

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61304

Première édition
First edition
1994-05

**Instrumentation nucléaire –
Ensembles de comptage à scintillation liquide –
Contrôle du fonctionnement**

**Nuclear instrumentation –
Liquid-scintillation counting systems –
Performance verification**



Numéro de référence
Reference number
CEI/IEC 61304: 1994

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 (VEI)*.

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

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

Numbering

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

Consolidated publications

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

Validity of this publication

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

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

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

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

Terminology, graphical and letter symbols

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

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

* See web site address on title page.

**NORME
INTERNATIONALE
INTERNATIONAL
STANDARD**

**CEI
IEC**

61304

Première édition
First edition
1994-05

**Instrumentation nucléaire –
Ensembles de comptage à scintillation liquide –
Contrôle du fonctionnement**

**Nuclear instrumentation –
Liquid-scintillation counting systems –
Performance verification**

© IEC 1994 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.

International Electrotechnical Commission
Telefax: +41 22 919 0300

3, rue de Varembe Geneva, Switzerland
e-mail: inmail@iec.ch IEC web site <http://www.iec.ch>



Commission Electrotechnique Internationale
International Electrotechnical Commission
Международная Электротехническая Комиссия

CODE PRIX
PRICE CODE

S

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

SOMMAIRE

	Pages
AVANT-PROPOS	6
INTRODUCTION	8
Articles	
1 Domaine d'application et objet	10
2 Référence normative	10
3 Définitions et symboles	10
3.1 Définitions	10
3.2 Symboles	12
4 Sources et matériaux	14
4.1 Matériau radioactif étalonné	14
4.2 Sources de contrôle	14
4.2.1 Source de tritium de contrôle	16
4.2.2 Source de carbone-14 de contrôle	16
4.2.3 Source de contrôle du bruit de fond	16
4.2.4 Sources de bruit de fond (blanc sans mélange coupeur)	16
4.3 Date de validité des sources de contrôle	16
4.4 Matériaux	18
4.4.1 Solutés scintillateurs organiques	18
4.4.2 Matériau radioactif	18
4.4.3 Récipient de l'échantillon	18
4.4.4 Gaz de purge	18
5 Mise en oeuvre et essais	18
5.1 Généralités	18
5.2 Procédures d'essai	18
5.2.1 Fréquence des contrôles	18
5.2.2 Contrôle de fonctionnement initial	20
5.2.3 Contrôle de fonctionnement de routine	24
6 Précautions	26
6.1 Mesures de radioactivité	26
6.1.1 Paramètres de décroissance radioactive	26
6.1.2 Demi-vies courtes par rapport au temps de comptage	26
6.1.3 Temps de résolution des ensembles de comptage	26
6.2 Taux de comptage anormal de la source de contrôle	26
6.2.1 Intégrité de la source de contrôle	26
6.2.2 Fonctionnement du photomultiplicateur et de l'amplificateur	28

CONTENTS

	Page
FOREWORD	7
INTRODUCTION	9
Clause	
1 Scope and object	11
2 Normative reference	11
3 Definitions and symbols	11
3.1 Definitions	11
3.2 Symbols	13
4 Sources and materials	15
4.1 Radioactivity standard material	15
4.2 Check sources	15
4.2.1 Tritium check source	17
4.2.2 Carbon-14 check source	17
4.2.3 Background check source	17
4.2.4 Background sources (unquenched blank)	17
4.3 Expiration date of check sources	17
4.4 Materials	19
4.4.1 Organic-scintillator solutes	19
4.4.2 Radioactive material	19
4.4.3 Sample container	19
4.4.4 Purging gas	19
5 Operations and tests	19
5.1 General	19
5.2 Test procedures	19
5.2.1 Frequency of testing	19
5.2.2 Initial performance tests	21
5.2.3 Routine performance tests	25
6 Precautions	27
6.1 Measurement of radioactivity	27
6.1.1 Nuclear decay parameters	27
6.1.2 Short half-life with respect to counting time	27
6.1.3 Counting systems resolving time	27
6.2 Abnormal check-source count rate	27
6.2.1 Integrity of the check source	27
6.2.2 Photomultiplier tube and amplifier performance	29

Articles	Pages
6.3 Taux de comptage anormal de la source de contrôle du bruit de fond	28
6.3.1 Contamination	28
6.3.2 Sources de haute activité	28
6.3.3 Chimiluminescence, phosphorescence et électricité statique	30
6.4 Précautions diverses	30
6.4.1 Pureté du soluté scintillateur organique	30
6.4.2 Bruit de fond provenant du verre à faible teneur en potassium.....	30
6.4.3 Sources de contrôle pour petits flacons	30

Annexes

A Essais statistiques de reproductibilité – Le test du χ^2 et autres critères	32
B Fiche de contrôle de fonctionnement pour compteur à scintillation liquide	38
C Propriétés physiques des scintillateurs liquides et exigences vis-à-vis du toluène	40

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61304:1994

Clause		Page
6.3	Abnormal background check-source count rate	29
6.3.1	Contamination	29
6.3.2	High-activity sources	29
6.3.3	Chemiluminescence, phosphorescence and static electricity	31
6.4	Miscellaneous precautions	31
6.4.1	Organic-scintillator solute purity	31
6.4.2	Background activity from low-potassium glass	31
6.4.3	Small-vial check sources	31
Annexes		
A	Statistical tests of reproducibility – The χ^2 test and other criteria	33
B	Performance monitoring log for liquid-scintillation counter	39
C	Physical properties of liquid scintillators and requirements for toluene acceptance	41

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61304:1994

COMMISSION ÉLECTROTECHNIQUE INTERNATIONALE

INSTRUMENTATION NUCLÉAIRE – ENSEMBLES DE COMPTAGE À SCINTILLATION LIQUIDE – CONTRÔLE DU FONCTIONNEMENT

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 1304 a été établie par le comité d'études 45 de la CEI: Instrumentation nucléaire.

Le texte de cette norme est issu des documents suivants:

DIS	Rapport de vote
45(BC)228	45(BC)265

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 et C sont données uniquement à titre d'information.

INTERNATIONAL ELECTROTECHNICAL COMMISSION

**NUCLEAR INSTRUMENTATION –
LIQUID-SCINTILLATION COUNTING SYSTEMS –
PERFORMANCE VERIFICATION**

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 1304 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(CO)228	45(CO)265

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 and C are for information only.

INTRODUCTION

Les ensembles de comptage à scintillation liquide sont largement utilisés pour le dosage des radionucléides dans les applications industrielles, en médecine nucléaire et dans les recherches biologiques. Un ensemble classique comporte un passeur d'échantillons associé à un spectromètre à scintillation liquide permettant ainsi de compter automatiquement un grand nombre d'échantillons. Le spectromètre à scintillation liquide comporte généralement une chambre de mesure, deux photomultiplicateurs horizontaux opposés, faisant face à la chambre de mesure, et l'électronique associée pour détecter et enregistrer la présence de radioactivité dans l'échantillon. La chambre de mesure peut être, soit refroidie à l'air ou réfrigérée (température contrôlée).

Le compteur à scintillation liquide est ainsi nommé parce que l'échantillon radioactif ordinaire à doser est dissous ou dispersé dans une solution contenant un ou plusieurs scintillateurs organiques. La présente Norme internationale est particulièrement utile pour le comptage du tritium et du carbone-14 mais s'applique également pour le comptage d'autres radionucléides.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61304-1:1994

INTRODUCTION

Liquid-scintillation counting systems are widely used for radionuclide assay in industrial applications, nuclear medicine and life-science research. A typical system is a combination of a sample-changing device with a liquid-scintillation spectrometer such that a number of samples may be counted automatically. The liquid-scintillation spectrometer usually consists of a sample chamber, two horizontally opposed photomultiplier tubes viewing the sample chamber and the associated electronics to detect and record the presence of radioactivity in the sample. The sample compartment may be either air-cooled or refrigerated (controlled temperature).

