

**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 1^{er} 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* (IEV).

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

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61452:1995

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

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61452:1995

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 [$\epsilon(E)$]: 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 $[\epsilon_t(E)]$: 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
$\epsilon(E)$	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
$\alpha_t(E)$	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.

- $\varepsilon_t(E)$ 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:

- 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
- la mesure de l'efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie.

Deux cas sont considérés dans l'approche b):

- 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;
- 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, $\epsilon(E)$ for energy E , should be plotted either a) as $\epsilon(E)$ on a log-log graph (see figure 1) or b) as the function $Y = \epsilon(E) \times E^a$ 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:

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

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_r , 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 ^{88}Y 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:

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

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

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

where

$n_s(E)$ and $n_u(E)$ are the net counting rates in the peak areas of the standard and sample, respectively, at energy E , and

$B_s(E)$ and $B_u(E)$ are the net counting rates in the peak areas of the associated background spectra.

7 Performance tests of the spectrometry system

The spectrometer tests enumerated in 7.1 to 7.5 shall be performed on a regularly scheduled basis. The frequency for performing each test should depend on the long-term stability and maintenance record of the particular system. A range of typical frequencies for noncritical applications is recommended with each test. In addition, the performance tests shall be made after an event (repair to the detector or the pulse-processing circuitry) that might result in changes to the system. The results of these performance tests shall be maintained as plots, tables or both. When the measured parameter falls outside reasonable limits, either the cause of failing the test shall be found and corrected or the uncertainty associated with the tested parameter shall be increased sufficiently to avoid quoting unrealistically small uncertainties in the reported gamma-ray emission rates. Actions taken and corrections made should be appropriately documented. (IEC 1151 provides useful test information.)

7.1 Multichannel-analyzer clocks

The real-time clock shall be checked at the time the multichannel analyzer is installed and after any maintenance to it. Follow the instructions in the manufacturer's user manual (also see clause A.3).

7.2 D.C. offset and pole-zero settings

The d.c. offset and the amplifier pole-zero settings shall be checked periodically (preferably quarterly or yearly) and after any related maintenance performed on the spectrometer. Follow the instructions in the manufacturer's user manual (also see clause A.1).

7.3 Energy calibration

The system energy calibration shall be checked periodically (typically daily to semiweekly) by counting a source(s) emitting gamma rays whose energies are precisely known and cover the region of interest. The peak positions may require fitting with a quadratic function of energy if nonlinearities are observed. (An initial gain and zero may be determined first with the procedure described in clause A.2.) Repeat the energy calibration if any of the measured energies lie outside the desired accuracy (usually, $\pm 0,2$ keV). If a satisfactory linear energy calibration cannot be obtained across the entire energy range, it may be necessary to investigate the system electronics and make corrections for

plage d'énergie, il peut alors être nécessaire de vérifier le système électronique et d'effectuer des corrections de linéarités (voir 5.3). L'étalonnage de l'énergie peut être vérifié à l'aide de pics spectraux connus ou de pics de générateur d'impulsions étalonnés pendant les mesures de routine.

7.4 Efficacité du système et résolution

La reproductibilité de l'efficacité dans les pics d'énergie totale et de la résolution de l'énergie doit être vérifiée régulièrement (des vérifications quotidiennes ou hebdomadaires sont recommandées) à l'aide d'une source radioactive de longue demi-vie émettant au moins un rayonnement gamma de faible énergie (environ 100 keV) et de grande énergie (>1 300 keV) (par exemple le mélange de ^{125}Sb , ^{154}Eu et ^{155}Eu). La même géométrie de comptage doit toujours être utilisée par toutes ces vérifications avec une distance source-détecteur reproductible (de préférence >10 cm). Enregistrer au moins 20 000 chocs dans le pic (environ 0,7 % d'indétermination de comptage dans la surface nette du pic). Les écarts des taux de comptage dans le pic corrigés pour la décroissance, aussi bien pour des pics de faible ou de haute énergie, se trouvant à plus de deux écarts types estimés par rapport à la moyenne doivent être étudiés. Une autre procédure consiste à appliquer le test du khi-deux (χ^2) aux taux de comptage dans la surface nette mesurée des pics de faible et forte énergies, au cours du temps (voir [4] et [5]).

La résolution en énergie pour des énergies élevées et faibles devra être mesurée et consignée pendant ces essais. Toute augmentation anormale de la largeur d'un pic doit être étudiée. Il est recommandé d'effectuer un essai similaire à celui donné à l'article A.4. (Une diminution de la résolution des pics d'énergie totale peut être due au bruit électronique, une dégradation de la collection des charges dans le cristal du détecteur ou à une perte de qualité du vide dans le cryostat entraînant une augmentation du bruit électronique.) La diminution de la résolution de l'énergie peut entraîner une augmentation de l'indétermination dans les surfaces de pics gamma mesurées.

7.5 Empilement des impulsions (sommation aléatoire)

Les laboratoires ayant des charges d'échantillonnage importantes peuvent optimiser le temps requis par échantillon en augmentant les taux de comptage avec une perte minimum au niveau de la précision dans la localisation du pic et la mesure de la surface. De ce fait, le fonctionnement de spectromètres Ge à des taux de comptage pouvant atteindre $20\,000\text{ s}^{-1}$ et plus est souhaitable si les corrections d'empilement d'impulsions sont appliquées (voir l'article A.5 pour la description des différentes techniques de corrections et leurs limitations). L'essai suivant doit être réalisé pour vérifier que la correction à des taux de comptage élevés s'effectue avec précision. Les analyses définissant la surface des pics en incluant une grande partie de la traînée sont peu susceptibles de nécessiter des corrections qui dépendent de l'énergie. Si les taux de comptage sont maintenus à une valeur inférieure à $1\,000\text{ s}^{-1}$ (pour une constante de temps de l'amplificateur inférieure à 3 μs), cet essai peut ne pas être obligatoire et aucune correction ne s'avère nécessaire.

Essai

Cet essai est conçu pour vérifier la correction d'empilement des impulsions à deux énergies 662 keV (^{137}Cs) et 2 614 keV (^{208}Tl). Il convient que le gain soit réglé à la même valeur que celle utilisée pour le comptage des échantillons. Des essais semblables peuvent être conçus pour vérifier les corrections d'empilement d'impulsions à des énergies inférieures ou supérieures.

nonlinearities (see 5.3). Energy calibrations can be checked with known spectral peaks or calibrated pulser peaks during routine measurements.

7.4 System efficiency and resolution

The reproducibility of the full-energy-peak efficiencies and energy resolution shall be checked periodically (daily to weekly checks are recommended) using a radioactive source with a long half-life emitting at least a low-energy (about 100 keV) and a high-energy (>1 300 keV) gamma ray (e.g. the NIST mix of ^{125}Sb , ^{154}Eu and ^{155}Eu). The same counting geometry shall be used each time for these checks with a reproducible source-detector distance (preferably >10 cm). Acquire at least 20 000 counts in the spectrum (approximately 0,7 % counting uncertainty in the net peak areas). Deviations in the peak counting rates, corrected for decay, of either the low- or high-energy peaks that lie more than two estimated standard deviations outside of the mean shall be investigated. An alternative test is to apply a chi-square (χ^2) test to the measured net area counting rates of the low- and high-energy peaks over time (see [4] and [5]).

The energy resolution at both high and low energies should be measured and recorded during these tests and any unexpected increase in the peak width investigated. A test similar to that given in clause A.4 is recommended. (A loss in resolution of the full-energy peaks can be due to noise in the electronics, a degradation in the charge collection in the detector crystal, or a degradation in the detector-cryostat vacuum causing an increase in the electronic noise.) Loss of energy resolution may result in an increase in the uncertainty in the measured gamma-ray peak areas.

7.5 Pulse pile-up (random summing)

Laboratories with heavy sample loads may optimize the sample throughput by increasing the counting rates with minimal loss in peak position and area measurement accuracy. Therefore, operation of Ge spectrometers at counting rates up to 20 000 s⁻¹ and even higher may be desirable if pulse pile-up corrections are applied (see clause A.5 for a description of the various correction techniques, and their limitations). The following test shall be performed to verify that the correction at high counting rates is being performed accurately. Peak analyses which define the peak area to include a large fraction of the tails are less likely to have energy-dependent corrections. If counting rates are kept below 1 000 s⁻¹ (for amplifier time constant less than 3 μs), this test may not be required and no correction may need to be applied.

Test

This test is designed to check the pulse pile-up correction at two energies, 662 keV (^{137}Cs) and 2 614 keV (^{208}Tl). The gain should be adjusted to be the same as used in counting samples. Similar tests may be designed to check the pulse pile-up correction at lower or higher energies.

- a) Enregistrer un spectre de ^{137}Cs avec une source ayant un taux de comptage compris entre 200 s^{-1} et 500 s^{-1} . Compter un minimum de 20 000 chocs et de préférence 50 000 chocs dans le pic d'énergie totale de niveau 662 keV (surface nette). Enregistrer le temps réel ou temps actif (si l'utilisation du temps actif constitue une partie de la méthode de correction). La source ^{137}Cs sera la source fixe.
- b) Mesurer le taux de comptage net pour le pic de niveau 662 keV et son incertitude en appliquant la méthode normalement utilisée pour évaluer la surface du pic et comportant les méthodes utilisées pour corriger les empilements et les temps morts.
- c) Sans déplacer la source ^{137}Cs , introduire une source de rayonnement gamma de ^{57}Co de forte activité ou toute autre source monoénergétique à basse énergie ($100\text{ keV} < E < 200\text{ keV}$). Positionner la source additionnelle derrière la source fixe de ^{137}Cs afin que le taux de comptage global soit approximativement le taux maximum pouvant être rencontré dans l'analyse des radionucléides des échantillons.
- d) Effacer le premier spectre et enregistrer un autre spectre pendant le même temps actif que celui utilisé au point a).
- e) Evaluer et corriger le taux de comptage net du pic de 662 keV comme au point b) (en utilisant la méthode de correction d'empilement et de temps mort). Multiplier l'indétermination de la surface nette du pic de 662 keV par celle des facteurs de correction (voir article 11).
- f) (facultatif) Recommencer les opérations des points a) à e) avec une source fixe de ^{228}Th et une source de haute activité de ^{137}Cs (^{232}U , qui est l'ascendant du ^{228}Th , a une demi-vie d'environ 70 ans et peut être remplacé par le ^{228}Th). Lorsque la différence entre le taux de comptage corrigé du pic de la source fixe et celle mesurée au point a) est supérieure à deux fois l'incertitude, il est recommandé d'en rechercher la cause.

Pour que l'essai de comptage maximum soit valable, la différence par rapport au taux de comptage mesuré du pic ne doit pas excéder le tiers de l'imprécision totale du taux d'émission du rayonnement gamma pour les échantillons comptés. Un double échec de ce test est une indication de l'erreur associée à la correction.

8 Contrôle des performances du logiciel d'analyse

Ces essais donnent des indications sur la performance des algorithmes d'analyse du logiciel et peuvent aider l'utilisateur à définir les limites facultatives de leurs paramètres. Il convient que le programme d'analyse gamma démontre sa capacité à trouver les pics d'un spectre situés au-dessus d'un niveau minimum «observable» et à mesurer le taux de comptage net de leur surface avec les incertitudes associées situées entre deux écarts types par rapport à leur valeur «vraie» (un pic simple sans continuum appréciable). Lorsque le logiciel a été acheté dans le commerce, les essais utilisant ce logiciel peuvent être exécutés par le vendeur. Les paramètres et les résultats d'analyse de chaque essai seront expliqués à l'utilisateur. Les explications des résultats acceptables donnés par le vendeur du logiciel doivent prouver avec évidence les capacités des algorithmes du logiciel afin qu'il ne soit pas nécessaire de refaire les essais (les essais du vendeur doivent être effectués avec la version réelle du logiciel). Toutefois, il est recommandé que l'utilisateur effectue ces essais pour s'assurer que les paramètres analytiques sont optimisés pour les applications de l'utilisateur.

Dans les essais suivants, il est nécessaire de disposer de sources ^{65}Zn et ^{137}Cs (la source ^{65}Zn peut être remplacée par une source ^{22}Na ou ^{60}Co mais, si cette dernière est utilisée, il peut être nécessaire d'introduire une correction pour la présence du pic de simple échappement du rayonnement gamma de 1173 keV à 662 keV). Il convient que la

- a) Accumulate a ^{137}Cs spectrum with a source that yields a counting rate between 200 s^{-1} and 500 s^{-1} . Collect at least 20 000 and preferably 50 000 counts in the 662 keV full-energy peak (net area). Record the real time or live time (if the use of live time constitutes a part of the correction method). The ^{137}Cs source will be referred to as the fixed source.
- b) Measure the net counting rate and its uncertainty for the 662 keV peak area using the same method normally used to evaluate the peak area, including methods employed to correct for pile-up and dead time.
- c) Without moving the ^{137}Cs source, introduce a high-activity ^{57}Co or other essentially monoenergetic low-energy ($100\text{ keV} < E < 200\text{ keV}$) source of gamma rays. Position the added source behind the fixed ^{137}Cs source so that the gross counting rate is about the maximum counting rate to be encountered in the radionuclide analysis of samples.
- d) Erase the first spectrum and accumulate another spectrum for the same live time as in step a).
- e) Evaluate and correct the net counting rate of the 662 keV peak as in step b) (including any method employed to correct for pile-up and dead time). Propagate the uncertainty in the net area of the 662 keV peak with that in the correction factors (see clause 11).
- f) (optional) Repeat steps a) through e) for a fixed source of ^{228}Th and a high-activity ^{137}Cs source (^{232}U , which is the parent of ^{228}Th , has a half-life of about 70 years and may be substituted for ^{228}Th). Any difference between the corrected peak counting rate of the stationary source and that measured in step a) lying outside twice the uncertainties should be investigated.

To pass this test at the desired maximum counting rate, the difference with respect to the measured peak counting rate shall not exceed one-third of the acceptable total inaccuracy of the measured gamma-ray emission rate for routinely counted samples. Failure in a repeat test is an indication of the error associated with this correction.

8 Performance tests of the analysis software

These tests are indications of performance of the software analysis algorithms and may assist the user in setting discretionary limits in their parameters of the analysis algorithms. The gamma-ray analysis program should be demonstrated to find the peaks in a spectrum above a minimum "observable" level and measure their net peak-area counting rates with associated uncertainties lying within two estimated standard deviations of their "true" values (a singlet peak with no appreciable continuum). If commercial software is purchased, the tests in this section using that software may be performed by the vendor with the analysis parameters and results of each individual test documented to the user. Documentation of acceptable results by the software vendor shall show sufficient evidence of the capability of the software algorithms to justify not repeating the tests in this clause (vendor tests shall be conducted with the software version to be used in practice). However, it is recommended that the user perform these tests to assure that the analytical parameters are optimized for the users' applications.

In the following tests, ^{65}Zn and ^{137}Cs sources are required (^{22}Na or ^{60}Co may be substituted for ^{65}Zn , but if ^{60}Co is used, a correction may be needed for the presence of the single-escape peak of the 1 173 keV gamma ray at 662 keV). The purity of the ^{65}Zn or alternatively the ^{22}Na or ^{60}Co source should be examined prior to the tests in 8.1 and 8.2

pureté des sources ^{65}Zn , ^{22}Na ou ^{60}Co soit vérifiée avant de conduire les essais de 8.1 et 8.2. Cette vérification est effectuée en comptant les chocs de la source ^{65}Zn à un taux modéré ($500 \text{ s}^{-1} < \text{taux} < 2\,000 \text{ s}^{-1}$) à une distance source-détecteur reproductible (distance à utiliser dans les essais de 8.1 et 8.2), jusqu'à ce que l'on obtienne 10 000 chocs dans chacun des canaux entourant la zone d'énergie de 662 keV. Le taux de comptage doit être suffisamment élevé pour supplanter le bruit de fond normal. A la fin de la période de comptage, examiner la zone d'énergie de 662 keV pour vérifier qu'aucun pic ne se trouve à moins de 5 keV du niveau 662 keV et que le continuum dans la région 662 keV est plat. L'algorithme de recherche de pic peut être appliqué au spectre pour confirmer l'absence de pic dans la zone d'énergie de 662 keV. Tout pic situé à moins de 5 keV de 662 keV doit être évité, si possible, du fait qu'il limite la sensibilité des essais. Il convient de mesurer le taux de comptage net de la surface d'un pic d'interférence inévitable afin que sa contribution puisse être soustraite.

Enregistrer, pour les essais de 8.1 et 8.2, le taux de comptage du continuum en chocs par canal et par seconde, déterminé à partir du temps de comptage et du nombre moyen de chocs dans chaque canal du continuum.

Effacer le spectre précédent et compter, à un taux modéré ($500 \text{ s}^{-1} < \text{taux} < 2\,000 \text{ s}^{-1}$), la source de ^{137}Cs placée à une distance reproductible du détecteur (distance à laquelle cette source doit être utilisée pour les essais de l'article 8) pendant 1 000 s ou jusqu'à ce que la surface nette du pic de 662 keV comprenne 5 000 chocs. Noter la LTMH, en canaux, du pic de 662 keV et le taux de comptage net dans la surface du pic pour les essais de 8.1 et 8.2.

8.1 Essais de l'algorithme de recherche automatique de pic

L'essai suivant a été réalisé pour déterminer dans quelle mesure l'algorithme de recherche de pic¹⁾ est capable de trouver (détecter) des pics simples repérables à l'oeil sur ou au-dessus d'un fond continu plat. Il n'est pas conçu pour une démonstration ni pour déterminer les limites inférieures de détection à un degré de confiance donné. Il doit être réalisé avant les analyses d'échantillons qui dépendent de la recherche automatique des pics d'énergie totale d'un spectre. La sensibilité des algorithmes de recherche de pics étant en principe réglable, il convient d'exécuter cet essai pour toutes les sensibilités sélectionnées pour les analyses de routine. Il est bon que le gain adopté pour cet essai soit le même que celui utilisé lors du comptage des échantillons de la radioanalyse.

Essais

Cet essai doit être utilisé pour définir les critères de 5.1 concernant l'aptitude de l'algorithme de recherche de pic à trouver automatiquement des pics gamma d'énergie totale simples.

1) L'algorithme de recherche de pic est censé trouver le pic d'un spectre dont la surface A est

$$A = L_p \sqrt{2,55 \cdot \text{LTMH} \cdot y_i}$$

où

2,55 est basé sur $\pm 3\sigma$ pour un pic gaussien,

LTMH est la largeur totale en canaux à la moitié de l'ordonnée du maximum du pic,

y_i sont les chocs moyens dans chaque voie de la ligne de base et

L_p = 2,33 correspond à la valeur initiale suggérée pour cet essai. Un facteur de multiplication $2,33 < L_p < 4,65$ peut être introduit si l'algorithme de recherche ne peut pas trouver les pics pour $L_p = 2,33$ ou si trop de pics erronés sont trouvés pour cette valeur de sensibilité.

by counting the ^{65}Zn source at a moderate counting rate ($500 \text{ s}^{-1} < \text{rate} < 2\,000 \text{ s}^{-1}$) and at a reproducible source-to-detector distance (to be used in 8.1 and 8.2 tests) until 10 000 counts are in each of the channels surrounding the 662 keV energy region. The counting rate should be high enough to overwhelm the normal background. At the end of the counting period examine the 662 keV energy region to be assured that no peaks are within 5 keV of 662 keV, and that the continuum in the 662 keV region is flat. The peak-finding algorithm may be applied to the spectrum to confirm that the 662 keV energy region is free of any peaks. Any visually observed peaks within 5 keV of 662 keV should be avoided, if possible, since it will limit the sensitivity of the tests. The net peak-area counting rate of an unavoidable interference peak should be measured so that its contribution can be subtracted.

Record the continuum counting rate in counts per channel per second as determined from the counting time and average number of counts in each continuum channel for use in 8.1 and 8.2 tests.

Erase the previous spectrum and count the ^{137}Cs source at a moderate counting rate ($500 \text{ s}^{-1} < \text{rate} < 2000 \text{ s}^{-1}$) and at a reproducible source-to-detector distance (distance at which this source is to be used in the clause 8 tests) for a 1 000 s counting time or until the 662 keV net peak area has 5 000 counts. Record the FWHM of the 662 keV peak in channels and the net peak-area counting rate for use in 8.1 and 8.2 tests.

8.1 *Test of automatic peak-finding algorithm*

The following test has been designed to determine how well singlet peaks on a flat continuum at or above an "observable" level can be found (i.e. detected) with the peak-finding algorithm¹⁾. This test is not intended to demonstrate nor should it be confused with the ability to measure the lower limits of detection at a given level of confidence. It shall be performed prior to sample analyses that depend on the automatic finding of the full-energy gamma-ray peaks in a spectrum. Because the sensitivity of peak-finding algorithms is usually adjustable, this test should be performed for every sensitivity chosen for routine analysis. For this test the gain should be the same as used when counting samples for radioanalysis.

Test

This test shall be used to satisfy the criteria set forth in 5.1 regarding the ability of the peak-finding algorithm to automatically find singlet full-energy gamma-ray peaks.

1) The peak-finding algorithm is expected to find a peak in a spectrum whose area A is

$$A = L_p \sqrt{2,55 \cdot \text{FWHM} \cdot y_i}$$

where

2,55 is based on $\pm 3\sigma$ for a Gaussian peak,

FWHM is the full width in channels at half maximum of the peak,

y_i are the average counts in each baseline channel, and

$L_p = 2,33$ corresponds to the value of L_p initially suggested for this test. A multiplying factor $2,33 < L_p < 4,65$ may be substituted if the peak-finding algorithm cannot find peaks for $L_p = 2,33$ or too many false peaks are found at this sensitivity (a judgment call).

a) La source ^{137}Cs étant positionnée à la même distance source-détecteur que celle définie à l'article 8, enregistrer un spectre pendant une durée de comptage permettant de donner au pic de 662 keV d'énergie totale une surface nette estimée d'environ 50 chocs.

b) Exécuter le programme de l'algorithme de recherche de pic. Il doit trouver le pic toutes les cinq mesures décrites au point a). (Cette exigence a été choisie pour éviter une détection par hasard au cours d'un unique essai, ainsi qu'un temps trop long pour essayer des critères statistiques plus sévères.)

Précautions – Certains algorithmes de recherche de pic exigent que les contenus des canaux incluant le pic varient régulièrement d'une voie à l'autre. Les pics dont la surface nette contient moins de 50 chocs peuvent alors ne pas être trouvés régulièrement. Cette limitation de l'algorithme de recherche doit être enregistrée en tant que telle.

c) Effacer le spectre et, avec la source ^{137}Cs placée à la même distance du détecteur, enregistrer un nouveau spectre avec 100 chocs dans le pic de 662 keV.

d) Remplacer la source ^{137}Cs par une nouvelle source (par exemple ^{65}Zn , ^{22}Na ou ^{60}Co). Continuer le comptage (ne pas effacer le spectre) pendant une durée permettant d'obtenir un nombre de chocs égal à $720/(\text{LTMH})$ dans chacun des canaux du continuum situé de chaque côté du pic ^{137}Cs . LTMH est la résolution en énergie, exprimée en canaux, du pic de 662 keV à une largeur totale à mi-hauteur comme mesurée plus haut.

e) Exécuter le programme de l'algorithme de recherche de pic. Il convient de trouver le pic à 662 keV. (Des comptages répétitifs ne sont pas recommandés car ils exigent un temps d'exécution trop long; de ce fait, des conclusions spécifiques sont limitées statistiquement parlant.) Si le pic n'est pas trouvé, recommencer les opérations des points c) à e). En cas de nouvel échec, augmenter L_p (voir note ¹⁾ page 54) et recommencer l'essai. Enregistrer la valeur de L_p pour laquelle le pic a été trouvé.

Suggestion – Dans les procédures précédentes et suivantes, il est possible de réduire la durée en arrêtant le comptage et en l'analysant sur un fond continu dont le nombre de chocs attendu par canal corresponde à $L_p = 4,65$ (voir note ¹⁾, page 54). Si le pic est trouvé, le comptage de ^{65}Zn peut être continué (ne pas effacer le spectre) pendant des durées déterminées correspondant à des valeurs séquentielles plus petites de L_p jusqu'à ce que l'on ne puisse pas trouver le pic ou que $L_p = 2,33$.

f) Effacer le spectre et, avec la source ^{137}Cs placée à la même distance du détecteur, enregistrer un nouveau spectre avec 1 000 chocs dans le pic de 662 keV.

g) Remplacer la source ^{137}Cs par une nouvelle source (par exemple ^{65}Zn , ^{22}Na ou ^{60}Co). Continuer le comptage pendant une durée permettant d'obtenir un nombre de chocs égal à $(7,2 \times 10^4)/(\text{LTMH})$ dans chacun des canaux du fond continu (LTMH en canaux). Ce nombre de chocs peut demander une journée entière même avec un taux de comptage de $2\,000\text{ s}^{-1}$.

h) Exécuter le programme de l'algorithme de recherche de pic. Il convient de trouver le pic à 662 keV lors de l'application de l'algorithme. Dans le cas contraire, recommencer les opérations des points f) à h). En cas de nouvel échec, augmenter L_p (voir note ¹⁾, page 54) et recommencer l'essai. Enregistrer la valeur de L_p pour laquelle le pic a été trouvé.

Si le pic ne peut être trouvé pour $L_p = 4,65$, le paramètre de sensibilité de l'algorithme de recherche de pic devra être modifié. Recommencer l'essai afin que le critère d'identification de la note de la page précédente puisse être satisfait. Toute information complémentaire concernant le réglage de la sensibilité de l'algorithme de recherche de pic peut être trouvée dans le manuel utilisateur du programme analytique ou du constructeur. Les informations concernant le minimum de détection peuvent être trouvées dans ce document (voir [6]).

a) With the ^{137}Cs source (positioned at the same source-to-detector distance as selected in clause 8), accumulate a spectrum for a counting time that will result in the full-energy 662 keV peak having an expected net area of about 50 counts.

b) Execute the peak-finding algorithm routine. It shall find the peak every time in five measurements as described in step a). (This requirement was chosen to avoid one detection by chance in a single trial and the extensive time required to test more severe statistical criteria.)

Precaution – Some peak-finding algorithms require that the counts comprising the peak vary smoothly from channel to channel. In this case, peak areas with less than 50 counts in the net area may not be consistently found. If this is a limitation of the peak-finding algorithm, it should be so recorded.

c) Erase the spectrum, and with the same ^{137}Cs source at its designated source-to-detector distance, accumulate a new spectrum with 100 counts in the 662 keV peak.

d) Remove the ^{137}Cs source and insert a second source (e.g. ^{65}Zn , ^{22}Na or ^{60}Co). Continue the count (do not erase spectrum) for an additional counting time that will result in each channel of the continuum on each side of the ^{137}Cs peak having an expected number of counts equal to $720/(\text{FWHM})$. FWHM is the energy resolution expressed in channels of the 662 keV peak at one full width at half maximum as measured above.

e) Execute the peak-finding algorithm routine. The peak at 662 keV should be found. (Repetitive counts are not recommended due to the extensive time required; therefore, specific conclusions are limited in a statistical sense.) If the peak is not found, repeat the test (steps c) through e)). If it is not found the second time, increase L_p (see footnote ¹⁾, p. 55) and rerun the test. Record the value of L_p for which the peak is found.

Hint – For the above and following procedures the effort and time required may be reduced by stopping the count and analyzing it at a continuum whose expected counts per channel correspond to $L_p = 4,65$ (see footnote ¹⁾, p. 55). If the peak is found, the ^{65}Zn count should be continued (do not erase the spectrum) for preset times corresponding to sequentially smaller values of L_p until either the peak cannot be found or $L_p = 2,33$.

f) Erase the spectrum, and with the ^{137}Cs source at its designated source-to-detector distance, accumulate a new spectrum with 1 000 counts in the 662 keV peak.

g) Remove the ^{137}Cs source and insert the second source (i.e. ^{65}Zn , ^{22}Na or ^{60}Co) and continue the count for a counting time that will result in an expected $(7,2 \times 10^4)/(\text{FWHM})$ counts in each of the continuum channels (FWHM in channels). This many counts may take an entire day to accumulate even at a counting rate of $2\,000\text{ s}^{-1}$.

h) Execute the peak-finding algorithm routine. The 662 keV peak should be found when the peak-finding algorithm is applied. If it cannot find the peak, repeat the test (steps f) through h)). If it is not found the second time, increase L_p (see footnote ¹⁾, p. 55) and rerun the test. Record the value of L_p for which the peak is found.

If the peak cannot be found for $L_p = 4,65$, the sensitivity parameter of the peak-finding algorithm should be adjusted and the test rerun so that the identification criteria in footnote 1 can be met. Consult the users' manual of the analytical program or the manufacturer for additional help in adjusting the sensitivity of the peak-finding-algorithm parameters. Information pertaining to minimum detection can be found in the literature (see [6]).

8.2 Essais d'indépendance de la surface du pic par rapport au quotient amplitude brute du pic sur amplitude du fond continu.

Cet essai utilise les mêmes sources et les mêmes distances source-détecteur que celles indiquées en 8.1. Il demande la même haute pureté du spectre ^{65}Zn , ^{22}Na ou ^{60}Co dans la région d'énergie couverte par le pic de 662 keV.

- a) La source ^{137}Cs étant positionnée à la distance source-détecteur voulue, enregistrer un spectre jusqu'à ce que environ 5 000 chocs soient comptés dans la zone brute du pic de 662 keV.
- b) Mesurer la surface nette du pic et son indétermination à l'aide du programme d'analyse spectrale utilisé et devant être soumis à l'essai.
- c) Retirer la source ^{137}Cs .
- d) Sans effacer le spectre d'origine ajouter des chocs au continuum situé sous le pic de 662 keV en enregistrant un spectre avec la source ^{65}Zn positionnée à la distance voulue du détecteur (la source ^{65}Zn peut être remplacée par une source ^{22}Na ou ^{60}Co mais, si cette dernière est utilisée, il peut être nécessaire d'introduire une correction pour la présence du pic de simple échappement du rayonnement gamma de 1 173 keV à 662 keV).
- e) Continuer le comptage jusqu'à ce que chacune des voies du continuum entourant le pic de 662 keV contienne $(4,9 \times 10^4 \text{ chocs})/(\text{LTMH})$ ce qui peut demander un ou plusieurs jours.
- f) Mesurer la surface nette du pic et son incertitude à l'aide du programme d'analyse spectrale utilisé soumis à l'essai. Si un pic de 662 keV se trouve dans le spectre de ^{65}Zn ou dans le bruit de fond, sa contribution doit être soustraite (voir article 8).
- g) Il est recommandé que la surface nette du pic mesurée en f) avec son incertitude à un degré de confiance de 95 % (c'est-à-dire deux écarts types estimés) inclue les chocs de la surface nette du pic mesurés au point b).

Si ces critères ne sont pas remplis, recommencer l'essai. En cas de nouvel échec, il peut y avoir une erreur systématique dans l'algorithme de mesure de la surface de pic. La figure 4 et le tableau 1 donnent des exemples d'écart de la surface nette du pic par rapport à la surface «vraie» (surface de pic simple sans continuum supplémentaire) en fonction de l'amplitude du continuum pour des surfaces de pics de, respectivement, 110 chocs et 9 844 chocs.

Tableau 1 – Surface nette de pic mesurée en fonction de l'amplitude du fond continu

Continuum ¹⁾ Y_i	Surface nette de pic mesurée	Indétermination ²⁾ %	Ecart par rapport au premier comptage %
1	9 844	1,0	0
3 500	9 799	2,2	-0,5
7 500	9 968	2,9	+1,3
20 500	10 262	4,6	+4,2
39 000	9 746	5,9	-1,0

1) Chocs moyens dans chaque canal du fond continu entourant le pic.
2) L'incertitude dans la surface nette du pic représente un écart type estimé.

8.2 Test of independence of peak-area from the gross peak-height to continuum-height ratio

This test uses the same sources and source-to-detector distances as are used in 8.1 and requires the same high purity for the ^{65}Zn , ^{22}Na , or ^{60}Co spectrum in the energy region covered by the 662 keV peak.

- With the ^{137}Cs source placed at its designated source-to-detector distance, accumulate a spectrum until approximately 5 000 counts are recorded in the gross area of the 662 keV peak.
- Measure the net peak area and its uncertainty with the spectral analysis program used and to be tested.
- Remove the ^{137}Cs source.
- Without erasing the original spectrum, add counts to the continuum underlying the 662 keV peak by accumulating a spectrum with the ^{65}Zn source at its designated source-to-detector distance (^{22}Na or ^{60}Co may be substituted for ^{65}Zn ; but if ^{60}Co is used, a correction for the presence of the single-escape peak of the 1 173 keV gamma ray at 662 keV may need to be made).
- Continue the counting until each channel in the continuum surrounding the 662 keV peak contains $(4,9 \times 10^4)/(\text{FWHM})$ counts. This many counts may take one or more days to accumulate.
- Measure the net area of the 662 keV peak and its uncertainty with the spectral analysis program being tested. If there is a 662 keV peak in the ^{65}Zn or background spectrum, its contribution must be subtracted (see clause 8).
- The measured net peak area from step f) with its uncertainty at the 95 % confidence level (i.e. two estimated standard deviations) should encompass the net peak area counts measured in step b).

If these criteria are not met, repeat this test. If these criteria cannot be met, there may be a systematic error in the peak-area-measurement algorithm. Figure 4 and table 1 illustrate examples of the deviation of the net peak area from the "true" area (singlet peak area with no added continuum) as a function of the continuum height for a peak area of 110 counts and 9 844 counts, respectively.

Table 1 – Measured net-peak areas as a function of continuum height

Continuum ¹⁾ Y_i	Measured net peak area	Uncertainty ²⁾ %	Deviation from first count %
1	9 844	1,0	0
3 500	9 799	2,2	-0,5
7 500	9 968	2,9	+1,3
20 500	10 262	4,6	+4,2
39 000	9 746	5,9	-1,0

1) Average counts in each continuum channel surrounding peak.
2) Uncertainty in the net peak area represents one estimated standard deviation.

8.3 Essais des algorithmes de reconnaissance de pic double et d'ajustement des pics

Cet essai comprend deux parties. La première est conçue pour évaluer les programmes d'analyse spectrale avec la possibilité de recherche automatique des pics doubles d'un rayonnement gamma. (C'est-à-dire, pour les pics doubles, qu'au moins un côté du pic ne retourne pas vers le continuum à cause de la présence d'un autre pic.) La deuxième partie de l'essai est conçue pour évaluer les programmes ayant la possibilité d'ajustement d'un pic double gamma et permettant de déterminer les surfaces des pics de chacune des composantes. Il est recommandé que le gain du spectromètre soit à peu près le même que celui utilisé pour enregistrer les spectres de routine et que l'amplificateur ait une commande de gain permettant de déplacer la position d'un pic de quelques canaux afin de produire un pic double. Une autre méthode consiste à avoir un écart réglable de l'ADC permettant de décaler un pic de plusieurs canaux (par exemple niveau 0 de l'ADC) pour produire des pics doubles. Avant de commencer les essais, il est recommandé que le gain de l'amplificateur ou l'écart digital soit calibré de telle manière que la position du canal du pic du ^{60}Co de 1 332 keV puisse être élevée ou abaissée par incréments d'environ la moitié de LTMH.

Essai

- a) Enregistrer un spectre avec une source de ^{60}Co (il est possible d'utiliser d'autres radionucléides de longue demi-vie émettant un rayonnement gamma ayant une probabilité d'émission élevée et sans interférence). Il est recommandé que la source ait un taux de comptage faible (aux environs de 500 s^{-1}) et soit située au minimum à 5 cm du détecteur. Il convient d'enregistrer le comptage avec un temps actif prédéfini, de telle manière que environ 20 000 chocs et de préférence 50 000 chocs soient situés dans la surface du pic.
- b) A l'aide du programme d'analyse, rechercher le pic de 1 332 keV et mesurer son taux de comptage dans la surface nette du pic. Cette valeur est appelée le taux de comptage «vrai» dans la surface nette du pic et il convient de l'enregistrer en tant que telle. Stocker le spectre afin qu'il puisse être rappelé.
- c) Régler le gain ou le seuil du CAN afin que le pic de 1 332 keV soit décalé d'une valeur égale à une LTMH. Le spectre enregistré au point b) sera rappelé dans la mémoire de l'analyseur et on accumulera les données supplémentaires pendant un temps actif de même durée à l'aide du nouveau gain de l'amplificateur (ou du seuil du CAN).
- d) A l'aide du programme d'analyse spectrale, rechercher les pics de 1 332 keV d'origine et décalé. Mesurer les taux de comptage nets dans le pic et les incertitudes de chacune des composantes. Il convient de trouver chaque composante et que leur taux de comptage net dans le pic concorde avec ceux mesurés au point b) avec une tolérance inférieure au tiers de l'imprécision acceptée pour le taux d'émission (toutes les incertitudes sont combinées, voir l'article 11).
- e) Si la valeur des taux de comptage de la surface nette de pic n'est pas déterminée avec la précision voulue, recommencer l'essai. En cas de nouvel échec, recommencer l'essai des points a) à d) avec une séparation de pics égale ou supérieure à 1,5 LTMH jusqu'à ce que ces critères soient satisfaits. Enregistrer la valeur de la séparation à partir de laquelle ces critères sont satisfaits.
- f) Recommencer les opérations des points a) à e) en modifiant le gain ou le seuil du CAN afin que la position du pic de 1 332 keV soit élevée d'une valeur égale à deux LTMH et diviser le deuxième temps d'acquisition par dix. Il convient de trouver le pic de chaque composante et que leur taux de comptage net dans le pic concorde avec ceux mesurés au point b) (avec une tolérance inférieure au tiers de l'imprécision acceptée).

