permit resolution of questionable results. A display of the residuals between the fitted function and data in units of the estimated standard deviation of the data is also recommended.

5.3 Etalonnage en énergie

L'étalonnage en énergie (énergie du rayonnement gamma en fonction du numéro de canal) du système de spectromètre Ge doit être établi en mesurant la position des pics gamma d'énergie totale sélectionnés qui présentent des rapports pic/fond importants et dont les énergies sont connues avec précision. Les gamma doivent couvrir l'ensemble du domaine d'énergie d'intérêt. Il peut être utile aux laboratoires possédant plusieurs spectromètres Ge de régler le zéro et les discriminateurs des CAN ainsi que les gains de conversion, afin de donner les mêmes gains à tous les spectromètres. Cela permet la comparaison directe des spectres provenant de différents détecteurs. Une procédure permettant d'ajuster le zéro et le gain du CAN est décrite en A.2.2.

Il convient que la source d'étalonnage soit positionnée à la même distance que celle utilisée pour les échantillons et soit comptée pendant une durée suffisante pour permettre de mesurer les positions des pics avec une précision inférieure à 0,2 keV. La position des pics aux énergies d'étalonnage sera utilisée pour spécifier les coefficients de la fonction d'ajustement (linéaire ou quadratique) qui sont stockés pour une évaluation ultérieure des énergies des pics mesurés dans le spectre de l'échantillon. Les contrôles d'étalonnage doivent être effectués quotidiennement, et même plus fréquemment si l'on note des dérives d'étalonnage. Des incertitudes de l'ordre de 0,5 keV dans la position des pics du spectre de l'échantillon sont généralement suffisantes pour l'identification correcte des radionucléides. Si une fraction linéaire ou quadratique ne s'adapte pas correctement sur toute la plage d'énergie, il peut alors être nécessaire d'opérer une correction supplémentaire pour une non-linéarité en amplitude. Les sources suivantes permettant la mesure de la non-linéarité en amplitude: ^{82}Br ou $^{110\text{m}}\text{Ag}$ et ^{56}Co ou ^{88}Y ou $^{144}\text{Ce}/^{144}\text{Pr}$.

5.4 Etalonnage en efficacité

Il existe deux approches distinctes concernant l'étalonnage en efficacité d'un détecteur:

- a) la mesure d'un coefficient de normalisation pour un rayonnement gamma et un radionucléide spécifiques par comparaison directe avec une source normalisée d'activité connue, et
- b) la mesure de l'efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie.

Deux cas sont considérés dans l'approche b):

- i) distances source-détecteur pour lesquelles il n'y a pas de réel besoin de correction de sommation, c'est-à-dire distances supérieures à 10 cm;
- ii) distances source-détecteur courtes, nécessaires pour la sensibilité (échantillons de faible activité), mais pouvant compromettre l'exactitude de la géométrie de la configuration de la source et ajouter la nécessité de corrections pour les sommations en cascade.

Les procédures de mesure de l'efficacité pour chacune de ces conditions d'expérimentation figurent à l'article A.6.

Si des calculs sont utilisés à la place des mesures afin de déduire les efficacités ou pour déduire l'efficacité d'une géométrie de comptage à partir de celles mesurées sur une autre, un accord satisfaisant doit être démontré par une mesure directe pour au moins une géométrie habituelle.

5.3 Energy calibration

The energy calibration (gamma-ray energy as a function of channel number) of the Ge spectrometer system shall be established by measuring the positions of selected full-energy gamma-ray peaks with large peak-height-to-background ratios and whose energies are known precisely. The gamma rays should cover the energy range of interest. Laboratories with more than one Ge spectrometer may find it useful to adjust the ADC zeros and discriminators along with the gains to give the same gain for all spectrometers. This allows the direct comparison of spectra from different detectors. A procedure to set the ADC zero and gain is described in A.2.2.

The calibration source should be positioned at the same distance as it is for the samples, and counted for a duration that gives sufficient counts in the peaks to permit measurement of the peak positions with a precision of $<0,2$ keV. The peak positions at the calibration energies should be used to specify the coefficients of the fitting function (linear or quadratic) which are stored for subsequent evaluation of the energies of the measured peaks in the sample spectra. Calibration checks shall be made daily, and more frequently if warranted by calibration drift. Uncertainties of the order of 0,5 keV in the peak positions of the sample spectra are usually sufficient for correct radionuclide identification. If a linear or quadratic function does not adequately fit the entire energy range, it may be necessary to correct further for the pulse height nonlinearity. Sources that are useful for measuring the pulse-height nonlinearity are ^{82}Br or $^{110\text{m}}\text{Ag}$ and ^{56}Co or ^{88}Y or $^{144}\text{Ce}/^{144}\text{Pr}$.

5.4 Efficiency calibration measurement

Two separate approaches are considered for the calibration of the detector efficiency:

- a) measurement of a standardization coefficient for a specific gamma ray and radionuclide by direct comparison with a standard source of known activity, and
- b) measurement of the full-energy-peak efficiency as a function of energy.

For approach b) two cases are considered:

- i) source-to-detector distances for which essentially no need exists for summing, that is, greater than 10 cm, and
- ii) small source-to-detector distances that are required for sensitivity (low-activity samples) but may compromise the accuracy of the source configuration geometry and add the requirement for cascade summing corrections.

Clause A.6 contains efficiency measuring procedures for each of these experimental conditions.

If calculations are used in place of measurements to deduce efficiencies, or to infer efficiencies for one counting geometry from those measured for another, satisfactory agreement shall be demonstrated by direct measurement for at least one typical geometry.

5.4.1 Normalisation pour des radionucléides spécifiques

Il est plus précis de mesurer l'activité ou les taux d'émission gamma par rapport à un échantillon normalisé du même radionucléide, dans exactement la même géométrie de source, lorsqu'un nombre limité de radionucléides est à mesurer. Un coefficient de normalisation peut être calculé pour un rayonnement gamma sélectionné émis par chaque radionucléide spécifique, à partir des mesures sur les échantillons normalisés. Le coefficient de normalisation convertit le taux de comptage dans la surface nette du pic en valeur d'activité du radionucléide mesuré. Cette méthode permet d'éliminer la nécessité d'interpoler entre les valeurs d'efficacité mesurées, de corriger la sommation en cascade et de tenir compte de l'incertitude sur la probabilité d'émission gamma. Si les taux de comptage des échantillons sont faibles ou s'ils se rapprochent de ceux de l'étalon, les corrections d'empilement peuvent également être négligées.

D'importantes sommations en cascade de rayonnements gamma ou de rayons X provenant de la capture d'électrons ou de la conversion d'électrons avec des rayonnements gamma coïncidents peuvent se produire, particulièrement lorsque les échantillons en comptage sont situés dans le puits d'un détecteur Ge puits (voir également la première précaution de 6.2.4). Par conséquent, la méthode du coefficient de normalisation est la seule technique d'étalonnage en efficacité recommandée dans ce cas ou pour des conditions d'expérimentation similaires.