The liquid-scintillation counter is so named because the usual radioactive sample assayed is either dissolved or dispersed in a solution containing one or more organic scintillators. This International Standard is particularly useful for tritium and carbon-14 counting but is applicable also for counting of other radionuclides.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61304:1994

INSTRUMENTATION NUCLÉAIRE – ENSEMBLES DE COMPTAGE À SCINTILLATION LIQUIDE – CONTRÔLE DU FONCTIONNEMENT

1 Domaine d'application et objet

La présente Norme internationale fournit à l'utilisateur un moyen de vérifier le fonctionnement d'ensembles de comptage à scintillation liquide classiques. Les contrôles de fonctionnement pris en compte dans cette norme sont:

- l'efficacité de l'ensemble de comptage;
- la reproductibilité des taux de comptage des échantillons et du bruit de fond.

La présente norme ne couvre pas le calcul de l'activité pour des échantillons *additionnés de coupeur*. En conséquence, cette norme ne traite pas la préparation des échantillons, les procédures de corrélation d'efficacité (correction de coupage), ou l'identification de radionucléides inconnus.

2 Référence normative

Le document normatif suivant contient 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 l'édition la plus récente du document normatif indiqué ci-après. Les membres de la CEI et de l'ISO possèdent le registre des Normes internationales en vigueur.

CEI 582: 1977, *Dimensions des flacons utilisés dans les ensembles de comptage à scintillateur liquide*

3 Définitions et symboles

3.1 Définitions

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

source de contrôle du bruit de fond: Flacon scellé de solution de scintillation liquide sans matériau radioactif additionnel.

taux de comptage du bruit de fond (dans un compteur de radioactivité): Taux de comptage enregistré par l'instrument lors de la mesure d'une source de contrôle de bruit de fond.

source de contrôle: Source radioactive, non nécessairement étalonnée, qui sert à confirmer qu'un instrument continue à fonctionner correctement.

NUCLEAR INSTRUMENTATION – LIQUID-SCINTILLATION COUNTING SYSTEMS – PERFORMANCE VERIFICATION

1 Scope and object

The purpose of this International Standard is to provide the user with a means of verifying the performance of typical liquid-scintillation counting systems. Measures of performance considered in this standard are:

- counting system efficiency;
- reproducibility of sample and background count rates.

This standard does not cover the calculation of sample activity for *quenched* samples. Accordingly, this standard does not deal with sample preparation, efficiency correlation (quench correction) procedures, or the identification of unknown radionuclides.

2 Normative reference

The following normative document contains provisions which, through reference in this text, constitute provisions of this International Standard. At the time of publication, the edition indicated was 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 document indicated below. Members of IEC and ISO maintain registers of currently valid International Standards.

IEC 582: 1977, *Dimensions of vials for liquid scintillation counting*

3 Definitions and symbols

3.1 Definitions

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

background check source: Sealed vial of liquid-scintillation solution containing no added radioactive material.

background count rate (in radioactivity counters): Count rate recorded by the instrument when measuring a background check source.

check source: Radioactive source, not necessarily calibrated, that is used to confirm the continuing satisfactory operation of an instrument.

canal de comptage: Zone d'un spectre d'amplitude, définie entre des limites haute et base réglées par des discriminateurs.

rendement de comptage: Rapport du taux de comptage, R , au taux de désintégration, A , généralement exprimé en pourcentage:

$$E = (R/A) \times 100$$

zone de comptage: Identifie le premier et le dernier emplacement de mémoire d'une série contiguë dont les contenus sont sommés dans un analyseur multicanal.

gain d'un tube photomultiplicateur: Rapport du courant du signal de sortie à celui du signal issu de la photocathode.

solution de scintillation liquide: Solution comportant un solvant (ou un mélange de solvants) et un ou plusieurs solutés scintillants.

matériau soluté organique scintillant: Composé organique pouvant absorber de l'énergie radiante et réémettre immédiatement (typiquement en moins de 10^{-9} s) cette énergie sous forme de photons dans le domaine de l'ultraviolet.

analyseur d'amplitude: Circuit qui délivre un signal de sortie lorsqu'il reçoit un signal d'entrée dont l'amplitude tombe entre des valeurs haute et basse préétablies.

analyseur d'amplitude multicanal: Circuit acceptant toutes les impulsions d'entrée et assignant à chaque impulsion un emplacement de mémoire correspondant à son amplitude.

échantillon à scintillation coupée: Echantillon de comptage (matériau d'intérêt plus solution de scintillation liquide) qui contient des impuretés chimiques réduisant le signal photonique de sortie.

temps de résolution: Durée minimale qui doit exister entre deux événements successifs pour qu'ils soient comptés comme événements séparés.

échantillon à scintillation non coupée: Echantillon de comptage (matériau d'intérêt plus solution de scintillation liquide) qui contient un minimum de mélanges coupeurs (espèces colorées et impuretés chimiques) qui réduiraient la lumière de sortie vers le tube photomultiplicateur.

flacon: Récipient en verre ou en plastique qui satisfait aux exigences de la CEI 582.

3.2 Symboles

A = activité du radionucléide contenu dans la source de contrôle. Dans la présente norme l'activité est exprimée en désintégrations par unité de temps. (L'unité recommandée pour l'activité est le becquerel, avec $1 \text{ Bq} = 1 \text{ transition par seconde}$.)

B = taux de comptage du bruit de fond, chocs par unité de temps

E = rendement de comptage d'un ensemble $E = (R/A) \times 100$

counting channel: Region of the pulse-height spectrum that is defined by upper and lower boundaries set by discriminators.

counting efficiency: Ratio of the count rate, R , to the disintegration rate, A , usually expressed as a percentage:

$$E = (R/A) \times 100$$

counting region: Identifies the first and last memory location of a contiguous series to be summed in a multichannel analyser.

gain, photomultiplier tube: Ratio of the signal output current to the photoelectric signal current from the photocathode.

liquid-scintillation solution: Solution consisting of a solvent (or mixture of solvents) and one or more scintillator solutes.

organic-scintillator solute material: Organic compound that can absorb radiant energy and immediately (typically within 10^{-9} s) re-emit this energy as photons in the ultra-violet range.

pulse height analyser: Circuit that produces an output signal if it receives an input pulse whose amplitude falls between preset upper and lower values.

pulse height analyser, multichannel: Circuit that accepts all input pulses and assigns each pulse to a memory location corresponding to its amplitude.

quenched sample: Counting sample (material of interest plus liquid-scintillation solution) that contains chemical impurities that reduce the photon output.

resolving time: Minimum time that shall exist between successive events if they are to be counted as separate events.

unquenched sample: Counting sample (material of interest plus liquid-scintillation solution) that contains a minimum of quenching admixtures (coloured species and chemical impurities) that would reduce the light output to the photomultiplier tubes.

vial: Glass or plastic sample container which meets the dimensional specifications of IEC 582.

3.2 Symbols

A = activity of the radionuclide contained in the check source. In this standard, activity is expressed in disintegrations per unit time. (The recommended unit for activity is the becquerel, where 1 Bq = 1 transition per second.)