8.3 Test of the doublet-peak finding and fitting algorithms

This test consists of two parts. The first part is designed to evaluate spectral-analysis programs with the capability of automatically finding doublet gamma-ray peaks (i.e. with doublet peaks, at least one side of the peak does not return to the continuum due to the presence of another peak). The second part of the test is designed to evaluate programs with the capability of fitting a doublet gamma-ray peak to determine the peak areas of each of the component peaks. The gain of the spectrometer should be about the same as used to accumulate routine spectra, and the amplifier should have a gain control that can be adjusted to move a peak position by only a few channels to produce a doublet peak. Alternately, an adjustable offset on the ADC by which a peak can be shifted several channels (e.g. ADC zero level) can be used to produce doublet peaks. Before beginning the tests, the amplifier fine gain or digital offset should be calibrated so that the ^{60}Co 1 332 keV peak channel position can be raised or lowered in increments of approximately one half of one FWHM.

Test

- a) Accumulate a spectrum with a ^{60}Co source (other long half-life radionuclides emitting a gamma ray with a high-emission probability and free of interferences may also be used). The source should have a low counting rate (approximately 500 s^{-1}) and be located at least 5 cm from the detector. The count should be accumulated for a preset live-time so that about 20 000 and preferably 50 000 counts are in the peak area.
- b) Use the analysis program to find the 1 332 keV peak and measure its net peak-area counting rate. This value will be referred to as the "true" net peak-area counting rate and should be so recorded. Store the spectrum so that it can be recalled.
- c) Adjust the gain or ADC offset so that the 1 332 keV peak is raised the equivalent of one FWHM. The spectrum accumulated in step b) should be restored to the analyzer memory and additional data accumulated for an equal live time using the new amplifier gain (or ADC offset).
- d) Use the spectral analysis program to find the original and shifted 1 332 keV peaks and measure the net peak-area counting rates and associated uncertainties of each component. Each component should be found and each of their net peak-area counting rates should agree with that measured in step b) to within one-third of the acceptable inaccuracy (all uncertainties combined, see clause 11) of the measured gamma-ray emission rate.
- e) If the net peak-area counting rates are not determined to within one-third of the acceptable inaccuracy, repeat the test. If the test cannot be passed on the second attempt, rerun the test (steps a) through d)) with a peak separation of 1,5 FWHM or greater until these criteria are met. Record the separation at which these criteria are met.
- f) Repeat steps a) through e) but change the gain or ADC offset so that the 1 332 keV peak is raised the equivalent of two FWHM and reduce the second acquisition time by a factor of ten. Each of the component peaks should be found and each of the net peak-area counting rates should agree (within one-third of the acceptable inaccuracy) with the net peak-area counting rate measured in step b).

- g) Si les taux de comptage nets dans le pic ne sont pas déterminés avec une tolérance inférieure ou égale à un tiers de l'imprécision acceptée, recommencer l'essai du point f). En cas de nouvel échec au deuxième essai, diviser le deuxième temps d'acquisition par cinq ou une par valeur inférieure et recommencer l'essai jusqu'à ce que les critères soient satisfaits. Enregistrer le rapport de taux de comptage net dans le pic pour lequel le critère est satisfait.
- h) Recommencer l'opération du point f) en modifiant le gain ou le seuil du CAN afin d'abaisser le pic de deux LTMH.
- i) Les critères devant être satisfaits dans cet essai sont les mêmes que ceux du point f).

Précautions – Lorsque l'algorithme de recherche de pic ne peut pas trouver les deux composantes du doublet, il peut être nécessaire de modifier le réglage des paramètres de recherche du pic (voir 8.1).

Il est recommandé d'effectuer des essais complémentaires pour d'autres séparations et rapports de surface nette de pic afin d'obtenir une meilleure définition des possibilités et des limitations des algorithmes de recherche de pics et de mesure de surface. La figure 5 indique les erreurs dans les zones nettes provenant de différentes séparations de doublets de taille égale et la figure 6 indique les erreurs dans les surfaces nettes provenant, pour deux doublets de taille inégale et pour des séparations de pics données, du doublet le plus faible (moins actif).

9 Vérification du processus complet d'analyse

9.1 *Evaluation de l'importance des sommations en cascade*

Bien que la sommation en cascade due aux coïncidences soit spécifique des radionucléides, de la géométrie et du détecteur, les utilisateurs ont besoin d'une méthode rapide et simple permettant d'estimer l'amplitude relative de cet effet pour des détecteurs de géométrie et de taille différentes afin de déterminer si des corrections supplémentaires (et plus compliquées) sont nécessaires. Il est important de noter que l'essai suivant ne donne pas un facteur de correction qui puisse s'appliquer à des mesures autres que celles de l'essai mais de permettre plutôt une estimation de l'importance relative des sommations de coïncidences pour une géométrie donnée. Cet essai, qu'il convient d'effectuer avant de mesurer l'efficacité du détecteur, peut être réalisé avec deux sources quelconques ou un mélange de ces sources. Un des radionucléides émet un rayonnement gamma sans sommation en cascades et l'autre un rayonnement gamma d'une énergie proche mais bien résolue à partir du premier rayonnement gamma et sujet à une sommation en cascades. Plusieurs couples de radionucléides peuvent satisfaire à ces conditions, dont: $^{60}\text{Co}(1\,173)/^{65}\text{Zn}(1\,115)$, $^{56}\text{Co}(846)/^{54}\text{Mn}(835)$, $^{88}\text{Y}(898)/^{54}\text{Mn}(835)$ et $^{154}\text{Eu}(591)/^{125}\text{Sb}(600)$, dans lesquelles le premier radionucléide est affecté par une sommation en cascades alors que le second ne l'est pas. Les énergies associées du rayonnement gamma exprimées en keV sont indiquées entre parenthèses. Il est préférable que la source soit composée d'un mélange de deux radionucléides; cependant, s'ils ne sont pas mélangés l'orientation des sources doit être notée afin qu'elles soient toujours comptées selon la même orientation. Il est recommandé d'utiliser un couple $^{60}\text{Co}/^{65}\text{Zn}$ ou $^{56}\text{Co}/^{54}\text{Mn}$ avec des détecteurs de type «n», du fait que la détection des rayons X_K associés est peu probable si un matériau absorbant à Z faible (par exemple une feuille d'aluminium de 1 mm d'épaisseur) est inséré afin d'éviter la sommation simultanée de rayons X_K et de rayons gamma.

- g) If the net peak-area counting rates are not determined to within one-third of the acceptable inaccuracy, repeat the test (step f)). If the test criteria cannot be met on the second attempt, rerun the test with the second acquisition time reduced by a factor of five or less until the test criteria can be met. Record the net peak area ratio for which the test criteria are met.
- h) Repeat step f) but change the gain or ADC offset to lower the peak by two FWHM.
- i) The criteria to be met in this test are the same as specified in step f).

Precaution – If the peak-finding algorithm has difficulty finding both components of the doublet, it may be necessary to adjust the peak-finding parameters (see 8.1).

Additional tests for other separations and for other net peak area ratios are recommended to better define the capabilities and limitations of the peak-finding and area-measuring algorithms. Figure 5 indicates the error in the net areas resulting from various separations of equal-sized doublets and figure 6 indicates the error in the net areas resulting from the weaker (less active) of two unequal-sized doublets for the peak separations given.

9 Verification of the entire analysis process

9.1 Assessment of the magnitude of cascade summing

Although cascade coincidence summing is radionuclide, geometry and detector specific, operators need a quick and simple method of assessing the relative magnitude of this effect for various detection geometries and different size detectors in order to determine if additional (and substantially more complicated) corrections are required. It is important to note that the following test does not provide a correction factor that can be applied to measurements other than the test measurement, but rather allows an assessment of the relative magnitude of coincidence summing at a given geometry. This test, best carried out before measuring the detector efficiency, can be conducted with any two sources or a mixture of these sources. One of the radionuclides emits a gamma ray free of cascade summing and the other emits a gamma ray close in energy but well resolved from the first gamma ray but is affected by cascade summing. Several pairs of radionuclides can meet these conditions including: $^{60}\text{Co}(1\,173)/^{65}\text{Zn}(1\,115)$, $^{56}\text{Co}(846)/^{54}\text{Mn}(835)$, $^{88}\text{Y}(898)/^{54}\text{Mn}(835)$, and $^{154}\text{Eu}(591)/^{125}\text{Sb}(600)$, where the first radionuclide listed is affected by cascade summing and the second is free of cascade summing. The associated gamma-ray energies in keV are in parentheses. It is best if the source is composed of a mixture of both radionuclides; however, if the sources are not mixed to produce one source, their orientation must be noted so that they are always counted in the same orientation. Either the $^{60}\text{Co}/^{65}\text{Zn}$ or the $^{56}\text{Co}/^{54}\text{Mn}$ pair is recommended for use with n-type detectors since the K X-rays associated with these radionuclides are unlikely to be detected if a low Z absorber (e.g. 1-mm thick aluminum) is inserted to prevent the summing of K X-rays with coincident gamma rays.

L'essai suivant est une méthode permettant de mesurer la modification du rapport de la surface d'un pic gamma avec sommation $N(s)$ à celle d'un pic gamma sans sommation $N(n)$ en se référant au rapport mesuré à un emplacement éloigné où l'effet de sommation est négligeable. Cet essai utilise une source composite de radionucléides contenant ^{125}Sb , ^{154}Eu , $^{155}\text{Eu}^{(2)}$, mais il est possible de la remplacer par l'un des autres couples de radionucléides. Lorsque la distance source-détecteur augmente, ce rapport tend vers une constante comme indiqué à la figure 7 (le rapport normalisé tend vers un). Avec cette source, si le détecteur ne voit pas les rayons X_K du Te (de 27 keV à 32 keV) provenant d'une conversion interne dans la décroissance de ^{125}Sb , le pic d'énergie totale de 600 keV ne perd pas d'impulsions du fait de la sommation en cascades, même lorsque le comptage de l'échantillon est réalisé à proximité du détecteur et très peu de chocs sont ajoutés (les rayons gamma 172 keV peuvent s'additionner aux rayons gamma 428 keV et ajouter des chocs au pic de 600 keV (voir le schéma de décroissance de ^{125}Sb)).

Cette modification peut s'exprimer en termes de rapports de surface nette de pic $N(E)_i$ pour les énergies $E = 591 \text{ keV}$ et 600 keV délivrées aux distances i auxquelles le spectre était enregistré.

$$r_i = \frac{N(591)_i}{N(600)_i} = \frac{N(s)_i}{N(n)_i} \quad (14)$$

En réglant le rapport pour l'une des distances les plus éloignées (par exemple une distance source-détecteur de 10 cm à 15 cm pour laquelle la sommation en cascade est négligeable) égale à r_r (c'est-à-dire la distance de référence), le rapport R_i dépendant de la distance (par définition, pour une distance $i = r$ le rapport est égal à un) peut être calculé:

$$R_i = \frac{r_i}{r_r} = \frac{N(591)_i / N(600)_i}{N(591)_r / N(600)_r} = \frac{N(s)_i / N(n)_i}{N(s)_r / N(n)_r} \quad (15)$$

Le facteur de correction (multiplicatif) de sommation de coïncidences en cascade pour le rayonnement gamma de 591 keV est $C_c = 1/(1-R_i)$. La valeur de R_i pour des rayons gamma en cascade émis par d'autres radionucléides est égale, à un facteur deux près, à la valeur R_i du rayonnement gamma de 591 keV mesurée pour le même détecteur, la même taille d'échantillon et la même géométrie de comptage.

Précaution – Il est recommandé que les rayons gamma de passage, pour lesquels des chocs générés par deux ou plusieurs gamma sont additionnés dans le pic, ne soient pas utilisés en analyse spectrale lorsque la distance détecteur-source est faible, à moins de calculer et d'appliquer le facteur de correction.

Une correction de sommation de coïncidences en cascade peut ne pas être requise pour une distance i donnée si des échantillons situés à une distance moyenne supérieure à 5 cm doivent être comptés et qu'une indétermination de 10 % soit acceptable, ou si l'erreur due à l'absence de correction n'est pas significative. Dans l'essai ci-dessous, la distance r_r source-détecteur est de 10 cm mais il est conseillé de choisir une distance de 15 cm pour les détecteurs Ge d'efficacité relative ϵ_r supérieure à 20 %.

2) Du fait de la sommation en cascade du rayonnement gamma de 591 keV avec un rayonnement gamma du ^{154}Eu (le spectre d'un radionucléide standard mélangé à longue durée de vie est représenté à la figure 8), le pic d'énergie totale de 591 keV perd des chocs lorsque le comptage de l'échantillon se fait à proximité du détecteur (voir C.1.2 pour le calcul du facteur de correction de la sommation en cascade d'un rayonnement gamma de 591 keV).

The following test is one method designed to measure the change in the area ratio of the summing gamma ray, $N(s)$, to that of the gamma ray free of summing, $N(n)$, relative to the measured ratio at a distant reference position where the summing effect is negligible. This test will use a mixed radionuclide source containing ^{125}Sb , ^{154}Eu , $^{155}\text{Eu}^2$, but one of the other radionuclide pairs may be substituted. As the source-detector distance increases, this ratio will approach a constant as shown in figure 7 (the normalized ratio approaches one). With this source, if the detector does not observe the Te K X-rays (27 keV to 32 keV) resulting from internal conversion in the decay of ^{125}Sb , the 600 keV full-energy peak does not lose counts due to cascade summing even when the sample is counted close to the detector and only a very few counts are added (172 keV gamma rays may sum with 428 keV gamma rays to add counts to the 600 keV peak). (See ^{125}Sb decay scheme.)

This change can be expressed in terms of ratios of net peak areas, $N(E)_i$, for the energies $E = 591 \text{ keV}$ and 600 keV at each distance, i , that a spectrum was accumulated:

$$r_i = \frac{N(591)_i}{N(600)_i} = \frac{N(s)_i}{N(n)_i} \quad (14)$$

By setting the ratio at one of the farther distances (e.g. 10 cm to 15 cm source-to-detector distance where the cascade summing is negligible) equal to r_r (i.e. reference distance), the following ratio, R_i , as a function of distance (at distance $i = r$ the ratio will be one by definition) can be measured:

$$R_i = \frac{r_i}{r_r} = \frac{N(591)_i / N(600)_i}{N(591)_r / N(600)_r} = \frac{N(s)_i / N(n)_i}{N(s)_r / N(n)_r} \quad (15)$$

The cascade-coincidence-summing correction (multiplicative) factor for the 591 keV gamma ray is $C_c = 1/(1 - R_i)$. The value of R_i for gamma rays in a cascade, that are emitted from other radionuclides, are typically within a factor of two of the R_i measured for the 591 keV gamma ray for the same detector, sample size, and counting geometry.

Precaution – Crossover gamma rays for which counts are summed into the peak due to two or more gamma rays, should not be used in spectral analyses at close source-to-detector distances, unless the correction factor is calculated and applied.

A cascade-coincidence-summing correction may not be required at a given distance i if extended samples with a mean distance greater than 5 cm are to be counted and an uncertainty of 10 % is acceptable or if the error due to not making the correction is insignificant. A 10 cm source-to-detector distance is used in the test below for r_r but a 15 cm source-to-detector distance is recommended for Ge detectors having relative efficiency ϵ_r greater than 20 %.

-
- 2) Due to cascade summing of the 591 keV gamma ray with other ^{154}Eu gamma rays (a spectrum of a long-lived mixed radionuclide standard is shown in figure 8), the 591 keV full-energy-peak loses counts, when the sample is counted close to the detector (see C.1.2 for the calculation of the cascade summing correction factor for the 591 keV gamma ray).

Essai

- a) Avec un mélange de référence de ^{125}Sb , ^{154}Eu et ^{155}Eu sous forme de solution, préparer (ou acheter) un échantillon de la géométrie et de la matrice à soumettre aux essais (voir à l'article A.7 la préparation des sources de référence de travail). Il est conseillé d'avoir un taux de comptage de l'échantillon inférieur à $1\,000\text{ s}^{-1}$ lorsque ce dernier est placé à la distance source-détecteur en question.
- b) Compter l'échantillon à la distance source-détecteur la plus petite jusqu'à ce qu'au moins 20 000 chocs et de préférence 50 000 chocs soient dans les surfaces nettes des rayonnements gamma de 591 keV et 600 keV. Déterminer le rapport r_i à partir des surfaces nettes des pics.
- c) Compter l'échantillon à une distance moyenne source-détecteur de 10 cm jusqu'à ce que 20 000 chocs et de préférence 50 000 chocs soient dans les surfaces nettes des rayonnements gamma de 591 keV et 600 keV du ^{154}Eu et ^{125}Sb respectivement. Calculer le rapport r_r à partir des surfaces nettes indiquées ci-dessus.
- d) Calculer le rapport $R_i = r_i/r_r$ à partir des rapports r_i et r_r mesurés aux points b) et c) respectivement.

Les corrections de sommation en cascade peuvent ne pas être nécessaires si $R_i = r_i/r_r > 0,97$. (L'imprécision acceptable sur les mesures des rayonnements gamma pour cette géométrie et pour cette matrice d'échantillons déterminera la quantité de sommations en cascade qui peut être acceptée sans correction). Si les corrections doivent être évitées et si $R_i < 0,97$, la distance moyenne source-détecteur doit être augmentée jusqu'à ce que l'essai ci-dessus remplisse les conditions de précisions des mesures ou l'incertitude des taux d'émission de rayonnement gamma mesurés doit être augmentée pour tenir compte de l'erreur introduite par l'absence de correction de la sommation en cascade. La figure 7 indique les positions de R_i en fonction de la distance source-détecteur pour une source ponctuelle comptée avec un petit et un grand détecteur Ge. Une estimation brute de cette erreur exprimée en pourcentage est $100(1-r_i/r_r)$.

9.2 Erreur absolue sur la détermination de l'efficacité relative dans le pic d'énergie totale

L'erreur absolue sur l'efficacité relative dans le pic d'énergie totale doit être mesurée sur la plage d'énergie de la courbe d'efficacité. Il est conseillé pour cela de compter au moins un radionucléide émettant un rayonnement gamma qui couvre la région d'énergie intéressée et dont l'abondance relative est connue avec précision. Certaines sources de radionucléides qui ont des demi-vies relativement longues (supérieures à une semaine) avec un spectre contenant des gamma monoénergétiques forts (rapport amplitude du pic sur fond continu élevé) comportent un mélange de ^{125}Sb , ^{154}Eu et ^{155}Eu ; $^{106}\text{Ru}/^{106}\text{Rh}$, ^{125}Sb , $^{140}\text{Ba}/^{140}\text{La}$, ^{152}Eu et ^{232}U avec son activité de filiation en équilibre. Les valeurs précises de l'abondance relative des rayonnements gamma émis par les radionucléides peuvent être trouvées dans l'annexe E (voir [1] et [7]).

Essai

- a) Compter, dans la géométrie à soumettre aux essais, un échantillon contenant un radionucléide dont les intensités relatives des rayonnements gamma sont connues avec précision jusqu'à l'enregistrement de 20 000 chocs à 100 000 chocs dans les surfaces nettes des pics concernés.

Test

- a) With a standard mix of ^{125}Sb , ^{154}Eu and ^{155}Eu in solution form, prepare (or purchase) a sample of the geometry and matrix to be tested (see clause A.7 on the preparation of working standards). The counting rate of the sample should not exceed $1\,000\text{ s}^{-1}$ when positioned at the source-to-detector distance in question.
- b) Count the sample at the smaller source-to-detector distance in question until at least 20 000 and preferably 50 000 counts are in the net areas of the 591 keV and 600 keV gamma rays. Determine the ratio, r_i , from the net peak areas.
- c) Count the sample at a 10 cm mean source-to-detector distance until at least 20 000 and preferably 50 000 counts are in the net peak areas of the 591 keV and 600 keV gamma rays of ^{154}Eu and ^{125}Sb , respectively. Compute the ratio, r_r , from the net areas indicated above.
- d) Compute the ratio, $R_i = r_i/r_r$ from the ratios r_i and r_r measured in steps b) and c), respectively.

Cascade summing corrections may not be required if $R_i = r_i/r_r > 0,97$. (The acceptable inaccuracy of the routine gamma-ray measurements at this geometry and for this sample matrix will determine the amount of cascade summing that can be tolerated without applying a correction.) If corrections are to be avoided and $R_i < 0,97$, then either the mean source-to-detector distance shall be increased until the above test satisfies the accuracy requirements of the routine measurements or the uncertainty in the measured gamma-ray emission rates shall be increased to account for the error associated with not correcting for cascade summing. Figure 7 shows plots of R_i as a function of source-to-detector distance for a point source counted with small and large Ge detectors. A crude estimate of this error, expressed in percent, is $100(1 - r_i/r_r)$.

9.2 Absolute error in the relative full-energy-peak efficiency

The absolute error in the relative full-energy-peak efficiency over the energy range of the efficiency curve shall be determined. This should be done by counting at least one radionuclide which emits gamma rays that span the energy region of interest and whose relative abundances are precisely known. Some radionuclide sources that have relatively long half-lives (exceeding one week) with spectra containing strong (large peak-height to continuum ratio) singlet gamma rays include a mix of ^{125}Sb , ^{154}Eu and ^{155}Eu ; $^{106}\text{Ru}/^{106}\text{Rh}$, ^{125}Sb , $^{140}\text{Ba}/^{140}\text{La}$, ^{152}Eu and ^{232}U with its daughter activities in equilibrium. Precise values for the relative abundances of the gamma rays emitted by the radionuclides can be found in annex E (see [1] and [7]).

Test

- a) Count a sample, in the geometry to be tested, that contains a radionuclide whose relative gamma-ray intensities are accurately known until 20 000 to 100 000 counts are accumulated in the net areas of the peaks of interest.

- b) Analyser le spectre en suivant les procédures normales et appliquer toutes les corrections voulues. Déduire les intensités relatives mesurées de rayonnement gamma à l'aide de l'équation (2) de 6.2 puis normaliser le rayonnement gamma le plus fort de chaque radionucléide par rapport à ceux figurant dans la bibliothèque de schémas de désintégration ou dans la littérature.
- c) Comparer les intensités relatives des rayonnements gamma à celles figurant dans la bibliothèque de schémas de désintégration ou dans la littérature.
- d) Le pourcentage d'écart entre les valeurs mesurées et les valeurs connues des rayonnements gamma, de rapport amplitude de pic sur continuum supérieur à deux, doit se trouver entre deux écarts types estimés d'incertitude et de préférence inférieur au tiers de l'incertitude souhaitée (voir article 11) dans le taux d'émission du rayonnement gamma ou l'activité du radionucléide.

Précaution – Bien qu'il soit tentant de prendre la concordance des intensités relatives des rayonnements gamma émis par un radionucléide comme une indication de l'absence de sommations de coïncidences des rayonnements gamma en cascade dans le détecteur, il faut rester très prudent. L'amplitude de la correction de sommation en cascade dans beaucoup de radionucléides, bien que spécifique à chaque rayonnement, peut être pratiquement la même. L'absence de concordance des intensités relatives du rayonnement gamma d'un radionucléide peut donc indiquer le besoin de corrections de la sommation en cascade. Cependant, la concordance des intensités relatives d'un rayonnement gamma n'implique pas que les corrections de sommations en cascade sont petites ou nulles.

9.3 Précision de l'efficacité dans le pic d'énergie totale

La précision de l'efficacité dans le pic d'énergie totale doit être vérifiée lorsque l'activité est mesurée quantitativement (mesure du taux d'émission de rayonnement gamma ou des taux de désintégration), en exécutant l'essai de 9.2 avec des radionucléides standards dont les taux d'émission de rayonnement gamma sont connus avec précision et proviennent d'un laboratoire national de normalisation pour les mesures radioactives (LNNR). Dans ce cas, les taux d'émission de rayonnement gamma sont calculés au point b) de 9.2, à l'aide de l'équation (2) de 6.2 et sont comparés aux valeurs normales du point c) de 9.2. Une absence de concordance indique des corrections non appliquées ou erronées.

10 Identification d'un radionucléide

L'identification et la quantification de radionucléides associées aux énergies et aux taux d'émissions mesurés d'un rayonnement gamma sont réalisées par de nombreux programmes d'analyse spectrale. Cela demande une bibliothèque de schémas de désintégration contenant un jeu soigneusement sélectionné de radionucléides susceptibles d'être présents dans le spectre d'échantillonnage et de bruit de fond. Il convient que le programme d'analyse spectrale permette d'effectuer la modification de cette bibliothèque uniquement par du personnel qualifié du laboratoire. Il est conseillé d'explicitier les modifications. Il est bon que les informations figurant dans une bibliothèque de schémas de désintégration comprennent les radionucléides et la valeur de leur demi-vie, l'énergie des rayonnements gamma associés et les probabilités d'émission gamma par désintégration. Les incertitudes pour chacune de ces valeurs peuvent constituer une information utile ayant sa place dans cette bibliothèque. Il convient d'explicitier les références de ces paramètres, qui sont normalement obtenus à partir d'évaluations récentes de données de décroissance.

L'identification des radionucléides reposant principalement sur les mesures d'énergie des rayonnements gamma associés, il convient de prendre une fenêtre d'énergie suffisamment large pour permettre quelques défauts d'adaptation sans pour cela inclure trop de fausses

- b) Analyze the spectrum following normal procedures and apply all applicable corrections. Deduce the measured relative gamma-ray intensities by using equation (2) in 6.2 and then normalize the strongest gamma ray associated with each radionuclide to that given in the decay-data library or in the literature.
- c) Compare the measured relative gamma-ray intensities to those in the decay-data library or in the literature.
- d) The percentage deviation between the measured and known values for gamma rays, with peak-height to continuum ratios greater than two, shall be within two estimated standard deviations of the propagated uncertainty and preferably not greater than one-third of the desired combined uncertainty (see clause 11) in the gamma-ray emission rate or radionuclide activity.

Precaution – Although it is tempting to use the agreement in the relative intensities of the gamma rays emitted from a radionuclide as an indication of the lack of coincidence summing of cascade gamma rays in the detector, caution must be exercised. The magnitude of the cascade summing correction in many radionuclides, although specific for each gamma ray, may be relatively almost the same. Therefore, lack of agreement in the relative gamma-ray intensities of a radionuclide may indicate the need for corrections for cascade summing. However, agreement in the relative gamma-ray intensities does not assure that cascade summing corrections are small or zero.

9.3 Accuracy of the full-energy-peak efficiency

The accuracy of the full-energy-peak efficiency shall be verified, when activity is to be quantitatively measured (gamma-ray emission rates or disintegration rates measured), by performing the test in 9.2 with standards of radionuclides whose gamma-ray-emission rates are accurately known and are from or are traceable to a country's national standardizing laboratory for radioactivity measurements (NSLR). In this case, the gamma-ray-emission rates are deduced in step b) from equation (2) of 6.2 and the gamma-ray-emission rates are compared to the standard values in step c) in 9.2. Lack of agreement indicates neglected or erroneous corrections.

10 Radionuclide identification

Identification and quantification of the radionuclides associated with the measured gamma-ray energies and emission rates are performed by many gamma-ray spectral-analysis programs. This requires a decay-data library which should contain a carefully selected set of the radionuclides anticipated likely to be present in the sample spectra and background spectra. The spectral-analysis program should permit the editing of this library only by a qualified individual at the laboratory and changes should be documented. The information that should be contained in a decay-data library includes the radionuclides and their half-lives, associated gamma-ray energies, and their gamma-ray emission probabilities per decay. The uncertainties on each of these values may also be useful information to have in the decay-data library. These parameters, which are normally available from recent decay-data evaluations, should have their reference documented.

Since radionuclide identifications are primarily based on the measured energies of associated gamma rays, an energy window should be established that is broad enough to permit some energy mismatch but not so broad as to include many misidentifications.

identifications. Une fenêtre de recherche d'énergie W_s dont la taille est fixe ($W_s = 0,5$ keV) ou proportionnelle à l'énergie dans la plage $0,3 \text{ keV} < W_s < 2,0 \text{ keV}$ est pratiquement la solution optimum.

Précaution – Lorsque les programmes d'analyse comprennent l'identification des radionucléides, il peut sembler raisonnable de classer tous les rayonnements gamma de tous les radionucléides pouvant être observés dans une bibliothèque de schémas de désintégration. Toutefois, la limitation de la mémoire de l'ordinateur ou de l'espace disque et surtout le temps de calcul associé au traitement de recherche dans la bibliothèque, suggèrent de réaliser une sélection judicieuse et d'établir une liste limitée de radionucléides et de leurs principaux rayonnements gamma. Certains programmes d'analyse n'utilisent pour l'identification, qu'un rayonnement intense susceptible d'être exempt d'interférences dues aux rayonnements des autres radionucléides. L'identification présente quelques déficiences du fait que les radionucléides associés aux pics de certains rayonnements gamma du spectre ne seront pas identifiés automatiquement. Il est recommandé que les échantillons de différentes origines devant être analysés se trouvent dans des bibliothèques de schémas de désintégration séparées, sélectionnées pour une identification complète et efficace du radionucléide.

Identification par analyse de pics multiples et correction des interférences provenant d'autres radionucléides

Dans certains programmes d'analyse, l'activité d'un radionucléide est calculée à partir du pic gamma le plus intense. Lorsqu'un autre rayonnement provoque une interférence, cette méthode donne un résultat trop élevé. Pour corriger ce fait, certains programmes utilisent une technique d'analyse de pics multiples dans laquelle l'activité est calculée à partir d'une moyenne pondérée (en principe par l'intensité) des activités mesurées à partir de plusieurs pics de rayonnement gamma. Certains programmes permettent même de rejeter les valeurs extrêmes de cette moyenne calculée. D'autres programmes peuvent fractionner un pic en fonction des contributions particulières de chaque radionucléide lorsque les gamma susceptibles de provoquer des interférences peuvent être identifiés. Ces techniques donnent de bons résultats pour la plupart des spectres, mais lorsque ces derniers comprennent de très nombreux pics gamma (par exemple eau de refroidissement d'un réacteur), elles peuvent entraîner des erreurs importantes.

Précaution – Quelle que soit la technique d'identification des radionucléides et de leurs activités, il est recommandé qu'un spécialiste de la spectrométrie surveille la totalité du processus d'analyse et s'implique activement dans l'assurance de la qualité des données des résultats.

11 Incertitudes et composition des incertitudes

Il convient de faire état de toutes les incertitudes, y compris celles qui ne proviennent pas d'une analyse statistique complète, comme des approximations par rapport aux écarts types (de la moyenne si elle est utilisée). Cette convention est en accord avec celle proposée par le Bureau International des Poids et Mesure (BIPM). Elle permet la composition de toutes les composantes d'incertitude au moyen de règles statistiques et de grouper les résultats en une incertitude combinée (de catégories A et B définies en 3.2.11 ainsi qu'en [9]). Le tableau 2 indique les équations de composition des incertitudes pour plusieurs expressions algébriques courantes (voir [4]). Les composantes principales de l'incertitude combinée sur la mesure d'un taux d'émission gamma sont celles intervenant dans les étalons utilisés pour la mesure de l'efficacité, la mesure de la surface de pic, la reproductibilité de la géométrie détecteur-échantillon, l'empilement des impulsions, les corrections de sommations en cascade, les corrections de décroissance pendant et avant le comptage, les corrections d'atténuation lorsque la matrice de l'échantillon diffère de celle de l'étalon, l'interpolation de l'efficacité du détecteur dans le pic d'énergie totale et la soustraction des pics gamma de «l'échantillon blanc» qui sont aux mêmes énergies que celles de l'échantillon. Il est recommandé de composer les incertitudes sur les probabilités d'émission gamma avec les autres contributions d'incertitude lors du calcul de l'activité.

An energy-search window, W_s , that is fixed ($W_s = 0,5$ keV) or increasing with energy in the range of $0,3 \text{ keV} < W_s < 2,0 \text{ keV}$ is near optimum.

Precaution – With analysis programs that include radionuclide identification, it may seem reasonable to place all the gamma rays from all the radionuclides that could possibly be observed into the decay-data library. However, limitations of computer memory or disk space, and especially computing time during the library-search process suggests that judicious selection be made, and a reduced list of radionuclides and associated key gamma rays be established. Some analysis programs only use for identification one intense gamma ray that is expected to be free of interference from gamma rays of other radionuclides. Because circumstances will arise where the radionuclide associated with certain gamma-ray peaks present in the spectrum will not be automatically identified, the identification process is not without its deficiencies. Samples to be analyzed from different origins should have separate decay-data libraries that are selected for efficient yet complete radionuclide identification.

Identification through multipeak analysis and correction for interference from other radionuclides

With some analysis programs, the activity of a radionuclide is computed from the most intense gamma-ray peak. When peak interferences arise from another gamma ray, this method will give a result that is too high. In an attempt to correct for these types of interferences some analysis programs use a multipeak analysis technique in which the activity is derived from a weighted (usually by intensity) average of the activities measured using several gamma-ray peaks. Some programs even allow for the discarding of outlier values from this calculated average. Some programs can even separate a peak into its individual radionuclide contributions when the possible interference gamma rays can be identified. For most spectra, these techniques give good results, but with complex spectra containing many gamma-ray peaks (e.g. fresh reactor coolant water), even these techniques can lead to large errors.

Precaution – Whichever technique is used to identify the radionuclides and their activities, an experienced gamma-ray spectrometrist should oversee the entire analysis process and be actively involved in the quality assurance of the data and results.

11 Uncertainties and uncertainty propagation

All uncertainties, including those not derived from a complete statistical analysis, should be stated as approximations to standard deviations (of the mean if the mean is used). This convention follows that proposed by the Bureau International des Poids et Mesures (BIPM). It allows all of the uncertainty components to be propagated by statistical rules and results in a combined uncertainty (type A and B as defined in 3.2.11, see also [9]). Table 2 lists the equations for propagating uncertainties for several common algebraic expressions (see [4]). The principal components of the combined uncertainty in a measured gamma-ray emission rate are those in the efficiency calibration standards, the measurement of the peak areas, the reproducibility of the sample-detector geometry, the pulse pile-up, the cascade-summing corrections, the decay corrections during and prior to counting, the attenuation corrections when the sample matrix differs from that of the standard, the detector full-energy-peak efficiency interpolation, and the subtraction of the gamma-ray peaks in the "blank" background that are at the same energies as those in the sample. The uncertainties in the gamma-ray emission probabilities should be propagated with the other uncertainty contributions when the activity is being calculated. The tests of performance described in clauses 7, 8 and 9 should provide a good initial estimate

Il convient que les essais de performance décrits aux articles 7, 8 et 9 donnent une bonne estimation initiale des composantes d'incertitude pour un spectromètre Ge et des programmes d'analyse donnés. Avec de l'expérience, ces estimations doivent pouvoir être affinées. Des valeurs typiques de ces composantes d'incertitude sont indiquées dans le tableau 3.

Lorsqu'une série de valeurs d'incertitudes voisines doivent être moyennées, une méthode simple permet de calculer l'écart type de la manière suivante:

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n} \quad (16)$$

$$s_x^2 = \frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right] \quad (17)$$

où

x_i sont les valeurs devant être moyennées;

n est le nombre des valeurs à moyenner;

$\bar{x}$ est la valeur moyenne, et

s_x^2 est la variance de l'échantillon (l'écart type de l'échantillon est la racine carrée de la variance).

Lorsqu'une série de données et les incertitudes associées doivent être moyennées, il est conseillé d'utiliser la moyenne pondérée:

$$\bar{x} = \left[\sum_{i=1}^n w_i x_i \right] / \left[\sum_{i=1}^n w_i \right] \quad (18)$$

où $w_i = 1/s_i^2$.