5.4.2 Efficacité du détecteur en fonction de l'énergie

La méthode habituelle utilisée pour mesurer le taux d'émission gamma consiste à établir la courbe d'efficacité du détecteur en fonction de l'énergie pour une géométrie et une gamme d'énergie déterminées. Les valeurs d'efficacité à des niveaux d'énergie intermédiaires sont déterminées par interpolation des valeurs mesurées. Grâce à cette méthode, des corrections peuvent être requises pour des sommations en cascade et des empilements d'impulsions gamma. L'activité des radionucléides correspondants peut être calculée à partir des taux d'émission gamma, lorsque les probabilités d'émission de ces rayonnements sont connues.

5.4.2.1 Distances source-détecteur importantes

Lorsque la distance échantillon-détecteur est grande (généralement >10 cm), l'erreur sur la reproductibilité de la géométrie échantillon-détecteur ainsi que la correction de la sommation en cascade des impulsions gamma dans le détecteur peuvent généralement être négligées lors de mesures de routine. Pour ces raisons, les mesures effectuées pour des distances source-détecteur importantes sont préférées à condition que l'activité de la source soit suffisamment forte pour permettre d'obtenir une précision acceptable dans le temps de comptage alloué.

5.4.2.2 Distances source-détecteur faibles

L'analyse des échantillons à faible taux d'activité est effectuée dans de nombreux types d'installations nucléaires. Les échantillons provenant des effluents et de l'environnement nécessitent généralement des distances échantillon-détecteur faibles et de longues périodes de comptage. Ces conditions d'expérimentation peuvent engendrer de grandes incertitudes et/ou erreurs dues à des bruits de fond importants, à la non-reproductibilité de la distance échantillon-détecteur et à d'importants effets de sommation en cascade résultant de deux ou plusieurs coïncidences de rayons gamma issus du même noyau.

5.4.1 *Standardization for specific radionuclides*

When the activity or gamma-ray emission rates of a limited number of radionuclides are to be measured, it is most accurate to measure them relative to a standardized sample of the same radionuclide in exactly the same source geometry. From measurements on the standardized samples, a standardization coefficient can be calculated for a selected gamma ray emitted from each specific radionuclide. The standardization coefficient converts the net peak area counting rate to the activity of the radionuclide being measured. The need to interpolate between measured efficiency values, to correct for cascade summing, and to account for the uncertainty in the gamma-ray emission probability is eliminated with this method. If the counting rates of the samples are low or closely approximate those of the standard, pulse pile-up corrections can also be neglected.

Severe summing of cascade gamma rays or of X-rays from electron capture or from electron conversion with coincident gamma rays can occur, especially when counting samples located inside the well of a Ge well detector (also see first precaution in 6.2.4). Therefore, the standardization coefficient method is the only efficiency calibration technique recommended for these or similar experimental conditions.

5.4.2 *Detector efficiency as a function of energy*

The general method for measuring the emission rates of gamma rays is by establishing the detector efficiency curve as a function of energy for a defined geometry and energy range. The efficiency values at intermediate energies are determined by interpolation between measured values. With this method, corrections may be required for pulse pile-up and cascade summing of gamma rays. The corresponding radionuclide activities can be calculated from the gamma-ray emission rates when the gamma-ray emission probabilities are known.

5.4.2.1 *Large source-to-detector distances*

At large sample-to-detector distances (typically, a source-to-detector distance >10 cm) the error in the replication of the sample-detector geometry – and in the correction for cascade summing of gamma-ray pulses in the detector – can usually be neglected for routine measurements. For these reasons, measurements at large sample-to-detector distances are preferred over measurements close to the detector, provided the source activity is high enough to achieve an acceptable accuracy within the allotted counting time.

5.4.2.2 *Small source-to-detector distances*

The analysis of low-activity-level samples is performed at many different types of nuclear facilities. Effluent and environmental samples typically require small sample-to-detector distances and long counting times. These experimental conditions can result in large uncertainties/errors due to large background contributions, nonreproducibility of sample-to-detector distance, and large cascade-summing effects resulting from two or more coincident gamma rays from the same nucleus. For example, an uncertainty of $\pm 1,0$ mm in the source-to-detector distance reproducibility at 5 cm results in an additional error of

Ainsi, une indétermination de $\pm 1,0$ mm dans la reproductibilité de la distance source-détecteur à 5 cm entraîne une erreur additionnelle d'environ 4 % sur la surface nette du pic pour une source ponctuelle et un détecteur en germanium de 5 cm de diamètre. Une erreur identique ou plus importante peut résulter de la sommation en cascade de rayonnement gamma pour une source ponctuelle de quelques radionucléides et une distance source-détecteur de 5 cm.

Lorsque cela est possible, l'échantillon soit se trouver à au moins 5 cm du détecteur. Les corrections de sommation en cascade seront appliquées à tous les pics nécessitant de telles corrections. Cela est particulièrement important lorsque la distance source-détecteur est < 5 cm (voir 6.2.4). Les grands conteneurs d'échantillons ont une distance source-détecteur moyenne élevée même lorsqu'ils sont proches du détecteur. Ceci a pour effet de réduire l'effet de sommation en cascade.

5.4.2.3 Récipient enveloppant

Le récipient enveloppant (CEI 973) est un récipient possédant en son fond un puits dont la forme lui permet de s'adapter à l'enveloppe du détecteur. Cette géométrie procure une haute sensibilité pour la mesure des radionucléides émettant des rayonnements gamma. Il n'est pas exclu qu'en fonction de la taille du récipient enveloppant et de l'efficacité du détecteur, des corrections de sommation en cascade importantes soient nécessaires. Dans le cas où des récipients enveloppant doivent être utilisés, il est recommandé d'évaluer ou d'appliquer des corrections pour les sommations en cascade. L'essai de l'article 9 peut être utile pour démontrer que les corrections de sommations en cascade peuvent être évitées.

5.4.3 Courbe ou tableau d'efficacité

Il convient que les valeurs d'efficacité dans le pic d'énergie totale, $\epsilon(E)$ pour une énergie E , soient reportées soit a) comme $\epsilon(E)$ sous forme de tracé log-log (voir figure 1) soit b) comme la fonction $Y = \epsilon(E) \times E^a$ sur une représentation linéaire (a est une constante de normalisation comme représenté dans la figure 2); cette dernière fonction fournit une meilleure résolution des données d'efficacité lors du tracé.