B = background count rate, counts per unit time

E = counting system efficiency: $E = (R/A) \times 100$

- i = mesure individuelle quelconque dans une série de mesures; est utilisé en indice, par exemple n_i
- n = nombre de mesures dans une série
- N = nombre total de chocs accumulés lors d'une manoeuvre individuelle
- R = taux de comptage net dans une mesure individuelle, chocs par unité de temps
- t = temps de comptage
- t_c = temps de comptage écoulé pour un radionucléide à vie courte, exprimé dans la même unité de temps que la demi-vie
- λ = constante de décroissance radioactive
- s = écart-type calculé d'une distribution mesurée
- $\hat{\sigma}$ = estimation de σ
- σ = écart-type *vrai* de la distribution mesurée
- $\bar{N}$ = moyenne de n mesures de N comme défini par l'équation (1)
- χ^2 = quantité statistique utilisée pour comparer la variance observée d'une distribution, avec une variance hypothétique, $\chi^2 = s^2/\sigma^2$
- X^2 = valeur calculée de χ^2 pour une distribution réelle; voir 5.2.2.4.2, équation (4).

4 Sources et matériaux

4.1 Matériau radioactif étalonné

Matériau ayant une activité spécifique connue pour un radionucléide déterminé. Un tel matériau doit être l'un ou l'autre des étalons suivants, lorsque de tels étalons sont disponibles:

- a) un matériau radioactif étalon de référence qui a été certifié par un laboratoire reconnu comme laboratoire national de normalisation d'un pays, pour les mesures de radioactivité;
- b) un matériau radioactif étalon obtenu chez un fournisseur agréé par le laboratoire national de normalisation.
Dans ce deuxième cas, il convient que la valeur d'étalonnage du fournisseur agréé concorde avec la valeur du laboratoire national de normalisation à l'intérieur de la fourchette globale d'incertitude donnée par le fournisseur dans la certification du même lot de sources ou dans la certification de sources similaires.

4.2 Sources de contrôle

Quatre types de sources de contrôle, de type flacon, peuvent être utilisées:

- A) verre scellé à la flamme (activité connue);
- B) verre scellé à la flamme (activité inconnue);
- C) verre ou plastique à bouchon vissé (activité connue);
- D) verre ou plastique à bouchon vissé (activité inconnue).

Des sources de contrôle du type A) peuvent être utilisées pour *toutes* les mesures décrites dans cette norme. De telles sources sont disponibles chez les fabricants d'appareils et les fournisseurs de produits radiochimiques. Ils sont souvent désignés comme *étalons à scintillation non coupée*.

- i = any individual measurement in a series of measurements; used as subscript notation, for example, n_i
- n = number of measurements in a series
- N = total number of counts accumulated in an individual measurement
- R = net count rate in an individual measurement, counts per unit time
- t = counting time
- t_c = elapsed counting time for a short-lived radionuclide, expressed in the same units of time as the half-life
- λ = radioactivity decay constant
- s = computed standard deviation of a measured distribution
- $\hat{\sigma}$ = an estimate of σ
- σ = *true* standard deviation for the measured distribution
- $\bar{N}$ = average of n measurements of N as defined by equation (1)
- χ^2 = statistical quantity used to compare the observed variance of a distribution with a hypothetical variance; $\chi^2 = s^2/\sigma^2$
- X^2 = computed value of χ^2 for a real distribution; see 5.2.2.4.2, equation (4)

4 Sources and materials

4.1 Radioactivity standard material

A material having a known specific activity of a specified radionuclide. Such material shall be either of the following when such standards are available:

- a) a radioactivity standard reference material that has been certified by a laboratory recognized as a country's National Standardizing Laboratory for radioactivity measurements;
- b) a radioactivity standard material that has been obtained from a supplier that participates in measurement assurance activities with the National Standardizing Laboratory. In such measurement assurance activities, the supplier's calibration value should agree with the National Standardizing Laboratory's value within the overall uncertainty stated by the supplier in its certification of the same batch of sources or in its certification of similar sources.

4.2 Check sources

Four types of check sources which are of the vial type may be used:

- A) flame-sealed glass (activity known);
- B) flame-sealed glass (activity unknown);
- C) screw-capped glass or plastic (activity known);
- D) screw-capped glass or plastic (activity unknown).

Check sources of type A) can be used for *all* measurements described in this standard. Such sources are available from instrument manufacturers and suppliers of radiochemicals. They are often designated as *unquenched standards*.

L'utilisation des types B) à D) est limitée à des essais scientifiques. Le type B) peut être utilisé partout où des données relatives sont suffisantes et où le calcul du taux de désintégration n'est pas exigé. Les types C) et D) ne doivent être utilisés que pour des essais à court terme. Les caractéristiques de scintillation de flacons à bouchon vissé peuvent changer rapidement pour différentes raisons, en particulier à cause de l'évaporation des composantes volatiles. Lorsque ces flacons en polyéthylène sont utilisés, les solvants et les solutés peuvent diffuser dans les parois, provoquant la déformation du flacon ainsi que des modifications des propriétés optiques de la paroi.

Il convient qu'un jeu donné de sources de contrôle (par exemple tritium, carbone-14, bruit de fond) soit réalisé avec le même solvant, les mêmes solutés organiques scintillants et les mêmes concentrations.

4.2.1 *Source de tritium de contrôle*

La source de tritium de contrôle doit contenir $15 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ de toluène, ayant une concentration de $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ de 2,5-diphényloxazole (PPO) par litre de toluène à 20°C . Si un scintillateur organique secondaire est incorporé, il doit se trouver à une concentration de $0,01 \text{ g/l}$ à $0,5 \text{ g/l}$. Il convient que le flacon de la source de contrôle soit purgé à l'aide d'un gaz inerte avant scellement. Le toluène tritié ayant une activité de 2 kBq à 5 kBq ($2\,000$ à $5\,000$ désintégrations par seconde) doit être contenu dans un flacon en verre de type II (voir 3.1: flacon).

4.2.2 *Source de carbone-14 de contrôle*

La source de carbone-14 de contrôle doit contenir $15 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ de toluène, ayant une concentration de $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ de PPO par litre de toluène à 20°C . Si un scintillateur secondaire est incorporé, il doit se trouver à une concentration de $0,01 \text{ g/l}$ à $0,5 \text{ g/l}$. Il convient que le flacon de la source de contrôle soit purgé à l'aide d'un gaz neutre avant scellement. Le toluène contenant du carbone-14 ayant une activité de $0,5 \text{ kBq}$ à 3 kBq (500 à $3\,000$ désintégrations par seconde) doit être contenu dans un flacon en verre de type II (voir 3.1: flacon).

4.2.3 *Source de contrôle du bruit de fond*

La source de contrôle du bruit de fond doit contenir $15 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ de toluène, ayant une concentration de $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ de PPO par litre de toluène à 20°C . Si un scintillateur secondaire est incorporé, il doit se trouver à une concentration de $0,01 \text{ g/l}$ à $0,5 \text{ g/l}$. Il convient que le flacon de la source de contrôle du bruit de fond soit purgé à l'aide d'un gaz inerte avant scellement.

4.2.4 *Sources de bruit de fond (blanc sans mélange coupeur)*

Les sources de bruit de fond scellées à la flamme sont équivalentes aux sources de contrôle de type A) sans activité ajoutée, et servent à surveiller la reproductibilité du bruit de fond du compteur. De telles sources sont vendues sous le nom de sources de bruit de fond sans mélange coupeur par les fournisseurs.

Les flacons de verre et les dimensions doivent être conformes à la CEI 582.

4.3 *Date de validité des sources de contrôle*

Toutes les sources de contrôle scellées à la flamme doivent être datées à la fabrication et il convient de ne pas les utiliser au-delà de cinq ans après scellement (les sources de contrôle ne doivent pas être entreposées à la lumière directe du soleil ou sous des lampes fluorescentes).