L'incertitude d'une moyenne pondérée dépend de l'homogénéité des données internes déterminée par le test du khi-deux (χ^2). Si $[\chi^2/(n-1)] \gg 1$, où $n-1$ est le degré de liberté, les données ne sont pas homogènes ou les incertitudes des mesures individuelles sont sous-estimées. Les deux équations suivantes représentent les variances internes et externes des moyennes pondérées.

$$s^2(\bar{x},1) = 1 / \left[\sum_{i=1}^n w_i \right] \quad (\text{variance interne}) \quad (19)$$

$$\text{et} \quad s^2(\bar{x},2) = \left[\sum_{i=1}^n w_i (x_i - \bar{x})^2 \right] / \left[(n-1) \sum_{i=1}^n w_i \right] \quad (\text{variance externe}) \quad (20)$$

où la plus grande des deux valeurs $s^2(\bar{x},1)$ et $s^2(\bar{x},2)$ est retenue pour l'incertitude dans la moyenne pondérée.

of the uncertainty components for a given Ge spectrometer and analysis program(s). These estimates should be refined as experience is gained. Typical ranges for these uncertainty components are listed in table 3.

Whenever a set of values with equal-size uncertainties are to be averaged, a simple mean is computed, along with its standard deviation, as follows:

$$\bar{x} = \sum_{i=1}^n \frac{x_i}{n} \quad (16)$$

$$s_x^2 = \frac{1}{n-1} \left[\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 \right] \quad (17)$$

where

x_i are the values to be averaged;

n is the number of values to be averaged;

$\bar{x}$ is the average value; and

s_x^2 is the sample variance (the standard deviation of the sample is the square root of the variance).

Whenever a set of data with associated uncertainties is to be averaged, a weighted average should be taken:

$$\bar{x} = \left[\sum_{i=1}^n w_i x_i \right] / \left[\sum_{i=1}^n w_i \right] \quad (18)$$

where $w_i = 1/s_i^2$.

The uncertainty in the weighted average is dependent upon whether the data are internally consistent as determined by the chi-squared (χ^2) test. If $[\chi^2 / (n-1)] \gg 1$, where $n-1$ is the number of degrees of freedom, the data are inconsistent or the uncertainties in the individual measurements are underestimated. The following two equations represent the internal variance and the external variance of weighted means.

$$s^2(\bar{x},1) = 1 / \left[\sum_{i=1}^n w_i \right] \quad (\text{internal variance}) \quad (19)$$

$$\text{and} \quad s^2(\bar{x},2) = \left[\sum_{i=1}^n w_i (x_i - \bar{x})^2 \right] / \left[(n-1) \sum_{i=1}^n w_i \right] \quad (\text{external variance}) \quad (20)$$

where the larger value of $s^2(\bar{x},1)$ and $s^2(\bar{x},2)$ is chosen for the uncertainty in the weighted average.

Lorsque l'incertitude combinée doit être multipliée par un certain facteur, pour obtenir une incertitude globale plus prudente, le facteur de multiplication doit être indiqué (par exemple 2 dénote des incertitudes à un degré de confiance voisin de 95 %).

Lorsque des échantillons d'environnement ainsi que de très faible activité sont analysés, il convient de signaler les taux d'émission ou d'activité gamma avec deux incertitudes: l'incertitude sur la surface nette du pic (ou taux de comptage) et l'incertitude combinée. L'incertitude sur la surface nette du pic indique si c'est un vrai pic, alors que l'incertitude combinée indique la précision attachée à la valeur indiquée.

Les estimations précises des incertitudes combinées peuvent nécessiter la prise en considération des corrélations entre les incertitudes des composantes. Une courbe d'efficacité, déduite en partie de plusieurs gamma émis par un radionucléide, aura des incertitudes corrélées pour ces points. Voir [1].

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61452:1995

Whenever it is necessary to multiply the combined uncertainty by a factor to obtain a more conservative overall uncertainty, the multiplying factor shall be stated (e.g. 2, reporting uncertainties at about a 95 % confidence level).

Whenever environmental and other very low-level activity samples are analyzed, the gamma-ray emission rates or activity should be reported with two uncertainties: the uncertainty in the net peak area (or counting rate), and the combined uncertainty. The uncertainty in the net peak area will indicate whether or not the peak is truly a positive peak while the combined uncertainty will indicate the accuracy with which the reported value is known.

For accurate estimates of combined uncertainty, it may be necessary to consider correlations between the component uncertainties. An efficiency curve derived in part from several gamma rays emitted from one radionuclide will have correlated uncertainties for those points. See [1].

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61452:1995

Tableau 2 – Incertitudes

Fonction ¹⁾	Manipulation	Incertitude ²⁾
$y = a_1 x_1 + a_2 x_2$	Addition	$s_y = \sqrt{a_1^2 s_{x_1}^2 + a_2^2 s_{x_2}^2}$
$y = a_1 x_1 - a_2 x_2$	Soustraction	$s_y = \sqrt{a_1^2 s_{x_1}^2 + a_2^2 s_{x_2}^2}$
$y = a x_1 x_2$	Multiplication	$\frac{s_y}{y} = a \sqrt{\left[\frac{s_{x_1}}{x_1}\right]^2 + \left[\frac{s_{x_2}}{x_2}\right]^2}$
$y = a (x_1/x_2)$	Division	$\frac{s_y}{y} = a \sqrt{\left[\frac{s_{x_1}}{x_1}\right]^2 + \left[\frac{s_{x_2}}{x_2}\right]^2}$
$y = x^m$	Puissance de x	$\frac{s_y}{y} = \frac{m s_x}{x}$
$y = e^{-ax}$	Puissance de e	$\frac{s_y}{y} = a s_x$
$y = f(x_1, x_2)$	Fonction de deux variables	$s_y = \sqrt{\left[\frac{\delta f}{\delta x_1}\right]^2 s_{x_1}^2 + \left[\frac{\delta f}{\delta x_2}\right]^2 s_{x_2}^2}$
1) a, a_1, a_2 et m sont des constantes. x, x_1 et x_2 sont des variables indépendantes. y est une variable dépendante. 2) s_i est l'écart type estimé de la variable i.		

Table 2 – Uncertainties

Function ¹⁾	Manipulation	Uncertainties ²⁾
$y = a_1 x_1 + a_2 x_2$	Addition	$s_y = \sqrt{a_1^2 s_{x_1}^2 + a_2^2 s_{x_2}^2}$
$y = a_1 x_1 - a_2 x_2$	Subtraction	$s_y = \sqrt{a_1^2 s_{x_1}^2 + a_2^2 s_{x_2}^2}$
$y = a x_1 x_2$	Multiplication	$\frac{s_y}{y} = a \sqrt{\left[\frac{s_{x_1}}{x_1}\right]^2 + \left[\frac{s_{x_2}}{x_2}\right]^2}$
$y = a (x_1/x_2)$	Division	$\frac{s_y}{y} = a \sqrt{\left[\frac{s_{x_1}}{x_1}\right]^2 + \left[\frac{s_{x_2}}{x_2}\right]^2}$
$y = x^m$	Power of x	$\frac{s_y}{y} = \frac{m s_x}{x}$
$y = e^{-ax}$	Power of e	$\frac{s_y}{y} = a s_x$
$y = f(x_1, x_2)$	Function of two variables	$s_y = \sqrt{\left[\frac{\partial f}{\partial x_1}\right]^2 s_{x_1}^2 + \left[\frac{\partial f}{\partial x_2}\right]^2 s_{x_2}^2}$

1) a, a_1, a_2 and m are constants. x, x_1 and x_2 are independent variables. y is the dependent variable.

2) s_i is the estimated standard deviation in variable i .

Tableau 3 – Contributions à l'incertitude

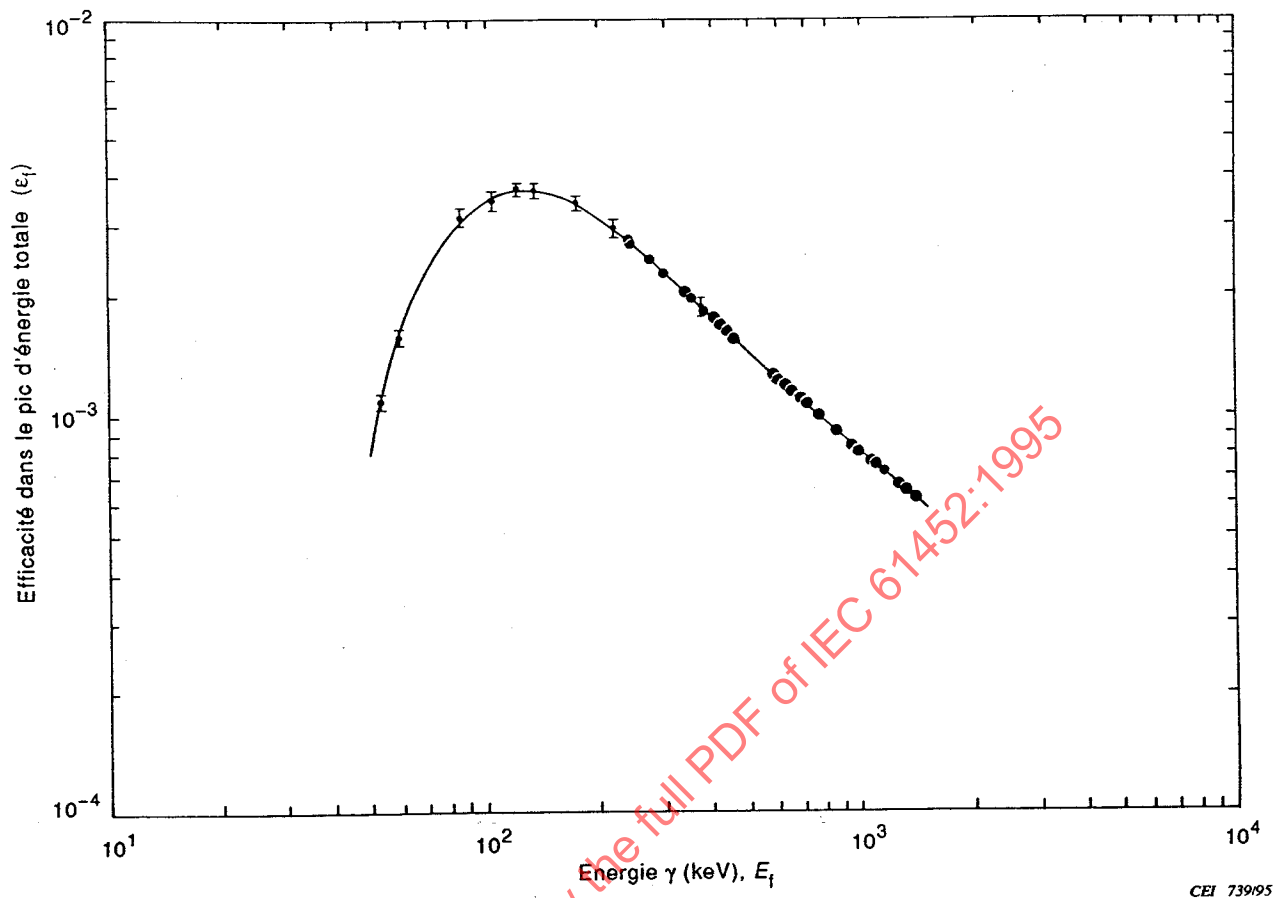
Contribution à l'incertitude	Amplitude caractéristique ¹⁾
Activité de la source standard	0,1 à 2
Aliquotes de la source	0,1 à 3
Mesure de la surface du pic	0,1 à 30
Variations de la surface du pic de bruit de fond	0,0 à 100
Variations de l'atténuation d'échantillon	0,0 à 50
Géométrie source-détecteur	0,1 à 10
Temporisateur de l'activité de l'ADC	0,0 à 0,5
Empilement d'impulsions (taux de comptage élevé)	0,0 à 30
Sommations en cascade	0,0 à 100
Décroissance de radionucléide	0,0 à 5
Probabilité d'émission de rayonnement gamma	0,1 à 20
Efficacité du pic d'énergie totale	0,5 à 15
1) Les incertitudes sont prises égales à un écart type exprimé sous la forme d'un pourcentage.	

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61452:1995

Table 3 – Uncertainty contributions

Uncertainty contribution	Typical magnitude ¹⁾
Activity of standard source	0,1 to 2
Source aliquots	0,1 to 3
Peak-area measurement	0,1 to 30
Background peak-area variations	0,0 to 100
Variations in sample attenuation	0,0 to 50
Source-detector geometry	0,1 to 10
ADC live timer	0,0 to 0,5
Pulse pile-up (high counting rate)	0,0 to 30
Cascade summing	0,0 to 100
Decay of radionuclide	0,0 to 5
Gamma-ray emission probability	0,1 to 20
Full-energy-peak efficiency	0,5 to 15
1) Uncertainties are one estimated standard deviation expressed as a percentage.	

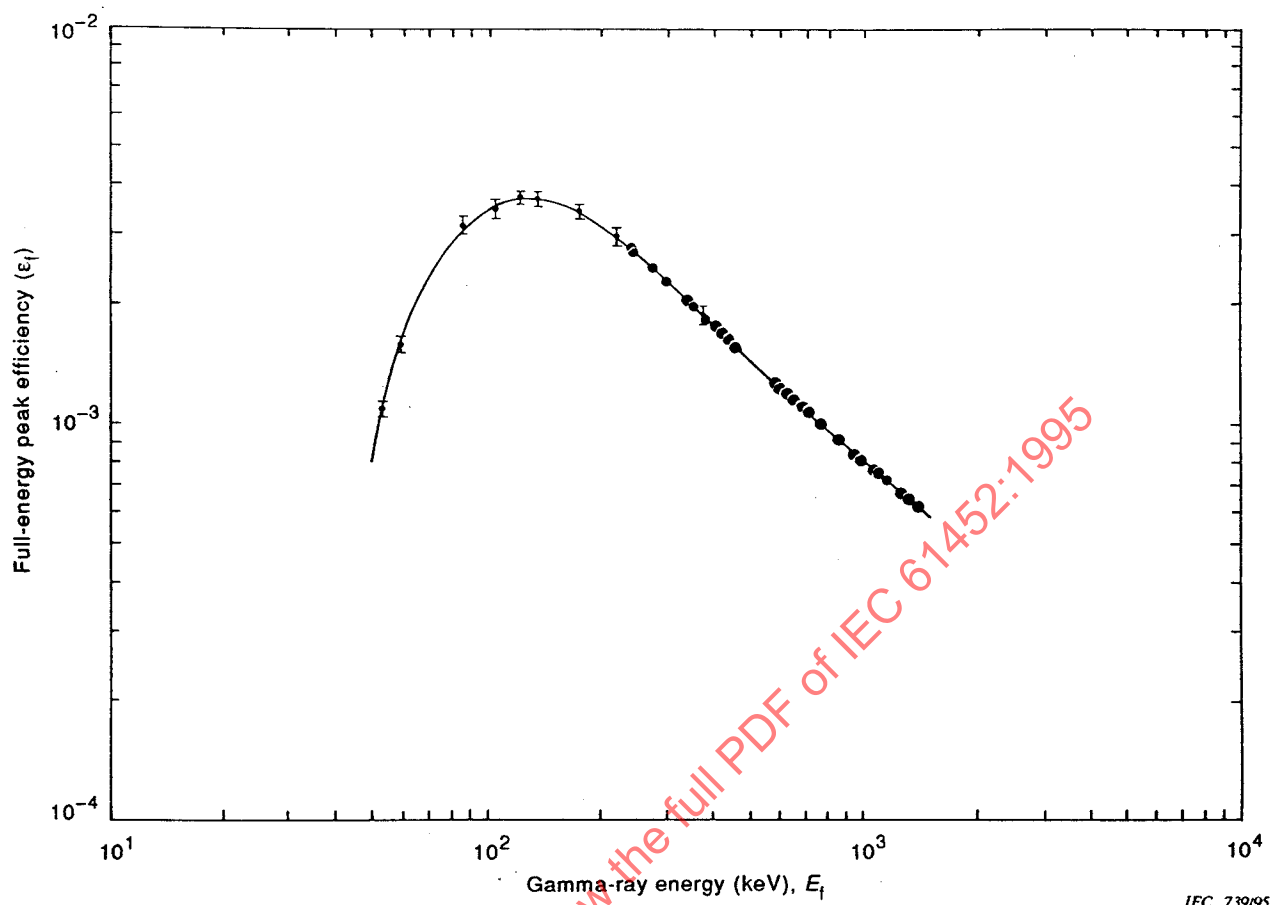
IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61452:1995



CEI 739/95

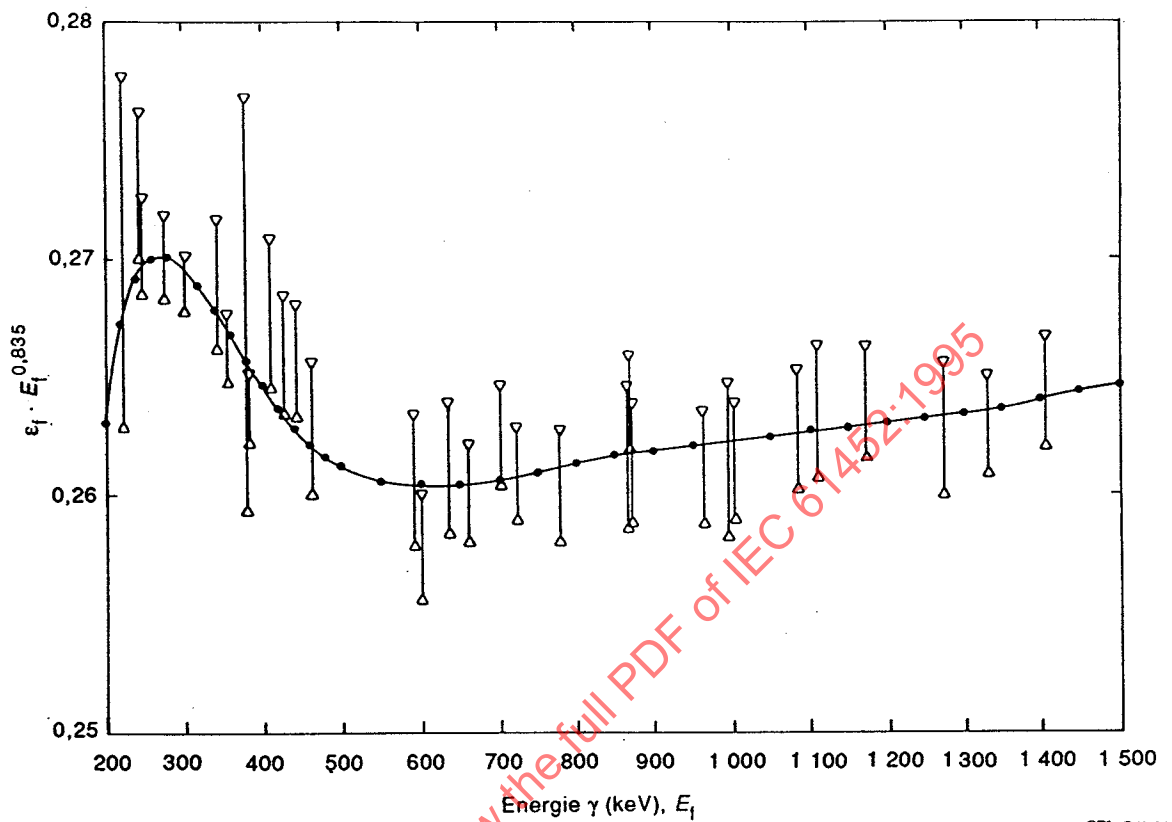
NOTE – Efficacité en fonction de l'énergie d'un spectromètre Ge coaxial, en échelle log-log, pour une source ponctuelle à 15 cm du détecteur (avec l'autorisation de R.G. Helmer, EG&G Idaho, Inc., Idaho Falls, ID, USA).

Figure 1 – Efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie gamma



NOTE – Efficiency as a function of energy on a log-log plot for a point source at a 15 cm source-to-detector distance for a coaxial Ge spectrometer. (Courtesy R.G. Helmer, EG&G Idaho, Inc., Idaho Falls, ID, USA).

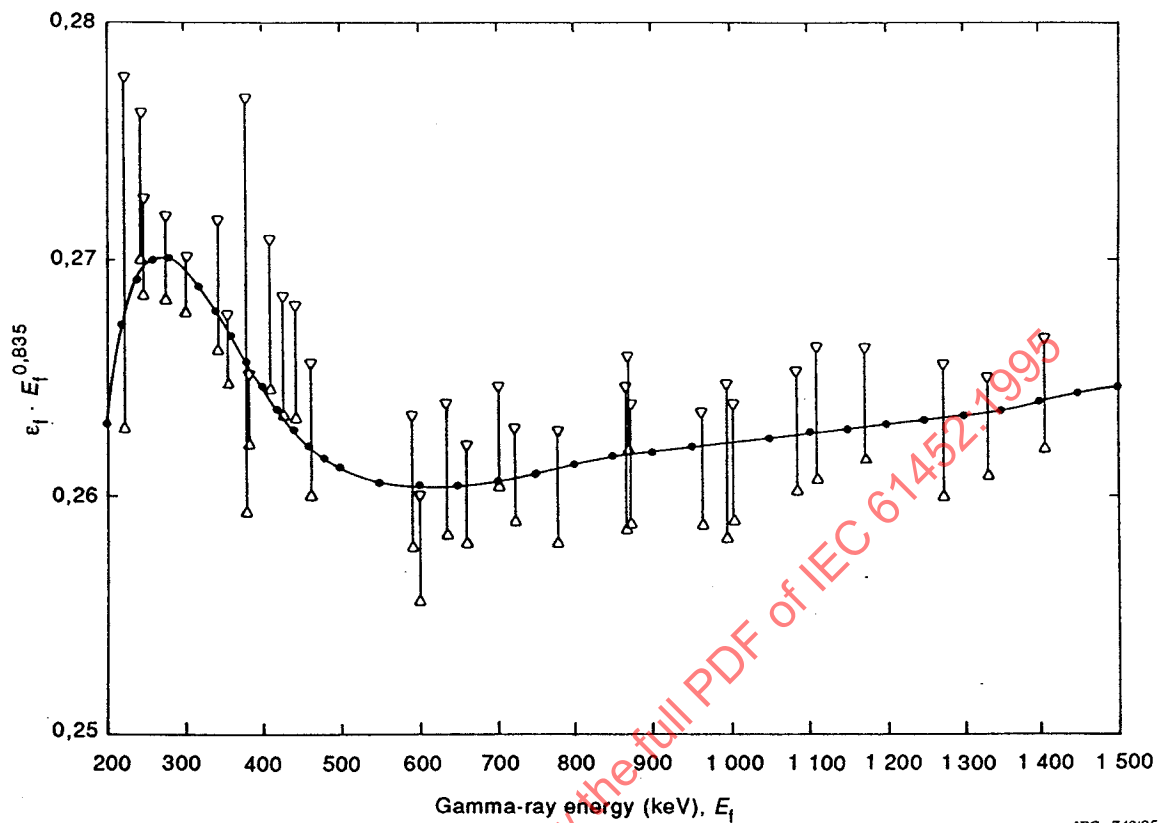
Figure 1 – Full-energy-peak efficiency as a function of gamma-ray energy



CEI 740/95

NOTE – Les mêmes données qu'à la figure 1 représentant, en échelle linéaire, $\epsilon_f \cdot E_f(\text{keV})^{0.835}$ en fonction de $E_f(\text{keV})$, où ϵ_f est l'efficacité dans le pic d'énergie totale à $E_f(\text{keV})$ et où $E_f(\text{keV})$ est l'énergie du pic d'énergie totale. Les ronds en plein représentent des valeurs d'énergie sélectionnées utilisées dans le tableau donnant l'efficacité (avec l'autorisation de R.G. Helmer, EG&G Idaho, Inc., Idaho Falls, ID, USA).

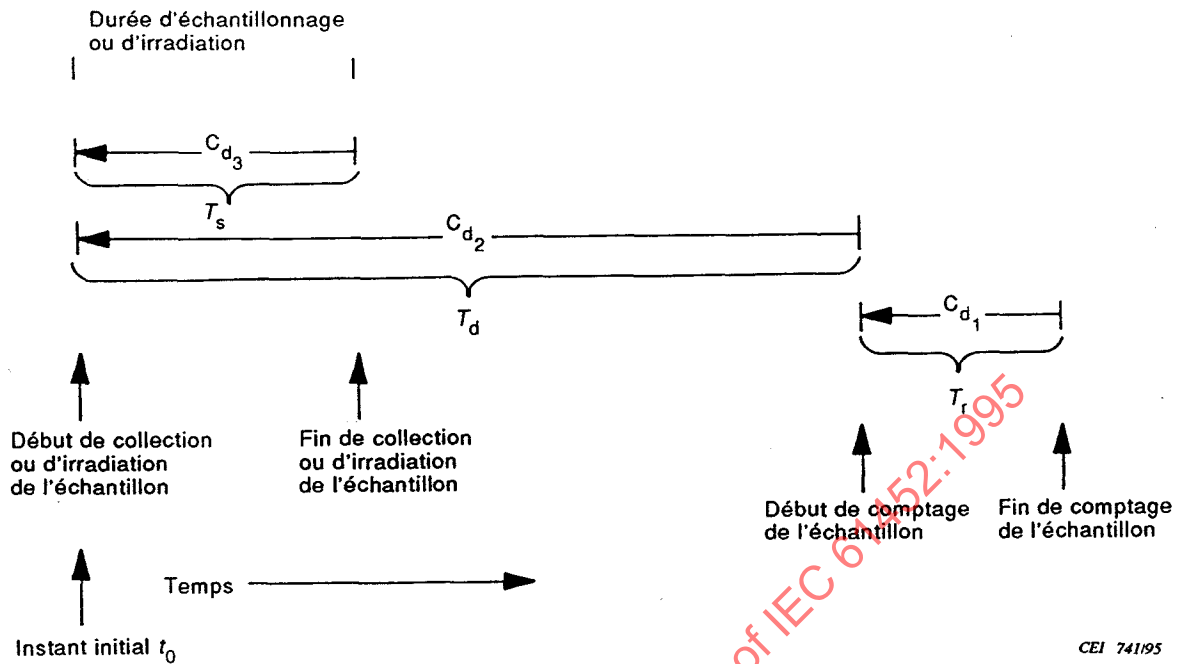
Figure 2 – $\epsilon_f \cdot E_f(\text{keV})^{0.835}$ en fonction de l'énergie gamma



IEC 740/95

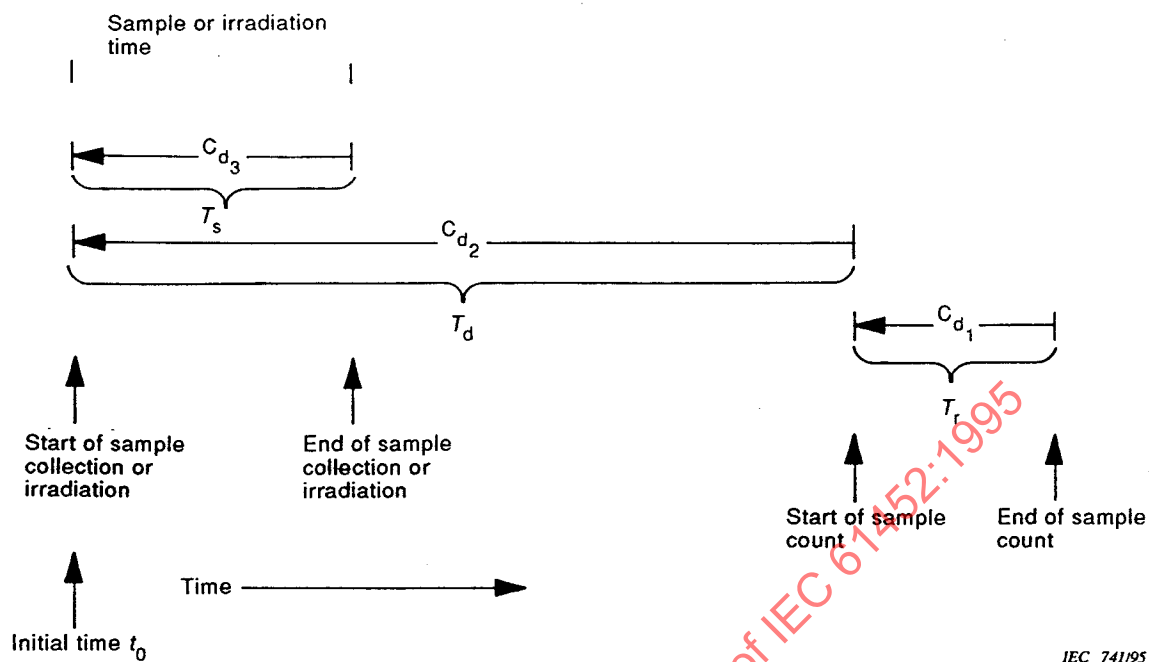
NOTE – The same data as in figure 1 plotted as $\epsilon_f \cdot E_f(\text{keV})^{0.835}$ versus gamma-ray energy $E_f(\text{keV})$, where ϵ_f is the full-energy peak efficiency at $E_f(\text{keV})$ and where $E_f(\text{keV})$ is the energy of the full-energy peak. The solid circles represent selected values taken from the plot and used to prepare the efficiency look up table. (Courtesy R.G. Helmer, EG&G Idaho, Inc., Idaho Falls, ID, USA).

Figure 2 – $\epsilon_f \cdot E_f(\text{keV})^{0.835}$ as a function of gamma-ray energy



NOTE – Description des différents événements, en unités de temps, où t_0 est l'instant initial, T_s est le temps d'échantillonnage ou d'irradiation, T_d est le temps de décroissance de l'échantillon et T_r le temps réel. Les flèches indiquent les instants auxquels les corrections respectives de décroissance s'appliquent.

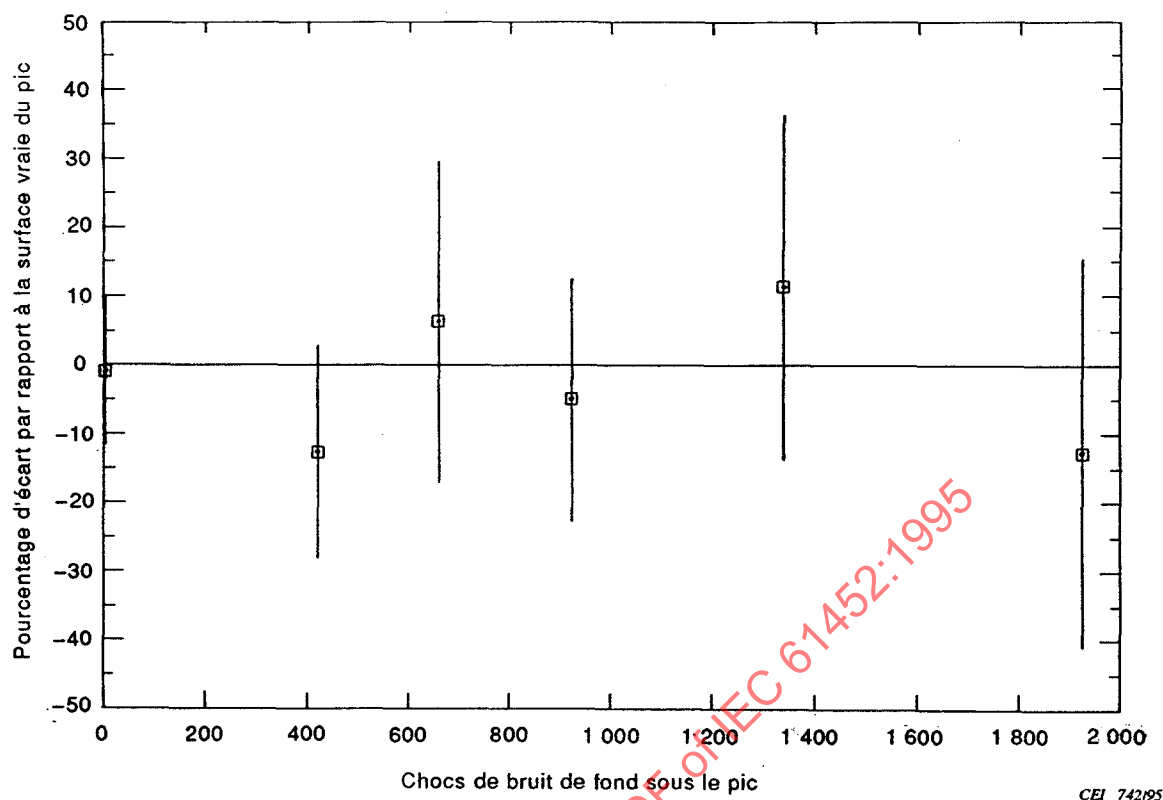
Figure 3 – Spécification des temps pour les corrections de décroissance



IEC 741/95

NOTE – Specification of various events expressed in units of time, where t_0 is the initial time, T_s is the sample or irradiation time, T_d is the decay time of the sample, and T_r is the real time. The arrows point to the times to which the respective decay corrections apply.

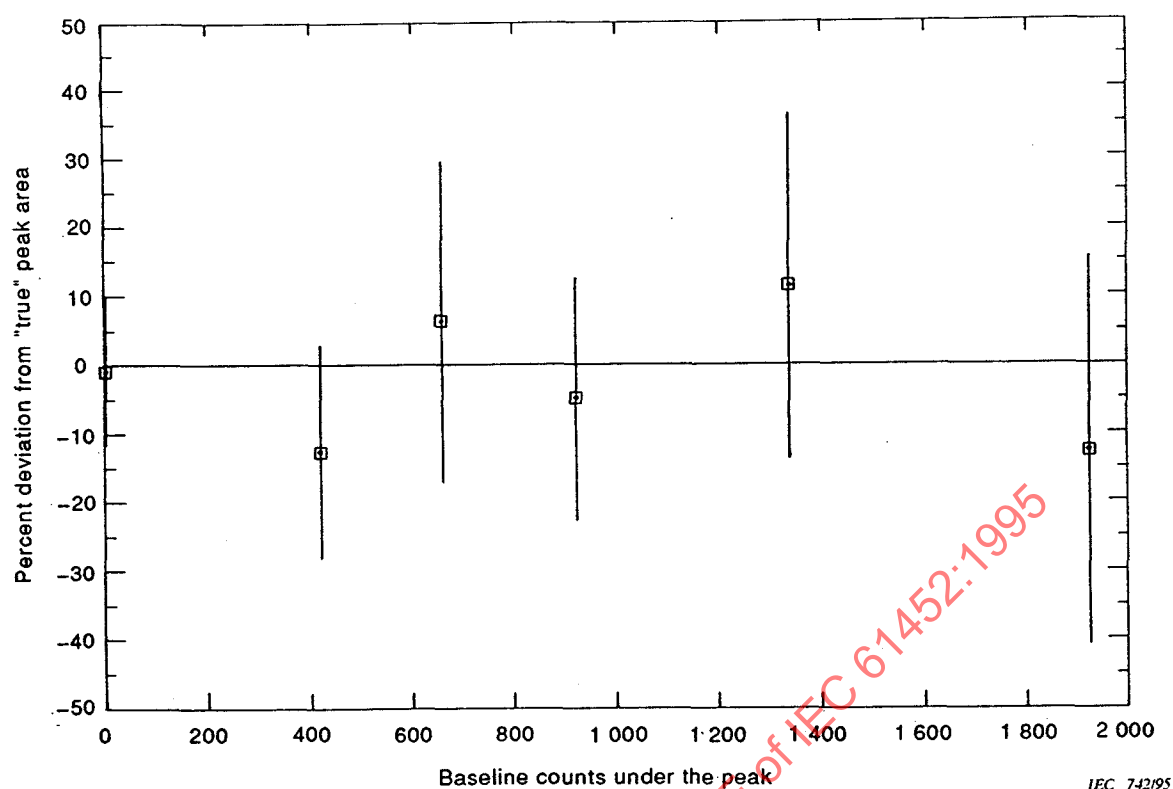
Figure 3 – Specification of times for decay corrections



CEI 742/95

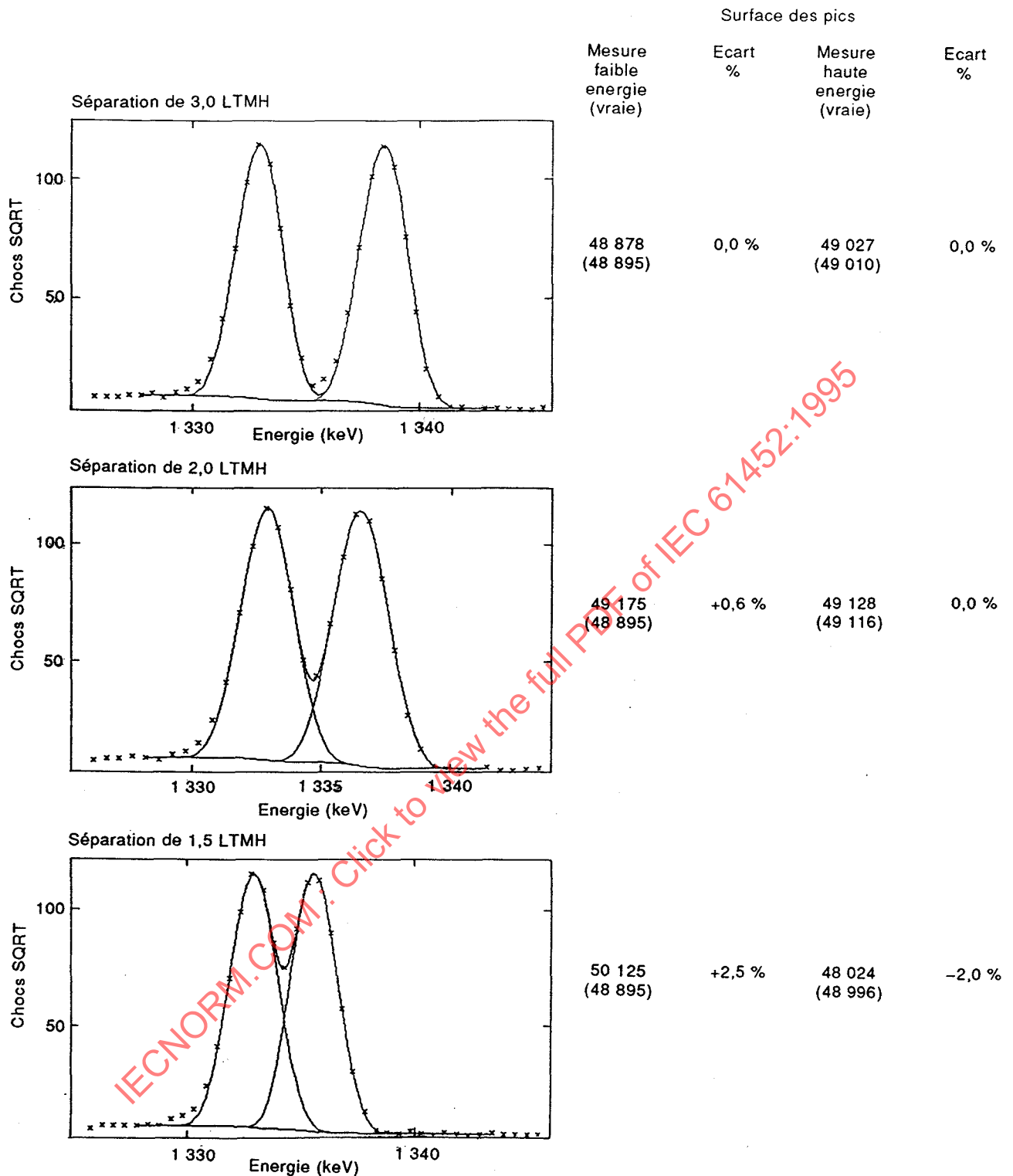
NOTE – Ecart dans la surface nette mesurée du pic par rapport à une surface «vraie» du pic de 110 chocs en fonction de l'amplitude du fond continu. L'incertitude sur la déviation est donnée par les barres d'erreur. La surface «vraie» du pic est définie comme la surface nette sans l'addition d'un fond continu d'une seconde source. L'axe horizontal représente l'intégrale des chocs du fond continu sous le pic. (Avec l'autorisation de Markku Koskela, Canberra Industries, Inc., Meriden, CT, USA).