Il ne doit pas y avoir d'intervalles d'énergie importants entre les valeurs d'efficacité (particulièrement en dessous de 300 keV) susceptibles de provoquer une erreur importante d'interpolation d'efficacité. Les valeurs d'efficacité pour des énergies inférieures au point d'efficacité d'énergie la plus faible mesurée ne doivent pas être utilisées pour mesurer les taux d'émission gamma. Au-dessus d'environ 300 keV, l'efficacité, en fonction de l'énergie, tend à quelques pour-cent près vers une ligne droite lorsqu'elle tracée sur un graphique en log-log. De nombreux détecteurs ne donnent qu'un faible écart par rapport à cette ligne entre 500 keV et 1 000 keV. Pour $2 < E < 4$ (E est en MeV) les valeurs d'efficacité peuvent être estimées, avec une légère diminution de la précision, par extrapolation linéaire au-delà de la valeur d'efficacité la plus élevée. Toutefois, il est préférable d'éviter les extrapolations au-delà des valeurs d'efficacité les plus fortes. Les données d'efficacité peuvent être traitées soit a) sous forme d'un tableau de valeurs d'efficacité en fonction de l'énergie obtenues à partir d'une courbe régulière passant par les points reportés sur le graphique, soit b) en ajustant l'efficacité au moyen d'une fonction appropriée.

Lorsque les données d'efficacité sont ajustées à l'aide d'une fonction, le nombre de points doit être supérieur à deux fois le nombre de paramètres fonctionnels à déterminer (répartir au moins 20 points d'une manière régulière entre 59 keV et 3 MeV) et aucun intervalle important n'est admis dans la plage d'énergie ajustée, si des oscillations dans la fonction traitée sont à éviter. L'extrapolation d'une fonction traitée au-delà des données d'efficacité mesurées est susceptible de provoquer d'importantes erreurs.

approximately 4 % in the net peak area for a point source and a 5 cm diameter Ge detector. A similar size or larger error can result from the cascade summing of gamma rays at a 5 cm source-to-detector distance for a point source of some radionuclides.

Whenever possible, a sample should be at least 5 cm from the detector. Cascade summing corrections should be applied to all peaks warranting such corrections. This is especially important when the source-to-detector distance is <5 cm (see 6.2.4). Large sample containers have a large mean source-to-detector distance even when they are in close proximity to the detector. This effect reduces the cascade summing effect.

5.4.2.3 Reentrant (Marinelli) beakers

The reentrant (or Marinelli) beaker (IEC 973) is a beaker with a recessed well in its bottom that allows the beaker to fit over and around the detector housing. This geometry provides high sensitivity for the measurement of gamma-ray-emitting radionuclides. Depending on the size of the reentrant beaker and the detector efficiency, significant cascade-summing corrections may be required. If reentrant beakers are to be used, corrections for cascade summing should either be estimated or applied. The test in clause 9 may be useful in demonstrating if cascade summing corrections can be avoided.

5.4.3 Efficiency function or look-up table

The full-energy-peak efficiency values, $\varepsilon(E)$ for energy E , should be plotted either a) as $\varepsilon(E)$ on a log-log graph (see figure 1) or b) as the function $Y = \varepsilon(E) \times E^a$ on a linear plot (a is a normalizing constant as shown in figure 2); this latter function provides better resolution of the efficiency data when plotted.

There should be no large energy gaps between the efficiency values (especially below 300 keV) that would cause a large efficiency-interpolation error. Efficiency values for energies below the lowest measured energy efficiency point shall not be used to measure gamma-ray emission rates. Above approximately 300 keV the efficiency, as a function of energy, approximates a straight line to a few percent when plotted on a graph with a log-log scale. For many detectors, only a small deviation from this straight line exists between 500 keV and 1 000 keV. For $2 < E < 4$ (E is in MeV) efficiency values may be estimated, with some loss in accuracy, by linear extrapolation beyond the highest measured efficiency value. However, it is best to avoid extrapolation beyond the highest measured efficiency. The efficiency data may be treated by either a) forming a table of efficiency values as a function of energy as obtained from a smooth curve drawn through the plotted data or b) by fitting the efficiency data with a suitable function.

When fitting efficiency data with a function, the number of data points being fitted should exceed the number of functional parameters to be determined by about a factor of two (at least 20 evenly distributed points are suggested between 59 keV and 3 MeV) and no large gaps should be present within the energy range being fitted if oscillations in the fitted function are to be avoided. Extrapolation of a fitted function beyond the measured efficiency data is subject to large errors.

6 Mesure du rayonnement gamma avec les spectromètres Ge

6.1 Mesure de l'énergie des rayonnements gamma

L'énergie des rayonnements gamma découle généralement d'un étalonnage antérieur (voir 5.3). Il est parfois souhaitable de l'obtenir directement à partir du spectre. Dans ce cas, l'étalonnage doit être effectué à l'aide de rayons gamma identifiés ayant une énergie connue avec précision.

6.2 Mesure du taux d'émission gamma et de l'activité des radionucléides

Le comptage de l'échantillon doit être effectué dans la même géométrie source-détecteur que celle utilisée pour l'établissement de l'efficacité à moins que les différences puissent être compensées par calcul. Enregistrer le spectre de rayonnement gamma avec le même gain que celui adopté pour l'étalonnage en énergie et pendant un temps de comptage permettant d'obtenir une incertitude statistique satisfaisante. Identifier l'énergie des pics des rayonnements gamma du spectre à l'aide de l'étalonnage en énergie décrit ci-dessus.

Déterminer le taux de comptage dans la surface nette de chacun des pics concernés comme décrit en 5.2. Déterminer l'efficacité dans le pic d'énergie totale pour chacun des pics concernés à partir du tableau d'efficacité ou de la fonction d'efficacité comme décrit en 5.4.3. Calculer comme suit le nombre de rayons gamma émis par seconde, $R(E)$ pour chacun des pics d'énergie totale:

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

où

$n(E)$ est le taux de comptage net $N(E)/T_L$ dans le pic d'énergie totale à l'énergie E , où $N(E)$ est la surface nette du pic et T_L le temps de comptage;

$B(E)$ est le taux de comptage net dans les pics parasites du bruit de fond;

$\varepsilon(E)$ est l'efficacité dans le pic d'énergie totale (chocs dans le pic net par gamma émis);

C_i sont les facteurs de correction (où $i = d, r, c$ et a comme défini ci-dessous); et

Π est une opération qui s'applique aux produits (analogue à Σ qui désigne l'opération s'appliquant aux sommes).

Les facteurs de correction C_i comprennent la correction de décroissance pendant ou avant un choc ($i = d$), l'empilement des impulsions ($i = r$), la sommation en cascade ($i = c$) et l'atténuation pour la géométrie du comptage de l'échantillon par rapport à celles de l'étalon ($i = a$). Chaque facteur de correction doit être appliqué chaque fois que l'on s'attend à ce que sa magnitude excède un tiers de l'imprécision acceptable sur le taux d'émission de rayonnement gamma résultant.

Le taux de désintégration ou activité nucléaire est calculé en divisant le taux d'émission de rayonnement gamma par la probabilité d'émission de rayonnement gamma appropriée, $P(E)$.