The use of types B) to D) is limited to specific tests. Type B) can be used wherever relative data are sufficient and no computation of the disintegration rate is required. Types C) and D) shall be used only for short-term performance tests. The scintillation characteristics of a source in screw-capped vials can change rapidly for several reasons, one of which is the evaporation of volatile components. When polyethylene vials are used, the solvents and solutes can diffuse into the walls, causing swelling of the vial as well as changes in the scintillation properties of the wall.

A given set of check sources (for example, tritium, carbon-14, background) should be made from the same solvent and organic-scintillator solutes in the same concentration.

4.2.1 *Tritium check source*

The tritium check source shall contain $15 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ of toluene with a concentration of $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ 2,5-diphenyloxazole (PPO) per litre of toluene at 20°C . If a secondary organic scintillator is included, it shall be at a concentration of $0,01 \text{ g/l} - 0,5 \text{ g/l}$. The check-source vial should be purged with inert gas before sealing. Tritiated toluene with an activity of 2 kBq to 5 kBq (2 000 to 5 000 disintegrations per second) shall be contained in a type II glass vial (see 3.1: vial).

4.2.2 *Carbon-14 check source*

The carbon-14 check source shall contain $15 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ of toluene with a concentration of $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ PPO per litre of toluene at 20°C . If a secondary scintillator is included, it shall be at a concentration of $0,01 \text{ g/l} - 0,5 \text{ g/l}$. The check-source vial should be purged with inert gas before sealing. Carbon-14 toluene with an activity of 0,5 kBq - 3 kBq (500 to 3 000 disintegrations per second) shall be contained in a type II glass vial (see 3.1: vial).

4.2.3 *Background check source*

The background check source shall contain $15 \text{ ml} \pm 0,2 \text{ ml}$ of toluene with a concentration of $5 \text{ g} \pm 1 \text{ g}$ PPO per litre of toluene at 20°C . If a secondary scintillator is included, it shall be at a concentration of $0,01 \text{ g/l}$ to $0,5 \text{ g/l}$. The background check source vial should be purged with inert gas before sealing.

4.2.4 *Background sources (unquenched blank)*

Flame-sealed background sources are equivalent to type A) check sources with no added activity, and are used to monitor the reproducibility of the counter background. Such sources are sold as unquenched background sources by commercial suppliers.

The glass vials and the dimensions shall conform to IEC 582.

4.3 *Expiration date of check sources*

All flame-sealed check sources shall be dated when made and should be used no longer than five years after sealing. (Check sources shall not be stored in direct sunlight or under fluorescent lights.)

4.4 Matériaux

4.4.1 Solutés scintillateurs organiques

Un scintillateur primaire, le 2,5-diphényloxazole (PPO), doit être utilisé pour la préparation de sources de contrôle. Les propriétés physiques de ce composé sont données dans l'annexe C. Quelques-uns des scintillateurs secondaires suivants peuvent être incorporés lors de la préparation de sources de contrôle:

- a) 1,4-bis-2-(5-phényloxazolyl)-benzène;
- b) 1,4-bis-2-(4-méthyl-5-phényloxazolyl)-benzène;
- c) p-bis-(O-méthylstyryl)-benzène.

Leurs propriétés physiques sont données en annexe C.

4.4.2 Matériau radioactif

Du toluène marqué au tritium et au carbone-14 doit être utilisé comme matériau radioactif de l'étalon.

4.4.3 Récipient de l'échantillon

Le récipient de l'échantillon doit être conforme à la CEI 582 pour les flacons en verre de type II, sauf pour ce qui concerne la hauteur totale, qui ne doit pas excéder le maximum spécifié. Pour des ensembles de comptage à petits flacons on se reportera à 6.4.3. Le verre doit être du type borosilicate à faible teneur en potassium. L'échantillon doit être contenu dans la portion cylindrique du flacon.

4.4.4 Gaz de purge

Le gaz de purge doit être un gaz inerte comme l'argon ou l'azote, avec une pureté d'au moins 99,995 %, ne contenant pas plus de 2 ppm d'oxygène et pas plus de 1 ppm d'eau.

5 Mise en oeuvre et essais

5.1 Généralités

Tous les appareils doivent être utilisés conformément aux recommandations des fabricants.

5.2 Procédures d'essai

5.2.1 Fréquence des contrôles

Le fonctionnement de l'ensemble de mesure doit être contrôlé par l'utilisateur lors de l'installation, et à la suite d'un dépannage, du remplacement des sources scellées de contrôle, ou de toute autre circonstance qui pourrait affecter la précision des données fournies par le compteur. Ces contrôles de fonctionnement sont décrits en détail en 5.2.2. De plus, un programme de contrôle-qualité doit être élaboré pour surveiller les performances de l'appareil d'un jour sur l'autre. Ces contrôles de fonctionnement de routine sont décrits en 5.2.3.

4.4 *Materials*

4.4.1 *Organic-scintillator solutes*

A primary scintillator, 2,5-diphenyloxazole (PPO), shall be used in preparing check sources. The physical properties of this compound are listed in annex C. Some of the following secondary scintillators may be included in preparing check sources:

- a) 1,4-bis-2-(5-phenyloxazolyl)-benzene;
- b) 1,4-bis-2-(4-methyl-5-phenyloxazolyl)-benzene;
- c) p-bis-(O-methylstyryl)-benzene.

Their physical properties are listed in annex C.

4.4.2 *Radioactive material*

Tritium-labelled and carbon-14-labelled toluene shall be used as radioactivity standard material.

4.4.3 *Sample container*

The sample container shall conform to IEC 582 for type II glass vials, except for the overall height, which shall not exceed the specified maximum. For small-vial counting systems, see 6.4.3. The glass shall be low-potassium, borosilicate glass. The sample shall be contained within the cylindrical portion of the vial.

4.4.4 *Purging gas*

The purging gas shall be any inert gas such as argon or nitrogen of at least 99,995 % purity, containing no more than 2 ppm oxygen and no more than 1 ppm water.

5 *Operations and tests*

5.1 *General*

All instruments shall be operated in conformance with the manufacturer's recommendations.

5.2 *Test procedures*

5.2.1 *Frequency of testing*

Instrument performance shall be monitored by the user following installation, service, replacement of sealed check sources, or any other circumstance that may affect the accuracy of the data obtained using the counter. Details of these performance tests are given in 5.2.2. In addition, a quality-control programme shall be established to monitor the day-to-day performance of the instrument. These routine performance tests are given in 5.2.3.

5.2.2 *Contrôle de fonctionnement initial*

Les essais suivants doivent être effectués par l'utilisateur lors de l'installation de l'ensemble de comptage et à la suite de chacun des événements cités ci-dessus.

- a) Détermination du rendement de comptage E de l'ensemble de comptage avec une source de contrôle de type A).
- b) Détermination, avec une source de contrôle de bruit de fond, du taux de comptage B dans chaque canal (ou région) de comptage utilisé dans les conditions normales.
- c) Estimation de la dispersion des résultats de comptage par:
 - 1) l'écart-type estimé $\hat{\sigma}$ des comptages en les supposant distribués suivant une loi de Poisson;
 - 2) détermination de l'écart-type observé s ;
 - 3) application du test du khi-deux (χ^2), ou d'un autre test, pour déterminer la reproductibilité du taux de comptage sur l'échantillon en cours de mesure.

5.2.2.1 *Rendement de comptage E pour la source de tritium de contrôle*

Utiliser une source de tritium de contrôle d'activité A connue. Régler le gain et les seuils des discriminateurs (c'est-à-dire, le canal (ou région) de comptage pour le tritium) suivant les indications du fabricant. Accumuler environ 10^5 chocs et calculer le taux de comptage net R pour l'échantillon. Calculer le rendement de comptage de l'ensemble: $E = (R/A) \times 100$.