Figure 4 – Ecart sur la surface du pic en fonction de l'amplitude du fond continu



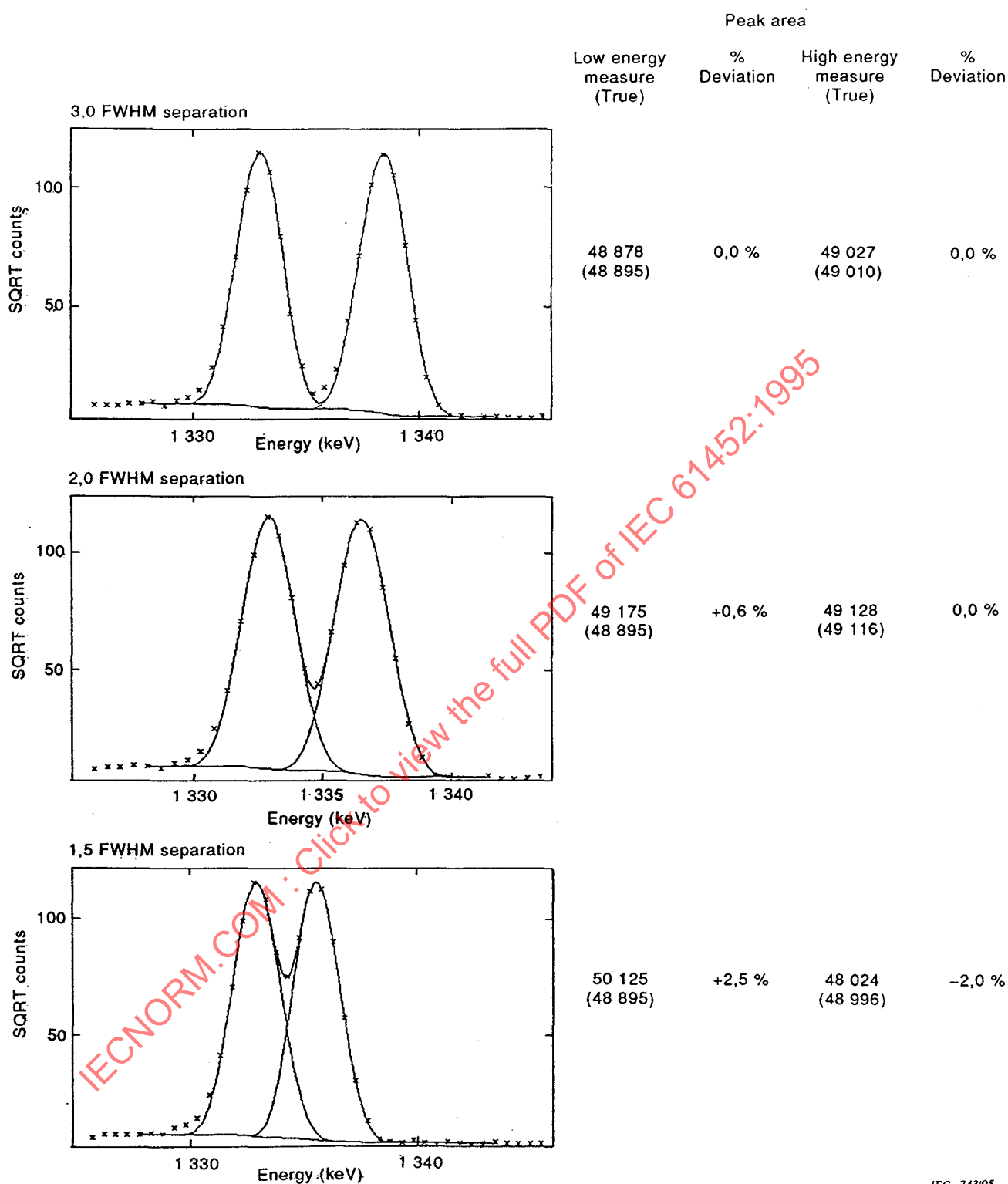
NOTE – Deviation of the measured net peak area from a "true" peak area of 110 counts as a function of the continuum height. The uncertainty in the deviation is shown as vertical lines through the data points. The "true" peak area is devined as the net area with no added continuum from a second source. The horizontal axis represents the integral continuum counts under the peak. (Courtesy Markku Koskelo, Canberra Industries, Inc., Meriden, CT, USA.)

Figure 4 – Deviation in peak area as a function of continuum height



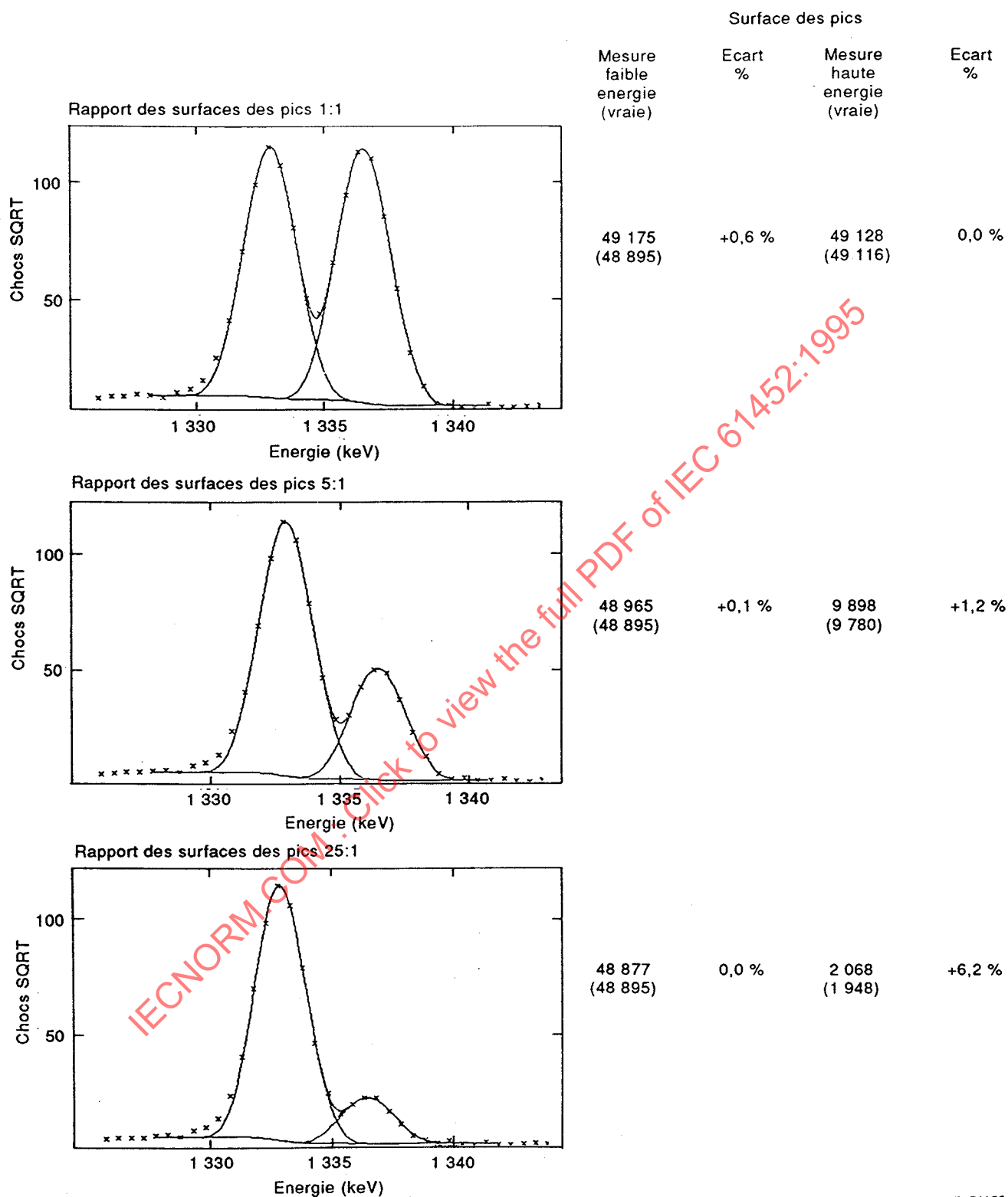
NOTE – Ecart dans les surfaces des doublets en fonction de la séparation des pics, en unités de LTMH, pour deux composantes de tailles identiques. Ce sont les surfaces qui sont indiquées ici et non les taux de comptage dans la surface du pic, comme décrit dans le texte. (Avec l'autorisation de Mark Mercier, Nuclear Data, Inc., Schaumburg, IL, USA.)

Figure 5 – Ecart sur les surfaces des doublets de même amplitude pour différentes séparations



NOTE – Deviation in doublet peak area as a function of peak separation in units of FWHM for two equally sized components. Areas are quoted here rather than net peak-area counting rate as described in the text. (Courtesy Mark Mercier, Nuclear Data, Inc., Schaumburg, IL, USA.)

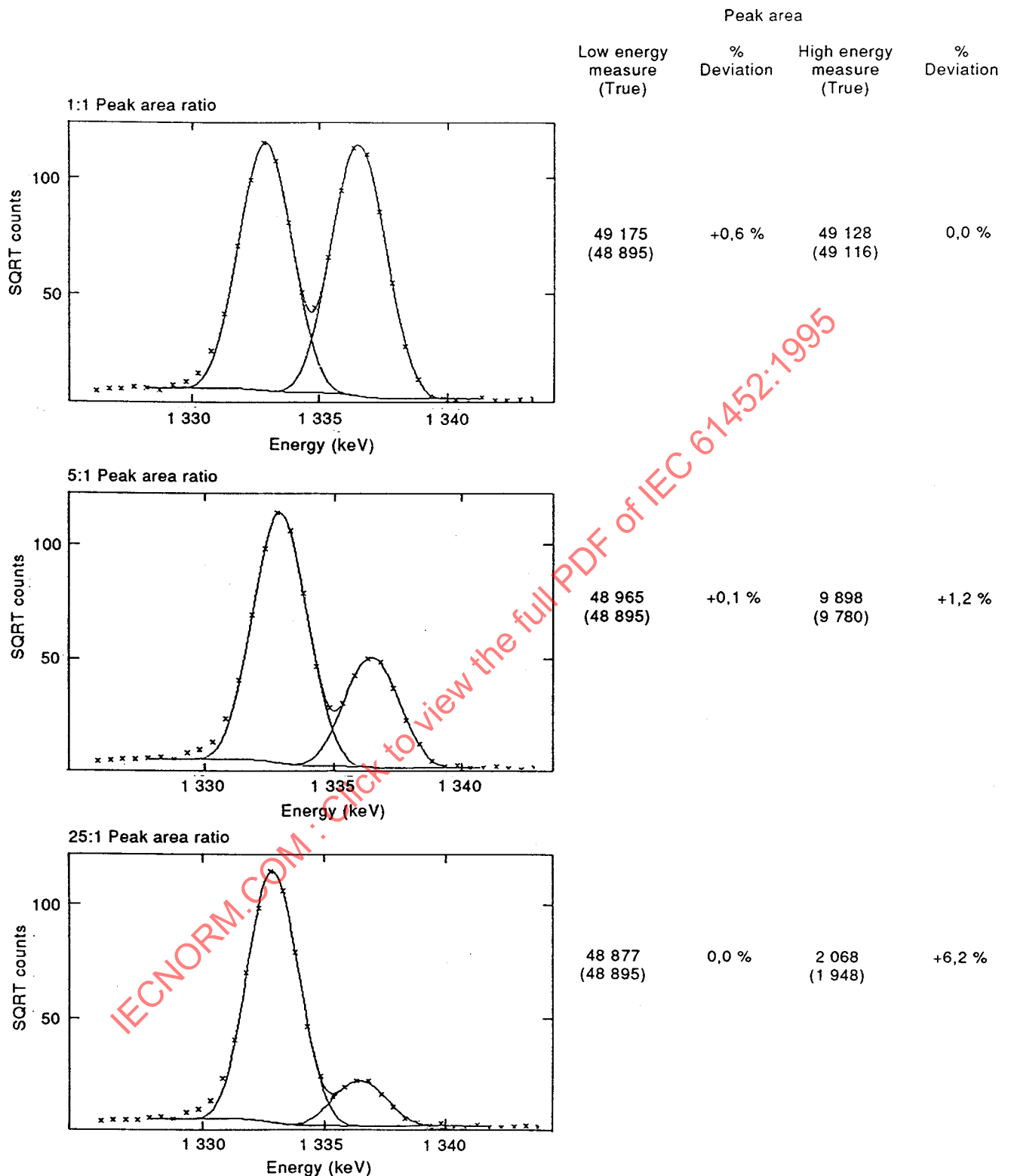
Figure 5 – Deviation in equally sized doublet peak areas for different separations



CEI 74495

NOTE – Ecart par rapport à la surface vraie du pic pour le plus faible de deux doublets de tailles inégales. Ce sont les surfaces qui sont indiquées ici et non les taux de comptage dans la surface du pic, comme indiqué dans le texte. (Avec l'autorisation de Mark Mercier, Nuclear Data, Inc., Schaumburg, IL, USA.)

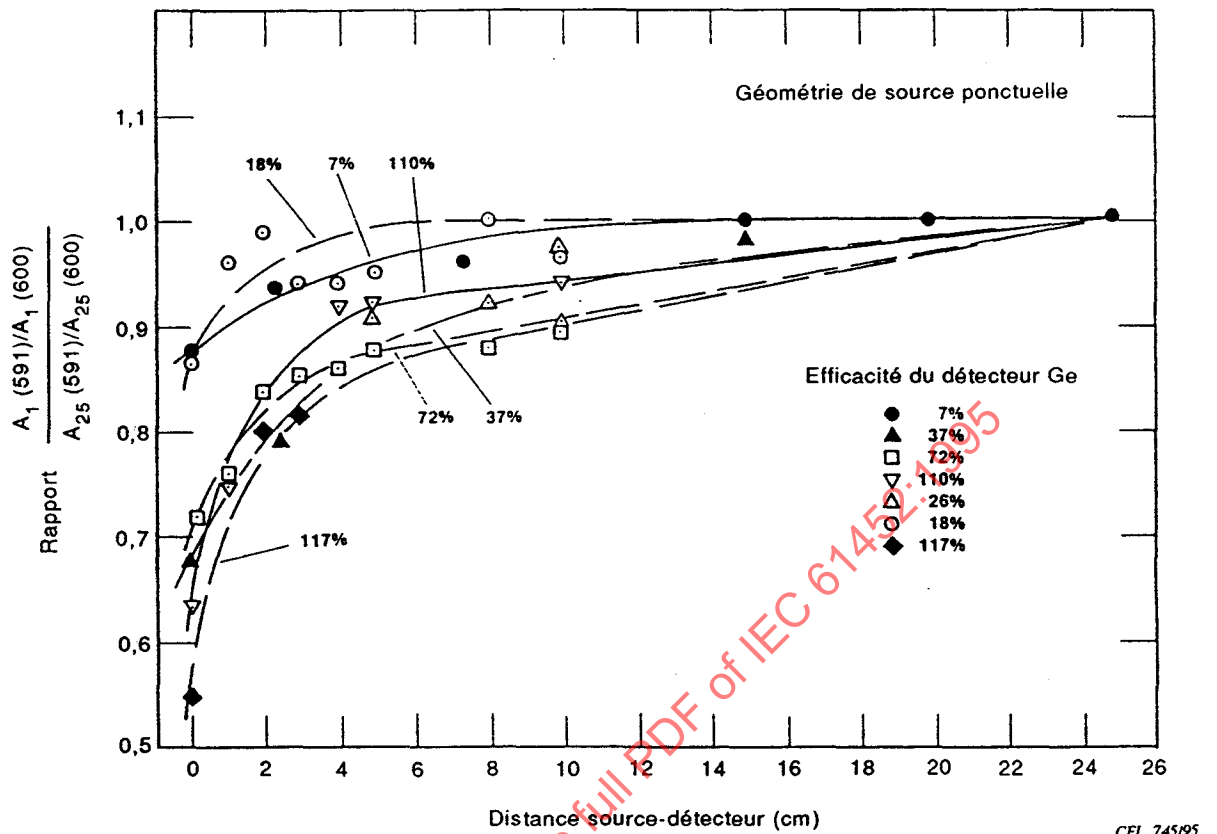
Figure 6 – Ecart sur les surfaces de doublets inégaux pour différents rapports d'amplitude



IEC 744/95

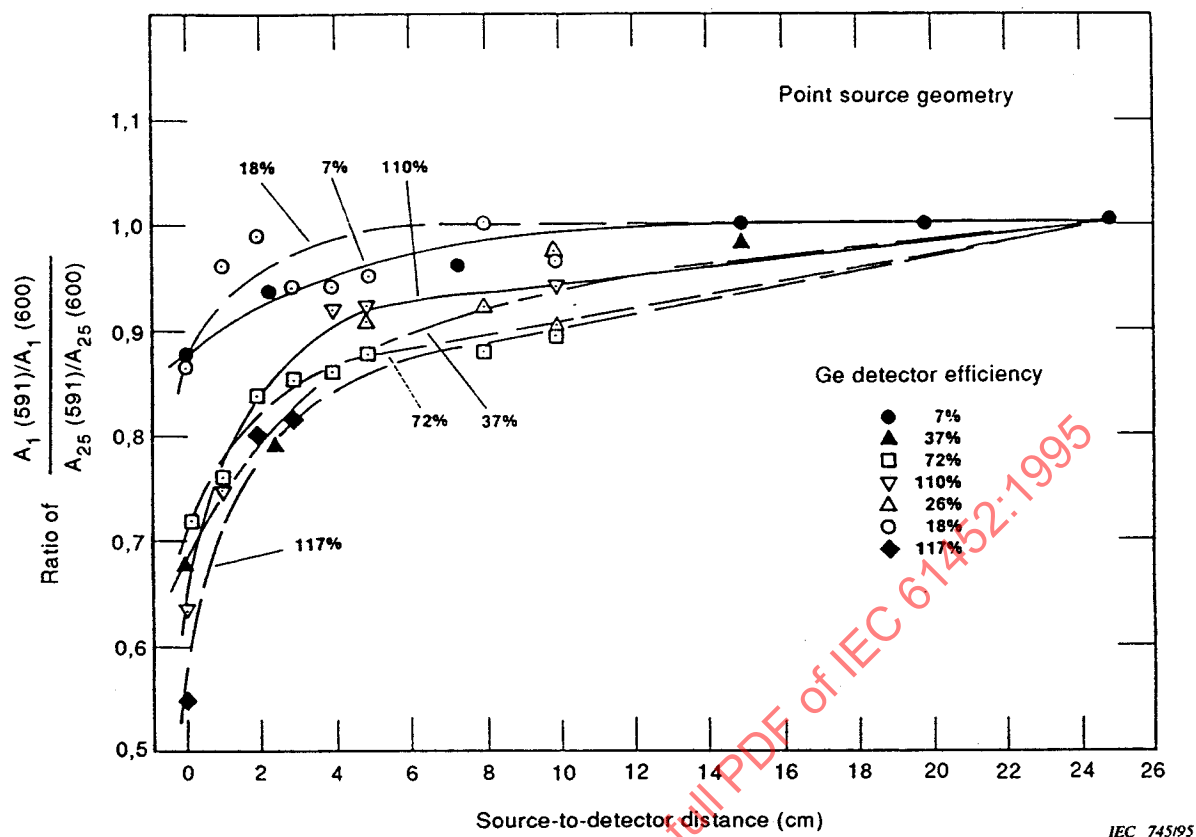
NOTE – Deviation from true peak area for weaker of two unequally sized doublet components. Areas are quoted here rather than net peak-area counting rate as described in the text. (Courtesy Mark Mercier, Nuclear Data, Inc., Schaumburg, IL, USA).

Figure 6 – Deviation in unequally sized doublet peak areas for different pulse-height ratios



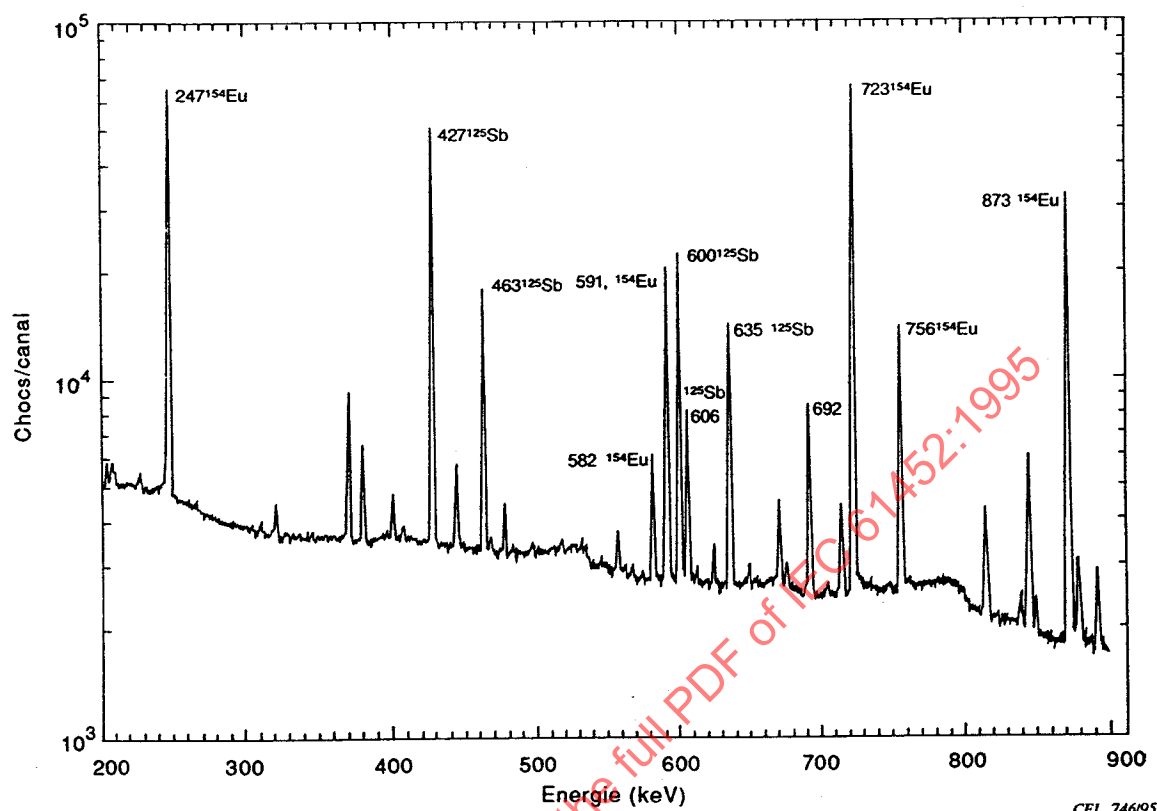
NOTE - Somme en cascade du pic de 591 keV de ^{154}Eu en fonction de la distance source-détecteur i , pour une source ponctuelle et pour des détecteurs Ge de différentes formes et de différents volumes. Les pourcentages associés à chaque courbe sont les efficacités relatives à un NaI(Tl) de 76,2 mm x 76,2 mm (3 in x 3 in) pour une source ponctuelle de ^{60}Co placée à 25 cm du détecteur. Les points correspondent aux résultats expérimentaux et les courbes sont normalisées par rapport à une distance source-détecteur de 25 cm. (Avec l'autorisation de Sanford Wagner and Richard Seymour, EG&G ORTEC Inc., Oak Ridge, TN, USA.)

Figure 7 - Correction de somme en cascade pour le gamma de 591 keV de ^{154}Eu



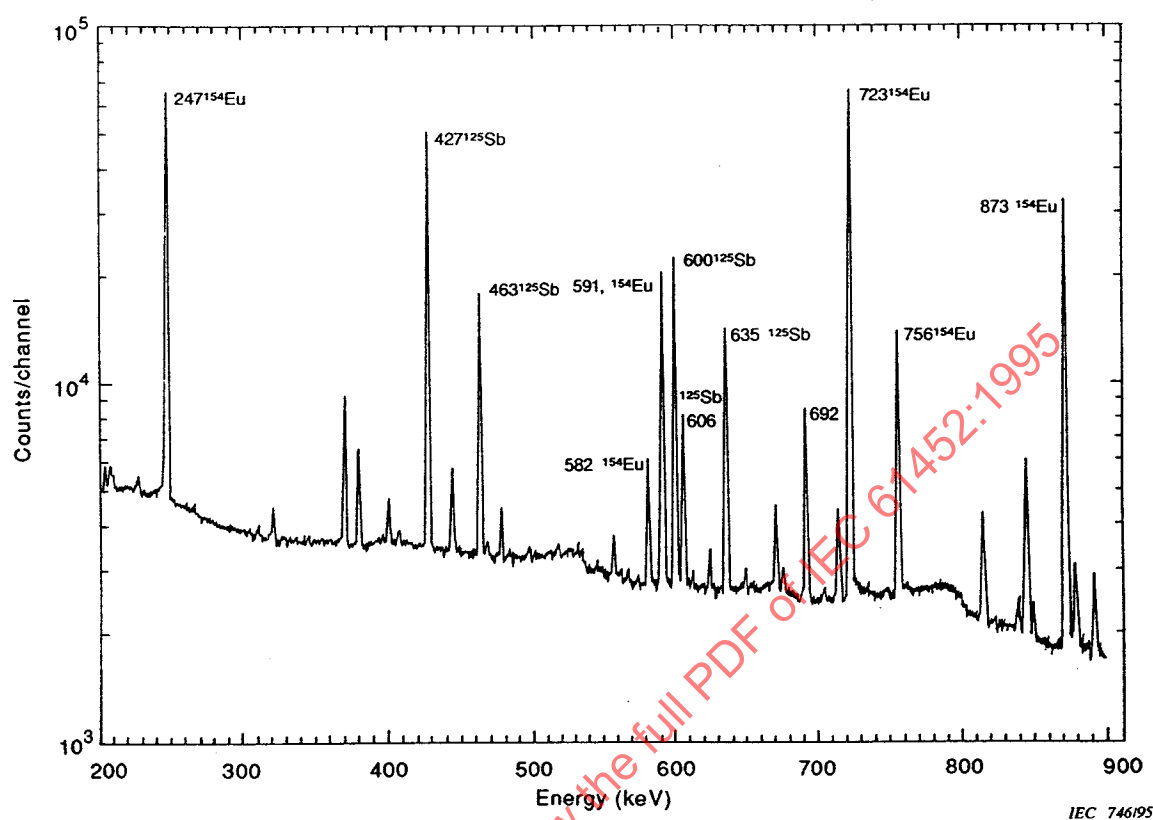
NOTE – Cascade summing of the ^{154}Eu 591 keV peak as a function of the source-to-detector distance, i , for point source geometry for different sizes and shapes of Ge detectors. The percentages associated with each curve are the detection efficiencies relative to a 76,2 mm × 76,2 mm (3 in × 3 in) NaI(Tl) detector (a point source emitting 1332 keV gamma rays from ^{60}Co at a source-to-detector distance of 25 cm). The data points are from experimental results with the curves normalized to a 25 cm source-to-detector distance. (Courtesy Sanford Wagner and Richard Seymour, EG&G ORTEC Inc., Oak Ridge, TN, USA.)

Figure 7 – Cascade-summing corrections for a ^{154}Eu 591 keV gamma ray



NOTE – Spectre gamma de la source mixte de radionucléides à vie longue du NIST (c'est-à-dire ^{125}Sb , ^{154}Eu et ^{155}Eu).

Figure 8 – Spectre gamma Ge partiel d'une source mixte à vie longue



NOTE – Ge gamma-ray spectrum for the NIST long-lived radionuclide mix (i.e. ^{125}Sb , ^{154}Eu and ^{155}Eu).

Figure 8 – Partial Ge gamma-ray spectrum of a long-lived mix

Annexe A (informative)

Procédure de caractérisation d'un spectromètre gamma Ge

Les procédures suivantes ont été soumises à des essais et se sont avérées utiles pour le réglage et l'étalonnage des spectromètres Ge. Elles proviennent de différentes origines, quelques-unes n'ont jamais été publiées et sont indiquées dans cette annexe pour le confort du lecteur. (Des informations utiles se trouvent également dans la CEI 1151.)

A.1 Réglage de la compensation de pôle et du niveau continu de sortie

Objectif

S'assurer que le pôle/zéro et le niveau de sortie de l'amplificateur sont réglés de manière à permettre un traitement correct de l'impulsion par un analyseur multicanal. La procédure suivante peut être utilisée pour satisfaire les essais de 7.2 de la norme des préamplificateurs à contre-réaction résistive. En ce qui concerne les préamplificateurs à remise à zéro par transistors, il convient d'enlever le réglage du pôle/zéro (par exemple, pas de résistance).

A.1.1 *Réglage de la compensation du pôle*

- a) Placer une source ^{137}Cs à une distance du détecteur permettant un taux de comptage par seconde d'environ 500 dans le pic d'énergie totale (environ 2 000 chocs par seconde dans le spectre).
- b) Régler l'oscilloscope pour une déflexion verticale de 100 mV/cm et une vitesse de balayage de 10 $\mu\text{s}/\text{cm}$.
- c) Connecter la sortie unipolaire de l'amplificateur à l'entrée de l'oscilloscope. Si l'amplificateur comporte un circuit de restitution du niveau de base, il doit être désactivé.
- d) Régler le potentiomètre de compensation de pôle de l'amplificateur de façon que la traînée du front de descente de l'impulsion soit aplatie sur la ligne de base (pas de dépassement positif ou négatif). La figure A.1a montre un exemple d'impulsions dont le pôle/zéro a été correctement réglé. Les figures A.1b et A.1c montrent des exemples de réglages incorrects du pôle/zéro.
- e) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil.

A.1.2 *Réglage du niveau continu*

- a) Vérifier la sélection des index de mise en forme, du circuit de restitution du niveau de base, de la polarité d'entrée et du gain grossier de l'amplificateur. Vérifier le gain de conversion du CAN, les réglages de zéro et du discriminateur bas-niveau et s'assurer que l'analyseur multicanal est en mode unique.
- b) Enlever toutes les sources radioactives du blindage et déconnecter l'entrée du CAN de la sortie de l'amplificateur.

Annex A

(informative)

Procedures for characterization of a Ge gamma-ray spectrometer

The following procedures have been tested and found to be helpful in the set-up and calibration of Ge spectrometers. They have been gathered from several sources, some unpublished, and are provided in this annex for the convenience of the reader. (Useful information is provided in IEC 1151.)

A.1 Adjustment of the pole/zero cancellation and d.c. level

Rationale

To ensure that the pole/zero cancellation and d.c. level of the amplifier output has been adjusted to provide proper processing of a signal pulse by an MCA system. The following procedure may be used to satisfy the test in 7.2 of the standard for resistive feedback preamplifiers. For transistor reset preamplifiers, the amplifier pole-zero adjustment should be taken out (i.e. no resistance).

A.1.1 Adjustment of the pole/zero cancellation

- a) Place a ^{137}Cs source at a distance from the detector that establishes a counting rate of about 500 counts per second in the full-energy peak (approximately 2 000 counts per second in the spectrum).
- b) Set the oscilloscope for a deflection of 100 mV/cm and a sweep speed of 10 $\mu\text{s}/\text{cm}$.
- c) Connect the unipolar output of the amplifier to the input of the oscilloscope. If the amplifier has a baseline restorer, it should be turned off.
- d) Adjust the pole/zero potentiometer of the amplifier to bring the long tail component of the trailing edge of the pulses to a flat pulse baseline (no long negative or positive tail). Figure A.1a shows pulses properly adjusted for pole/zero and figures A.1b and A.1c are examples of pulses unadjusted for pole/zero.
- e) Document completion of this procedure in the instrument logbook.

A.1.2 Adjustment of the d.c. level

- a) Check that the appropriate amplifier shaping-time index, baseline restorer, input polarity, and approximate gain have been selected. Check the ADC conversion gain, lower-level discriminator and zero settings, and confirm that the ADC is in the singles mode.
- b) Remove all radioactive sources from the shield and disconnect the ADC input from the amplifier output.

- c) Régler l'oscilloscope pour 20 mV/cm en déflexion verticale et une vitesse de balayage de 10 μ s/cm et connecter la sortie unipolaire de l'amplificateur à l'entrée de l'oscilloscope. Le circuit de restitution de ligne de base devra être à la position utilisée normalement lors d'un comptage de routine.
- d) Ajuster le niveau continu avec le potentiomètre d'étalonnage sur l'amplificateur de façon que la trace horizontale sur l'oscilloscope ne se déplace pas verticalement lorsque l'interrupteur c.a./c.c. de l'oscilloscope est basculé d'une position à l'autre, ou quand le câble signal conduisant à l'oscilloscope est connecté et déconnecté.
- e) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre attribué à ce spectromètre. Reconnecter l'entrée du CAN à la sortie de l'amplificateur en cas de déconnexion pour cet essai.

A.2 Réglage du discriminateur bas-niveau, du zéro du CAN et de la gamme d'énergie initiale

Objectif

Etre sûr que le bruit ou les discriminateurs bas-niveau n'empêchent pas le traitement d'impulsions valables générées par des rayonnements gamma de faible énergie, et permettre la comparaison directe de spectres obtenus à partir de détecteurs différents par des réglages de zéro et de gain identiques. L'échelle d'énergie initiale peut être ajustée en même temps que le zéro du CAN et le discriminateur bas-niveau. La procédure suivante peut être utilisée afin de se conformer à 5.3.