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

6 Gamma-ray measurements with Ge spectrometers

6.1 Measurement of gamma-ray energies

The gamma-ray energies are normally derived from a previous energy calibration (see 5.3). Sometimes it is desirable to derive the energies directly from the spectrum. In this case, calibration shall be performed using identified gamma rays having accurately known energies.

6.2 Measurement of gamma-ray emission rates and radionuclide activities

The sample shall be counted in the same source-to-detector geometry as used for the establishment of the efficiency unless the differences can be accurately compensated for by calculation. Accumulate the gamma-ray spectrum at the same gain as used in the energy calibration and for a counting time sufficient to give an acceptable statistical uncertainty. Identify the energies of the gamma-ray peaks present in the spectrum by use of the energy calibration described above.

Obtain the net area counting rate in each of the gamma-ray peaks of interest as described in 5.2. Obtain the full-energy-peak efficiency for each of the peaks of interest from the efficiency look-up table or efficiency function as described in 5.4.3. Calculate the number of gamma rays emitted per second, $R(E)$, for each of the full-energy peaks as follows:

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

where

$n(E)$ is the net counting rate $N(E)/T_L$, where $N(E)$ is the net peak area and T_L is the counting (or live) time, in the full-energy peak at energy E ;

$B(E)$ is the net counting rates of any interfering peaks in the background;

$\varepsilon(E)$ is the full-energy peak efficiency (counts in the net peak per gamma-ray emitted);

C_i are the correction factors (where $i = d, r, c$ and a , as defined below); and

Π is an operation of taking products (analogous to Σ designation and operation of taking sums).

The correction factors, C_i , include correction for decay during and prior to a count ($i = d$), pulse pile-up ($i = r$), cascade summing ($i = c$), and differences in the attenuation of the sample counting geometry from that in the standard ($i = a$). Each correction factor shall be applied whenever its magnitude is expected to exceed one third of the acceptable inaccuracy in the resulting gamma-ray emission rate.

The nuclear decay rate or activity is calculated by dividing the gamma-ray emission rate by the appropriate gamma-ray emission probability, $P(E)$.

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

6.2.1 Soustraction des pics parasites dans le bruit de fond

Il est possible que des échantillons de grande taille forment un écran entre le détecteur et les radiations du fond ambiant, ayant pour conséquence un taux de comptage inférieur au bruit de fond instrumental (sans échantillon). Ainsi, lorsqu'on procède au comptage d'échantillons de grande taille et de faible activité, un spectre du bruit de fond doit être accumulé avec un échantillon inactif de même géométrie et de même densité. Le comptage du bruit de fond doit être enregistré pendant au moins la même durée que celle appliquée aux échantillons à analyser. (Tous les sols contiennent une radioactivité naturelle de ^{40}K , Th et U. Si un échantillon inactif ne contenant aucune radioactivité est requis pour une analyse, il sera alors nécessaire d'utiliser un échantillon inactif simulé ou de calculer l'atténuation dans le bruit de fond mesuré sans l'échantillon). Le spectre du bruit de fond de l'échantillon inactif, normalisé pour la même durée de comptage, pourrait être soustrait du spectre de l'échantillon, canal par canal, ou de préférence analysé afin d'obtenir le taux de comptage du pic de bruit de fond $B(E)$, pour des énergies E . Si l'on utilise la dernière méthode, (ce qui est conseillé), les taux de comptage du pic de bruit de fond sont alors soustraits des taux respectifs de comptage de la surface nette du pic, $n(E)$, dans le spectre de l'échantillon (voir équation 2). Les statistiques se rapportant à chaque comptage peuvent être préservées en retranchant les taux respectifs de comptage du pic de bruit de fond de ceux de l'échantillon. Cette méthode est également moins sensible aux infimes changements survenant dans l'étalonnage de l'énergie. Si cela est possible, il est recommandé que le spectre inactif soit balayé afin de s'assurer que tous les pics de bruit de fond sont identifiés et qu'aucun pic parasite n'est enregistré.

6.2.2 Décroissance radioactive

Le facteur de correction normalisant la décroissance radioactive est habituellement composé de deux éléments:

- a) décroissance pendant l'intervalle de comptage et
- b) décroissance à partir d'un moment antérieur, généralement un temps d'irradiation de l'échantillon (par exemple analyse par activation neutronique) ou un temps de collection d'échantillon.

Lorsqu'on procède à un échantillonnage de la radioactivité ou à une irradiation d'une durée comparable à la demi-vie des radionucléides concernés, il est nécessaire d'appliquer un troisième facteur de correction. Ces facteurs de correction seront désignés par C_{d1} , C_{d2} et C_{d3} , respectivement. Le facteur de correction combiné pour la décroissance radioactive peut être exprimé par:

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

La figure 3 illustre le temps auquel chaque correction est effectuée pour les équations de correction de décroissance données en 6.2.2.1 et 6.2.2.3.

6.2.2.1 Décroissance radioactive pendant la période de comptage

Si une décroissance importante survient pendant la période de comptage (>10 %) il peut être nécessaire de corriger la surface nette du pic de manière que le taux d'émission de rayonnement gamma ou l'activité radionucléide soit déterminée à partir du début du comptage. (Si cette correction n'est pas effectuée lorsque la décroissance pendant la durée du comptage est importante, les taux d'émission de rayonnement gamma mesurés s'appliqueront quelque temps après le début du comptage.) L'équation suivante donne cette correction multiplicative:

6.2.1 *Subtraction of interference peaks in the background*

Large samples may shield the detector from the ambient background radiation, causing a lower counting rate than if an instrumental background (no sample present) were obtained. Thus, whenever large low-activity samples are counted, a background spectrum shall be obtained with a "blank" sample in the same geometry and of the same density. The background count shall be accumulated for at least the same counting time as used in counting the samples to be analyzed. (All soils contain some natural ^{40}K , Th and U radioactivity. If a "blank" containing no radioactivity is required for an analysis, it will be necessary to use a simulated "blank" or calculate the attenuation in the background measured without the sample.) The "blank" sample background spectrum, normalized for the same counting time, could be subtracted from the sample spectrum, channel-by-channel, or preferably, the background spectrum should be analyzed to obtain the background-peak counting rates, $B(E)$, at energies E . If the latter method is used (it is preferred), the background-peak counting rates are then subtracted from the respective net area peak counting rates, $n(E)$, in the sample spectrum (see equation 2). By subtracting the respective background peak counting rates from those of the sample, the statistics of each count are preserved. This method is also less sensitive to small changes in the energy calibration. If possible, the "blank" spectrum should be scanned to be sure that all background peaks are identified and that no false peaks are reported.

6.2.2 *Radioactive decay*

The correction factor that normalizes for radioactive decay is normally composed of two components:

- a) decay during the counting interval and
- b) decay from a previous time, usually a sample-irradiation time (e.g. neutron-activation analysis) or a sample-collection time.