Avec un ensemble récent classique, le rendement de comptage maximal pour le tritium, avec une source sans mélange coupeur, dépassera 60 % lorsque le canal (ou région) de comptage du tritium est réglé pour englober la majeure partie du spectre d'amplitude du tritium. Une valeur légèrement inférieure ne constituerait pas un motif de rejet de l'appareil, puisque le rendement dépend aussi de la source de contrôle (les défauts des sources de contrôle sont traités en 6.2).

5.2.2.2 *Bruit de fond de l'ensemble de comptage dans le calcul du tritium*

En utilisant les mêmes réglages de l'appareil que ci-dessus, mesurer le taux de comptage du bruit de fond B . La source de contrôle du bruit de fond a été décrite en 4.2.3. Calculer le bruit de fond à partir de comptages de 10 min. Si B dépasse 0,7 choc/s, les sources principales des impulsions de bruit de fond devront être identifiées. Certaines des causes éventuelles d'un bruit de fond élevé sont évoquées en 6.3. Si la cause du bruit de fond élevé ne peut être identifiée, il convient de consulter le fabricant.

5.2.2.3 *Rendement de comptage de l'ensemble et taux de comptage du bruit de fond pour d'autres radionucléides*

Répéter les procédures de 5.2.2.1 et 5.2.2.2 avec des canaux (ou régions) de comptage adaptés au radionucléide choisi. Si le tritium n'est pas utilisé en routine, un autre radionucléide peut lui être substitué en 5.2.2.1 et 5.2.2.2.

5.2.2 Initial performance tests

The following tests shall be performed by the user upon installation of the counting system and following any of the events set forth above.

- a) Determination of the counting system efficiency E of the type A) check source.
- b) Determination of the counting rate of a background check source B in each counting channel/region that is used under normal conditions.
- c) Estimation of dispersion in the counting data by:
 - 1) the estimated standard deviation $\hat{\sigma}$ of the counting data, assuming it to be Poisson distributed;
 - 2) determination of the observed standard deviation s ;
 - 3) completion of a chi-squared (χ^2) test, or other test, to determine the reproducibility of the measured sample count rate.

5.2.2.1 Counting system efficiency E for tritium check source

Use a tritium check source of known activity A . Set the gain and discriminator levels (that is, the tritium counting channel/region) according to the manufacturer's recommendations. Accumulate approximately 10^5 counts and compute the net sample count rate R . Compute the counting system efficiency as $E = (R/A) \times 100$.

For a typical newer system, the maximum tritium counting efficiency for an unquenched check source will be greater than 60 % when the tritium counting channel (region) is set to encompass most of the tritium pulse-height spectrum. A slightly lower value would not be grounds for rejecting the instrument, since the efficiency also depends on the check source (failures of the check source are discussed in 6.2).

5.2.2.2 Counting system background in tritium channel

Using the instrument settings described above, measure the background counting rate B . The background check source was described in 4.2.3. Compute the background from 10 min measurements. If B exceeds 0,7 counts per second, the major sources of the background counts should be identified. Some of the factors which may cause a high background are discussed in 6.3. If the cause of the high background cannot be identified, consult the manufacturer.

5.2.2.3 Counting system efficiency and background counting rate for other radionuclides

Repeat the procedures in 5.2.2.1 and 5.2.2.2 with counting channels (regions) and check sources appropriate for the radionuclide selected. If tritium is not routinely used, another radionuclide can be substituted in 5.2.2.1 and 5.2.2.2.

5.2.2.4 Reproductibilité de l'ensemble de comptage

5.2.2.4.1 Ecart-type

Un des critères majeurs de bon fonctionnement est que l'ensemble de comptage donne des résultats reproductibles. Les concepts statistiques présentés dans le présent paragraphe sont volontairement limités à ceux exigés pour effectuer un test élémentaire de la reproductibilité du compteur.

Si une source de contrôle est comptée n fois avec des temps de comptage égaux, le nombre total de chocs N_i accumulés dans le $i^{\text{ème}}$ intervalle sera distribué autour d'une certaine valeur moyenne donnée par:

$$\overline{N} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N_i \quad (1)$$

où

N_i représente une mesure individuelle quelconque de la série de mesures. La dispersion de ces valeurs mesurées ou, plus précisément, l'écart-type estimé de cette distribution, constitue une mesure de la reproductibilité de l'ensemble de comptage.

Puisque la probabilité des événements d'une décroissance radioactive est distribuée suivant une loi de Poisson, une estimation de l'écart-type pour chaque mesure est donnée par:

$$\hat{\sigma} = \sqrt{\overline{N}} \quad (2)$$

L'écart-type peut être également calculé à partir des n mesures répétitives:

$$s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (N_i - \overline{N})^2 \right]^{1/2} \quad (3)$$

Si l'écart-type des résultats s , calculé suivant la formule (3) est très supérieur à $\hat{\sigma}$ prévu par une loi de Poisson suivant l'équation (2), l'utilisateur doit trouver les causes expérimentales de l'erreur additionnelle. Il se peut, par exemple, que le passeur d'échantillons ne positionne pas le flacon de manière reproductible dans la chambre de comptage.

5.2.2.4.2 Test du khi-deux (χ^2)

Des tests statistiques, tels que le test du χ^2 , sont utilisés pour déterminer si l'ensemble fonctionne dans des limites admissibles. La valeur X^2 calculée à partir d'une distribution d'événements est donnée par:

$$X^2 = \frac{1}{\overline{N}} \sum_{i=1}^n (N_i - \overline{N})^2 \quad (4)$$

Si la valeur de X^2 se situe à l'intérieur de certaines limites, on peut dire que le compteur fonctionne de manière satisfaisante avec un niveau donné de confiance. Un exemple de l'utilisation du test du χ^2 est donné dans l'annexe A. Pour être conforme à la présente norme, un test tel que celui qui y est montré doit être effectué. Il est nécessaire de faire, au moins, 10 mesures répétitives avec N compris entre 50 000 et 500 000 chocs. L'essai doit être effectué avec une source de contrôle de type A), le réglage du canal (ou région) de comptage étant effectué conformément aux prescriptions du fabricant.

5.2.2.4 Counting system reproducibility

5.2.2.4.1 Standard deviation

A major measure of performance is that the counting system gives reproducible results. The statistical concepts presented in this subclause are necessarily limited to those required to perform a basic test of the counter reproducibility.

If a check source is counted n times, for equal counting times, the total number of counts N_i accumulated in the i^{th} interval will be distributed about some average value given by:

$$\bar{N} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N_i \quad (1)$$

where

N_i is any individual measurement of a series of measurements. The scatter in these measured values, or, more precisely, the estimated standard deviation of this distribution, is a measure of the counting system reproducibility.

Since the probability of radioactive decay events is distributed according to Poisson statistics, an estimate of the standard deviation for any single observation is given by:

$$\hat{\sigma} = \sqrt{N} \quad (2)$$

The standard deviation may also be predicted from the n replicate measurements as:

$$s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N})^2 \right]^{1/2} \quad (3)$$

If the measured standard deviation s of the data as computed from equation (3) is much greater than that predicted by Poisson statistics, $\hat{\sigma}$ of equation (2), the user shall find the cause of the additional error in the experiment. Perhaps, for example, the sample changer is not positioning the vial reproducibly in the counting chamber.