A.2.1 Réglage du discriminateur bas-niveau

- a) Placer une source ^{241}Am ou autre source de faible énergie (utiliser une source dont l'énergie photonique est égale ou inférieure à celle des photons analysés en routine) à l'intérieur du blindage du détecteur et établir un taux de comptage d'environ 500 chocs par seconde.
- b) Régler le niveau du discriminateur bas-niveau du CAN de manière que le bruit ne soit pas pris en compte mais avec un niveau suffisant afin de permettre la détection du rayonnement gamma le plus faible à analyser.

Précaution – Le discriminateur bas-niveau ne devra pas être réglé sur une valeur inférieure à 0,5 % de l'échelle totale.

- c) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil et noter, si possible, la valeur de réglage du discriminateur bas-niveau.

A.2.2 Réglage du zéro du CAN et de la gamme d'énergie initiale

Cette procédure est destinée au réglage du zéro et de la gamme d'énergie pour les gains suivants (keV/canal):

- a) un gain de 0,375 keV/canal (spectre de 8 192 canaux) en utilisant ^{232}U + descendants;
- b) un gain de 0,500 keV/canal (spectre de 4 096 canaux) en utilisant ^{88}Y et ^{139}Ce ou ^{152}Eu , et
- c) un gain de 0,750 keV/canal (spectre de 4 096 canaux) en utilisant ^{232}U en équilibre avec ses descendants. Une source de ^{228}Th en équilibre avec ses descendants est une alternative envisageable pour ^{232}U .

- c) Set the oscilloscope for a deflection of 20 mV/cm and a sweep speed of 10 μ s/cm, and connect the unipolar output of the amplifier to the input of the oscilloscope. The baseline restorer should be at the position to be used in routine counting.
- d) Adjust the d.c. level with the d.c. trim potentiometer on the amplifier so that the horizontal trace on the oscilloscope does not shift vertically when the a.c./d.c. switch on the oscilloscope is toggled or, alternately, when the signal cable to the oscilloscope is connected and disconnected.
- e) Document completion of this procedure in an instrument logbook assigned to this spectrometer. Reconnect the ADC input from the amplifier output if it was disconnected to perform this test.

A.2 Adjustment of the lower-level discriminator (LLD), ADC zero and initial energy scale

Rationale

To ensure that noise or the lower-level discriminator does not block the processing of valid pulses from low-energy gamma rays, and to permit direct comparisons of spectra taken on different detectors by setting the same gain and zero. The initial energy scale may be set at the same time that the ADC zero and the lower-level discriminator are adjusted. The following procedure may be used to satisfy 5.3.

A.2.1 Adjustment of lower-level discriminator

- a) Place an ^{241}Am source or other low-energy source (use a source whose photon energy is at or below that of the lowest photon to be routinely analyzed) in the detector shield and establish a counting rate of about 500 counts per second.
- b) Set the lower-level discriminator of the ADC above the noise so that noise is not processed by the ADC, but below the energy of the lowest gamma ray to be analyzed.

Precaution – The lower-level discriminator should not be set below 0,5 % of the full scale.

- c) Document completion of this procedure in the instrument logbook and record the LLD setting (if possible).

A.2.2 Adjustment of the ADC zero and initial energy scale

This procedure is designed for adjustment of the zero and energy scale for the following gains (keV/channel):

- a) a gain of 0,375 keV/channel (8 192 channel spectrum) using ^{232}U + daughters;
- b) a gain of 0,500 keV/channel (4 096 channel spectrum) using ^{88}Y and ^{139}Ce or ^{152}Eu ; and
- c) a gain of 0,750 keV/channel (4 096 channel spectrum) using ^{232}U in equilibrium with its daughters. A source of ^{228}Th in equilibrium with its daughters is a suitable alternative for ^{232}U .

Cette procédure peut être utilisée avec d'autres échelles de gain en plaçant un rayonnement gamma de faible énergie et un rayonnement gamma de haute énergie dans des canaux présélectionnés du spectre de telle façon que la courbe de l'équation d'énergie passe approximativement par zéro.

- a) Sélectionner la gamme d'énergie et le gain de conversion applicables au montage expérimental. Utiliser le tableau A.1 afin de déterminer le ou les radionucléides à utiliser, les énergies haute et basse des rayonnements gamma ainsi que les canaux associés dans lesquels les rayonnements gamma seront localisés.

Tableau A.1 – Réglage des canaux pour que la courbe énergie-canaux passe par zéro

Gain keV/canal	Canaux	Pic inférieur		Pic supérieur	
		Energie ¹⁾	Canal	Energie ¹⁾	Canal
0,250	8 192	165,86 (¹³⁹ Ce)	663,4	1 836,06 (⁸⁸ Y)	7 344,2
0,250	8 192	121,78 (¹⁵² Eu)	487,2	1 408,02 (¹⁵² Eu)	5 632,2
0,375	8 192	238,63 (²¹² Pb) ²⁾	636,3	2 614,53 (²⁰⁸ Tl) ²⁾	6 972,0
0,500	4 096	165,86 (¹³⁹ Ce)	331,7	1 836,06 (⁸⁸ Y)	3 672,1
0,500	4 096	121,78 (¹⁵² Eu)	243,6	1 408,02 (¹⁵² Eu)	2 816,1
0,750	4 096	238,63 (²¹² Pb) ²⁾	318,2	2 614,53 (²⁰⁸ Tl) ²⁾	3 486,1

1) Les énergies sont celles données dans la référence [14] (pp. 351-367)
 2) A partir de la chaîne de décroissance ²³²Th.

- b) Etablir, avec les sources à l'intérieur du blindage du détecteur, la distance source-détecteur à laquelle le taux de comptage est d'environ 500 chocs par seconde. Si la procédure nécessite deux sources, il faut les ajuster de manière que les pics de rayonnements gamma de chaque source aient de bons rapports pic-fond continu.
- c) Régler le gain fin de telle façon que le pic gamma soit placé à l'endroit spécifié (à un canal près) dans le tableau A.1.
- d) Régler le zéro du CAN de manière que le pic d'énergie inférieure soit placé à l'endroit spécifié (à un canal près) dans le tableau A.1.
- e) Répéter les points c) et d) jusqu'à ce que les pics gamma supérieur et inférieur soient tous deux situés sur les positions spécifiées (à un canal près) dans le tableau A.1.
- f) A partir des énergies des pics et des positions du canal, calculer l'échelle d'énergie à l'aide des équations suivantes:

$$G = \frac{E_{(\text{sup})} - E_{(\text{inf})}}{C_{(\text{sup})} - C_{(\text{inf})}} \quad (\text{A.1})$$

$$Z_i = E_{(\text{inf})} - G \times C_{(\text{inf})} \quad (\text{A.2})$$

où

$E_{(\text{sup})}$ et $E_{(\text{inf})}$ sont les énergies des pics gamma supérieur et inférieur dans le spectre; et

This procedure can be used with other gain scales by choosing to place a low-energy and a high-energy gamma ray in preselected channels of the spectrum such that the intercept of the energy equation is approximately zero.

- a) Select the energy scale and conversion gain applicable to the experimental setup. Use table A.1 to determine the radionuclide(s) to be used, the low and high gamma-ray energies, and the associated channels in which the gamma rays are to be located.

Table A.1— Adjustment of energy channels to yield energy equation with zero intercept

Gain keV/channel	Channels	Lower peak		Upper peak	
		Energy ¹⁾	Channel	Energy ¹⁾	Channel
0,250	8 192	165,86 (¹³⁹ Ce)	663,4	1 836,06 (⁸⁸ Y)	7 344,2
0,250	8 192	121,78 (¹⁵² Eu)	487,2	1 408,02 (¹⁵² Eu)	5 632,2
0,375	8 192	238,63 (²¹² Pb) ²⁾	636,3	2 614,53 (²⁰⁸ Tl) ²⁾	6 972,0
0,500	4 096	165,86 (¹³⁹ Ce)	331,7	1 836,06 (⁸⁸ Y)	3 672,1
0,500	4 096	121,78 (¹⁵² Eu)	243,6	1 408,02 (¹⁵² Eu)	2 816,1
0,750	4 096	238,63 (²¹² Pb) ²⁾	318,2	2 614,53 (²⁰⁸ Tl) ²⁾	3 486,1

1) Energies are those given in [14] (pp. 351-367).
2) From ²³²Th decay chain.

b) With the sources inside the detector shield, establish the source-to-detector distance at which the counting rate is about 500 counts per second. If two sources are required in this procedure, adjust them so that the gamma-ray peaks from each source have good peak-to-baseline ratios.

c) Adjust the fine gain so that the higher-energy gamma-ray peak is located at the channel location (within one channel) specified in table A.1.

d) Adjust the zero of the ADC so that the lower energy gamma-ray peak is located at the channel location (within one channel) specified in table A.1.

e) Repeat steps c) and d) until the higher and lower gamma-ray peaks are both located (within one channel) at the positions specified in table A.1.

f) From the peak energies and the channel positions calculate the energy scale with the following equation:

$$G = \frac{E_{(\text{upper})} - E_{(\text{lower})}}{CH_{(\text{upper})} - CH_{(\text{lower})}} \quad (\text{A.1})$$

$$Z_i = E_{(\text{lower})} - G \times CH_{(\text{lower})} \quad (\text{A.2})$$

where

$E_{(\text{upper})}$ and $E_{(\text{lower})}$ are the energies of the upper and lower gamma-ray peaks in the spectrum, and

$C_{(sup)}$ et $C_{(inf)}$ sont les positions des pics gamma supérieur et inférieur dans le spectre;

G est le gain keV/canal;

Z_1 est le décalage de zéro en keV.

g) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil en incluant le gain de conversion du CAN, le gain de l'amplificateur (keV/canal), les deux énergies gamma sélectionnées et les canaux respectifs sur lesquels les pics gamma ont été placés.

A.3 Contrôle de l'horloge temps réel de l'analyseur multicanal

Objectif

Garantir la précision de la mesure du temps de comptage et le contrôle du compteur du temps écoulé du CAN. Il est possible d'utiliser cette méthode pour remplir les conditions d'essai de 7.1. Un générateur d'impulsions d'amplitude stable avec un taux de répétition précis est indispensable (dans ce cas, il est recommandé d'en utiliser un dont le taux de répétition est basé sur 50 Hz ou 60 Hz (fréquence du réseau)). Un oscilloscope étalonné peut s'avérer utile pour le réglage de l'amplitude du générateur d'impulsions.

Instructions

- Débrancher toutes les entrées de l'amplificateur.
- Vérifier que l'index de mise en forme de l'amplificateur, la restitution du niveau zéro, la polarité d'entrée et le gain appropriés ont été sélectionnés. Contrôler les réglages du gain de conversion du CAN, du discriminateur bas-niveau et du zéro, et s'assurer que le CAN est en mode unique d'analyse d'amplitude.
- Choisir un taux de répétition compris entre 50 et 1000 impulsions par seconde (un générateur d'impulsions basé sur 50 Hz à 60 Hz de fréquence du réseau est recommandé). Pour cet usage, la forme (c'est-à-dire les temps de montée et de descente) des impulsions du générateur qui alimente l'amplificateur n'a pas besoin d'être rigoureusement identique à celle des impulsions gamma de sortie du préamplificateur.
- Connecter la sortie du générateur d'impulsions à l'entrée de l'amplificateur et enregistrer un spectre avec le temps de comptage préréglé de 100 s à 1 000 s.
- Additionner les chocs stockés dans l'analyseur multicanal et comparer avec le nombre d'impulsions qui ont été émises par le générateur d'impulsions pendant le temps de comptage.
- Si le nombre d'impulsions du générateur mesuré dévie de plus de 0,3 % par rapport au nombre émis par le générateur, la cause de cette différence doit être identifiée et corrigée.
- Indiquer les résultats dans le registre alloué à ce spectromètre.

A.4 Mesure de la résolution en énergie et du rapport pic/Compton

Objectif

Permettre de vérifier les caractéristiques de résolution du détecteur et de s'assurer que la capacité du détecteur à résoudre les pics d'énergie totale ne s'est pas dégradée avec le temps. On peut déterminer une fonction linéaire approximative, comme représenté à la

$CH_{(upper)}$ and $CH_{(lower)}$ are the channel positions of the upper and lower gamma-ray peaks in the spectrum,

G is the gain in keV/channel, and

Z_i is the zero intercept in keV.

- g) Document completion of this procedure in the instrument logbook including the ADC conversion gain, amplifier gain (keV/channel), the two gamma-ray energies selected and the respective channels at which the gamma-ray peaks were positioned.

A.3 Check of the multichannel analyzer (MCA) real-time clock

Rationale

To ensure that accurate measurement of the counting time is achieved, the elapsed-time clock of the ADC is checked. The following procedure may be used to satisfy the test in 7.1. A pulse-height-stable pulser with a precise repetition rate is required (one based on a 50 Hz or 60 Hz repetition rate (line frequency) is recommended for this purpose). A calibrated oscilloscope may be useful to adjust the pulse-height of the pulser pulses.

Instructions

- a) Disconnect all inputs to the amplifier.
- b) Check that the appropriate amplifier shaping-time index, baseline restorer, input polarity, and gain have been selected. Check the ADC conversion gain, lower-level discriminator and zero settings, and confirm that the ADC is in the singles pulse-height analysis mode.
- c) Select a pulser repetition rate between 50 and 1 000 pulses per second (a pulser based on the 50 Hz or 60 Hz line frequency is recommended). The shape (i.e. rise and fall times) of the pulser pulses feeding the amplifier does not need to closely approximate the size and shape of preamplifier output gamma-ray pulses for this purpose.
- d) Connect the output of the pulser to the input of the amplifier, and collect a spectrum for a preset counting time of 100 s to 1 000 s.
- e) Sum the counts stored in the MCA and compare with the number of pulses that were emitted from the pulser during the counting time.
- f) If the measured number of pulser pulses deviates from the number emitted from the pulser by more than 0,3 % the reason for the difference shall be identified and corrected.
- g) Document the results in a logbook assigned for this spectrometer.

A.4 Measurement of energy resolution and peak-to-Compton ratio

Rationale

To verify the resolution specifications of the detector and to ensure that the ability of the detector to energy discriminate full-energy peaks has not degraded with time. Through the measurement of the FWHM of several full-energy peaks ranging from <100 keV to

figure A.2, grâce à la mesure de la LTMH de plusieurs pics d'énergie totale allant de valeurs inférieures à 100 keV à des valeurs supérieures à 1 000 keV. Pour un détecteur donné, une expression rigoureuse reliant la largeur du pic (en unités d'énergie) à l'énergie du pic d'énergie totale est $(LTMH)^2 = mE + b$ où E est l'énergie et m et b sont des constantes (voir [1], p. 398). Cette fonction peut s'avérer utile pour l'ajustement du pic ou pour juger de la qualité d'un ajustement. La dégradation de la résolution en énergie est souvent le premier signe lorsque le vide du cryostat du détecteur commence à se détériorer ou qu'un composant électronique se dégrade ou tombe en panne.

La méthode suivante permet de remplir les conditions d'essai de 7.4. Des sources de ^{57}Co et ^{60}Co se rapprochant de la géométrie ponctuelle [avec des activités d'environ 40 kBq à 200 kBq (1 μCi à 5 μCi)] sont indispensables pour cette procédure.

A.4.1 Mesure de la résolution en énergie à 122 keV et 1 332 keV

A.4.1.1 Résolution à 122,1 keV

- a) Etablir les réglages du système de spectromètre Ge de façon que le gain soit d'environ 0,20 keV/canal.
- b) Centrer une source de ^{57}Co sur l'axe du détecteur à une distance du détecteur telle que le taux de comptage soit d'environ 500 chocs par seconde.
- c) Acquérir un spectre d'environ 3 000 chocs dans le canal central du pic pour un rayonnement gamma de 122,1 keV. Si cela est possible, ajuster le gain fin de façon qu'il y ait un canal entier situé à $\pm 0,1$ canal de la position du pic et acquérir de nouveau le spectre. (Un canal entier situé à la position moyenne du pic simplifie la mesure de la résolution de l'énergie.)
- d) Exécuter un étalonnage en énergie en utilisant un rayonnement gamma de 122,061 keV et de 136,474 keV (par l'inclusion d'une source de ^{60}Co , le gain peut être mesuré avec plus de précision, comme au point d) de A.4.1.2). Si le zéro du CAN a été préréglé, la courbe d'étalonnage doit alors passer près de zéro, même pour un gain différent.
- e) Si la largeur totale à mi-hauteur (LTMH) est déterminée par le programme d'analyse du pic, aller au point i).
- f) Soustraire le fond continu (voir la définition du fond continu en 3.2 de la présente norme) du pic de 122,1 keV et déterminer la surface nette du pic N par intégration (voir également une autre méthode de mesure de la LTMH au point h)).
- g) Mesurer Y , l'amplitude du pic au centroïde. Si l'on a un canal entier au centroïde estimé, la mesure consistera alors simplement à lire les chocs dans ce canal sur l'affichage de l'analyseur multicanal ou sur un listage de cette zone spectrale.
- h) Calculer la résolution de l'énergie avec l'équation suivante:

$$LTMH = 0,94 \times N/Y \quad (A.3)$$

Une autre méthode de mesure de la LTMH couramment utilisée consiste à soustraire le fond continu canal par canal de l'ensemble des chocs dans le pic et à déterminer le nombre de canaux (à $\pm 0,2$ canaux) au dessus de la mi-hauteur du pic et convertir le nombre de canaux en énergie. (La méthode ci-dessus suppose que le pic possède une distribution normale. Voir [2].)

- i) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil avec la résolution en énergie LTMH mesurée à 122,1 keV.

> 1 000 keV, an approximately linear function can be determined as shown in figure A.2. For a given detector, a rigorous expression relating the peak width (in energy units) to the energy of the full-energy peak is $(FWHM)^2 = mE + b$ where E is the energy and m and b are constants (see page 398 of [1]). This function may be useful in peak fitting or in judging the quality of a fit. Often when the vacuum of the detector cryostat begins to degrade, or an electronic component degrades or fails, it can be first recognized from the degradation of the energy resolution.

The following procedure may be used to satisfy the test in 7.4. Sources of ^{57}Co and ^{60}Co approximating point source geometry [with activities of about 40 kBq to 200 kBq (1 μCi to 5 μCi)] are needed in this procedure.

A.4.1 Measurement of the energy resolution at 122 keV and 1 332 keV

A.4.1.1 Resolution at 122,1 keV

- a) Establish the settings of the Ge spectrometer system so that the gain is approximately 0,20 keV/channel.
- b) Center a ^{57}Co source on the detector axis at a distance from the detector that establishes a counting rate of about 500 counts per second.
- c) Acquire a spectrum with about 3 000 counts in the peak center channel for the gamma ray at 122,1 keV. If possible, adjust the fine gain so that there is an integer channel located within $\pm 0,1$ channel of the peak position and reacquire a spectrum. (Having an integer channel located at the mean position of the peak will simplify the measurement of the energy resolution.)
- d) Perform an energy calibration using the 122,061 keV and 136,474 keV gamma rays (by inclusion of a ^{60}Co source, the gain may be measured more accurately as in step d) of A.4.1.2). If the ADC zero was previously set, the intercept term should be close to zero even at a different gain.
- e) If the FWHM is determined with the peak analysis program, go to step i).
- f) Subtract the continuum (see definition of continuum in 3.2) from the 122,1 keV peak and determine the net peak area, N , by integration (also see alternate method given in step h) to measure the FWHM).
- g) Measure the peak height, Y , at the centroid. If there is an integer channel at the estimated centroid, this will simply consist of reading the counts in this channel from the multichannel analyzer display or from a listing of this spectral region.
- h) Calculate the energy resolution with the following equation:

$$FWHM = 0,94 \times N/Y \quad (\text{A.3})$$

An alternate method commonly used to measure the FWHM is to subtract the continuum channel-by-channel from the gross counts in the peak and determine the number of channels (to within $\pm 0,2$ channels) above the half-height of the peak, and convert the number of channels to energy. (The method described here depends on the peak having a true normal distribution. See [2].)

- i) Document completion of this procedure in the instrument logbook with the FWHM energy resolution measured at 122,1 keV.

A.4.1.2 Résolution à 1 332 keV

- a) Régler le spectromètre de manière que le gain soit d'environ 0,35 keV/canal. Ce gain correspond à placer le pic d'énergie totale de 1 332 keV de ^{60}Co au canal 3 800.
- b) Centrer la source sur l'axe du détecteur à une distance du détecteur telle que le taux de comptage soit d'environ 500 chocs par seconde. Placer la source de ^{57}Co dans la position qu'elle occupait dans la procédure de mesure de la résolution en énergie ci-dessus.
- c) Acquérir un spectre d'environ 3 000 chocs dans le canal du pic pour un rayonnement gamma de 1 332,50 keV. Si cela est possible, ajuster le gain fin de façon qu'il y ait un canal entier situé à $\pm 0,1$ canal de la position moyenne du pic et acquérir de nouveau un spectre.
- d) Exécuter un étalonnage en énergie en utilisant un rayonnement gamma de 122,061 keV et de 1 332,50 keV. Si le zéro du CAN a été préréglé, la courbe d'étalonnage doit alors passer près de zéro, même pour un gain différent.
- e) Déterminer la LTMH du pic de 1 332,5 keV à l'aide d'une des méthodes décrites ci-dessus.
- f) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil avec la résolution en énergie LTMH mesurée à 1 332,5 keV.

A.4.2 Mesure du rapport pic/Compton pour le ^{60}Co

- a) Sur le spectre de ^{60}Co accumulé en A.4.1.2, additionner les chocs dans la zone spectrale de 1 040 keV à 1 096 keV et diviser la somme par le nombre de canaux d'où la somme est issue. Ce résultat représente le nombre de chocs moyen dans les canaux de la zone du Compton en dessous du pic de 1 332,5 keV.

Précaution – Lorsqu'on mesure le rapport pic/Compton afin de vérifier les spécifications du fabricant, la zone autour du détecteur et entre source et détecteur doit être à au moins 10 cm de toute masse pouvant diffuser le rayonnement gamma du ^{60}Co dans le détecteur et causer ainsi une augmentation des chocs dans la zone du Continuum Compton du spectre ainsi qu'une diminution du rapport pic/Compton mesuré.

- b) Calculer le rapport pic/Compton en divisant l'amplitude du pic (chocs dans le canal du centroïde du pic) par le nombre moyen de chocs Compton calculés au point a).
- c) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil avec la valeur pic/Compton et l'énergie (1 332,5 keV) à laquelle elle a été mesurée.

A.5 Correction des pertes dues au taux de comptage

Objectif

Permettre de corriger tous les effets de taux de comptage pouvant provoquer la perte de chocs dans les pics d'énergie totale et d'informer l'utilisateur des différentes méthodes utilisées pour réaliser cette correction, ainsi que leurs limites.

Le temps mort du système correspond au temps, pendant le comptage d'une impulsion, durant lequel le système d'analyse en amplitude ne peut pas correctement traiter une autre impulsion. Comme le montre la figure A.3, le temps mort défini ci-dessus comprend la durée de l'impulsion de sortie de l'amplificateur (à partir du moment où elle franchit le seuil du discriminateur bas-niveau), plus un temps supplémentaire (pouvant varier) pour la

A.4.1.2 Resolution at 1 332 keV

- a) Establish the settings of the Ge spectrometer system so that the gain is approximately 0,35 keV/channel. This gain corresponds to placing the 1 332 keV full-energy peak of ^{60}Co in channel 3 800.
- b) Center the source on the detector axis at a distance from the detector to establish a counting rate of 500 counts per second. Locate the ^{57}Co source in the position it occupied in the above energy resolution measurement procedure.
- c) Acquire a spectrum with about 3 000 counts in the peak channel for the gamma ray at 1 332,50 keV. If possible, adjust the fine gain so that there is an integer channel located within $\pm 0,1$ channel of the mean channel position of the peak and re-acquire a spectrum.
- d) Perform an energy calibration using the 122,061 keV and 1 332,50 keV gamma rays. If the ADC zero was previously set, the intercept term should be close to zero even at a different gain.
- e) Determine the FWHM of the 1 332,5 keV peak with one of the procedures described above.
- f) Document completion of this procedure in the instrument logbook with the FWHM energy resolution measured at 1 332,5 keV.

A.4.2 Measurement of the peak-to-Compton ratio for ^{60}Co

- a) With the ^{60}Co spectrum accumulated in A.4.1.2, sum the counts in the spectral region from 1 040 keV to 1 096 keV, and divide the sum by the number of channels over which the sum was taken. This result is the average number of counts in the channels of the Compton region below the 1 332,5 keV peak.

Precaution – When measuring the peak-to-Compton ratio for the purpose of verifying the manufacturer's specification, the region surrounding and in between the source and the detector should be at least 10 cm from any mass that may scatter ^{60}Co gamma rays into the detector so as to cause an increase in the counts in the Compton continuum region of the spectrum and a reduction in the measured peak-to-Compton ratio.

- b) Calculate the peak-to-Compton ratio by dividing the peak height (counts in the mean channel position of the peak) by the average Compton counts calculated in step a).
- d) Document completion of this procedure in the instrument logbook with the peak-to-Compton value and the energy (1 332,5 keV) at which it was measured.

A.5 Correction for losses due to counting rate

Rationale

To correct for all counting-rate effects that can result in the loss of counts from the full-energy peaks and to inform the user of the various methods in use to carry out this correction, as well as their limitations.

System dead time is the amount of time during a count that the pulse-height analysis system cannot correctly process another pulse. As shown in figure A.3 the dead time as defined here includes the amplifier output pulse width (from the time it crosses the lower-level discriminator) plus any extra time required for digitalization (may be variable) plus the digital storage time, t_s . By turning off the live-time clock during these dead times and

numérisation, plus t_s , le temps de stockage numérique. En mettant l'horloge de temps actif sur arrêt pendant ces temps morts et en calculant le taux de comptage dans la surface du pic (surface nette du pic divisée par le temps actif compté) il est possible d'effectuer une correction des pertes de comptage des pics spectraux dues au temps mort. Des convertisseurs analogique-numérique (CAN) plus récents permettent une meilleure approximation de ces corrections. L'horloge de temps actif est mise sur arrêt lorsque le discriminateur bas-niveau est franchi par les impulsions incidentes, elle le reste jusqu'à ce que le niveau de tension revienne en dessous du réglage du discriminateur et que la valeur numérique de l'impulsion précédente soit enregistrée. Cependant, l'horloge n'intervient pas dans la correction de la perte des chocs dans le pic due aux pertes par empilement (voir la définition en 3.2).

Les méthodes permettant la correction d'empilement sont:

- 1) la méthode empirique;
- 2) celle avec extension du temps actif;
- 3) celle du générateur d'impulsions;
- 4) celle du générateur d'impulsions virtuel et addition de « N » chocs.

(La méthode utilisée en 7.5 est une variante de la méthode empirique et peut être utilisée pour déterminer une correction d'empilements de premier ordre, en mesurant le taux de comptage dans la surface nette du pic de la source fixe comme une fonction du taux de comptage intégral provenant de la source mobile.) Chacune de ces techniques est décrite de A.5.1 à A.5.4.

Pour toute technique de correction de pertes d'empilement, il est absolument nécessaire de déterminer les limites de l'équipement et de la technique utilisés et de fonctionner dans les limites du système. Cette détermination entraîne l'utilisation d'une source fixe et d'une source mobile ou, en guise d'alternative, d'un ensemble de sources dont les rapports d'intensité sont précisément connus (voir A.5.1). En utilisant ces techniques qui permettent de montrer les performances du système, des opérations en dehors des limites attendues d'un système spectrométrique peuvent être justifiées si son fonctionnement est bien déterminé et que les corrections peuvent être appliquées empiriquement.

A.5.1 Méthode utilisant une source

Cette méthode (voir [17]) mesure empiriquement le nombre d'empilements d'impulsions en fonction du taux de comptage brut et de l'énergie du pic, avec un ensemble de sources radioactives émettant un rayonnement gamma d'un radionucléide donné dont les taux d'émission sont précisément connus. Les taux relatifs d'émission sont exprimés comme facteurs f_i , par rapport à la source la plus faible. (Les sources sont préparées comme des aliquotes de masse par rapport à la source la plus forte.) Un ensemble de sept ou huit «ponctuelles» de ^{152}Eu allant de quelques centaines de chocs par seconde à au moins $20\,000\text{ s}^{-1}$ devra, soit être préparé en prenant des aliquotes de masse de la solution du radionucléide, soit être approvisionné chez un fournisseur de radionucléides de bonne réputation. Il convient que la précision des taux relatifs d'émission de ces sources soit inférieure à 0,5 %. Il convient que le taux de comptage intégral du spectromètre Ge soit mesuré (porte du blindage fermée) à la sortie de l'amplificateur avec une échelle de comptage d'impulsions dont le discriminateur est réglé juste au-dessus du bruit. Cependant, pour les taux de comptage inférieure à $20\,000\text{ s}^{-1}$ et pour un index de mise en forme de l'amplificateur $t_{1/2} \leq 5\text{ }\mu\text{s}$, une méthode acceptable consiste à ajouter tous les chocs du

calculating peak-area counting rate (net peak area divided by counting live time), a correction for counting losses to the spectral peaks due to dead time may be accomplished. Most modern analog-to-digital converters (ADC) provide a close approximation for this correction. The live-time clock is turned off whenever the lower-level discriminator is exceeded by incoming pulses, and it remains off until the voltage level returns below the lower-level discriminator setting and the digital value of the previous pulse is stored. The live-time clock does not, however, correct for counts lost from the peak due to pile-up losses (see definition in 3.2).

Methods by which pulse pile-up corrections can be made are:

- 1) empirical;
- 2) live-time extension;
- 3) pulser; and
- 4) virtual pulser and add "N" counts method.

(The method used in 7.5 is a variation of the empirical method and can be adopted to measure the first-order correction for pulse pile-up by measuring the net peak-area counting rate of the fixed source as a function of the integral counting rate resulting from the movable source.) Each of these techniques is discussed in A.5.1 through A.5.4.

In any pile-up loss correcting technique, it is absolutely necessary to characterize the limitations of the equipment and technique used, and to operate within the limits of the system. This characterization involves the technique employing a fixed and a movable source or, alternatively, could involve the technique employing a set of sources of accurately known intensity ratios (see A.5.1). By using these techniques to demonstrate system performance, some operation outside the expected limits of a spectrometer system may be justified if its operation is well characterized and corrections can be empirically applied.

A.5.1 Source method

This method (see [17]) empirically measures the amount of pulse pile-up as functions of gross counting rate and of peak energy with a set of gamma-ray-emitting radioactive sources of a given radionuclide whose relative emission rates are known precisely. The relative emission rates are expressed as dilution factors, f_i , relative to the weakest source. (Sources are actually prepared as mass aliquots relative to the strongest source.) A set of seven or eight ^{152}Eu "point" sources ranging from a few hundred counts per second to approximately $20\,000\text{ s}^{-1}$ or more should either be prepared by taking mass aliquots of a solution of the radionuclide or be procured from a reputable radionuclide supplier. The precision of the relative emission rates of these sources should be known to $<0.5\%$. The integral counting rate of the Ge spectrometer should be measured (shield door closed) from the output of the amplifier with a scaler whose discriminator is set just above the noise. However, for counting rates below $20\,000\text{ s}^{-1}$ and for an amplifier shaping-time index $t_{1/2} \leq 5\text{ }\mu\text{s}$, an acceptable method is to add all of the spectral counts (assuming that only a small fraction of pulses are truncated by the ADC upper level discriminator). This latter method of measuring the integral counting rate can be performed by a subroutine of

spectre (en admettant que seule une petite fraction d'impulsions est tronquée par le discriminateur haut-niveau de l'analyseur). Cette dernière méthode de mesure du taux de comptage intégral peut être effectuée par un sous-programme d'analyse. Avec cette méthode de la source, les corrections des pertes dues à l'empilement des impulsions et au temps mort du CAN sont effectuées séparément.

Procédure

a) Vérifier que tous les paramètres du spectromètre, y compris celui du gain, sont les mêmes que ceux qui seront utilisés lors du comptage d'échantillons de routine. Des modifications de la polarisation du détecteur, de la compensation de pôle, de la tension de décalage et de l'index de mise en forme de l'amplificateur peuvent provoquer des variations dans la correction des empilements d'impulsions.

Recommandation – Lorsque le spectromètre Ge fonctionne à taux de comptage élevé (c'est-à-dire $>5\,000\text{ s}^{-1}$), il est préférable de choisir un index de mise en forme de l'amplificateur qui réduit l'empilement sans dégrader sévèrement la résolution d'énergie.

b) Acquérir un spectre de bruit de fond avec le même gain et un temps de comptage égal ou supérieur à celui utilisé pour la source de ^{152}Eu la plus faible à mesurer. Mesurer les surfaces nettes de tous les pics présents et diviser chaque surface par le temps actif du comptage. Calculer les taux de comptage dans la surface nette et les énergies de pic associées.

c) Compter chacune des sources qui composent le groupe des sources, en commençant par la plus faible pour un temps de comptage connu et à une distance source-détecteur choisie et reproductible de telle sorte que l'on obtienne des statistiques comparables (c'est-à-dire, au moins 20 000 et de préférence 50 000 chocs dans les surfaces nettes de pic des rayons gamma d'intérêt). Le taux de comptage de la source la plus faible doit être inférieur ou égal à 500 s^{-1} de sorte que la correction d'empilement pour cette source soit négligeable. Les taux «vrais» de la surface nette de pic pour les autres sources sont dérivées de cette mesure et du rapport connu des masses aliquotes des sources³⁾.

$$n_r(E) = M_1(E)f_i \quad (\text{A.4})$$

où, à une énergie E

$n_r(E)$ est le taux «vrai» de comptage net dans le pic pour la source i , avec un taux de comptage brut r ;

$M_1(E)$ est le taux de comptage net du pic mesuré de la source la plus faible ($i = 1$);
et

f_i est le rapport des aliquotes de masse de la source i sur la source 1.

Sélectionner au moins un gamma de faible énergie (environ 100 keV), un gamma d'énergie moyenne (environ 600 keV) et un gamma de haute énergie ($>1\,000\text{ keV}$) à analyser.

Précaution – Suivre les procédures de référence lors de la manipulation de sources radioactives de forte activité afin de protéger le personnel contre une exposition inutile aux rayonnements ou une détection accidentelle par d'autres systèmes de comptage actifs dans le laboratoire. Il est prudent de contrôler les fuites de toutes les sources avant utilisation (et par la suite périodiquement) et de noter sur des étiquettes la date, le champ de radiation au contact, l'activité et le protecteur de toutes les sources radioactives. Afin d'éviter des interférences indésirables, conserver les sources radioactives dans un entrepôt très protégé lorsqu'elles ne sont pas utilisées.

³⁾ Si un ensemble de sources ^{152}Eu dont les taux d'émission sont précisément connus a été obtenu d'un fournisseur de radionucléides, il convient que les valeurs de f_i soient fournies.

the analysis program. With the source method of counting-rate correction, the losses due to pulse pile-up and ADC dead time are made separately.

Procedure

a) Verify that all of the spectrometer settings, including the gain, are the same as will be used when counting routine samples. Changes in the detector bias, pole-zero cancellation, d.c. off-set and amplifier shaping-time index can cause significant changes in the pulse pile-up correction.

Recommendation – When operating a Ge spectrometer at high counting rates (i.e. $>5\,000\text{ s}^{-1}$), it is best to choose an amplifier shaping-time index that reduces the pulse pile-up without seriously degrading the energy resolution.

b) Acquire a background spectrum at the same gain and for a counting time equal to or exceeding that used for the weakest ^{152}Eu source to be counted. Measure the net areas of all the peaks present and divide each area by the live time of the count. Tabulate the net area counting rates and associated peak energies.

c) Count each of the sources comprising the set of sources, starting with the weakest, for a known counting time and at a chosen and reproducible source-detector distance so that comparable statistics are obtained (i.e. at least 20 000 and preferably 50 000 counts in the net peak areas of the gamma rays of interest). The counting rate of the weakest source should be at or below 500 s^{-1} so that the correction for pile-up with this source is negligible. The "true" net peak counting rates for the other sources will be derived from this measurement and the known ratio of source aliquant masses³⁾

$$n_r(E) = M_1(E)f_i \quad (\text{A.4})$$

where, at energy E

$n_r(E)$ is the "true" net peak counting rate for source i with a gross counting rate, r

$M_1(E)$ is the measured net peak counting rate of the weakest source ($i = 1$); and

f_i is the ratio of the mass aliquants of source i to source 1.

Select at least one low-energy gamma ray (approximately 100 keV), one medium-energy gamma ray (approximately 600 keV), and one higher-energy gamma ray ($>1\,000\text{ keV}$) to be analyzed.

Precaution – Follow accepted procedures when handling high-activity radioactive sources to prevent unnecessary radiation exposure of personnel or accidental detection by other active counting systems in the laboratory. It is prudent to leak check all sources before use (and periodically thereafter), and to label all radioactive sources with their date, radiation field at contact, activity, and custodian. To avoid unwanted interferences, keep radioactive sources in a well shielded storage location when not in use.