When sampling radioactivity or performing an irradiation over a time period comparable to the half-lives of the radionuclides of interest, a third correction factor must be applied. These correction factors will be designated C_{d1} , C_{d2} , and C_{d3} , respectively. The combined correction factor for radioactive decay can be expressed as

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

Figure 3 illustrates the time to which each correction is made for the decay correction equations given in 6.2.2.1 and 6.2.2.3.

6.2.2.1 *Radioactive decay during the counting period*

If significant decay occurs during the counting time (>10 %) it may be necessary to correct the net peak area so that the gamma-ray emission rates or the radionuclide activities are determined for the start time of the count. (If this correction is not applied when decay during the counting time is significant, the measured gamma-ray emission rates will apply to some time after the start of the count.) The following equation gives this multiplicative correction:

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

où

C_{d1} est le facteur de correction de décroissance pendant le comptage;

$\lambda = \ln 2 / T_{1/2}$ et $T_{1/2}$ est la demi-vie;

T_r est le temps réel du comptage, et

$e = 2,71828 \dots$, base des logarithmes népériens.

Cette correction suppose un temps mort constant pendant la période d'acquisition. Il y a risque d'erreur si le temps mort varie de manière importante.

En mesurant la durée à partir du milieu d'un comptage, on peut éviter les corrections de décroissance pendant le temps de comptage. En procédant ainsi, l'erreur introduite n'est que de 0,5 % lorsque la période de comptage est égale à la demi-vie du radionucléide décroissant.

6.2.2.2 Décroissance radioactive avant la période de comptage

La correction de la décroissance radioactive opérée avant le début du comptage est déterminée par l'équation suivante:

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

où

C_{d2} est le facteur de correction de décroissance avant le comptage, et

T_d est le temps de décroissance avant le début du comptage.

6.2.2.3 Correction pendant le temps d'échantillonnage ou la période d'irradiation

Il existe deux moyens pour calculer la correction au début de l'activation d'un échantillon à un taux constant pendant l'irradiation ou à un taux constant de collection d'activité (voir figure 3). Si l'on est intéressé par le nombre d'atomes présents dans l'échantillon non irradié et disponibles pour l'activation pendant une irradiation telle que celle utilisée pour l'analyse par activation neutronique, il est alors utile d'employer une activité saturée (c'est-à-dire le nombre d'atomes qui seraient activés à la saturation). Dans ce cas:

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

où T_i est la durée de l'irradiation.

Si l'on collecte des nucléides déjà activés à un taux régulier, comme dans les études d'effluents de réacteur, une valeur représentant le taux de désintégration du flux d'échantillonnage au temps T_s peut alors être intéressante (voir figure 3). Dans ce cas:

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

where

C_{d1} is the correction factor for decay during the count;

$\lambda = \ln 2 / T_{1/2}$ and $T_{1/2}$ is the half-life;

T_r is the real time of the count; and

$e = 2,71828 \dots$, base of the natural logarithm.

This correction assumes a constant dead time during the acquisition period. An error will be introduced if the dead-time varies significantly.

Corrections for decay during the counting time can often be avoided by measuring time from the middle of a count. When this is done, the error introduced is only 0,5 % if the counting period is half of the half-life of the decaying radionuclide.

6.2.2.2 Radioactive decay prior to the counting period

The correction for radioactive decay to a prior time from the start time of a count is determined from the following equation:

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

where

C_{d2} is the correction factor for decay prior to the count, and

T_d is the decay time from a prior time to the start of the count.

6.2.2.3 Correction during the sampling time or the irradiation period

Two options may be used to calculate the correction to the start of a sample activation at a constant rate during irradiation or a constant rate of activity collection (see figure 3). If one is interested in the number of atoms in the unirradiated sample that are available for activation during an irradiation such as for neutron-activation analysis, then a saturated activity is useful (i.e. number of atoms which would be activated at saturation). In this option,

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

where T_i is the irradiation duration.

If one is collecting at a uniform rate already activated nuclides, such as in the collection of radionuclides in reactor effluent studies, then a value representing the disintegration rate of the sampled stream at time T_s may be of interest (see figure 3). In this case,

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

où T_s est la durée d'échantillonnage.

6.2.3 Empilement d'impulsions (sommation aléatoire)

La correction d'empilement doit être appliquée chaque fois que la précision de mesure désirée l'impose. La correction d'empilement C_p , peut être mesurée par différentes méthodes dont les plus courantes sont:

- 1) l'utilisation d'une source de rayonnement gamma mobile, intense, de faible énergie et une source d'énergie supérieure fixe, ou bien, utilisation d'un ensemble de sources dont les activités relatives sont connues avec précision et dont les taux de comptage s'échelonnent entre 300 s^{-1} et $40\,000 \text{ s}^{-1}$;
- 2) l'utilisation de techniques d'extension de temps actif au moyen desquelles le temps actif est prolongé pour compenser les impulsions d'empilement rejetées et
- 3) l'utilisation d'un générateur d'impulsions de précision dont le taux de répétition est connu (injecté dans l'entrée de «test» du préamplificateur).

Bien que chaque procédure donne une correction légèrement différente, la divergence reste inférieure à 20 % de la correction. Le type de CAN et d'algorithme peuvent affecter la dépendance plus ou moins grande vis-à-vis de l'énergie de la correction d'empilements.

Le paragraphe A.5.1 comporte une description de la méthode de la source. Les descriptions des méthodes 2 et 3 pour la mesure des corrections d'empilement se trouvent respectivement en A.5.5 et A.5.3 et dans la documentation. L'utilisation de ces types de circuits électroniques ou d'autres types pour la correction automatique de l'empilement est autorisée si l'essai de 7.5 est concluant.

Recommandation – Il convient de sélectionner l'indice de temps de mise en forme de l'amplificateur pour optimiser le rendement général du spectromètre lorsque des taux de comptage élevés doivent être enregistrés (c'est-à-dire faire un compromis entre résolution en énergie et taux de comptage admissible). Des indices de temps de mise en forme plus élevés ($t_{1/2} > 5 \mu\text{s}$) génèrent habituellement une résolution d'énergie supérieure mais un taux de comptage admissible plus faible. Pour les amplificateurs récents qui opèrent avec un index de mise en forme unipolaire de $t_{1/2} = 5 \mu\text{s}$, la largeur d'impulsion à 1 % du niveau crête est proche de $12 \mu\text{s}$; à des taux de comptage d'entrée $< 1\,000 \text{ s}^{-1}$, la correction d'empilement est généralement $< 1 \%$ et peut être négligée.

Attention – Des taux de comptage élevés peuvent induire des imprécisions de temps mort dans les ADC et des empilements d'impulsions dans l'amplificateur. Bien que l'horloge de temps actif de l'analyseur multicanal n'enregistre que le temps pendant lequel le circuit de traitement d'impulsions est en mesure d'accepter des impulsions, à des taux élevés ($> 10\,000 \text{ s}^{-1}$), les erreurs de temps actif peuvent être importantes ($> 5 \%$).