5.2.2.4.2 Chi-squared (χ^2) test

Statistical tests, such as the χ^2 tests, are used to determine whether the system is operating within allowable limits. The value X^2 computed from a sample distribution is given by:

$$X^2 = \frac{1}{\bar{N}} \sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N})^2 \quad (4)$$

If the X^2 value is within certain limits, the counter is said to be operating satisfactorily at some prescribed confidence. An example of the use of the χ^2 test is given in annex A. To conform to this standard, a test, such as the one shown there, shall be performed. At least 10 repeat measurements shall be made, with N lying between 50 000 and 500 000 counts. The test shall be performed with a type A) check source, using a counting channel (region) set according to the manufacturer's recommendations.

La valeur calculée X^2 doit se situer à l'intérieur des limites correspondant à des probabilités de 0,05 et 0,95 respectivement. Si l'ensemble ne satisfait pas à ce critère pour trois essais successifs, il convient de consulter le fabricant.

5.2.3 *Contrôle de fonctionnement de routine*

5.2.3.1 *Généralités*

Le fonctionnement de l'ensemble de comptage doit être contrôlé chaque jour lors de l'utilisation du compteur. Les essais doivent être effectués à l'aide de sources de contrôle scellées à la flamme (voir 4.2, type A) et de sources de contrôle du bruit de fond scellées à la flamme (voir 4.2.3 et 4.2.4). Les différentes informations qu'il convient de relever sont indiquées sur la fiche de contrôle de fonctionnement de l'annexe B. Il convient également de consigner les données dans des tableaux de résultats ou des graphiques. Tout changement de paramètre opératoire de l'appareil implique de commencer un nouveau tableau de résultats.

5.2.3.2 *Source de contrôle*

La source de contrôle scellée à la flamme doit être utilisée pendant toute la vie utile de la source, où la *vie utile* est une période n'excédant pas cinq ans après le scellement. La source de contrôle doit être comptée au moins une fois par jour d'utilisation de l'ensemble de comptage pendant une durée suffisante pour accumuler au moins 20 000 chocs, et au moins égale à 30 s. Le même temps de comptage doit être utilisé pour chaque mesure afin d'assurer des statistiques de comptage comparables.

5.2.3.3 *Source de contrôle du bruit de fond*

Pour la mesure du bruit de fond, on doit utiliser la même source de contrôle du bruit de fond scellée à la flamme au moins deux fois par jour, les jours où l'appareil est utilisé. Il est admis que la durée de la mesure des échantillons de bruit de fond dépendra du taux de comptage relatif des échantillons mesurés en routine. Il est conseillé cependant, pour les contrôles journaliers du bruit de fond, que les durées des comptages soient constantes, de manière à obtenir des nombres de chocs statistiquement comparables.

5.2.3.4 *Tolérances*

Après environ un mois d'utilisation, il y aura suffisamment de relevés du taux de comptage R de la source de contrôle et du taux de comptage B du bruit de fond pour avoir une estimation des écarts types s suivant l'équation (3). La tolérance à 2 s est conseillée sur les tableaux de résultats. Pour une distribution normale, 95 % des observations journalières seront à moins de 2 s de la valeur moyenne calculée. Cela veut dire que, par mois (20 jours de travail), environ une mesure de la source de contrôle active et deux mesures de la source de contrôle du bruit de fond seront en dehors des limites de tolérance.

5.2.3.5 *Résultats hors des limites de tolérance*

Si une mesure journalière de R ou de B tombe en dehors des limites de tolérance, la mesure doit être répétée immédiatement. Si la nouvelle mesure est également hors limites, vérifier les réglages de l'appareil et ensuite se reporter aux précautions indiquées en 6.2 et 6.3. Certaines variations peuvent se produire dans les valeurs moyennes de R et B . Par exemple, le bruit de fond peut chuter d'un facteur 2 sans affecter le bon fonctionnement du compteur. Le but du tableau des résultats est d'alerter l'utilisateur à propos des variations éventuelles de l'appareil ou de son environnement avant qu'un temps précieux ait été perdu.

The computed X^2 value shall fall within the limits corresponding to probabilities of 0,05 and 0,95, respectively. If the system fails to meet this criterion in three successive trials, consult the manufacturer.

5.2.3 *Routine performance tests*

5.2.3.1 *General*

The performance of the counting system shall be monitored on a daily basis during periods in which the counter is in use. The tests shall be performed using flame-sealed check sources (see 4.2, type A)) and flame-sealed background check sources (see 4.2.3 and 4.2.4). The information that should be recorded is shown on the sample quality control record in annex B. The data should also be recorded on control charts. If any instrument operating parameter is changed, a new control chart should be started.

5.2.3.2 *Check source*

The flame-sealed check source shall be used throughout the useful life of the source, where *useful life* is a period not to exceed five years after the sealing. The check source shall be counted at least once each day in which the counting system is in use, for a counting time sufficient to accumulate a minimum of 20 000 counts and a minimum counting time of 30 s. The same counting time shall be used for each measurement to ensure comparable counting statistics.

5.2.3.3 *Background check source*

The same flame-sealed background check source shall be used at least twice daily for background measurements for days when the instrument is in use. It is recognized that the amount of time spent measuring background samples will depend on the relative count rates of the routine samples. For the daily background performance check, however, the counting time per measurement should be constant so as to achieve a statistically comparable number of counts.

5.2.3.4 *Control chart limits*

After about one month of operation, there will be enough observations of check-source count rate R and background count rate B to allow estimates of the standard deviation s for the distributions using equation (3). The $2s$ limits should be used for the control charts. For a normal distribution, 95 % of the daily observations will lie within $2s$ of the calculated mean value. This means that only about one measurement per month (20 working days) for the active check sources and about two measurements of the background check source will fall outside the control limits.

5.2.3.5 *Results outside control limits*

If a daily measurement of R or B falls outside the control limits, the measurement shall be repeated immediately. If the repeat measurement is also outside the limits, check instrument settings and then refer to precautions listed in 6.2 and 6.3. Some real changes in the mean value for R or B may occur. For example, the background may drop by a factor of 2 without affecting the performance of the counter. The purpose of the control chart is to alert the user to possible changes in the instrument or the surroundings before valuable time is lost.

NOTE – Dans les laboratoires comportant plusieurs ensembles de comptage, il convient qu'un jeu unique de sources de contrôle, incluant une source de bruit de fond, soit attribué en propre à chaque ensemble.

6 Précautions

6.1 Mesures de radioactivité

6.1.1 Paramètres de décroissance radioactive

Lorsqu'on mesure des sources de contrôle de radionucléides à vie courte tels que ^{32}P et ^{125}I , il devient nécessaire de corriger les données recueillies pour les ramener à une date commune, afin de permettre les comparaisons.

Le taux de comptage observé à un instant t peut être relié à celui relatif à une date de référence, t_r , par la loi de décroissance de la radioactivité:

$$R_{t_r} = R_t e^{-\lambda(t-t_r)} \quad (5)$$

où λ est la constante de décroissance de la radioactivité.

6.1.2 Demi-vies courtes par rapport au temps de comptage

Il peut arriver que des mesures soient effectuées sur des radionucléides à demi-vie courte pour lesquelles le temps de comptage est une fraction appréciable de la demi-vie. Le taux de comptage au début de la mesure $R_{t=0}$ peut être calculé à partir du taux de comptage observé R_{obs} à l'aide de l'équation:

$$R_{t=0} = R_{\text{obs}} \left[\frac{\lambda t_c}{(1 - e^{-\lambda t_c})} \right] \quad (6)$$

où t_c est, dans ce cas, le temps de comptage exprimé dans la même unité que la demi-vie.