3) If a set of ^{152}Eu sources whose relative emission rates are precisely known has been obtained from a radionuclide supplier, the values of f_i should be provided by the supplier.

d) Analyser chaque spectre avec le même programme utilisé dans l'analyse d'échantillons habituels. Mesurer les surfaces nettes des pics d'intérêt. S'il existe un pic correspondant dans le comptage du bruit de fond, multiplier le taux de comptage de ce pic par le temps de comptage pour lequel la source ^{152}Eu a été comptée et la soustraire de la surface nette. (La surface nette sera déjà corrigée pour le temps mort attribué au traitement d'impulsions apparaissant dans l'analyseur.)

e) Pour un taux de comptage brut (ou le taux de comptage spectral), r , la correction est:

$$C_r(e) = \frac{\eta_r(E)}{M_r(E)} \quad (\text{A.5})$$

f) Tracer C_r en fonction de r pour chaque énergie E de pic d'intérêt. Ces fonctions doivent approximativement figurer une famille de lignes droites convergentes à l'ordonnée du taux de comptage intégral zéro comme représenté à la figure A.4. Ces corrections peuvent soit être introduites dans le logiciel d'analyse, soit être apportées manuellement. Quand la correction dépend de l'énergie, la correction des pics dont les énergies se situent parmi celles qui ont été mesurées peut être soit déterminée par interpolation soit estimée en prenant le facteur de correction le plus proche en énergie du pic à corriger.

g) Indiquer la réalisation de cette procédure dans le registre de l'appareil.

A.5.2 Méthode d'allongement du temps actif (voir [18])

Tous les CAN récents sont équipés d'une porte linéaire interne qui bloque l'acquisition des données au moment de la détection du pic, pour empêcher des interférences dues à l'empilement d'impulsions après le temps de détection de pic, t_p (voir figure A.3). Cependant, à l'instant t_p un empilement d'impulsions peut se produire, ce qui va affecter l'amplitude d'impulsions et en conséquence deux impulsions seront stockées comme une seule impulsion dans le spectre. Si l'une ou l'autre de ces impulsions étaient situées à l'intérieur d'un pic d'énergie totale, elle a maintenant été enlevée et le circuit de correction de temps actif ne la récupérera pas. L'impulsion résultante qui est stockée dans le spectre est artificielle et peut être annihilée dans certains systèmes par un circuit de réjection d'empilement qui surveille l'arrivée simultanée d'impulsions pendant la durée t_p . Cela est généralement réalisé par une voie «rapide» et un discriminateur dont la durée d'impulsion est très inférieure à t_p . L'occurrence d'impulsions multiples pendant le temps t_p génère un signal d'inhibition dans le CAN qui l'empêche de stocker la valeur d'amplitude artificielle. Il y a trois choses dont il faut être conscient à propos des réjecteurs d'empilement:

- 1) la voie rapide a son propre temps mort fini pendant lequel il ne peut détecter un empilement d'impulsions. Les empilements d'impulsions ne sont donc pas tous enlevés du spectre;
- 2) le réjecteur d'empilement lui-même ne corrige pas la surface du pic de la perte d'impulsions;
- 3) des précautions doivent être prises lors de la conception du réjecteur d'empilement afin de s'assurer que son efficacité n'est pas dépendante de l'énergie c'est-à-dire plus efficace dans certaines gammes d'énergies que d'autres.

Les pertes dues à l'empilement d'impulsions pendant le temps t_p ont été compensées de manières différentes par divers investigateurs, généralement en étendant le temps de

d) Analyze each spectrum with the same analysis program as is used in the analysis of routine samples. Measure the net areas of the peaks of interest. If there is a corresponding peak in the background count, multiply the counting rate of the peak in the background count by the counting time for which the ^{152}Eu source was counted and subtract it from the net area. (The net area will already be corrected for the dead time attributed to the pulse processing occurring in the ADC.)

e) For a gross counting rate (or alternatively, the spectral counting rate), r , the correction is:

$$C_r(e) = \frac{n_r(E)}{M_r(E)} \quad (\text{A.5})$$

f) Plot C_r as a function of r for each peak energy E of interest. These functions should closely approximate a family of straight lines converging at the intercept of zero integral counting rate as shown in figure A.4. These corrections may be either incorporated into the analysis software or made manually. When the correction is energy dependent, the correction of peaks whose energies fall between those measured can be made either by an interpolation process or approximated by choosing the correction factor closest in energy to the peak to be corrected.

g) Document completion of this procedure in the instrument logbook.

A.5.2 Live-time extension method (see [18])

In all modern ADCs an internal linear gate shuts the input off at peak detect time, thus preventing pile-up interference after peak detect time, t_p , (see figure A.3). However, during time t_p pulse pile-up may occur, which will alter the pulse height and cause two pulses to be stored as one pulse within the spectrum. If one or both of these pulses would have fallen in a spectrum full-energy peak, it has now been removed, and the live-time correction will not restore it. The resultant pulse stored in the spectrum is an artifact, and in some systems may be removed by pulse pile-up rejection circuitry which inspects for multiple input pulses during time t_p . This is usually accomplished by a "fast" channel and discriminator whose pulse width is much shorter than t_p . Multiple pulses during t_p generate an inhibit signal to the ADC which causes it not to store the artifact pulse-height value. Three things are important to realize about pile-up rejecters:

- 1) The fast channel also has a finite dead time during which it cannot detect a pulse pile-up. Therefore, not all piled up pulses are removed from the spectrum.
- 2) The pile-up rejecter itself does not correct the peak area for the pulse lost.
- 3) Care must be taken in the pile-up rejecter design to insure that the pile-up rejecter is not energy dependent, i.e. more effective in one energy range than another.

Pile-up losses during time t_p have been compensated in various ways by different investigators, usually by extending the counting time by gating the live timer off. In most cases,

comptage par fermeture du compteur de temps actif. Dans la plupart des cas, cette méthode implique le comptage de toutes les impulsions du canal rapide pendant un temps réel déterminé, puis l'extension du temps de comptage pour une durée suffisante pour compenser la perte d'impulsions. Tous les systèmes basés sur ce principe subissent le fait que le canal rapide a son propre temps mort fini, ce qui implique que tous les empilements d'impulsions ne sont pas compensés. Le circuit détecteur de pic lui-même insère un facteur de perte car t_p peut être plus long pour de très petites impulsions que pour des impulsions plus grandes. La largeur absolue d'un pic de rayonnement gamma augmente comme une fonction de l'énergie pour les détecteurs Ge, contribuant ainsi à une dépendance énergétique des pertes par empilement d'impulsions. Par exemple, une amplitude supplémentaire de 5 mV due à l'empilement, sur une impulsion de 4 mV destinée à un pic du spectre va probablement entraîner le retrait de cette impulsion du pic spectral, alors que la même adjonction de 5 mV d'amplitude sur une impulsion destinée à un pic de spectre dont l'amplitude est de 15 mV peut ne pas entraîner le retrait de cette impulsion du pic. Ainsi, une augmentation du temps de comptage pour compenser les pertes liées à l'empilement d'impulsions est, dans le meilleur des cas, une correction de premier ordre bien qu'elle permette une spectrométrie précise à des taux supérieurs à ceux d'une correction simple de temps actif. Cette méthode peut permettre de corriger les surfaces de pic dans une fourchette de $\pm 2\%$ pour des taux de comptage allant jusqu'à $15\,000\text{ s}^{-1}$ pour un index de mise en forme d'amplificateur $\leq 2\text{ }\mu\text{s}$.

A des taux de comptages suffisamment élevés pour être affectés de manière significative par le temps mort du canal rapide, on a utilisé une extension additionnelle du temps de comptage qui calcule par interpolation l'erreur dans le canal rapide et oblige l'analyseur à compter encore plus longtemps. Ces systèmes peuvent élever les taux d'entrée autorisés à des valeurs supérieures aux taux réalisés par la simple extension du temps de comptage, mais ils peuvent ne pas pouvoir assumer les corrections de pertes liées à la dépendance énergétique du comptage. Sauf démonstration contraire, il convient de ne pas assumer que cette méthode est précise au-dessus de $20\,000\text{ s}^{-1}$ environ.

Attention – Tous les systèmes d'extension du temps actif tels que discutés dans cette section assument que le contenu énergétique du spectre relatif ne change pas pendant le temps de comptage. Les corrections sont supposées être uniformes pour tous les pics du spectre. Le générateur d'impulsions virtuel (voir A.5.4) peut fonctionner dans le mode d'extension de temps actif sans que toutes les limites décrites ci-dessus ne s'appliquent.

A.5.3 Méthode du générateur d'impulsions (voir [10], [14] et [17] à [22])

Une autre méthode de comptage des pertes de correction implique l'utilisation d'un générateur d'impulsions de précision. Une ou plusieurs impulsions provenant de générateurs à amplitude constante sont injectées dans le préamplificateur à un taux connu, ou tout au moins un nombre connu d'impulsions sont injectées dans le préamplificateur pendant le temps de comptage. Ainsi, théoriquement, toutes les impulsions qui n'apparaissent pas dans le pic spectral résultant du générateur ont été perdues par le temps mort de l'analyseur multicanal ou par l'empilement des impulsions. La correction de pertes des pics de rayonnement gamma du spectre peut être établie à partir de l'analyse des données de pic du générateur d'impulsions. Bien utilisée, cette technique peut se révéler très puissante et peut prendre en compte les pertes dépendantes de l'énergie. Elle ne peut cependant pas appliquer de correction en «temps réel» si la forme du spectre se modifie pendant un temps de comptage donné.

Il existe plusieurs problèmes potentiels liés à l'utilisation de la méthode du générateur d'impulsions mais qui peuvent aisément être résolus. Le premier tient à la charge d'injection elle-même. Le fait d'appliquer une impulsion de tension au condensateur d'essai du

the method involves counting all the fast channel pulses during a fixed real time and then extending the counting time long enough to compensate for the lost pulses. All such systems suffer from the fast channel having a finite dead time of its own, so that not all pile-up losses are compensated. The ADC peak-detector circuitry itself inserts an energy-dependent pile-up loss term because t_p may be longer for very small pulses than for large pulses. The absolute width of a gamma-ray peak increases as a function of energy for Ge detectors, thus contributing to the energy dependence of pile-up losses. For example, an addition of approximately 5 mV to the pulse height, due to pile-up, on a pulse destined for a spectrum peak whose width is 4 mV will probably result in that pulse being removed from the spectrum peak, whereas, the same 5 mV addition to the pulse height on a pulse destined for a spectrum peak whose width is 15 mV may not result in that pulse being removed from the peak. Thus, a straightforward extension of counting time to compensate for pile-up losses is, at best, a first order correction though it does allow for accurate spectrometry at higher rates than simple live-time correction. This method can be expected to correct the peak area to within $\pm 2\%$ for counting rates up to $15\,000\text{ s}^{-1}$ for an amplifier shaping-time index $\leq 2\text{ }\mu\text{s}$.

At counting rates high enough to be affected significantly by the fast-channel dead time, some have used an additional counting time extension which interpolates the error in the fast channel and forces the analyzer to count even longer. These systems can raise the allowable input rates somewhat higher than for straightforward counting time extension, but may not be able to provide for energy-dependent counting loss correction. Unless demonstrated otherwise, this method should not be assumed to be accurate above approximately $20\,000\text{ s}^{-1}$.

Warning – All of the live-time extension systems discussed in this section depend upon the relative spectral energy content not changing during the counting time. The corrections all assume a uniform correction for all peaks in the spectrum. The virtual pulse generator (see A.5.4) can be operated in the live-time-extension mode without many of the limitations stated above.

A.5.3 Pulser method (see [10], [14] and [17] to [22])

Another method of counting loss correction involves the use of a precision pulser. One or more fixed-amplitude pulser pulses are injected into the preamplifier test input at a known rate, or at least a known number of pulses are injected into the preamplifier during the counting time. Then, in theory, any pulses that do not appear in the resulting spectral pulser peak were lost due to multichannel analyzer dead time or pulse pile-up. Correction for losses from the spectral gamma-ray peaks may be made from the analysis of the pulser peak data. If carefully implemented, this technique can be very powerful and can correct even for energy-dependent counting losses. It cannot, however, do "real time" correction if the spectral shape changes during a given counting time.

There are several potential, but easily solvable, problems involved with the pulser method. The first of these deals with the charge injection itself. Applying a voltage pulse to the charge sensitive preamplifier test capacitor (see figure A.5) injects an amount of charge

préamplificateur sensible à la charge (voir figure A.5) injecte une charge égale à $V \times C_{\text{test}}$. Alors que cette impulsion de tension retourne à la valeur zéro, elle enlève la même charge à l'entrée du préamplificateur. Si l'impulsion a une décroissance exceptionnelle longue (communément connue sous le nom de «impulsion à traînée»), un rebondissement à queue longue apparaît à la sortie de l'amplificateur de mise en forme qui résulte en une perturbation de la ligne de base et interfère avec les impulsions gamma ultérieures à des degrés divers en fonction des caractéristiques du circuit associé à la restitution du niveau zéro. Les impulsions du générateur ont une réponse bipolaire alors que les impulsions gamma ont une réponse unipolaire sur la charge de sortie de l'amplificateur. L'annulation du pôle-zéro dans l'amplificateur de mise en forme peut être réglée pour assumer une ligne de base d'impulsions stable d'après les impulsions à rayons gamma et non d'après les impulsions du générateur. Comme représenté à la figure A.5, la seule impulsion du générateur mise en forme qui n'affecte pas la ligne de base de l'amplificateur de mise en forme à long terme est une impulsion carrée plate. Cependant, une telle impulsion génère à la fois une impulsion positive et une impulsion négative à la sortie de l'amplificateur de mise en forme. L'impulsion négative doit être bloquée avant la restitution de la ligne de base et le CAN et une correction doit être apportée pour le temps mort induit. Cependant, dans la plupart des cas, ce temps peut être conservé à moins de 0,5 %.

Il existe plusieurs méthodes pouvant être utilisées pour mesurer le temps mort du «système» (c'est-à-dire dû à l'empilement et au temps de traitement d'impulsions de l'analyseur):

- 1) une amplitude variable et un générateur d'impulsions périodique réglé à amplitude fixe;
- 2) un générateur d'impulsions à amplitude variable réglé sur une amplitude constante qui injecte des impulsions sur commande (parfois désigné à tort comme générateur d'impulsions aléatoires), et
- 3) un générateur d'impulsions simple ou double de type 1 ou 2 qui est identifié et adressé à un secteur de mémoire distinct lors de son traitement par le CAN.

Dans tous les cas, il est recommandé d'injecter une impulsion carrée plate à l'entrée du préamplificateur à travers un condensateur test interne au cryostat du détecteur.

Des méthodes ont été développées utilisant les surfaces de pics provenant du générateur d'impulsions pour le comptage des pertes à partir de pics spectraux de durée variable. Ces méthodes permettent une correction dépendante de l'énergie des pertes liées à l'empilement, un algorithme d'ajustement de pic spécial pour les pics du générateur, la reconnaissance de dérives de gain et/ou de décalage du niveau zéro dus à des modifications importantes du taux de comptage et une nouvelle détermination des paramètres de gain dès qu'une condition de gain stable a été établie.

A.5.3.1 Méthode 1 du générateur d'impulsions

C'est la méthode la plus facile à mettre en oeuvre. Elle utilise un générateur périodique à amplitude variable dont le taux de répétition est précisément connu. Cette méthode assume que les taux de comptage de la source sont constants pendant la période de comptage. Les grandes variations (c'est-à-dire un facteur de deux ou plus) du taux de comptage ou les sources à décroissance rapide ne peuvent pas être analysées correctement. De plus, afin d'éviter les erreurs systématiques importantes, il est recommandé que les temps morts produits par le taux de comptage du générateur d'impulsions soient

equal to $V \times C_{\text{test}}$. As this voltage pulse returns to zero value, it removes this same amount of charge from the preamplifier input. If the pulse has a long exponential decay (commonly known as a "tail pulse"), a long tailed undershoot will occur at the shaping amplifier output which is a pulse baseline disturbance and will interfere with subsequent gamma-ray pulses to varying degrees depending upon the characteristics of the associated baseline restorer. The pulser pulses have a two-pole response whereas the gamma-ray pulses have a single-pole response at the charge amplifier output. The pole-zero cancellation in the shaping amplifier may be set to assume a stable pulse baseline following the gamma-ray pulses but not following the pulser pulses. As shown in figure A.5, the only shaped pulser pulse which does not upset the shaping amplifier baseline long term is a square flat-top pulse. However, a square flat-top pulse produces both a positive and a negative pulse at the shaping amplifier output. The negative pulse must be blocked from the restorer and ADC and correction made for the dead time it introduces. However, this time can be kept to less than 0,5 % in most cases.

There are several pulser methods which can be used to measure the "system" dead time (i.e. due to pulse pile-up and analyzer pulse processing time):

- 1) a pulse height variable and periodic pulse generator set at a fixed pulse height;
- 2) a pulse height variable pulse generator set at a fixed pulse height that injects pulses on demand (sometimes inappropriately referred to as a random pulse generator); and
- 3) a single or dual pulse generator of type 1 or 2 that is tagged and routed to a separate memory location as it is processed by the ADC.

In all cases a square flat-top pulse is recommended to be injected into the input of the preamplifier through a charge injection capacitor internal to the detector cryostat.

Methods of using pulser peak areas to correct for counting losses out of varying width spectral peaks have been developed. These methods allow for an energy-dependent correction for pile-up losses, a special peak fitting algorithm for the pulser peaks, identification of induced gain and/or zero shift due to large changes in the counting rate and a redetermination of the gain parameters when a new steady-state gain condition has been established.

A.5.3.1 Pulser method 1

This is the easiest pulser method to set up. It uses a variable amplitude and periodic pulser whose repetition rate is precisely known. It assumes that the source counting rates are constant during the count. Large variations (i.e. a factor of two or more) in counting rate or rapidly decaying sources may not be handled correctly. In addition, to avoid large systematic errors, the dead times produced by the pulser counting rate should be a factor of ten less than the dead time produced by the source being measured (i.e. pulser counting rates should be kept as low as adequate statistics will allow). Further, the shape of the

10 fois inférieurs aux temps morts de la source mesurée (c'est-à-dire les taux de comptage du générateur doivent être aussi faibles que le permettent les statistiques appropriées). De plus, la forme du pic provenant du générateur d'impulsions dans le spectre est différente de celle d'un pic gamma et il convient que cela soit pris en compte. Cela peut être réalisé

- 1) par la transformation du pic du générateur en un pic de forme gaussienne dont la surface nette est la même mais dont la résolution est celle d'un gamma d'énergie équivalente, ou
- 2) par la réduction au minimum des différences de forme des pics grâce à une mesure des surfaces de pics par des techniques de sommation.

On peut attendre de cette méthode une correction de la surface du pic de $\pm 2\%$ pour des taux de comptage jusqu'à $50\,000\text{ s}^{-1}$ pour un index de mise en forme $\leq 2\text{ }\mu\text{s}$ mais elle ne prévoit pas les pertes de comptage dépendant de l'énergie.

A.5.3.2 Méthode 2 du générateur d'impulsions

Cette méthode permet une correction précise des empilements lors d'un comptage des sources à vie courte dont la forme spectrale relative est constante dans le temps (décroissance significative des radionucléides de demi-vie similaires pendant la période de comptage) ou lors d'un comptage des sources dont les taux varient considérablement. Cette méthode est basée sur l'utilisation d'un générateur d'impulsions capable d'injecter une impulsion dans le train d'impulsions du préamplificateur après qu'un nombre prédéfini d'impulsions de sortie du préamplificateur eut été compté (un comptage précis des impulsions d'entrée à des taux de comptage élevés peut s'avérer difficile). Certains auteurs désignent cette méthode comme une technique de génération d'impulsions aléatoires. A la fin de la période de comptage, le nombre total d'impulsions du générateur injectées est comparé au nombre de ces impulsions qui sont enregistrées. Une fois de plus, les différences de forme des impulsions du générateur et du rayonnement gamma doivent être manipulées comme décrit dans la méthode 1 ci-dessus. Les limites des taux de comptage de cette méthode sont équivalentes à celles de la méthode 1 du générateur (A.5.3.1).

A.5.3.3 Méthode 3 du générateur d'impulsions

Cette méthode implique l'injection d'une impulsion de tension élevée et une autre de tension faible à partir d'un générateur d'impulsions double avec un retrait ultérieur de ces impulsions de sorte qu'elles ne soient pas stockées dans le spectre gamma mais dans un autre emplacement mémoire. Par l'étalonnage de leur amplitude relativement à des gamma d'énergie connue, les impulsions du générateur ont une énergie équivalente et peuvent être utilisées pour un étalonnage rapide en énergie. En stockant les impulsions du générateur séparément du spectre, les impulsions de faible énergie du générateur ne sont pas masquées, à forts taux de comptage, par les chocs gamma du spectre; cette méthode évite également l'interférence des pics du générateur avec les pics gamma dans le spectre. Cette technique permet non seulement la correction d'empilement en fonction d'énergie, mais aussi le contrôle de la stabilité du gain et du zéro. Cette méthode permet de corriger les surfaces de pic avec une précision de $\pm 2\%$ pour des taux de comptage aussi élevés que $250\,000\text{ s}^{-1}$ pour un index de mise en forme de l'amplificateur $\leq 2\text{ }\mu\text{s}$ pour toute la gamme des énergies gamma détectées.

A.5.4 Méthode du générateur virtuel et d'addition de «N» chocs

Une méthode qui réalise une correction en «temps réel» est celle dans laquelle l'analyseur additionne «N» chocs au contenu du canal d'amplitude. Dans ce système

pulser peak in the spectrum is different from a gamma-ray peak and allowances should be made for this difference. This can be done by

- 1) transformation of the pulser peak to a Gaussian shaped peak with the same net pulser peak area but with the resolution of a gamma ray of equivalent energy; or
- 2) minimization of the peak shape differences by measuring the peak areas by summation techniques.

This method can be expected to correct the peak area to within $\pm 2\%$ for counting rates up to $50\,000\text{ s}^{-1}$ for an amplifier shaping-time index $\leq 2\text{ }\mu\text{s}$ but it makes no provision for energy dependent counting losses.

A.5.3.2 Pulser method 2

This method can be used to accurately correct for pulse pile-up when counting rapidly decaying sources with a relative spectral shape that is constant with time (significant decay of similar half-life radionuclides during the counting period) or when counting sources with widely varying counting rates. It is based on the use of a pulse generator that can inject a pulser pulse into the pulse train at the preamplifier after a preset number of preamplifier output pulses have been counted (accurate counting of input pulses at high counting rates may be difficult). Some authors refer to this method as the random pulse generator technique. At the end of the counting period, the total number of injected pulser pulses is compared with the number of these pulses that are recorded. Again, the differences in shape of the pulser and gamma-ray pulses must be handled as described in method 1 above. The counting rate limitations of this method are similar to those of pulser method 1 (A.5.3.1).

A.5.3.3 Pulser method 3

This method involves the injection of a low- and a high-voltage pulser pulse from a dual pulse generator with subsequent removal of these pulser pulses so that they are not stored in the gamma-ray spectrum but rather in another memory location. By calibrating their pulse height relative to gamma rays of known energy, the pulser pulses can be made energy equivalent and used as an ongoing energy calibration of the spectrum. By storing the pulser information separate from the spectrum, the lower-energy pulser pulses are not masked by the gamma-ray spectral counts at high counting rates; this method also avoids interference of the pulser pulses with the gamma-ray peaks in the spectrum. This technique permits not only the correction for pulse pile-up as a function of energy but also the monitoring of the stability of the gain and zero. With this method peak areas may be corrected to an accuracy of $\pm 2\%$ for counting rates as high as $250\,000\text{ s}^{-1}$ for an amplifier shaping-time index of $\leq 2\text{ }\mu\text{s}$ for the entire range of gamma-ray energies being detected.

A.5.4 Virtual pulser and add "N" counts method

A system which does a "real-time" correction is the method in which the MCA does an "add N" to the contents of a pulse-height channel. In the add "N" counts (see [23]), method

d'addition de « N » chocs [23], « N » est déterminé en comptant les impulsions du canal rapide et en ajoutant « N » chocs au canal d'amplitude des impulsions traitées. Dans la méthode du générateur d'impulsions virtuel ([22] et [24]), « N » est déterminé en inspectant les temps morts du CAN et de l'amplificateur de mise en forme afin de déterminer le rapport d'impulsions qui auraient dû être traitées ou perdues si des impulsions avaient été injectées. La méthode n'injecte pas réellement d'impulsions, de sorte que le taux d'impulsions virtuel peut être très élevé et que le nombre d'additions peut être ajusté dans un temps réduit avec une bonne précision pour permettre une vraie correction en temps réel. Le générateur virtuel d'impulsions peut également être utilisé dans un mode d'extension de temps actif pour la correction d'empilement. Ces méthodes ne font pas de corrections dépendantes de l'énergie. Cependant, elle permet au taux de comptage de changer pendant le comptage. On peut attendre de cette méthode une correction précise de l'empilement pour l'ensemble des pics du spectre à des taux de comptage atteignant $250\,000\text{ s}^{-1}$. Puisque « N » impulsions ont été ajoutées à un canal pendant le traitement d'une impulsion, la détermination de l'incertitude dans les surfaces de pic n'est plus aussi simple.

A.6 Détermination de la courbe d'efficacité dans le pic d'énergie totale

Objectif

L'efficacité dans le pic d'énergie totale est utilisée pour la conversion des taux de comptage nets dans les pics d'énergie totale en taux d'émission gamma. Si le détecteur est étalonné pour l'analyse de radionucléides spécifiques, les valeurs d'efficacité (ou coefficients de normalisation) n'ont besoin d'être mesurées qu'à des énergies spécifiques représentées par le ou les rayons gamma clés associés à chaque radionucléide. Les trois sections suivantes indiquent les procédures de trois conditions expérimentales:

- 1) étalonnage pour des radionucléides spécifiques;
- 2) mesure de l'efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie pour des distances source-détecteur importantes; et
- 3) mesure de l'efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie pour des distances source-détecteur courtes.

Ces procédures peuvent être utilisées pour satisfaire les exigences de 5.4.

Pour ces procédures, les étalons de radioactivité doivent avoir la même forme géométrique et doivent être composés de préférence du même matériau que les échantillons à analyser. Voir 6.2.5 pour la mesure ou le calcul des corrections d'atténuation lorsque la matrice de l'échantillon possède une masse volumique différente de celle de l'étalon. Si la correction d'atténuation n'est pas effectuée, une estimation de l'amplitude de l'erreur dans le taux d'émission gamma résultant doit être accompagné de son incertitude. Les étalons doivent provenir des laboratoires nationaux de normalisation de chaque pays pour les mesures de radioactivité (LNNR) ou d'un fournisseur qualifié qui a démontré sa conformité avec le LNNR. Les mesures précises des intensités relatives et des probabilités d'émission des rayons gamma sont indiquées dans la documentation (voir [7], [8], [11], [12] et [13]).

A.6.1 Détermination des coefficients de normalisation pour des radionucléides particuliers

- a) Accumuler un spectre d'énergie pendant un temps de comptage connu, en utilisant une source étalon pour chaque radionucléide, à la distance source détecteur requise.

" N " is determined by counting the fast-channel pulses missed during pulse processing, adding a correction for fast-channel dead time, and adding " N " counts to the pulse-height channel being processed. In the virtual pulse generator method, (see [22] and [24]), " N " is determined by inspecting the ADC dead time and shaping amplifier dead time to determine the ratio of pulses that would have been processed or lost if pulses had been injected. The method does not actually inject pulses, so the "virtual" pulse rate may be very high and the "add N " can be adjusted in a short time frame with good accuracy to allow true "real time" correction. The virtual pulse generator can also be used in a live-time extension mode to correct for pulse pile-up. These methods make no energy-dependent correction. However, this method does permit the counting rate to vary during a count. This method can be expected to accurately correct for pulse pile-up for peaks throughout the entire spectrum at integral counting rates up to $250\,000\text{ s}^{-1}$. Since " N " pulses have been added to a channel upon the processing of a pulse, determination of the uncertainty in the peak areas is no longer straightforward.

A.6 Measurement of the full-energy peak efficiency curve

Rationale

The full-energy-peak efficiency is used to convert the net counting rates in the full-energy peaks to gamma-ray emission rates. If the detector is calibrated for the analysis of specific radionuclides, the efficiency values (or standardization coefficients) need only be measured at the specific energies represented by the key gamma ray(s) associated with each radionuclide. The following three sections provide procedures for three experimental conditions:

- 1) calibration for specific radionuclides;
- 2) measurement of the full-energy-peak efficiency as a function of the energy for large source-to-detector distances; and
- 3) measurement of the full-energy-peak efficiency as a function of energy for small source-to-detector distances.

These procedures may be used to satisfy the requirements of 5.4.

For these procedures, the radioactivity standards shall have the same geometrical shape and should preferably be composed of the same matrix material as the samples to be analyzed. See 6.2.5 for the measurement or computation of attenuation corrections when the sample matrix has a different density than the calibration standard. If the attenuation correction is not made, an estimate of the magnitude of the error in the resulting gamma-ray emission rate shall be folded into its uncertainty. The standards shall be from a country's National Standardizing Laboratory for radioactivity measurements (NSLR) or from a qualified supplier that has demonstrated its traceability to the NSLR. Precise measurements of gamma-ray relative intensities and gamma-ray emission probabilities are given in the literature (see [7], [8], [11], [12] and [13]).

A.6.1 *Measurement of standardization coefficients for specific radionuclides*

- a) Accumulate energy spectra for a known live time using a radioactivity standard for each radionuclide of interest at the desired source-to-detector geometry. At least

Un minimum de 20 000 et de préférence 50 000 chocs seront accumulés dans les pics d'énergie totale considérés. Il convient que le taux de comptage brut de chaque étalon simule celui des échantillons afin que les corrections d'empilement ne soient pas obligatoires. Si le taux de comptage de l'étalon ou des échantillons est supérieur à $1\,000\text{ s}^{-1}$, la correction d'empilement des impulsions doit être appliquée (voir A.5).

b) Calculer le coefficient de normalisation $S_c(i, E)$, en utilisant un rayonnement gamma d'énergie E , d'après l'équation suivante:

$$S_c(i, E) = \frac{[n(i, E) - B(E)] \times C_r \times C_d}{A(i)} \quad (\text{A.6})$$

où

$n(i, E)$ est le taux de comptage de la surface nette d'un pic gamma d'énergie totale égale à E associé au radionucléide i (c'est-à-dire que le fond continu défini dans le texte est retiré);

$B(E)$ est le taux de comptage dans la surface nette dans la région d'énergie E , associé au bruit de fond;

C_r est la correction de sommation aléatoire (voir 6.2.3);

C_d est la correction de la décroissance;

$A(i)$ est l'activité en becquerel (Bq) du radionucléide i de la source d'étalonnage.

c) Lorsqu'une source de radionucléide i est mesurée:

$$A(i) = \frac{[n(i, E) - B(E)] \times C_r \times C_d}{S_c(i, E)} \quad (\text{A.6a})$$

d) Préparer un tableau donnant les coefficients de normalisation de chacun des radionucléides devant faire l'objet d'une analyse. Noter que chaque radionucléide peut avoir un coefficient de normalisation pour plus d'un rayonnement gamma.

A.6.2 Mesure de l'efficacité du détecteur en fonction de l'énergie pour des distances échantillon-détecteur élevées

Les étalons les plus couramment utilisés consistent en un mélange de ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{88}Y et ^{60}Co (^{241}Am devrait aussi faire partie de ce mélange), ou le mélange ^{125}Sb , ^{154}Eu et ^{155}Eu ou le ^{152}Eu , tous ayant une longue demi-vie. Le spectre du mélange de radionucléide mentionné ici fait l'objet de la figure A.6. D'autres radionucléides normalisés peuvent aussi être utilisés.

Précautions – La radiation d'annihilation (à 511 keV) est souvent présente dans le spectre due à la décroissance du positron ou à la production de paires provenant des sources de radionucléides ou du bruit de fond. Ce pic peut interférer avec la mesure du rayonnement gamma de 514 keV du ^{85}Sr . En outre, le pic de simple échappement du rayonnement gamma de 1 836 keV émis dans la décroissance de ^{88}Y se trouve à 1 325 keV et peut interférer avec le rayonnement gamma de 1 332 keV émis dans la décroissance du ^{60}Co .

a) Enregistrer pendant un temps actif connu un spectre à l'aide de plusieurs étalons afin d'obtenir au minimum 20 000 et de préférence 50 000 chocs dans les pics d'énergie totale concernés. (Il convient d'utiliser les seuls pics dont le rapport pic/fond continu est au moins de dix pour mesurer l'efficacité.) Les échantillons normalisés doivent avoir la même forme et la même matrice (matériel et masse volumique) que les échantillons à analyser.

20 000 and preferably 50 000 net counts shall be accumulated in the full-energy peaks of interest. The gross counting rate of each standard should simulate that of the samples if possible so that pulse-pile-up corrections are not required. If the counting rate of the standard or samples are $>1\,000\text{ s}^{-1}$ and differ, correction for pulse pile-up shall be applied (see A.5).

b) Calculate the standardization coefficient, $S_c(i,E)$, using a gamma ray of energy E with the following equation:

$$S_c(i,E) = \frac{[n(i,E) - B(E)] \times C_r \times C_d}{A(i)} \quad (\text{A.6})$$

where

$n(i,E)$ is the net area counting rate in a full-energy gamma-ray peak of energy E associated with radionuclide i (i.e. the continuum as defined in the text is removed);

$B(E)$ is the net area counting rate in the energy region E , associated with a background peak;

C_r is the correction for random summing (see 6.2.3);

C_d is the correction due to decay during and prior to the count (see 6.2.2); and

$A(i)$ is the activity in becquerels (Bq) of the calibration source radionuclide i .

c) When an unknown source of radionuclide i is measured:

$$A(i) = \frac{[n(i,E) - B(E)] \times C_r \times C_d}{S_c(i,E)} \quad (\text{A.6a})$$

d) Prepare a table listing the standardization coefficients for each of the radionuclides for which an analysis will be performed. Note that there can be a standardization coefficient for more than one gamma ray for each radionuclide.

A.6.2 Measurement of the detector efficiency versus energy for large sample-to-detector distances

Standards prepared from a mix of ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{88}Y and ^{60}Co (^{241}Am should also be included in this mix), from the long half-life mix of ^{125}Sb , ^{154}Eu , and ^{152}Eu are the most popular standards in use. A spectrum of the mixed radionuclide standard mentioned here is given in figure A.6. Other standardized radionuclides may also be used.