Attention – Les réjecteurs d'empilement peuvent se révéler utiles à des taux de comptage élevés car ils empêchent le stockage d'impulsions empilées dans le spectre et, de ce fait, réduisent le continuum entre et sous les pics du spectre. Cependant, si le traitement de la réjection d'empilement est dépendant de l'amplitude, il peut en résulter d'importantes erreurs inacceptables dans la correction des taux de comptage de la surface nette du pic. Néanmoins, la réjection d'empilement, avec ou sans techniques de correction de temps actif ou des pertes, n'est autorisée que si l'utilisateur prouve qu'il n'introduit pas d'erreur inacceptable dans la mesure.

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

where T_s is the sampling duration.

6.2.3 Pulse pile-up (random summing)

The pulse pile-up correction shall be applied whenever the desired accuracy of the measurement requires it. The pulse pile-up correction, C_p , may be measured by one of several methods. Three popular methods are:

- 1) use of a movable intense low-energy gamma-ray source and a fixed higher-energy source, or alternatively, use of a set of sources whose relative activities are precisely known with source counting rates ranging from about 300 s^{-1} up to about $40\,000 \text{ s}^{-1}$;
- 2) use of live-time extension techniques whereby the live time is extended to compensate for displaced pile-up pulses; and
- 3) the use of a precision pulser of known repetition rate (injected into the preamplifier test input).

Although each method gives a slightly different correction, the difference between methods is typically less than 20 % of the correction. The type of ADC and the type of peak-area measurement algorithm can affect the amount of energy dependency in the pulse pile-up correction.

A description of the source-set method is given in A.5.1. Descriptions of methods 2 and 3 for measuring the pulse pile-up correction can be found in A.5.5 and A.5.3, respectively, and the literature. The use of these or other types of electronic circuitry to correct automatically for pile-up is permitted if validated by passing the test in 7.5.

Recommendation – The amplifier shaping-time index should be selected to optimize the overall performance of the spectrometer when high counting rates are to be recorded (i.e. balance the energy resolution against counting rate performance). Larger shaping-time indices ($t_{1/2} > 5 \mu\text{s}$) typically yield higher energy resolution but poorer counting-rate performance. For modern amplifiers operating at an unipolar shaping-time index of $t_{1/2} = 5 \mu\text{s}$, the pulse width at the 1 % pulse-level is approximately $12 \mu\text{s}$; at input counting rates $< 1\,000 \text{ s}^{-1}$, the pulse pile-up correction is usually $< 1 \%$ and may be neglected.

Warning – High counting rates can lead to dead-time inaccuracies in the ADC and to pile-up of pulses in the amplifier. Although the live timer of the multichannel analyzer only records time while the pulse-processing circuitry is able to accept pulses, at very high rates ($> 10\,000 \text{ s}^{-1}$), errors in the live timer can be significant ($> 5 \%$).

Warning – Pile-up rejectors may be useful at high counting rates because they prevent the storing of piled-up pulses in the spectrum and thereby reduce the continuum between and underlying the spectral peaks. However, if the pile-up rejection process is amplitude dependent, unacceptably large errors in the correction of the net peak-area counting rates could result. Therefore, the use of pile-up rejection with or without live-timing or loss-free techniques is permitted only if the user demonstrates that it does not introduce an unacceptable error to the measurement.

Il existe sur le marché des modules de comptage sans perte ainsi que des programmes qui contrôlent le temps mort pendant l'acquisition de données pour compenser un temps mort variable. Se reporter à la documentation et aux catalogues du constructeur pour de plus amples informations. Les performances de ces systèmes doivent être vérifiées avant utilisation pour les taux de comptage constants à l'aide de l'essai décrit en 7.5.

Attention – Les principes de fonctionnement des modules de comptage sans perte peuvent provoquer des distorsions dans les statistiques de comptage.

6.2.4 Sommation en cascade (coïncidence)

Les corrections de sommation en cascade doivent être appliquées chaque fois que les conditions de comptage entraînent une sommation de coïncidences significative des rayonnements gamma associés aux radionucléides concernés. On doit estimer que ces corrections sont nécessaires pour toutes les géométries de comptage dans lesquelles la distance moyenne échantillon-détecteur est <5 cm sauf démonstration contraire.

Comme l'efficacité totale du détecteur (déposition partielle et totale d'énergie photon dans le détecteur) est supérieure à celle du pic d'énergie totale, particulièrement à des niveaux d'énergie supérieurs, la sommation des impulsions qui sont en coïncidence vraie entraîne normalement une diminution des coups dans le pic d'énergie totale. Toutefois, cela peut ne pas s'avérer exact pour les transitions de rayonnements gamma de passage de faible probabilité pour lesquelles des coups sont additionnés au pic par sommation des impulsions d'énergie totale à partir de rayonnements gamma en cascade de haute probabilité (par exemple, le pic de passage 2 734 keV de faible probabilité dans la décroissance ⁸⁸Y peut contenir des coups provenant de la sommation des rayonnements gamma en cascade 898 keV et 1 836 keV de haute probabilité). La documentation [2]* et [3] décrit les programmes développés pour la détermination de corrections de sommation en cascade C_c , pour des radionucléides et des géométries source-détecteur spécifiques. L'annexe C comporte une description sommaire de sommation en cascade et les équations indispensables pour déterminer la perte ou le gain de coups dans un pic de rayonnement gamma.

Précaution – Les rayons X caractéristiques produits par des transitions de capture d'électrons et conversions internes, peuvent également s'ajouter aux rayonnements gamma de coïncidence lorsque des détecteurs à fenêtre mince sont utilisés pour mesurer à la fois les rayons X et les rayonnements gamma de faible énergie. Une autre possibilité consiste à placer une plaque d'étain absorbant de 1 mm d'épaisseur entre la source et le détecteur dans la mesure où cette pratique ne modifie pas le but initial de la mesure. Les corrections d'atténuation de photon doivent être appliquées lorsqu'on utilise un absorbant (y compris les absorbants de rayonnement bêta) si la courbe d'efficacité n'a pu être obtenue lorsque ce dernier est maintenu en place.

Précaution – Les particules bêta et les rayonnements de freinage associés, émis pendant la désintégration de radionucléides émettant des particules bêta, peuvent contribuer de manière significative au continuum spectral. De plus, les transitions de rayonnement gamma suivent rapidement les rayonnements bêta et des rayonnements de freinage associés aux rayonnements gamma est absente de la plupart des programmes de correction de sommation en cascade. Dans ces circonstances, l'insertion d'un absorbeur de rayonnement bêta de faible numéro atomique entre la source et le détecteur peut réduire notablement la détection des particules bêta et de ce fait réduire leur sommation avec les rayonnements gamma. S'assurer que la correction de l'atténuation des rayonnements gamma dans l'absorbeur de rayonnement bêta est comprise dans l'efficacité ou donnée comme correction séparée.