6.1.3 Temps de résolution des ensembles de comptage

Pendant la durée mise par le spectromètre pour traiter un événement incident, l'ensemble de comptage est dit *mort*, c'est-à-dire que les impulsions arrivant à l'amplificateur pendant cet intervalle de temps (typiquement 0,5 μs à 2 μs pour des compteurs à scintillation liquide commerciaux) ne seront pas comptées. Des méthodes de mesure et de correction du temps mort existent dans la littérature, mais elles dépassent le cadre de la présente norme. Cependant, afin de minimiser les erreurs dues au temps mort, il convient que l'activité des sources de contrôle ne dépasse pas 10 kBq (10^4 désintégrations par seconde).

6.2 Taux de comptage anormal de la source de contrôle

6.2.1 Intégrité de la source de contrôle

Des résultats anormaux peuvent résulter de la détérioration de la source de contrôle. Les sources de contrôle scellées à la flamme doivent être entreposées dans un endroit frais et sombre pour éviter la décomposition thermique ou photochimique du (des) scintillateur(s).

Lorsque des sources de type C) et D) sont utilisées, il faut faire preuve de la plus grande attention lors de mesure de radionucléides qui ont tendance à précipiter ou à se déposer sur les parois du récipient.

NOTE – For laboratories with multiple counting systems, each system should have assigned to it a single set of check sources, including a background source.

6 Precautions

6.1 Measurement of radioactivity

6.1.1 Nuclear decay parameters

When measuring check sources of short half-life radionuclides such as phosphorus-32 and iodine-125, it will be necessary to correct the observed data to a common date for comparison purposes.

Count rates observed at time t may be related to those at a reference date t_r by the radioactive decay law:

$$R_{t_r} = R_t e^{-\lambda(t - t_r)} \quad (5)$$

where λ is the radioactivity decay constant.

6.1.2 Short half-life with respect to counting time

Occasionally, measurements will be made on a short half-life radionuclide in which the counting time is an appreciable fraction of the half-life. The count rate at the beginning of the measurement $R_{t=0}$ may be computed from the observed count rate R_{obs} by the equation:

$$R_{t=0} = R_{obs} \left[\frac{\lambda t_c}{(1 - e^{-\lambda t_c})} \right] \quad (6)$$

where, in this case, t_c is the counting time expressed in the same units as the half-life.

6.1.3 Counting systems resolving time

During the time period in which the spectrometer is recording an incoming event, the counting system is said to be *dead*, that is, pulses arriving at the amplifier during this time interval (typically 0.5 μ s - 2 μ s for commercial liquid-scintillation counters) will not be counted. Methods for measuring and correcting the dead time are given in the literature and are beyond the scope of this standard. However, in order to minimize dead-time errors, the activity of check sources should not exceed 10 kBq (10^4 disintegrations per second).

6.2 Abnormal check-source count rate

6.2.1 Integrity of the check source

Abnormal results may indicate deterioration of the check source. Flame-sealed check sources shall be stored in a cool, dark area to prevent thermal and photochemical decomposition of the scintillator(s).

When check sources of type C) or D) are used, care shall be exercised in the measurement of radionuclides which have a tendency to precipitate, or to *plate out* on the walls of the container.

6.2.2 *Fonctionnement du photomultiplicateur et de l'amplificateur*

Le photomultiplicateur convertit les photons émis par le(s) scintillateur(s) en photo-électrons dont le nombre est proportionnel au nombre de photons collectés. Les performances de l'ensemble de comptage dépendent de la conservation de cette proportionnalité et des erreurs systématiques de mesure peuvent se produire si cette relation n'est plus vérifiée.

Les échantillons avec des taux de comptage trop élevés, ainsi que les dérives électroniques, se révèlent être les causes majeures des dérives des photomultiplicateurs qui conduisent à des résultats de comptage non reproductibles. Il convient pour les utilisateurs de vérifier avec le fabricant l'activité limite admise par l'ensemble de comptage.

6.2.2.1 *Linéarité*

Le potentiel (ou tension) des dynodes du photomultiplicateur est stable dans des conditions de comptage normales. Des non-linéarités peuvent se produire dans la réponse du photomultiplicateur lors du comptage d'échantillons hautement actifs (dépassant 20 kBq ou 20 000 désintégrations par seconde). Certaines impulsions qui seraient normalement collectées à faible taux de comptage peuvent être perdues dans le processus de multiplication. Des non-linéarités peuvent être également provoquées par des variations du potentiel d'équilibre des dynodes dues à la persistance d'impulsions de grande amplitude.

6.2.2.2 *Dérive du gain à fort taux de comptage*

Le comptage d'échantillons hautement actifs (plus de 20 kBq ou 20 000 désintégrations par seconde) peut provoquer une variation significative des potentiels des dynodes par rapport à leur valeur d'équilibre, ce qui conduit à une dérive du gain. Dans certains cas on observe un effet d'hystérésis. Quelques heures peuvent être nécessaires pour que le photomultiplicateur se stabilise et que les dynodes retrouvent leur potentiel normal d'équilibre. Certaines structures de photomultiplicateur peuvent ne pas récupérer totalement et l'effet d'hystérésis peut persister, provoquant une augmentation du bruit de fond.

6.2.2.3 *Fatigue du photomultiplicateur*

Les structures de photomultiplicateur non conçues pour véhiculer les courants élevés qu'elles supportent pendant le comptage d'échantillons hautement actifs peuvent présenter un phénomène de fatigue. La fatigue d'un photomultiplicateur est caractérisée par une variation du gain accompagnée d'un changement du courant du tube à la suite du comptage d'un échantillon hautement actif.

6.3 *Taux de comptage anormal de la source de contrôle du bruit de fond*

6.3.1 *Contamination*

La contamination constitue la cause principale d'une augmentation du bruit de fond. Il convient de faire très attention à ne pas contaminer le compteur.

6.3.2 *Sources de haute activité*

Des fluctuations du bruit de fond peuvent être provoquées par le déplacement de sources de haute activité (des sources d'irradiation de ^{60}Co par exemple) dans une salle voisine ou par la présence d'échantillons émetteurs γ , ou encore par des sources moins évidentes de bruit de fond.

6.2.2 *Photomultiplier tube and amplifier performance*

The photomultiplier tube converts photons emitted by scintillator(s) into photoelectrons proportionate in number to the number of photons collected. Performance of the counting system is dependent on the maintenance of this relationship and systematic errors of measurement can occur when this relationship is violated.

Excessive sample count rates and electronic drift appear to be major causes of non-linear performance of photomultiplier tubes which leads to non-reproducible counting results. The user is advised to verify with the manufacturer the sample activity limits of the counting system.

6.2.2.1 *Linearity*

The dynode potential or voltage of the photomultiplier tube is basically at equilibrium under normal counting conditions. Non-linearity in photomultiplier tube performance can arise from counting a highly active sample (in excess of 20 kBq or 20 000 disintegrations per second). Pulses can be lost in the amplification process that would normally be collected at a lower count rate. Non-linearity can also be produced by changes in dynode voltage from their equilibrium value due to persistent high-amplitude pulses.

6.2.2.2 *Gain shift at high count rates*

The counting of a highly active sample (in excess of 20 kBq or 20 000 disintegrations per second) can cause a significant variation in dynode potential from its equilibrium value leading to a gain shift. In some situations, a hysteresis effect can be observed. The photomultiplier tube can require a few hours to stabilize and reach its normal equilibrium dynode potential. Some photomultiplier tube structures may not fully recover and the hysteresis effect can remain, resulting in increased background noise.

6.2.2.3 *Photomultiplier tube fatigue*

Photomultiplier tube structures not designed to handle the high current sustained during counting of a highly active sample can become fatigued. Photomultiplier tube fatigue is characterized by the variation in gain that accompanies a large change in photomultiplier tube current as a result of counting a highly active sample.