Precaution – Annihilation radiation (at 511 keV) is often present in spectra due to positron decay or pair production from the radionuclide sources or from the background. That peak may interfere with the measurement of the 514 keV gamma ray of ^{85}Sr . Also, the single-escape peak of the 1 836 keV gamma ray emitted in the decay of ^{88}Y lies at 1 325 keV and may interfere with the 1 332 keV gamma ray emitted in the decay of ^{60}Co .

a) Accumulate for a known live time a spectrum using one or more standards so that at least 20 000 and preferably 50 000 counts have been accumulated in the full-energy peaks of interest (only peaks whose peak to continuum ratio is at least 10 should be used to measure the efficiency). The standardized samples shall have the same geometrical shape and should be of the same matrix (material and density) as the routine samples to be analyzed.

b) Déterminer le taux de comptage net dans les pics d'énergie totale concernés en utilisant, pour mesurer la surface du pic, la même méthode que celle utilisée pour l'analyse des échantillons.

c) Calculer l'efficacité dans le pic d'énergie totale $\varepsilon(E)$ à l'aide de l'équation suivante:

$$\varepsilon(E) = \frac{[n(E) - B(E)] \times \prod C_i(E)}{R(E)} \quad (\text{A.7})$$

où

$\varepsilon(E)$ est l'efficacité dans le pic d'énergie totale pour l'énergie E ;

$n(E)$ est le taux de comptage dans la surface nette du pic d'énergie totale;

$B(E)$ est le taux de comptage dans la surface nette sous un pic correspondant, associé au spectre du bruit de fond;

$R(E)$ est le taux d'émission pour le rayonnement gamma E ;

$C_i(E)$ sont les facteurs de correction d'un radionucléide auquel est associé E (avec $i = d, r, c$ et a comme défini ci-dessous), et

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

Comme requis par les conditions expérimentales et les exigences de précision, les facteurs de correction doivent être appliqués pendant et avant la décroissance, à un choc ($i = d$), un empilement d'impulsions ($i = r$), à une sommation en cascade ($i = c$) et à la variation de l'atténuation de l'échantillon par rapport à l'étalon ($i = a$).

d) Après avoir mesuré les efficacités inférieures à 2 MeV, le tracé de l'efficacité en fonction de l'énergie doit être réalisé (voir 5.4.3). Les valeurs d'efficacité supérieures à 2 MeV peuvent être mesurées avec des sources non quantitatives des radionucléides ^{24}Na (1368, 2754), ^{144}Ce - ^{144}Pr (696, 2185) et/ou ^{228}Th (583, 2614) en suivant la procédure des points e) à h) (en ce qui concerne les probabilités d'émissions gamma de ces radionucléides, se reporter à la note du tableau A.1). Si des valeurs d'efficacité supérieures à 2 MeV ne sont pas nécessaires, aller à l'étape i).

e) Il est recommandé que les échantillons contenant un radionucléide émettant des gamma dont l'énergie est supérieure à 2 MeV présentent la même forme géométrique et la même matrice que celles utilisées au point a). Les spectres doivent être enregistrés pendant un temps de comptage connu afin que, au minimum, 20 000 et de préférence 50 000 chocs se trouvent dans les pics de rayonnement gamma concernés.

f) Le taux d'émission gamma ayant l'énergie la plus faible doit être déterminé à partir de la courbe d'efficacité partielle calculée aux points a) à c).

g) Le taux d'émission du gamma ayant l'énergie la plus grande est calculé à partir du taux d'émission du gamma ayant l'énergie la plus faible et de leurs probabilités relatives indiquées dans l'équation suivante:

$$R(E_h) = \frac{R(E_L) \times P(E_h)}{P(E_L)} \quad (\text{A.8})$$

où

$R(E_L)$ est le taux d'émission du gamma d'énergie la plus faible;

$R(E_h)$ est le taux d'émission du gamma d'énergie la plus forte;

- b) Determine the net counting rate of the full-energy peaks of interest using the same method for measuring the peak area as will be used for the routine analysis of samples.
- c) Calculate the full-energy-peak efficiency $\varepsilon(E)$ using the following equation:

$$\varepsilon(E) = \frac{[n(E) - B(E)] \times \Pi C_i(E)}{R(E)} \quad (\text{A.7})$$

where

- $\varepsilon(E)$ is the full-energy peak efficiency at energy E ;
- $n(E)$ is the net area counting rate in the full-energy peak;
- $B(E)$ is the net area counting rate in a corresponding peak associated with the background spectrum;
- $R(E)$ is the emission rate for gamma ray E ,
- $C_i(E)$ are the correction factors for a radionuclide with the associated energy E (where $i = d, r, c$, and a as defined below); and
- Π = an operation of taking products (analogous to Σ designating an operation of taking sums).

The correction factors shall be applied, as the experimental conditions and the accuracy require, for decay during and prior to a count ($i = d$), pulse pile-up ($i = r$), cascade summing ($i = c$), and variation in the attenuation of the sample relative to the standard ($i = a$).

d) After the efficiencies below 2 MeV have been measured, a plot of the efficiency as a function of energy shall be made (see 5.4.3). Efficiency values above 2 MeV may be measured with non-quantitative sources of the radionuclides ^{24}Na (1368, 2754), ^{144}Ce - ^{144}Pr (696, 2185) and/or ^{228}Th (583, 2614) by following steps e) through h). (For relative gamma-ray emission probabilities for these radionuclides, see the footnote to table A.1.) If efficiency values above 2 MeV are not required, go to step i).

e) Each sample containing a radionuclide that emits gamma rays with energies greater than 2 MeV should be of the same geometrical shape and matrix as used in step a). Spectra shall be accumulated for a known counting time so that at least 20 000 and preferably 50 000 counts are accumulated in the gamma-ray peaks of interest.

f) The emission rate of the lower-energy gamma ray shall be determined from the partial efficiency curve measured from steps a) to c).

g) The emission rate of the higher-energy gamma ray is calculated from the emission rate of the lower-energy gamma ray and their relative gamma-ray probabilities shown in the following equation:

$$R(E_h) = \frac{R(E_L) \times P(E_h)}{P(E_L)} \quad (\text{A.8})$$

where

- $R(E_L)$ is the emission rate of the lower-energy gamma ray;
- $R(E_h)$ is the emission rate of the higher-energy gamma ray;

$P(E_L)$ est la probabilité d'émission du gamma d'énergie la plus faible; et

$P(E_h)$ est la probabilité d'émission du gamma d'énergie la plus forte.

h) En utilisant le taux d'émission gamma déterminé au point g), calculer l'efficacité dans le pic d'énergie totale gamma ayant l'énergie la plus forte comme indiqué au point c). Si l'échantillon contenant un radionucléide qui émet des gamma d'une énergie supérieure à 2 MeV a été normalisé, l'efficacité peut être mesurée directement à partir de son taux d'émission gamma.

i) Compléter le tracé de l'efficacité dans le pic d'énergie totale en fonction de l'énergie à l'aide de la méthode décrite en 5.4.3. A partir de valeurs d'efficacité raisonnablement espacées de ce tracé, établir un tableau à consulter en fonction de l'énergie ou déterminer une ou plusieurs équations représentant au mieux l'efficacité en fonction de l'énergie gamma. Lorsqu'une grande précision est demandée pour la mesure des taux d'émissions gamma ou des intensités relatives (c'est-à-dire inférieure à 5 %), il est recommandé d'effectuer des mesures supplémentaires afin d'obtenir une meilleure définition de la courbe d'efficacité.

A.6.3 Mesure de l'efficacité d'un détecteur en fonction de l'énergie pour des distances échantillon-détecteur faibles

Lorsque les corrections de sommation en cascade ne sont pas appliquées, la sommation de coïncidence de gamma en cascade peut introduire des erreurs importantes dans la mesure des taux d'émission gamma pour des distances échantillon-détecteur faibles. Les radionucléides dont les rayonnements gamma associés sont pratiquement exempts de sommation en cascade peuvent être utilisés pour mesurer l'efficacité dans le pic d'énergie totale. Par exemple, les étalons préparés à partir d'un mélange des radionucléides suivants: ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{54}Mn et ^{65}Zn sont pratiquement exempts de gamma en cascade détectables en coïncidence, si on suppose que les énergies égales ou inférieures à celles des rayons X_K du ^{139}Ce ne sont pratiquement pas détectées. Il convient de remplacer les radionucléides ^{54}Mn et ^{65}Zn respectivement par ^{88}Y et ^{60}Co car ils émettent des rayonnements gamma en coïncidence. La mesure de l'efficacité d'un pic d'énergie totale supérieure à 2 MeV peut être effectuée avec le radionucléide ^{144}Ce - ^{144}Pr (629, 2 185) décrit aux points d) à h) de A.6.2 (voir les radionucléides utilisés en A.6.2).

Suivre la procédure décrite en A.6.2 en n'utilisant que les radionucléides indiqués ci-dessus ou d'autres radionucléides connus comme étant exempts de sommation en cascade.

Attention – Certains des radionucléides indiqués ci-dessus pour la mesure de l'efficacité des pics d'énergie totale à des distances échantillon/détecteur faibles, émettent des rayons X ou des rayonnements gamma à faible énergie qui sont en coïncidence avec le gamma concerné. Vérifier que ces photons de basse énergie sont atténués par la zone morte du détecteur, le cryostat qui l'entoure, un absorbant (externe) intercalé ou l'échantillon lui-même, afin qu'ils ne soient pas détectés. Une fois cette vérification effectuée et l'absorbant étant conservé pour le comptage des échantillons, il n'est pas nécessaire d'effectuer une correction d'atténuation particulière pour compenser la présence de celle-ci car elle est déjà incluse dans l'efficacité dans le pic d'énergie totale.

Attention – Bien que les efficacités dans le pic qui en résultent soient exemptes de sommation en cascade, il est en général nécessaire d'effectuer une correction pour la sommation en cascade lors de l'analyse et du comptage d'échantillons contenant d'autres radionucléides émetteurs gamma en cascade. C'est pourquoi le tracé d'une courbe énergie/ efficacité sans avoir la possibilité d'appliquer des corrections de sommation en cascade est d'une portée limitée pour des géométries compactes à moins que les radionucléides à analyser soient connus pour être exempts de sommation en cascade.

$P(E_L)$ is the emission probability of the lower-energy gamma ray; and

$P(E_h)$ is the emission probability of the higher-energy gamma ray.

h) Use the gamma-ray emission rate determined in step g) to calculate the full-energy-peak efficiency of the higher energy gamma ray as described in step c). If the sample containing a radionuclide that emits gamma rays with energies greater than 2 MeV has been standardized, the efficiency can be measured directly from its known gamma-ray emission rate.

i) Complete the plot of the full-energy-peak efficiency as a function of energy using the method described in 5.4.3. From a set of reasonably spaced efficiency values taken from this plot either develop a full-energy-peak efficiency look-up table as a function of energy or determine an equation or equations that best represent(s) the efficiency curve as a function of gamma-ray energy. When high accuracy or precision in the measured gamma-ray emission rates or relative intensities is required (i.e. <5 %), it is recommended that supplementary measurements be made to better define the efficiency curve.

A.6.3 Measurement of the detector efficiency versus energy for small sample-to-detector distances

Coincidence summing of gamma rays in cascade may cause large errors in the measured gamma-ray emission rates at small sample-detector distances if cascade summing corrections are not applied. Radionuclides whose associated gamma rays are essentially free of cascade summing can be used to measure the full-energy-peak efficiency. For example, standards prepared from a mix of the following radionuclides: ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{54}Mn and ^{65}Zn are essentially free of detectable gamma rays in cascade coincidence assuming that energies at or below the energies of the K X-rays of ^{139}Ce are essentially not detected. The radionuclides ^{54}Mn and ^{65}Zn should be used to replace ^{88}Y and ^{60}Co , respectively, because the latter two emit gamma rays that are in coincidence. To measure the full-energy-peak efficiency above 2 MeV the radionuclide ^{144}Ce - ^{144}Pr (696, 2185) may be used as described in A.6.2, steps d) through h) (see radionuclides used in A.6.2).

Follow the procedure described in A.6.2 using only the radionuclides listed above or other radionuclides that have been demonstrated to be free from cascade summing.

Warning – Some of the radionuclides recommended above for the measurement of the full-energy-peak efficiency at small sample-detector distances emit X-rays or low-energy gamma rays that are in coincidence with the gamma ray of interest. Verify that these low-energy photons are attenuated by the detector dead layer, the surrounding cryostat, an inserted (external) absorber or the sample itself so that these low-energy photons are not detected. When this is done and the absorber is left in place for the counting of samples, no separate attenuation correction is required for the presence of this absorber since it is included in the full-energy-peak efficiency.

Warning – Although the resulting peak efficiencies will be free of cascade summing effects, in general a correction for cascade summing will be required when counting and analyzing samples containing other radionuclides that emit cascade gamma rays. For this reason, establishing an energy-efficiency curve without the capability to apply cascade-summing corrections is of limited value for tight geometries *unless* the radionuclides to be analyzed are known to be relatively free of cascade summing.

A.7 Préparation de sources de travail de référence à partir de solutions normalisées

Objectif

Préparation de standards de travail à l'aide de procédures fiables et vérifiées. Les étalons ne sont pas toujours directement disponibles pour la géométrie et la matrice requises. Dans ces conditions, il est nécessaire, soit de se procurer des sources adaptées, soit de les préparer en laboratoire à partir de solutions normalisées reconnues par le LNNR. La préparation des aliquotes par application de techniques gravimétriques (une balance de précision à cinq décimales est recommandée) est préférable aux techniques volumétriques car plus facile à mettre en oeuvre et moins sujette à erreur. Il est conseillé, dans la mesure du possible, de préparer et de confronter un minimum de trois échantillons.

Précaution – La préparation de sources de travail de référence est un art qui ne peut être pratiqué que par des techniciens qualifiés dans la réalisation d'étalons radioactifs et soucieux d'appliquer méticuleusement les procédures des laboratoires. Toutes les mesures quantitatives de radioactivité sont directement affectées par la précision des étalons utilisés pour la calibration d'un spectromètre. Toutes les précautions nécessaires doivent être prises pour éviter l'évaporation ou l'émission incontrôlée de radioactivité lors de la manipulation de matières radioactives après l'ouverture de leur conteneur. La procédure la plus efficace pour conserver des standards radioactifs liquides non utilisés est de souder à la flamme une ampoule en veillant à ce qu'elle soit au maximum à moitié pleine.

A.7.1 Préparation de sources de référence en solution

- a) Se procurer une solution normalisée d'un volume minimum de 5 ml dont la concentration de radionucléides est connue. Il est conseillé de réaliser une solution contenant des ions porteurs stables des différents radioéléments.
- b) Diluer la solution d'ions porteurs dans de l'eau pure filtrée jusqu'à obtenir 5 litres d'une solution aqueuse et lui donner le pH préconisé par le fournisseur de la solution normalisée.
- c) En partant de la concentration, calculer la quantité de solution normalisée nécessaire pour obtenir la solution de travail (il est conseillé lorsqu'on utilise une balance à quatre décimales de transférer un minimum de 0,5 g afin d'éviter les erreurs inacceptables). Une balance à cinq ou six décimales est préférable du fait que sa plus grande précision de mesure des petites aliquotes mais elle n'est probablement pas utilisée de manière usuelle dans la plupart des laboratoires.
- d) Déterminer la tare d'un petit conteneur en plastique à fond plat permettant de verser facilement de petites aliquotes sans éclaboussures ni gouttelettes. S'il possède un couvercle, conserver celui-ci en place lors de toute mesure de masse. Une pipette en plastique (5 ml à 20 ml) dont une extrémité a été chauffée et transformée en tube capillaire est idéale pour retirer une solution radioactive de son château et redistribuer de petites aliquotes. Un flacon gradué en volume est plus pratique pour des quantités plus importantes.
- e) Transférer la solution normalisée dans le petit conteneur en plastique. Si la concentration du standard est suffisante, il n'est pas nécessaire de transférer toute la solution. Calculer la masse totale du conteneur plus celle de la solution normalisée. La masse de la solution transférée est égale à la masse totale diminuée de celle calculée au point d).
- f) Déterminer la tare du conteneur d'échantillonnage qui recevra la source de référence. Vérifier que ses dimensions sont identiques à celles des conteneurs qui seront utilisés pour l'analyse des échantillons.
- g) Remplir à moitié de conteneur d'échantillonnage avec de la solution porteuse.

A.7 Preparation of reference sources from standard solutions

Rationale

To prepare working standards using reliable and tested procedures. Sometimes standards are not available as an off-the-shelf product in the geometry or matrix required. Under these conditions it is necessary to either purchase custom prepared sources, or to prepare them at the laboratory from solution standards that are documented to be traceable to the NSLR). The preparation of aliquots by gravimetric techniques (a five place balance is recommended) is usually preferred to volumetric methods because it is easier to learn and is less prone to error. Whenever possible, at least three standard samples should be prepared and cross-checked.

Precaution – The preparation of custom sources is an art that is best performed by technical staff who are experienced in the preparation of radioactivity standards and who are meticulous in carrying out laboratory procedures. All subsequent quantitative radioactivity measurements are directly affected by the accuracy of the standards used in the calibration of a spectrometer. Suitable precautions to avoid evaporation or uncontrolled release of radioactive contamination must be taken when handling all radioactive materials once their containers have been opened. Resealing of unused liquid radioactivity standards is best accomplished by flame sealing in glass ampoules so that the ampoules are at least half-full.

A.7.1 *Preparation of standard sources*

- a) Obtain a standard solution of at least 5 ml volume whose radionuclide activity concentration is known. A solution containing stable carrier ions of the various radioelements should also be obtained.
- b) Dilute the carrier solution, using pure filtered water, to as much as 5 l with an aqueous solution that has been pH adjusted with a suitable acid or base as recommended by the supplier of the standard solution.
- c) From the activity concentration, calculate the amount of standard solution needed to prepare the custom standard (when using a four place balance at least 0,5 g should be transferred to avoid unacceptably large errors). Although a five or six place balance is preferred since smaller aliquots can be accurately measured, they are probably not used routinely in many plant laboratories.
- d) Obtain the tare mass of a small, flat-bottomed, plastic container from which small aliquots can be easily dispensed without loss due to splattering or to droplets sticking to the lip of the container. If there is a lid, it should be on during all mass measurements. A miniature plastic squeeze vial (5 ml to 20 ml) with the top heated and drawn out to a capillary is ideal for removing radioactive solutions from a container and for dispensing small aliquots. A volumetric flask is best for larger sizes.
- e) Transfer the standard solution to the small plastic container. If the activity concentration is given with the standard, it is not necessary to transfer all of the solution. Obtain the mass of the container plus the standard solution. The mass from this step, minus that from step d) is the mass of the transferred solution.
- f) Obtain the tare mass of the sample container that will hold the custom standard. Be sure that the container is identical in dimensions to the containers to be used for the samples to be analyzed.
- g) Transfer to the sample container enough carrier solution to half fill it.

h) Transférer dans ce conteneur une quantité de solution normalisée permettant d'obtenir un échantillon ayant une activité ni trop forte ni trop faible pour la géométrie de comptage à utiliser (un taux de comptage inférieur à $1\ 000\ s^{-1}$ est recommandé). Déterminer la masse de la solution transférée en appliquant la technique utilisée aux points d) et e).

i) Ajouter dans ce conteneur la solution porteuse pour obtenir le volume désiré tout en mélangeant vigoureusement la solution. Rincer l'agitateur avec le reste de la solution porteuse au-dessus du conteneur. Déterminer la masse totale de la source de référence. Soustraire de cette masse la tare calculée au point f).

j) Déterminer l'activité totale de chacun des radionucléides dans la source de référence. Placer sur le conteneur d'échantillonnage une étiquette indiquant la concentration en becquerel par gramme de solution (Bq/g), la date, le volume et la masse volumique, les dimensions du conteneur et autres caractéristiques. Noter ces informations dans un registre.

Précautions – Des impuretés dans un échantillon liquide peuvent provoquer une partition de la radioactivité. C'est pourquoi, elles doivent être filtrées et les résidus comptés séparément. L'activité totale de ce type d'échantillon est égale à la somme de l'activité de la solution et de celle du filtre.

A.7.2 Préparation de sources de référence de sols (boues)

La procédure suivante s'applique à la préparation d'étalons de base de sols utilisés en spectrométrie gamma (masse des standards $>50\ g$). Des échantillons de sol de différentes masses volumiques peuvent aussi être préparés à partir de différents types de sols. Il est conseillé de compter le sol pour s'assurer qu'il ne contient aucun radionucléide pouvant interférer avec le rayonnement gamma émis par l'étalon radioactif.

a) Mesurer dans un sac en polyéthylène doté d'une fermeture éclair la quantité du sol (moulu ou tamisé à un grain donné) nécessaire pour remplir le conteneur d'échantillonnage à un volume approprié.

b) Verser dans ce sac une quantité de solution normalisée permettant d'obtenir un échantillon ayant une activité ni trop forte ni trop faible pour la géométrie de comptage à utiliser. Il est conseillé de transférer un minimum de $5\ g$ de solution directement dans l'échantillon de sol pour minimiser le risque d'obtenir un étalon non homogène. L'idéal est d'obtenir une boue épaisse. Si le produit obtenu a une activité trop forte, diluer d'abord la solution normalisée en appliquant la procédure indiquée en A.7.1. A partir des masses de la solution normalisée et de la solution porteuse transférées, calculer la concentration du standard dilué. Un taux de comptage $< 1\ 000\ s^{-1}$ est recommandé.

c) Fermer le sac et mélanger ou malaxer le contenu pour que la solution soit intimement mélangée à l'ensemble de la terre. Il convient que la terre soit en quantité suffisante pour éviter la présence de liquide. Mélanger ou malaxer le contenu pendant 10 min à 15 min.

d) Laisser reposer le mélange pendant une nuit.

e) Le lendemain, malaxer le contenu du sac pendant 10 min à 15 min. Vérifier l'absence de gouttes de liquide.

f) Si le mélange semble pratiquement sec, placer le contenu dans le flacon d'échantillonnage. Vérifier qu'il peut y être contenu en totalité et qu'il occupe le volume adéquat. S'il s'avère nécessaire de rajouter de la terre, il est conseillé d'appliquer la procédure du point c).

- h) Transfer to this container an amount of solution standard that will result in a sample that is neither too high nor too low in activity for the counting geometry to be used (a counting rate of $<1\ 000\ \text{s}^{-1}$ is recommended). Determine the mass of the transferred solution by the mass difference technique used in steps d) and e).
- i) Fill this container to almost the desired volume with carrier solution while stirring vigorously to mix it thoroughly. Rinse the stirring rod with the remainder of the carrier solution over the container. Determine the full mass of the custom standard. Subtract from this mass the tare mass in step f).
- j) Determine the total activity of each radionuclide present in the standard. Label the sample container with the activity concentration in becquerel per gram of solution (Bq/g) and associated date, volume and density of the sample, dimensions of the container, and other identifying features. Also record this information in a logbook.

Precaution – Residue or debris in a liquid sample can cause a partitioning of the radioactivity. Therefore, if such debris is present, it should be removed by filtration and the filtered material counted separately. The total activity of this type of sample is the sum of that in the solution and that on the filter.

A.7.2 Preparation of soil sources

The following procedure is for the preparation of soil standards for use in gamma-ray spectrometry (mass standards $>50\ \text{g}$). Soil samples of different densities may also be prepared from different types of soils. The soil should be counted to demonstrate that it does not contain any radionuclides that might interfere with the gamma rays emitted from the radioactive standard.

- a) Measure out into a plastic polyethylene bag with a zip locked closure the amount of soil (previously milled or sieved to a selected particle size) needed to fill the sample container to the proper volume.
- b) Transfer to this bag a mass of solution standard that will result in a sample that is neither too high or low in activity for the counting geometry to be used. At least 5 g of solution should be transferred directly to the soil to minimize the possibility of an inhomogeneous standard. A resulting consistency of thick mud is ideal. If this would result in too high an activity, first dilute the standard solution using the procedure in A.7.1. Determine the activity concentration of the diluted standard from the masses of the transferred standard solution and of the transferred carrier solution. A counting rate of $<1\ 000\ \text{s}^{-1}$ is recommended.
- c) Seal the bag and mix or knead the bag with its contents so that the solution becomes intimately mixed with all of the soil. There should be sufficient soil to avoid the presence of any free liquid. Mix or knead the contents for 10 min to 15 min.
- d) Let the sealed plastic bag sit overnight.
- e) Knead the contents the following day for 10 min to 15 min. Be sure that there are no visible free-liquid droplets.
- f) If the soil appears almost dry, carefully place the contents into the sample container. Be sure that it all fits into the sample container and fills it to the correct volume. If additional soil needs to be added, step c) should be repeated with added soil.

- g) Si la terre est humide ou détrempée, ouvrir le sac au-dessus d'un film plastique et laisser le mélange sécher à l'air libre. Prendre soin de ne pas perdre de terre.
- h) Si au séchage, la terre a formé des grumeaux, placer le mélange dans un sac en plastique propre doté d'une fermeture éclair, le fermer et malaxer le contenu pour écraser les grumeaux.
- i) Transvaser avec soin le contenu dans le conteneur d'échantillonnage. Vérifier qu'il peut y être contenu en totalité et qu'il occupe le volume adéquat. S'il s'avère nécessaire de rajouter de la poudre, il est conseillé de répéter la procédure du point c).
- j) Compter les sacs vides à l'aide d'un spectromètre Ge, dans une géométrie au contact, pendant une nuit et s'assurer que la radioactivité des sacs en plastique est négligeable. Pour être utilisé comme étalon, 99 % de l'activité de chaque radionucléide doit se trouver dans l'échantillon.
- k) La meilleure méthode pour vérifier l'homogénéité de l'échantillon est de le diviser avec précaution en plusieurs portions et de compter chacune d'elle dans la même géométrie et à une même distance échantillon/détecteur.

A.7.3 Préparation de sources de référence sous forme de filtres

- a) Réaliser une mosaïque dans un filtre en papier ou en fibre de verre de même diamètre que celui à calibrer en le divisant en quatre ou huit secteurs de surface égale. Puis diviser le filtre en trois anneaux concentriques ou davantage, de surface égale, de façon que le filtre soit divisé en 12 ou 24 secteurs égaux (voir figure A.7).
- b) Placer la mosaïque sur une feuille de papier translucide ou sur un film plastique tel que celui utilisé en dessin industriel. La mosaïque doit être visible lorsqu'on superpose un deuxième film ou une deuxième bande adhésive (face adhésive vers le haut). Il est possible de s'aider d'une boîte lumineuse pour visualiser la mosaïque.
- c) Découper la moitié du filtre en secteurs égaux et couper les coins avec précautions de façon que ni leurs angles ni les côtés ne soient en contact lorsque la mosaïque est constituée.
- d) Placer chaque secteur sur la face adhésive de la feuille plastique comme indiqué à la figure A.7.
- e) Placer une quantité égale de solution normalisée sur chaque secteur constituant la mosaïque en utilisant la technique décrite en A.7.1. Cela permet de connaître avec précision la masse totale de solution déposée.
- f) Laisser sécher pendant une nuit à l'air libre.
- g) Couvrir la mosaïque filtre séchée d'un ou plusieurs morceaux de film transparent afin de conserver la totalité du mélange radioactif. Supprimer tout excès en ayant soin de ne retirer aucune partie du mélange.
- h) Vérifier l'absence de radioactivité en provenance du filtre.

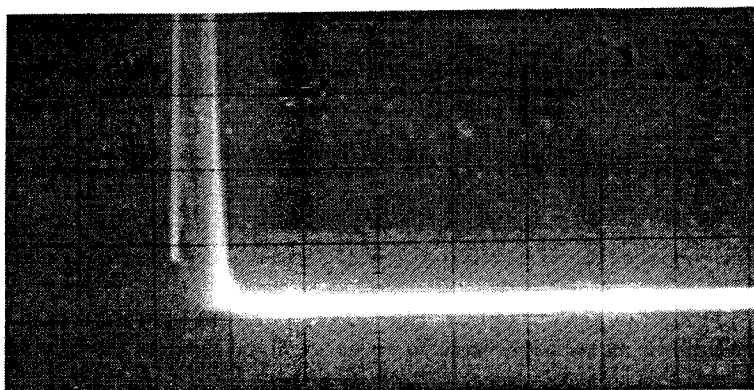
L'homogénéité du standard filtre papier peut être vérifiée pendant sa construction en ne positionnant le film plastique qu'après avoir comparé avec un spectromètre Ge la radioactivité des secteurs séchés.

- g) If the soil is wet or damp, carefully tear the plastic bag open over a plastic film and allow it to air dry. Be careful not to lose any of the soil.
- h) If the soil has formed clods upon drying, place it into a clean plastic bag with a zip closure, seal it and break up the clods by kneading the soil through the plastic bag.
- i) Carefully place the contents into the sample container. Be sure that it all fits into the sample container and fills it to the correct volume. If additional soil needs to be added, step c) should be repeated with the added soil.
- j) Count the empty plastic bags overnight in close geometry with a Ge spectrometer to be sure that no appreciable amount of radioactivity remained with the plastic bag. At least 99 % of the activity of each radionuclide shall be in the sample if that radionuclide is to be used as a standard.
- k) Checks of homogeneity of the sample are best made by carefully dividing the mixed sample into several portions and counting each portion in the same sample geometry and sample-to-detector distance.

A.7.3 Preparation of filter sources

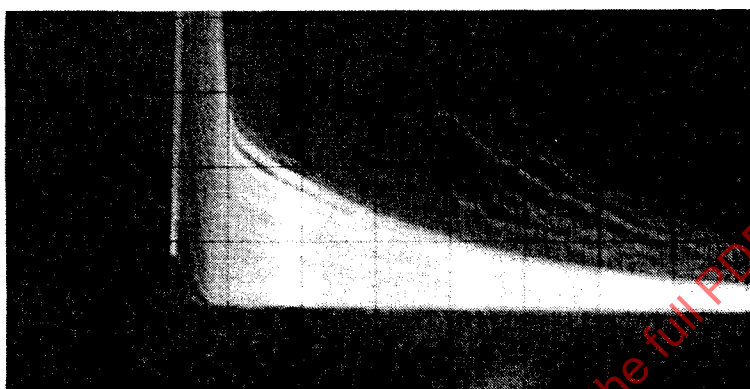
- a) Prepare a mosaic from paper or glass fiber filter paper of the same diameter to be calibrated by dividing it into four to eight pie-shaped sectors of equal area. Then divide the filter into three or more rings of equal area so that the filter is divided into 12 to 24 equal-size areas (see figure A.7).
- b) Transfer the mosaic pattern onto a translucent sheet of paper or plastic film as used in mechanical drawing. The pattern should show through when a second sheet of adhesive coated plastic film or wide polyester tape is placed adhesive side up over the pattern. A light box may be helpful to see the mosaic pattern through the second sheet of plastic.
- c) Cut half of the filter into its individual equal areas and carefully trim the corners of each piece so that neither the tips nor sides of the individual pieces touch as the mosaic is constructed.
- d) Place each individual piece onto the adhesive side of the tape or adhesive coated plastic as indicated in figure A.7.
- e) Place equal-size amounts of a standard solution onto each piece making up the mosaic, using the mass aliquot technique described in A.7.1 so that the total mass of the deposited solution is accurately known.
- f) Allow the deposited solution to air-dry overnight.
- g) Cover the dried filter mosaic with a piece or pieces of clear polyester tape so that the radioactivity is totally contained. Trim off the excess backing being careful not to remove any portion of the radioactivity from the filter standard.
- h) Check the filter for leakage of radioactivity.

Homogeneity in the filter paper standard can be demonstrated during construction by not fastening the individual mosaic pieces of radioactive filter paper to the adhesive-backed plastic film until the activities in the individual pieces have dried, and have been compared by counting them on a Ge spectrometer.



CEI 747/95

Figure A.1a – Impulsions à la sortie de l'amplificateur avec compensation de pôle correctement réglée



CEI 748/95

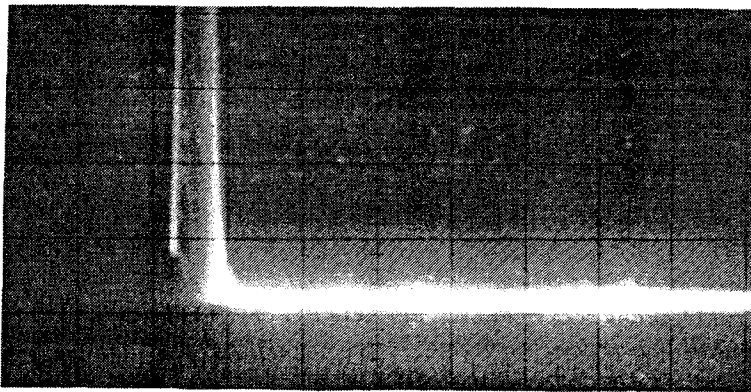
Figure A.1b – Impulsions à la sortie de l'amplificateur avec compensation de pôle mal réglée (traînée positive)



CEI 749/95

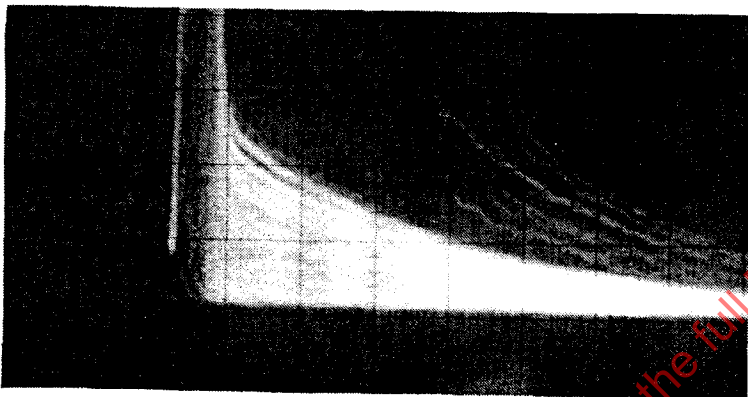
Figure A.1c – Impulsions à la sortie de l'amplificateur avec compensation de pôle mal réglée (rebond négatif)

Figure A.1 – Impulsion de sortie de l'amplificateur montrant des compensations de pôle correctes et incorrectes



IEC 747/95

Figure A.1a – Amplifier output of pulses properly adjusted for pole-zero cancellation



IEC 748/95

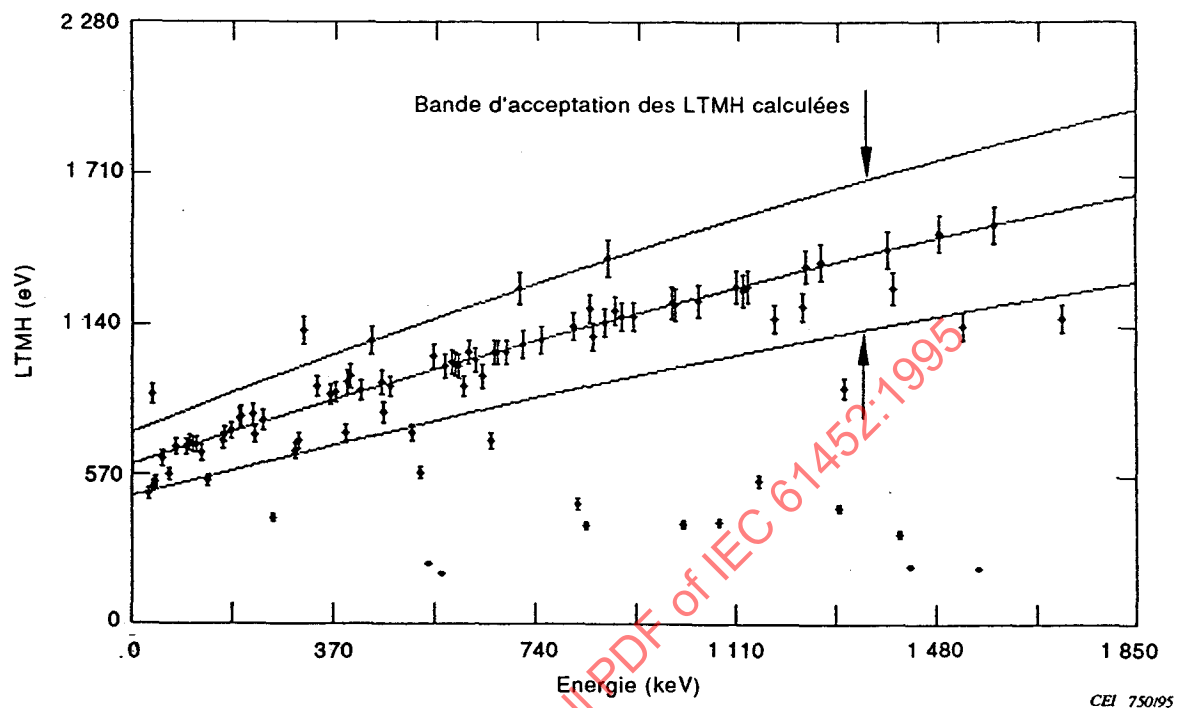
Figure A.1b – Amplifier output of pulses not properly adjusted for pole-zero cancellation (positive tail)



IEC 749/95

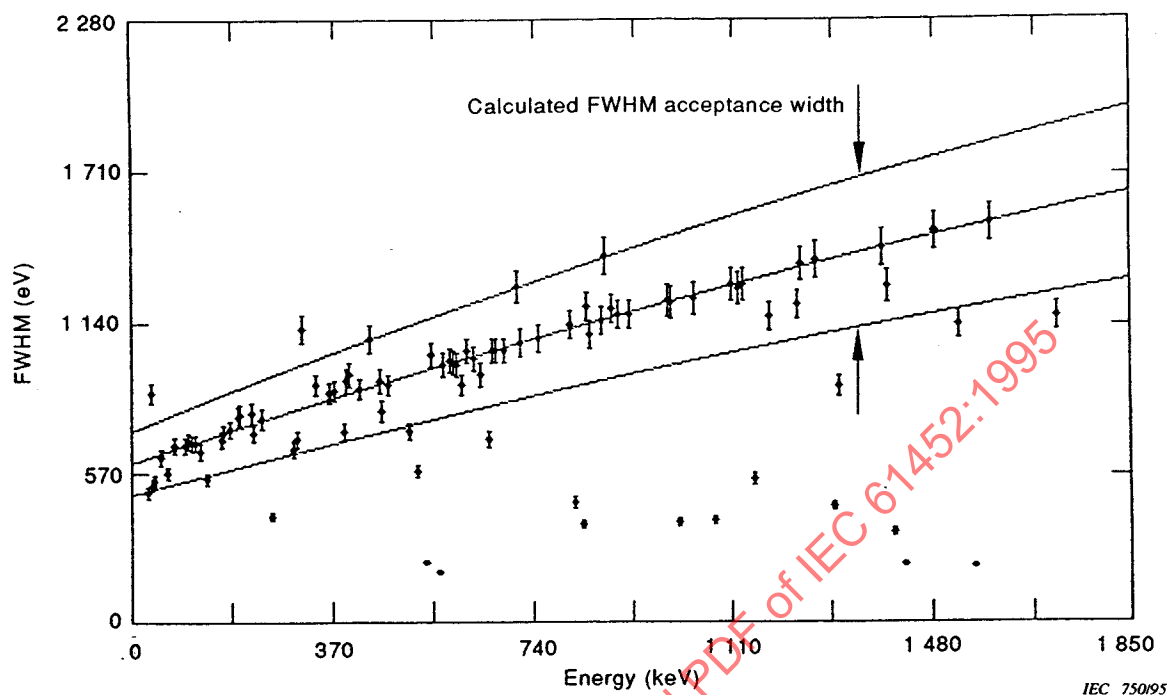
Figure A.1c – Amplifier output of pulses not properly adjusted for pole-zero cancellation (negative tail)

Figure A.1 – Amplifier output pulses showing correct and incorrect pole-zero cancellation



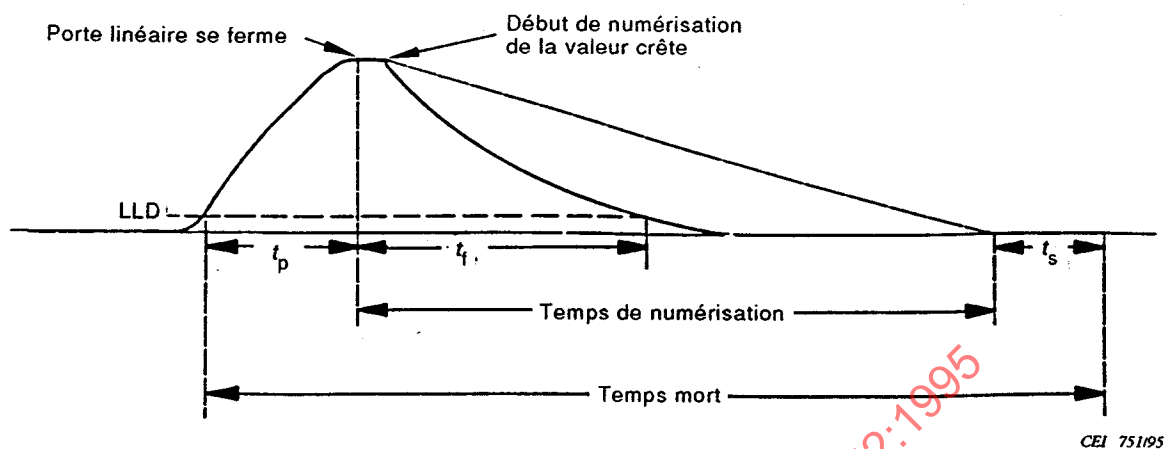
NOTE – Résolution du pic d'énergie totale en fonction de l'énergie des gamma. Les pics dont la LTMH tombe en dehors de la bande délimitée par les deux lignes extérieures sont douteux et peuvent correspondre à des ajustements défectueux ou à des artifacts qui ne constituent pas de vrais pics. Cela est une méthode de reconnaissance de faux pics. (Avec l'autorisation de Richard Seymour, EG&G ORTEC, Inc., Oak Ridge, TN, USA).