* Les chiffres entre crochets se rapportent à l'annexe E (Bibliographie).

Available commercially are loss-free counting modules and programs that monitor the dead-time during data acquisition to compensate for a varying dead-time. The reader is referred to the manufacturer's brochures and catalogues for further information. The performance of these systems shall be verified prior to use for constant counting rates with the performance test in 7.5.

Warning – The principles upon which loss-free counting modules work may cause them to distort counting statistics.

6.2.4 *Cascade (coincidence) summing*

Cascade-summing corrections shall be applied whenever counting conditions result in significant coincident summing of gamma rays associated with the radionuclides of interest. It should be assumed that these corrections are necessary for all counting geometries in which the mean sample-to-detector distance is <5 cm unless demonstrated otherwise.

Because the total efficiency (partial and total photon energy deposition in the detector) of the detector is greater than the full-energy-peak efficiency, especially at higher energies, the summing of pulses that are in true coincidence normally results in the removal of counts from the full-energy peak. However, this may not be true for low-probability cross-over gamma-ray transitions where counts are added to the peak by the summing of the full-energy pulses from high-probability cascade gamma rays (e.g. the low-probability 2 734 keV crossover peak in the decay of ^{88}Y can contain counts from the summing of the high-probability 898 keV and 1 836 keV cascade gamma rays). Programs developed for use in determining cascade-summing corrections, C_c , for specific radionuclides and source-detector geometries are described in the literature (see [2]* and [3]). A brief description of cascade summing and the equations needed to determine the loss or gain of counts to a gamma-ray peak is provided in annex C.

Precaution – Characteristic X rays produced from electron-capture and internal-conversion transitions also can sum with coincident gamma rays when thin-window detectors are used to measure both low-energy X-rays and gamma rays. One alternative is to place a 1-mm-thick tin absorber between the source and the detector if this practice does not interfere with the basic intent of the measurement. Photon attenuation corrections shall be applied when using an absorber (including beta absorbers) if the efficiency curve was not obtained with the absorber in place.

Precaution – Beta particles and associated bremsstrahlung emitted in the decay of beta-emitting radionuclides can contribute significantly to the spectral continuum. Further, the gamma-ray transitions promptly follow the beta radiation (assuming no isomeric transitions). The coincidence summing of beta particles and associated bremsstrahlung with gamma rays is not included in most cascade summing correction programs. Under these circumstances, insertion of a low-atomic-number beta-ray absorber between the source and the detector can significantly reduce the detection of beta particles and thereby reduce their summing with gamma rays. Be sure that correction for gamma-ray attenuation in the beta-ray absorber is included in the efficiency or provided as a separate correction.

* The figures in square brackets refer to annex E (Bibliography).

6.2.5 Correction d'atténuation

Deux éléments sont pris en considération dans la correction des atténuations; les absorbeurs externes C_{a1} , et les différences de matrice ou de masse volumique des échantillons de même forme C_{a2} . Ces corrections se combinent alors comme suit:

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

où C_a est la correction des atténuations.

6.2.5.1 Atténuation extérieure à l'échantillon

Lorsqu'un absorbeur est intercalé entre l'échantillon et le détecteur, la correction de l'atténuation dans l'absorbeur est donnée par:

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

où

- μ est le coefficient d'atténuation massique;
- ρ est la masse volumique de l'absorbeur; et
- d est l'épaisseur moyenne de l'absorbeur.

Cette équation peut demander à être modifiée ou la correction être mesurée directement, lorsque la distance échantillon-détecteur est faible.

6.2.5.2 Atténuation dans l'échantillon

Lorsqu'il n'est pas possible de mesurer l'efficacité du pic d'énergie total avec un standard de même matrice et masse volumique que l'échantillon, une correction de l'atténuation au delà de celle comprise dans l'efficacité du pic d'énergie totale peut être nécessaire (les configurations physiques du standard et de l'échantillon doivent être identiques). Lorsqu'une erreur résultant d'une absence de correction est assez importante, on doit procéder à une correction. Cette correction est plus importante pour un rayonnement gamma de faible énergie et pour les sources contenant des éléments de numéro atomique élevé.

6.2.5.2.1 Calcul pour une source plane uniforme

La correction pour une auto-atténuation dans un échantillon homogène peut se calculer par intégration numérique sur le volume de l'échantillon. Pour des distances source-détecteur importantes par rapport aux dimensions d'un échantillon uniformément plan, la correction relative de l'auto-atténuation (non comprise dans la mesure de l'efficacité) peut être évaluée pour une géométrie non collimatée comme suit:

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

où

- $\mu_u(E)$ est le coefficient d'absorption massique à l'énergie E de l'échantillon;

6.2.5 Attenuation corrections

Two components are considered for attenuation correction; external absorbers, C_{a1} , and differences in the matrix or density of identically shaped samples, C_{a2} . These corrections are then combined as

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

where C_a is the attenuation correction.

6.2.5.1 Attenuation external to the sample

When an absorber is inserted between the sample and the detector, the correction for attenuation in the absorber is given by

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

where

μ is the mass attenuation coefficient;

ρ is the density of the absorber; and

d is the mean thickness through absorber.

For small sample-to-detector distances this equation may need to be modified or the correction measured directly.

6.2.5.2 Attenuation within the sample

When it is not possible to measure the full-energy-peak efficiency with a standard of the same matrix and density as the sample, an attenuation correction beyond that included in the full-energy-peak efficiency may be required (physical configurations of the standard and sample must be the same). When the error resulting from no correction is not insignificant, a correction shall be made. This correction is most important for low-energy gamma rays and sources containing high-atomic-number elements.

6.2.5.2.1 Calculation for uniform plane source

The correction for self-attenuation in a homogeneous, extended sample may be calculated by numerical integration over the sample volume. For source-to-detector distances that are large relative to the dimensions of a uniform plane sample, the relative correction for self-attenuation (not included in the measured efficiency) may be estimated for uncollimated geometry to be

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

where

$\mu_u(E)$ is the mass absorption coefficient at energy E of sample;

- $\mu_s(E)$ est le coefficient d'absorption massique à l'énergie E de l'étalon de mesure d'efficacité;
- ρ_u est la masse volumique de l'échantillon;
- ρ_s est la masse volumique de l'étalon de mesure d'efficacité; et
- d est l'épaisseur de l'étalon/échantillon.