6.3 *Abnormal background check-source count rate*

6.3.1 *Contamination*

The most serious cause of an increased background is contamination. Care should be employed in order to avoid contaminating the counter.

6.3.2 *High-activity sources*

Fluctuations in the background count rate can be caused by movement of high activity sources (such as cobalt-60 irradiation sources) in a nearby room or by the presence of gamma-ray-emitting samples, as well as other less obvious sources of background counts.

6.3.3 *Chimiluminescence, phosphorescence et électricité statique*

La chimie de l'échantillon en comptage peut provoquer l'émission de luminescence, capable d'altérer de manière significative le taux de comptage observé sur l'échantillon. De même, des décharges d'électricité statique se produisant sur la surface du flacon de l'échantillon, à l'intérieur de la chambre de mesure, peuvent altérer le taux de comptage mesuré. Des méthodes pour éliminer ces phénomènes non radioactifs gênants, sont décrites dans la littérature scientifique.

6.4 *Précautions diverses*

6.4.1 *Pureté du soluté scintillateur organique*

Les scintillateurs organiques disponibles commercialement peuvent nécessiter une recristallisation pour atteindre les impératifs de pureté donnés dans l'annexe C.

6.4.2 *Bruit de fond provenant du verre à faible teneur en potassium*

Pour des flacons différents, on peut s'attendre à des taux de comptage de bruit de fond variables dans le canal tritium en raison de concentrations différentes de radium, de thorium, d'uranium et de potassium des verres borosilicates à faible teneur en potassium.

6.4.3 *Sources de contrôle pour petits flacons*

Pour les ensembles de comptage à petits flacons qui n'acceptent pas les flacons de type II, il convient d'utiliser des flacons en verre borosilicate. Pour déterminer les dimensions appropriées des flacons et leur volume optimal, consulter la notice du fabricant de l'appareil. La composition chimique et la préparation de la source de contrôle doivent être identiques à celles spécifiées en 4.2.1 et 4.2.2, avec la réduction corrélative de volume.

IECNORM.COM : Click to view the full PDF of IEC 61304:1994

6.3.3 *Chemiluminescence, phosphorescence and static electricity*

The chemistry of the sample being counted can result in the generation of luminescence which can significantly alter the observed sample count rate. Also, discharge of static electricity, generated on the surface of the sample vial, within the counting chamber can alter the observed sample count rate. Methods for eliminating these troublesome non-radioactive phenomena can be found in the open literature.

6.4 *Miscellaneous precautions*

6.4.1 *Organic-scintillator solute purity*

Commercially available organic scintillators may require recrystallization to meet the purity requirements listed in annex C.

6.4.2 *Background activity from low-potassium glass*

For different vials, one can expect a range of values for the background count rate in the tritium channel due to varying concentrations of radium, thorium, uranium and potassium in the low-potassium, borosilicate glass.

6.4.3 *Small-vial check sources*

For the small-vial counting systems that do not accept the type II vial, sealed borosilicate-glass vials should be used. To determine appropriate vial dimensions and the optimum volume, consult the operating manual or the instrument manufacturer. The chemical composition and preparation of the check source shall be the same as that specified in 4.2.1 and 4.2.2 with appropriate volume reduction.

Annexe A (informative)

Tests statistiques de reproductibilité – Le test du χ^2 et autres critères

A.1 Source de contrôle

Une source de contrôle de ^3H scellée à la flamme ayant une activité d'environ 2×10^3 désintégration par seconde est choisie. Le taux de comptage net R est de l'ordre de 1 000 coups par seconde. Ainsi $R \gg B$ et $R + B \cong R$.

A.2 Mesures

Le compteur est réglé pour ^3H , conformément aux recommandations du fabricant et dix mesures de 1 min sont effectuées. Après chaque mesure, l'échantillon est retiré de la chambre de mesure, puis replacé (afin de contrôler la reproductibilité du positionnement de l'échantillonnement par rapport au photomultiplicateur).

A.3 Résultats et calculs

Soit N_i le nombre de chocs accumulés pendant une mesure de 60 s et soit $n = 10$ le nombre de mesures. Les résultats des 10 mesures et les écarts par rapport à la valeur moyenne sont indiqués dans le tableau A.1.

A.3.1 Equation 1

Calcul de la valeur moyenne $\bar{N}$:

$$\bar{N} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N_i = \frac{503\,480}{10} = 50\,348 \text{ chocs}$$

A.3.2 Equation 2

Calcul de l'écart-type estimé pour une distribution de Poisson:

$$\hat{\sigma} = \sqrt{\bar{N}} = \sqrt{50\,348} = 224 \text{ chocs}$$

A partir de N et $\hat{\sigma}$ on calcule l'écart-type relatif ETR :

$$ETR = \frac{\hat{\sigma}}{\bar{N}} \cdot 100 \% = \frac{224}{50\,348} \cdot 100 \% = 0,44 \%$$

Annex A (informative)

Statistical tests of reproducibility – The χ^2 test and other criteria

A.1 Check source

A flame-sealed ^3H check source is chosen having an activity of about 2×10^3 disintegrations per second. The net count rate R is about 1 000 counts per second. Thus $R \gg B$ and $R + B \cong R$.

A.2 Measurements

The counter is set according to the manufacturer's recommendations for ^3H , and ten 1 min counts are taken. After each measurement, the sample is removed from the sample chamber and then replaced (to test the reproducibility of positioning of the sample relative to the photomultiplier tubes).

A.3 Results and calculations

Let N_i be the number of counts accumulated in a 60 s count and let $n = 10$ be the number of determinations. The results for the 10 determinations and the deviations from the mean are shown in table A.1.

A.3.1 Equation 1

Calculation of the mean value $\bar{N}$:

$$\bar{N} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n N_i = \frac{503\,480}{10} = 50\,348 \text{ counts}$$

A.3.2 Equation 2

Calculation of the estimated standard deviation for a Poisson distribution:

$$\hat{\sigma} = \sqrt{\bar{N}} = \sqrt{50\,348} = 224 \text{ counts}$$

From N and $\hat{\sigma}$ the relative standard deviation RSD is calculated:

$$RSD = \frac{\hat{\sigma}}{\bar{N}} \cdot 100\% = \frac{224}{50\,348} \cdot 100\% = 0,44\%$$

A.3.3 Equation 3

Calcul de l'écart-type observé pour la distribution mesurée:

$$s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N})^2 \right]^{1/2} = \sqrt{\frac{621\,686}{9}} = 263 \text{ chocs}$$

$$ETR_{\text{obs}} = \frac{s}{N} \cdot 100 \% = \frac{263}{50\,348} \cdot 100 \% = 0,52 \%$$

A.3.4 Equation 4

La valeur de χ^2 :

$$\chi^2 = \frac{1}{N} \sum_{i=1}^n (N_i - \bar{N})^2 = \frac{621\,686}{50\,348} = 12,3 \quad (4)$$

A.4 Décision sur les performances du système de comptage basée sur des statistiques: le test du χ^2

Le test du χ^2 est une méthode utile pour détecter un comportement non statistique. La distribution des χ^2 est connue et ses valeurs existent sous forme de tableaux. Le tableau A.2, qui donne les valeurs de χ^2 , indique les valeurs de rejet en fonction des différents niveaux de confiance correspondant au nombre de mesures. Une probabilité comprise entre 0,05 et 0,95 est considérée comme une indication du bon fonctionnement probable du système de comptage. Le χ^2 observé est de 12,3, ce qui pour $n = 10$ est compris entre les pourcentages de 16,9 et 3,3 indiqués dans le tableau A.2.