Figure A.2 – Distribution de LTMH de pics spectraux en fonction de l'énergie



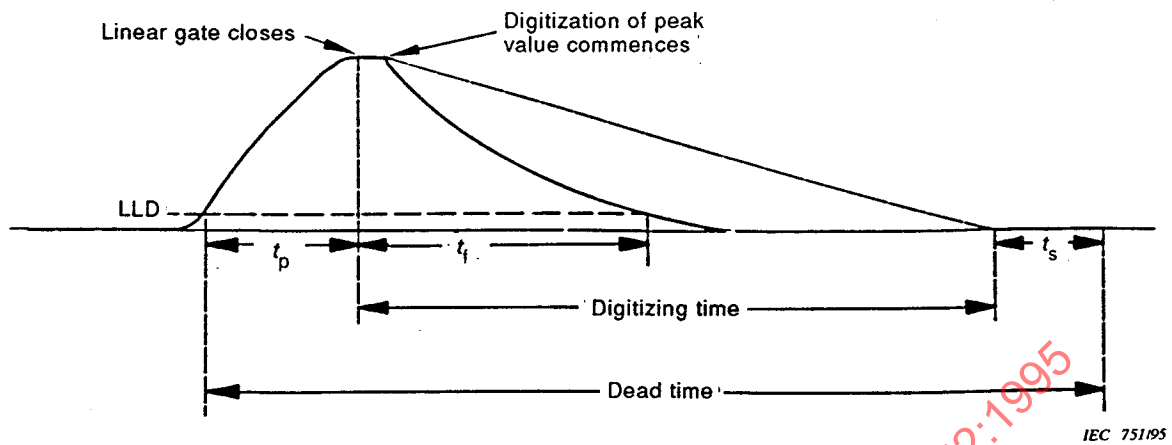
NOTE – Resolution of the full-energy-peak as a function of gamma-ray energy. Peaks whose FWHM fall outside the region contained by the outer two lines are questionable and may be either poor fits or spectral artifacts that are not real peaks. This is one method by which false peaks can be identified. (Courtesy Richard Seymour, EG&G ORTEC, Inc., Oak Ridge, TN, USA.)

Figure A.2 – Distribution of FWHM of spectral peaks as a function of energy



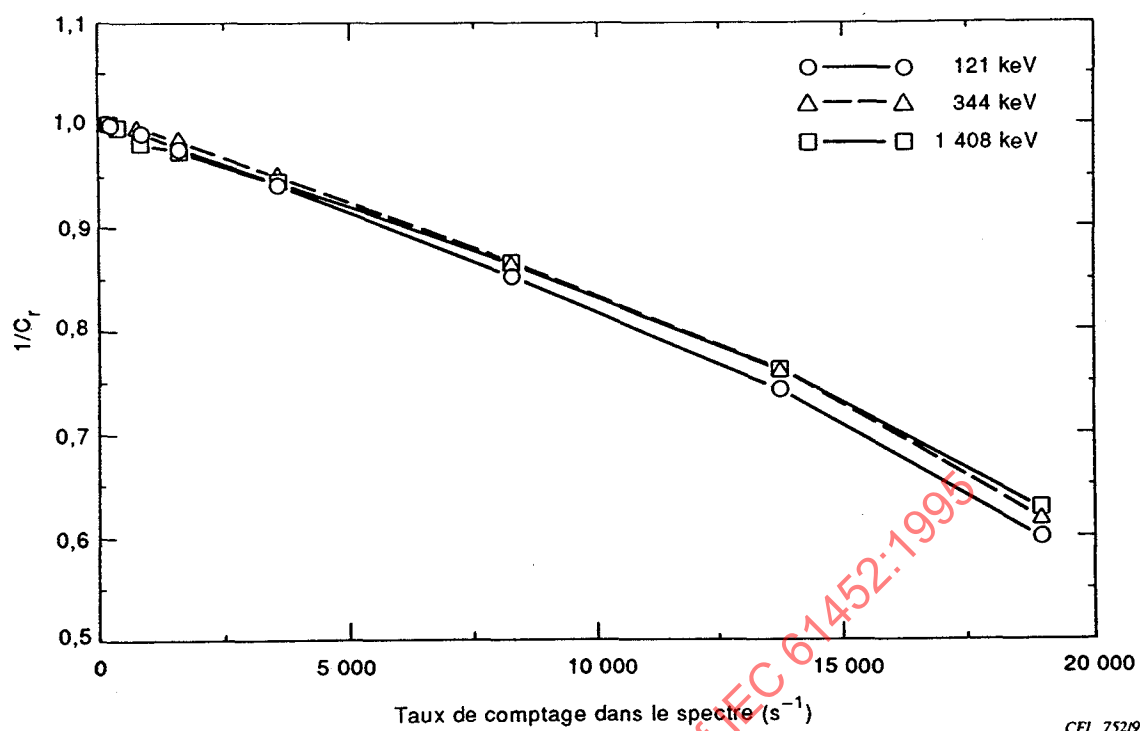
NOTE – Impulsions unipolaires à la sortie de l'amplificateur montrant le seuil bas du discriminateur LLD, la durée t_p pour atteindre la valeur crête, le temps t_f entre valeur crête et constant où l'impulsion tombe sous le LLD, la durée de la numérisation, le temps mort et le temps t_s nécessaire pour stocker l'impulsion analysée.

Figure A.3 – Spécification des temps lors du traitement des impulsions par le CAN



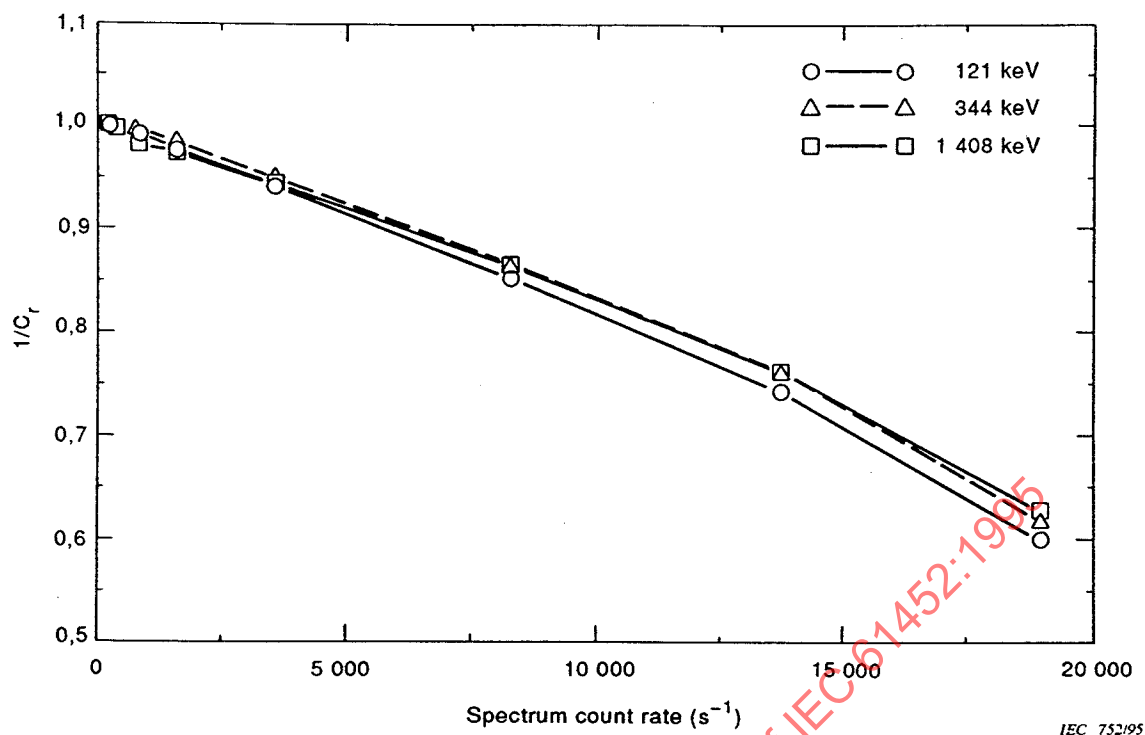
NOTE – Unipolar amplifier output pulse showing the LLD setting, the time t_p to reach peak value, the time t_f from peak value till the pulse falls below the LLD, the digitizing time, the dead time, and the time t_s required to store an analysed pulse.

Figure A.3 – Specification of times for pulse processing by an ADC



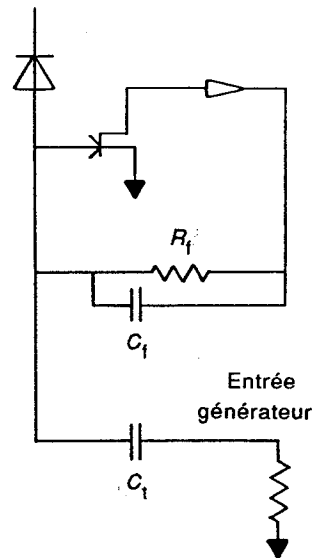
NOTE – Pour trois énergies gamma, inverse du taux multiplicatif de correction rendu nécessaire par les empilements en fonction du taux de comptage intégral r , pour un index de mise en forme de l'amplificateur de 4 μs et une durée de numérisation fixée.

Figure A.4 – Correction des empilements en fonction du taux de comptage total intégral



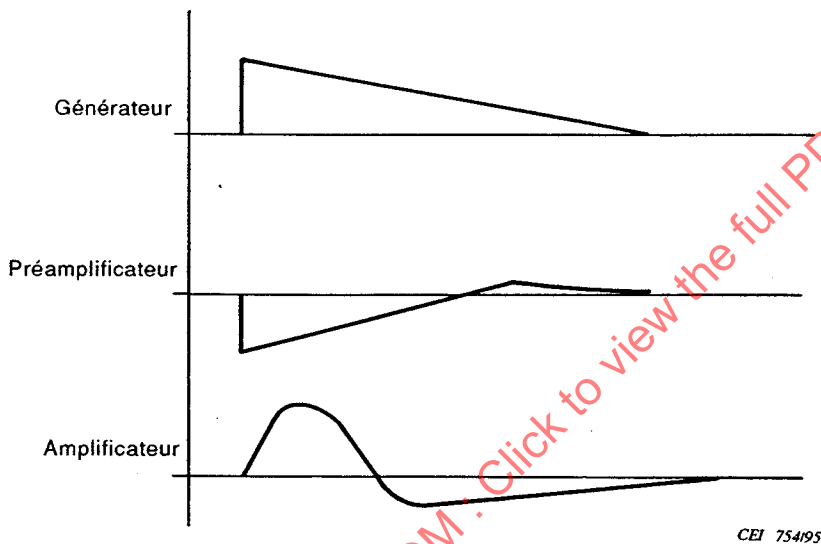
NOTE – Reciprocals of the multiplicative correction at three gamma-ray energies due to pulse pile-up as a function of the integral counting rate, r , for a 4 μs amplifier shaping-time index and a fixed digitalized time.

Figure A.4 – Pulse pile-up correction as a function of integral counting rate



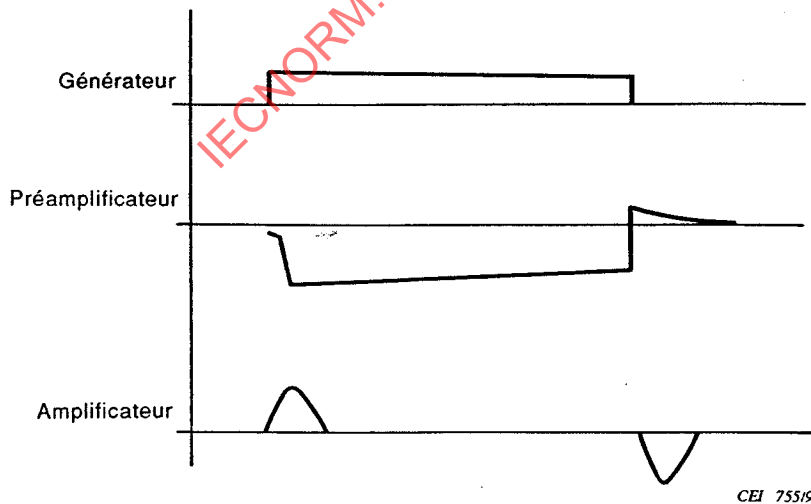
CEI 753/95

Figure A.5a – Partie du circuit du préamplificateur montrant l'endroit où l'impulsion du générateur est injectée



CEI 754/95

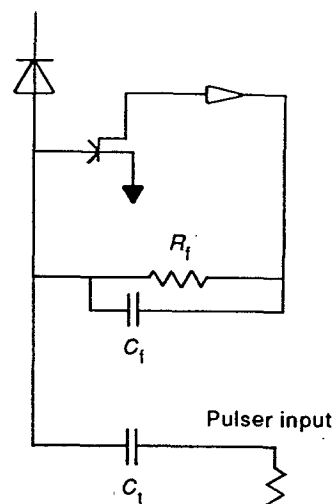
Figure A.5b – Formes d'impulsion à la sortie du préamplification et de l'amplificateur pour une impulsion de générateur à front de montée raide et temps de descente long



CEI 755/95

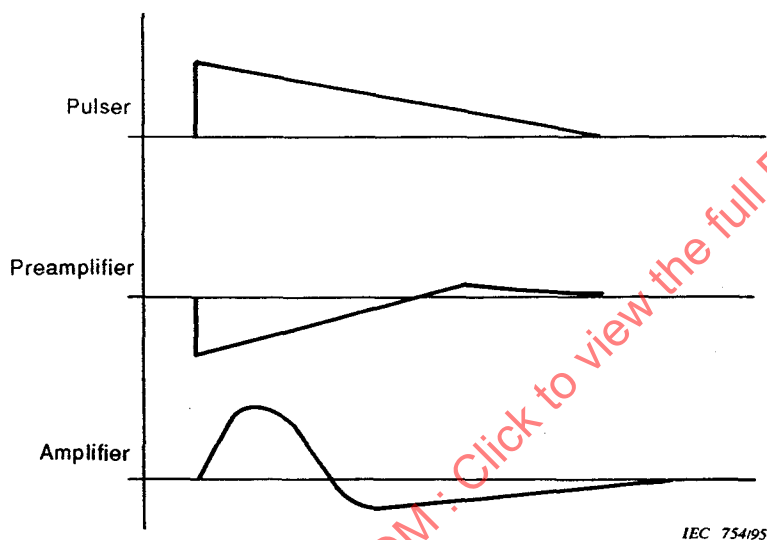
Figure A.5c – Formes d'impulsion à la sortie du préamplificateur et de l'amplificateur pour une impulsion de générateur rectangulaire à fronts de montée et de descente raides

Figure A.5 – Formes d'impulsion du préamplificateur et de l'amplificateur pour différentes formes d'impulsions test



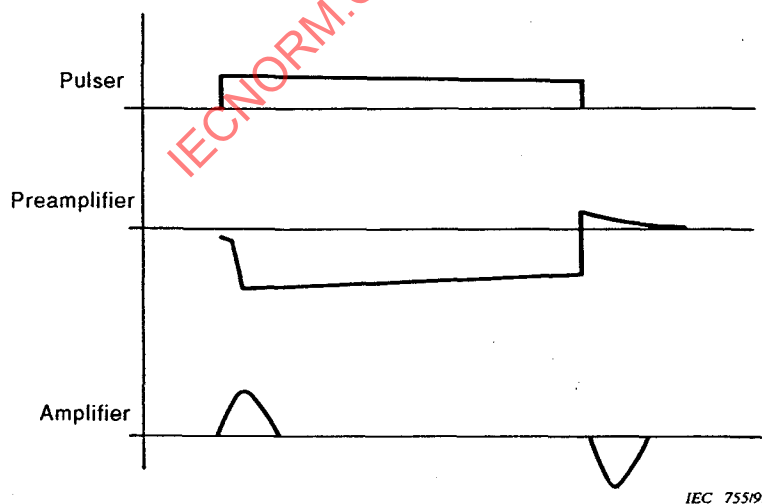
IEC 753/95

Figure A.5a – The portion of the preamplifier circuit showing where the pulser pulse is injected



IEC 754/95

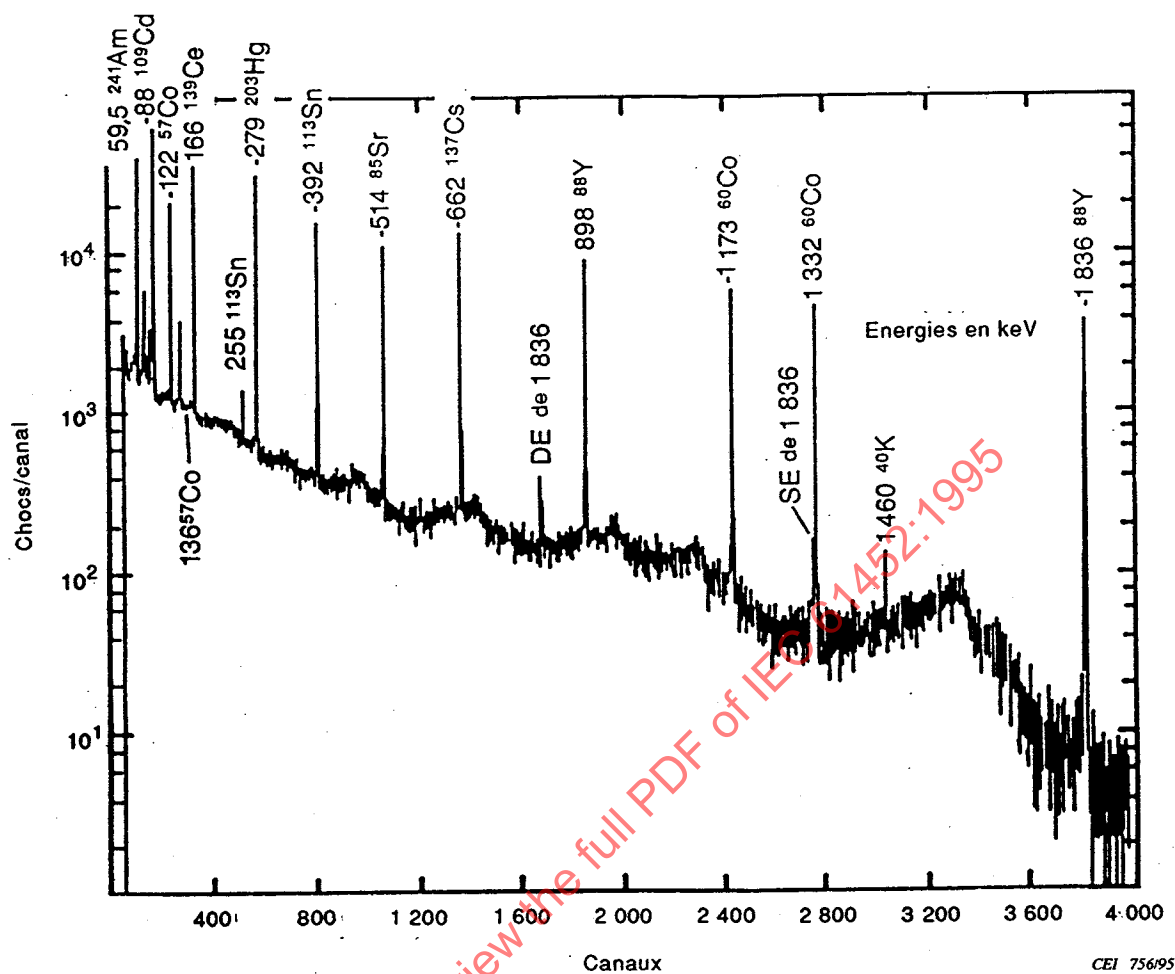
Figure A.5b – Pulse shapes as measured at the preamplifier and amplifier outputs resulting from the injection of a pulser pulse with a steep-rise time and a long-fall time



IEC 755/95

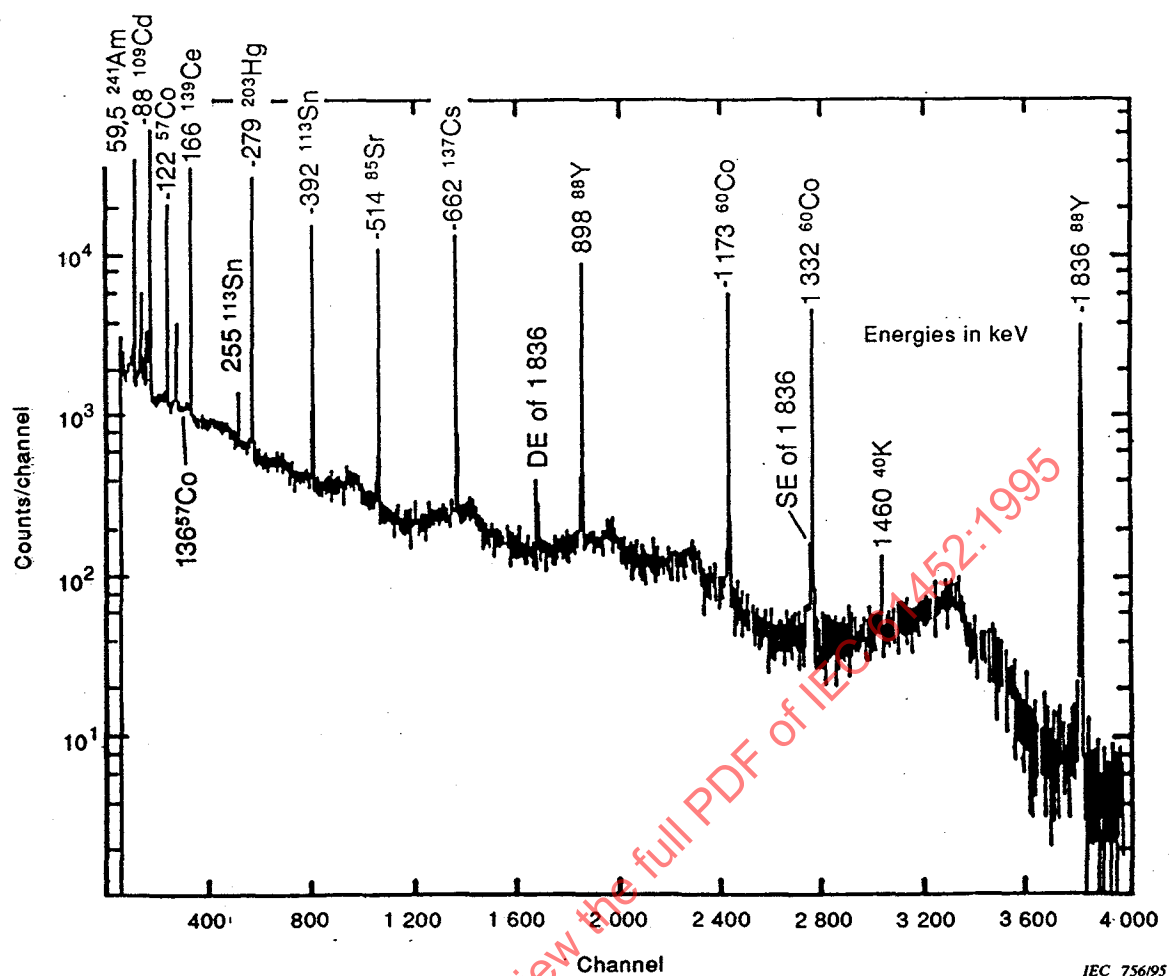
Figure A.5c – Pulse shapes as measured at the preamplifier and amplifier outputs resulting from the injection of a pulser pulse with a square, flat-top pulse with sharp rise and fall times

Figure A.5 – Preamplifier and amplifier pulse shapes resulting from different pulser shapes



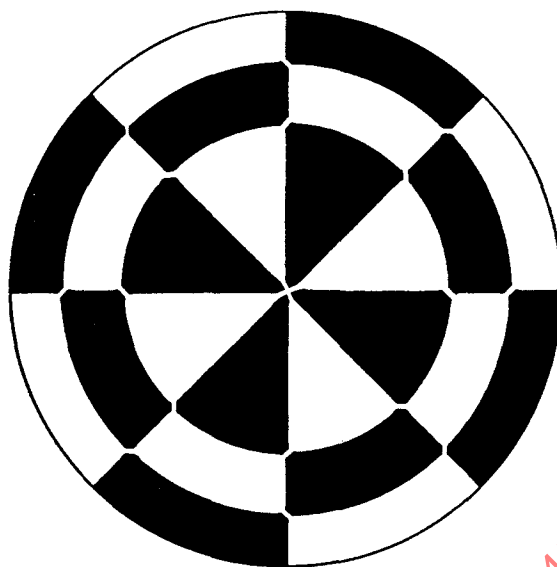
NOTE – Spectre de la source étalon contenant ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{88}Y et ^{60}Co . SE de DE sont les abréviations pour pics d'échappements simple et double respectivement. Ces pics proviennent de production de paires produits dans le détecteur par des gamma de haute énergie.

Figure A.6 – Spectre gamma d'une source composite de référence



NOTE – Spectrum of the mixed radionuclide standard containing ^{241}Am , ^{109}Cd , ^{57}Co , ^{139}Ce , ^{203}Hg , ^{113}Sn , ^{85}Sr , ^{137}Cs , ^{88}Y and ^{60}Co . SE and DE are the abbreviations for single and double escape peaks, respectively. These peaks are caused by pair production occurring from high-energy gamma rays in the active volume of the detector.

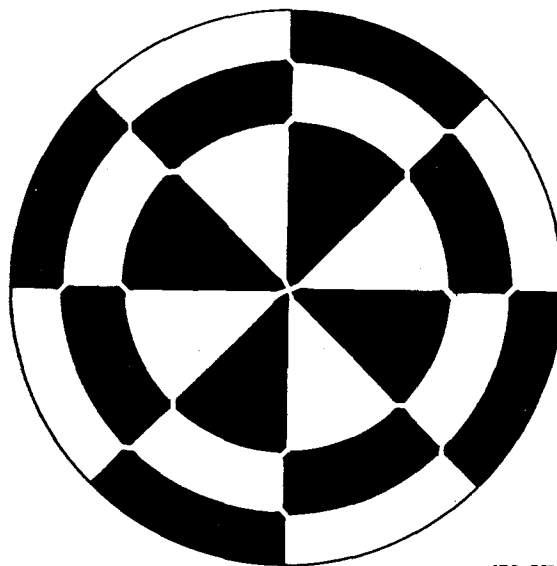
Figure A.6 – Gamma-ray spectrum of a mixed radionuclide standard



CEI 757/95

NOTE – Les sections individuelles sont d'égale surface et non jointives. L'étalon est réalisé en plaçant les sections et secteurs individuels découpés du filtre en papier sur la face adhésive d'un film translucide au travers duquel on peut voir le motif afin de former une mosaïque. Une même quantité normalisée de solution est déposée sur chaque pièce de papier formant la mosaïque. Cela permet la préparation d'une source à dépôt pseudo-uniforme sans migration significative d'activité. (Avec l'autorisation de Robert McFarland Analytics, Inc., Atlanta, GA, USA).

Figure A.7 – Motif mosaïque d'un filtre à air de référence



IEC 757/95

NOTE – The individual sections are equal areas and do not touch each other. The standard is formed by placing the individual sections and sectors cut out of the filter paper onto the adhesive side of a translucent film through which the pattern can be seen so as to form a mosaic. An equal standard deposit of solution is placed on each piece of paper forming the mosaic. This allows the preparation of a pseudo uniformity deposited source with no significant migration of the activity. (Courtesy Robert McFarland Analytics, Inc., Atlanta, GA, USA.)

Figure A.7 – Mosaic pattern of an air-filter standard

Annexe B (informative)

Mesure de la position d'un pic, de la surface nette et de leurs incertitudes

La position et la surface nette d'un pic peuvent être déterminées à l'aide de méthodes utilisant ou non un ajustement. Ces deux méthodes seront abordées dans ce document: la méthode d'intégration d'un pic simple qui peut être facilement réalisée à l'aide d'un calculateur ou d'un petit ordinateur et la méthode dans laquelle une fonction normale (gaussienne) est adaptée aux données après retrait du fond continu. Il faut noter que la méthode de mesure de la surface du pic et le type de CAN utilisés peuvent avoir une influence sur la dépendance vis-à-vis de l'énergie observée dans la correction d'empilements d'impulsions mesurée (voir 7.5). Les méthodes qui utilisent la totalité du pic spectral, y compris les traînées à basse et haute énergie, auront tendance à diminuer la dépendance vis-à-vis de l'énergie dans les corrections d'empilements. (Voir [14].)

B.1 Méthode sans ajustement du pic

Un pic spectral bien résolu typique est indiqué sur la figure B.1. La région comprenant le pic s'étend du canal L au canal R et est égale à C canaux qui permettent de définir une portion connue du pic (par exemple $\geq 99,7$ % de la surface).

La surface nette du pic est obtenue à partir de la formule:

$$N = G - C \frac{B_1 + B_2}{2c} \quad (\text{B.1})$$

où

G sont les choix bruts sous le pic;

C est le nombre de canaux dans le pic;

c est le nombre de canaux de fond de chaque côté du pic;

B_1 est la somme sur c canaux du fond continu en deçà du pic;

B_2 est la somme sur c canaux du fond continu au-delà du pic.

Le nombre de canaux dans B_1 et B_2 est déterminé par la forme du spectre dans la partie adjacente au pic et par la variation du contenu de canal à canal. Lorsque les pics ne sont pas rapprochés, le nombre des canaux est compris entre une fois et une fois et demie la valeur du LTMH du pic, avec LTMH exprimé en canaux. L'écart type mesuré associé à la surface nette A est donné par la formule:

$$s(N) = \left[G + \left[\frac{C}{2c} \right]^2 (B_1 + B_2) \right]^{0,5} \quad (\text{B.2})$$

Annex B (informative)

Measurement of peak position, net area and their uncertainties

Both nonfitting and fitting methods can be employed to measure peak position and net peak area. Two methods will be outlined here, a simple-peak integration method that can be easily carried out with a calculator or small computer and a method in which a normal (Gaussian) function is fitted to the data after the continuum has been subtracted. Note that the peak area measurement method and the type of ADC used may influence the energy dependence observed in the measured pulse pile-up correction (see 7.5). Methods that use all of the spectral peak, including low- and high-energy tails, will tend to have less energy dependence in the pile-up correction. (See [14].)

B.1 Nonfitting technique

A typical well-resolved spectral peak is illustrated in figure B1. The region comprising the peak extends from channel L to channel R and is equal to C channels that make up a known portion of the peak (e.g. $\geq 99,7$ % of the area).

The net area of the peak is then obtained from

$$N = G - C \frac{B_1 + B_2}{2c} \quad (\text{B.1})$$

where

G is the gross counts (integral) under the peak;

C is the number of channels in the peak;

c is the number of background channels on each side of the peak;

B_1 is the sum over c channels of continuum below the peak;

B_2 is the sum over c channels of continuum above the peak.

The number of channels in B_1 and B_2 is determined by the shape of the spectrum adjacent to the peak and the channel-to-channel variation in the counts. When there are no close lying peaks, the number of channels in each B_1 and B_2 is typically between 1 and 1,5 times the FWHM of the peak where the FWHM is expressed in channels. The measured standard deviation associated with the net area A is given by:

$$s(N) = \left[G + \left[\frac{C}{2c} \right]^2 (B_1 + B_2) \right]^{0,5} \quad (\text{B.2})$$

Le bruit de fond des canaux situés sous le pic peut être assimilé à une ligne droite obtenue à partir de l'ajustement linéaire de n canaux du fond continu situés de chaque côté du pic. La position de ce dernier peut maintenant être déterminée à partir du premier moment x_0 donné par:

$$x_0 = \frac{1}{N} \sum_{i=L}^{i=R} i N_i \quad (\text{B.3})$$

où

N sont les chocs nets dans la surface du pic;

N_i sont les chocs nets dans le canal i après retrait du bruit de fond.

Le carré de l'écart mesuré associé au premier moment, si N et $\sum(i N_i)$ sont indépendants, est donné par la formule:

$$s(x_0)^2 = \left[\frac{\sum(i N_i)}{N^2} \right]^2 S_N^2 + \left[\frac{1}{N^2} \right] \left\{ \sum \left[(i^2) (s_{N_i})^2 \right] \right\} \quad (\text{B.4})$$

B.2 Méthode avec ajustement du pic

Le pic d'énergie totale a une forme gaussienne avec une traînée du côté des énergies faibles due à la collection incomplète de charges dans le cristal du détecteur. En général, les traînées situées du côté des énergies fortes indiquent des taux de comptage élevés (d'autres composants mineurs ont aussi été identifiés par les spécialistes de spectrométrie gamma). Du fait de sa complexité supplémentaire et de sa dépendance du taux de comptage, on ne tentera pas ici de décrire une fonction qui s'ajusterait aux traînées des pics d'énergie totale. Une fonction gaussienne est donnée par la formule:

$$Y(x) = Y_0 e^{-(x-x_0)^2 / (2f^2)} \quad (\text{B.5})$$

où

$Y(x)$ est l'amplitude de la fonction gaussienne pour le canal x ;

x est le numéro du canal;

Y_0 est l'amplitude de la fonction gaussienne au centroïde;

x_0 est le centroïde de la fonction gaussienne;

f est la largeur de la courbe gaussienne (LTMH = 2,355 f).

Cette fonction est adaptée aux données situées dans la région du pic – après soustraction de la ligne de base – pour déterminer Y_0 , x_0 et f . Puisque x_0 et f se trouvent dans la partie exposant, il est nécessaire d'avoir une adaptation non linéaire. L'aire de la courbe de Gauss est donnée par:

$$\frac{(Y_0) (\text{LTMH})}{0,94} = \text{surface nette} \quad (\text{B.6})$$