6.2.5.2.2 Corrections mesurées

La correction des atténuations (par rapport à celle du standard de mesure d'efficacité des échantillons de même forme mais de matrice et de masse volumique différentes peut être mesurée. Il est conseillé qu'un standard de même forme mais de matrice et de masse volumique différentes dont le rayonnement gamma couvre le domaine concerné, soit compté dans les mêmes conditions que celles utilisées pour la mesure de la courbe d'efficacité. Le taux d'émission des rayonnements gamma du standard de mesure d'efficacité et du présent standard de correction des atténuations doivent être connus avec suffisamment de précision afin de déterminer la correction de l'atténuation de manière précise. La correction relative de l'atténuation C_{a2} peut être calculée à partir de:

$$C_{a2} = \frac{R(E) \cdot \varepsilon(E)}{[n(E) - B(E)] \left[\prod_{i \neq a} C_i \right]} \quad (12)$$

où

- $R(E)$ est le taux d'émission gamma d'énergie E de l'étalon de correction d'atténuation;
- $\varepsilon(E)$ est l'efficacité dans le pic d'énergie totale à l'énergie E ;
- $n(E)$ est le taux de comptage dans la surface nette du pic pour l'étalon de correction d'atténuation d'un rayonnement gamma d'énergie E ;
- $B(E)$ est le taux de comptage dans la surface nette du pic d'un des pics de bruit de fond d'énergie E ;
- Π est une opération qui s'applique aux produits (analogues à Σ qui désigne l'opération s'appliquant aux sommes);
- C_i sont les corrections du taux de comptage ($i = r$); sommation en cascade ($i = c$) et décroissance avant et pendant le comptage ($i = d$) pour l'étalon de correction d'atténuation.

Une autre méthode, probablement plus précise, permet de mesurer la correction relative d'atténuation. Elle consiste à prendre deux échantillons non étalonnés de forme identique mais de matrices différentes chacun étant parsemé uniformément d'une aliquote mesurée avec précision M , d'un radionucléide émettant des rayonnements gamma (voir l'article A.7 pour la préparation des sources de référence). La matrice/masse volumique d'un échantillon s , doit être identique à celle de l'étalon utilisé pour mesurer l'efficacité du détecteur et l'autre échantillon u doit être identique à ceux dont la masse volumique est différente de celle de l'étalon de mesure d'efficacité. En admettant que les corrections pour l'empilement des impulsions soient négligées, pour une énergie donnée E , la correction relative de l'atténuation C_{a2} , est donnée par:

$\mu_s(E)$ is the mass absorption coefficient at energy E of efficiency-measuring standard;

ρ_u is the density of sample;

ρ_s is the density of efficiency-measuring standard; and

d is the thickness of the standard/sample.

6.2.5.2.2 Measured correction

The attenuation correction (relative to that of the efficiency-measuring standard) for samples of the same shape but composed of a different matrix/density may be measured. A standard of the same shape but different matrix/density with gamma rays covering the energy range of interest should be counted under the same conditions as used to measure the efficiency curve. The emission rates of the gamma rays from the original efficiency-measuring standard and from the present attenuation-correction standard must be known with sufficient accuracy to determine the attenuation correction with adequate precision. The relative attenuation correction, C_{a2} , can be calculated from

$$C_{a2} = \frac{R(E) \cdot \varepsilon(E)}{[n(E) - B(E)] \left[\prod_{i \neq a} C_i \right]} \quad (12)$$

where

$R(E)$ is the emission rate of the gamma ray at energy E in the attenuation-correction standard;

$\varepsilon(E)$ is the full-energy-peak efficiency at energy E ;

$n(E)$ is the net peak-area counting rate for the attenuation-correction standard of a gamma ray of energy E ;

$B(E)$ is the net peak-area counting rate of any background peak at energy E ;

Π is an operation of taking products (analogous to Σ designation and operation of taking sums); and

C_i are the corrections for counting rate ($i = r$); cascade summing ($i = c$); and decay prior to and during the count ($i = d$) for the attenuation correction standard.

An alternative and probably more accurate method to measure the relative attenuation correction is with two uncalibrated samples identically shaped but with different matrices and with each uniformly spiked with an accurately measured aliquant, M , of a gamma-ray emitting radionuclide (see A.7 for the preparation of working standards). The matrix/density of one sample, s , is identical to that of the standard used to measure the detector efficiency and the other sample, u , is the same as the samples whose density is different from the efficiency-measuring standard. Assuming corrections for pulse pile-up can be neglected, for a given energy, E , the relative attenuation correction, C_{a2} , is given by:

$$C_{a2}(E) = \frac{[n_s(E) - B_s(E)] M_u}{[n_u(E) - B_u(E)] M_s} \quad (13)$$

où

$n_s(E)$ et $n_u(E)$ représentent le taux de comptage net dans les surfaces des pics de l'étalon et de l'échantillon respectivement, à l'énergie E , et

$B_s(E)$ et $B_u(E)$ représentent les taux de comptage net dans les surfaces des pics du spectre du bruit de fond associé.

7 Contrôle des performances de l'ensemble de spectrométrie

Les essais portant sur les spectromètres énumérés de 7.1 à 7.5 doivent être effectués de manière régulière. La périodicité de chacun d'eux dépend de la stabilité à long terme et du cahier de maintenance du système. Une gamme de périodicités types est recommandée pour les applications non critiques pour chaque essai. De plus, les essais de performance doivent être effectués après une intervention (réparation du détecteur ou du circuit de traitement des impulsions) qui pourrait entraîner des modifications du système. Les résultats de ces essais doivent être conservés sous forme de graphique et/ou de tableaux. Si les paramètres mesurés se trouvent en dehors des limites raisonnables, la cause doit en être trouvée et réparée ou l'incertitude associée au paramètre vérifié doit être augmentée suffisamment afin d'éviter de faire état de petites incertitudes peu réalistes dans les taux d'émission de rayonnement gamma enregistrés. Il est conseillé de consigner les corrections apportées et les actions prises. (La CEI 1151 fournit des renseignements utiles sur ces essais.)

7.1 Horloges de l'analyseur multicanal

L'horloge temps réel doit être vérifiée au moment de l'installation de l'analyseur et après chaque opération de maintenance le concernant. Appliquer les instructions du manuel utilisateur fourni par le fabricant (voir également l'article A.3).

7.2 Réglage du décalage continu et du pôle-zéro

Les réglages du décalage en tension continue et du pôle-zéro de l'amplificateur doivent être vérifiés régulièrement (de préférence tous les trimestres ou une fois par an) et après toute opération de maintenance réalisée sur le spectromètre. Suivre les instructions du manuel utilisateur fourni par le fabricant (voir également l'article A.1).

7.3 Etalonnage en énergie

L'étalonnage en énergie du système doit être vérifié régulièrement (quotidiennement ou deux fois par semaine) par le comptage d'une ou de plusieurs sources émettant un rayonnement gamma et dont les énergies sont connues avec précision et couvrent la zone concernée. La position des pics peut demander un ajustement avec une fonction quadratique de l'énergie si l'on observe des non-linéarités. (Un gain et un zéro origines peuvent être déterminés en premier lieu par la procédure décrite à l'article A.2.) Renouveler l'étalonnage si l'une des énergies mesurées se trouve en dehors des tolérances (généralement $\pm 0,2$ keV). Si un étalonnage linéaire satisfaisant ne peut être obtenu sur toute la