

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen

Teil 12: Entfaltung von Spektren

DIN
25482-12

ICS 17.240

Detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements —
Part 12: Unfolding of spectra

Limite de détection et seuil de décision d'une mesure de rayonnements
ionisants — Partie 12: Déconvolution de spectre

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	3
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	4
4 Größen und Formelzeichen	5
5 Grundlagen	7
5.1 Allgemeines	7
5.2 Aufstellung des Modells	7
5.3 Vorbereitung der Eingangsdaten	8
5.4 Entfaltung des Spektrums	9
5.5 Numerische Berechnung von Unsicherheiten	11
5.6 Vorbereitung zur Ermittlung der charakteristischen Grenzen	11
5.7 Lineare Spektrumsentfaltung	12
6 Charakteristische Grenzen	12
6.1 Allgemeines	12
6.2 Erkennungsgrenze	13
6.3 Nachweisgrenze	13
6.4 Vertrauensgrenzen	14
7 Festlegungen und Beurteilungen	14
7.1 Vorgaben	14
7.2 Beurteilung des Messverfahrens	14
7.3 Beurteilung eines Messergebnisses	14
8 Prüfbericht	15
Anhang A (informativ) Anwendungen	16
A.1 Lineare Entfaltung von Alpha-Spektren	16
A.2 Lineare Entfaltung von Gamma-Spektren	17
A.3 Nichtlineare Entfaltung von Spektren	18
Anhang B (informativ) Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung	19
Tabelle B.1 — Verteilungsfunktion $\Phi(t)$ der standardisierten Normalverteilung aus [14]	20

Fortsetzung Seite 2 bis 20

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) – FB Kerntechnik – im DIN Deutsches Institut für Normung e. V.

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 722 „Radioaktivitätsmessung in der Umwelt und Nachweisgrenzen“ des Fachbereiches Kerntechnik im Normenausschuss Materialprüfung (NMP), erarbeitet.

DIN 25482 „Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen“ besteht aus:

- Teil 1: *Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses*
- Beiblatt 1 zu Teil 1: *Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses; Erläuterungen und Beispiele*
- Teil 2: *Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses*
- Beiblatt 1 zu Teil 2: *Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses; Erläuterungen und Beispiele*
- Teil 3: *Messungen mit linearen, analog arbeitenden Zählratenmessgeräten (Ratemeter)*
- Teil 4: *Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung von Probenbehandlungs- und Geräteeinflüssen*
- Teil 5: *Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses*
- Beiblatt 1 zu Teil 5: *Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses; Beispiele und Erläuterungen*
- Teil 6: *Zählende Messungen mit Berücksichtigung des Probenbehandlungs- und Geräteeinflusses*
- Beiblatt 1 zu Teil 6: *Zählende Messungen mit Berücksichtigung des Probenbehandlungs- und Geräteeinflusses; Erläuterungen und Beispiele*
- Teil 7: *Zählende Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe*
- Teil 10: *Allgemeine Anwendungen*
- Teil 11: *Messungen mit Albedo-Dosimetern*
- Teil 12: *Entfaltung von Spektren*
- Teil 13: *Zählende Messungen an bewegten Objekten*

Auf der Grundlage von DIN 25482-10 wird die Berechnung der Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensgrenzen (im Folgenden kurz charakteristische Grenzen genannt) unter Berücksichtigung der Messunsicherheiten (im Folgenden Unsicherheiten genannt) durchgeführt, die im Rahmen der Auswertung der Messung nach DIN 1319-4 ermittelt werden. Die Entfaltung eines Vielkanalspektrums ist eine lineare oder nichtlineare Ausgleichsrechnung für die beteiligten Messgrößen.

Diese Norm basiert auf Verfahren der Bayes-Statistik [1] [2] [3] [4] [5], damit bei ihrer Anwendung auch unsichere Größen und Einflüsse berücksichtigt werden können, die sich bei mehrmals wiederholten oder bei zählenden Messungen nicht zufällig verhalten.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt für spektrometrische Kernstrahlungsmessungen Grenzen fest, die eine Beurteilung der Nachweismöglichkeiten von physikalischen Effekten erlauben, die durch Entfaltung eines gemessenen Vielkanalspektrums ermittelt werden, z. B. aus der Nettofläche einer spektralen Linie in einem Alpha- oder Gammaspektrum. Durch Anwendung auf eine oder mehrere Linien eines Radionuklids kann auch die Aktivität oder Aktivitätskonzentration dieses Radionuklids mit Hilfe eines geeigneten Modells ermittelt werden.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation (einschließlich Änderungen).

DIN 1319-1, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 1: Grundbegriffe*.

DIN 1319-4, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 4: Auswertung von Messungen, Messunsicherheit*.

DIN 13303-1, *Stochastik — Wahrscheinlichkeitstheorie, Gemeinsame Grundbegriffe der mathematischen und der beschreibenden Statistik – Begriffe und Zeichen*.

DIN 13303-2, *Stochastik — Mathematische Statistik, Begriffe und Zeichen*.

DIN 25482-2, *Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses*.

DIN 25482-4, *Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Teil 4: Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung von Probenbeeinflussungs- und Geräteeinflüssen*.

DIN 25482-5, *Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses*.

DIN 25482-10, *Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Teil 10: Allgemeine Anwendungen*.

DIN 55350-21, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe der Statistik, Zufallsgrößen und Wahrscheinlichkeitsverteilungen*.

DIN 55350-22, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe der Statistik, Spezielle Wahrscheinlichkeitsverteilungen*.

DIN 55350-23, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe der Statistik, Beschreibende Statistik*.

DIN 55350-24, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Begriffe der Statistik, Schließende Statistik*.

DIN 55350-34, *Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Erkennungsgrenze, Erfassungsgrenze und Erfassungsvermögen*.

[1] P. M. Lee: *Bayesian Statistics: An Introduction*. Oxford University Press (New York) 1989.

[2] K. Weise, W. Wöger: *Messunsicherheit und Messdatenauswertung*. Wiley-VCH (Weinheim) 1999.

[3] K. Weise, W. Wöger: *Eine Bayessche Theorie der Messunsicherheit*. PTB-Bericht N-11, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Braunschweig) 1992; *A Bayesian theory of measurement uncertainty*. Meas. Sci. Technol. 4; 1–11; 1993.

[4] K. Weise: *Bayesian-statistical decision threshold, detection limit and confidence interval in nuclear radiation measurement*. Kerntechnik 63; 214–224; 1998.

- [5] D. Wickmann: Bayes-Statistik. *Mathematische Texte, Band 4*, Herausgeber: N. Knocke, H. Scheid, BI Wissenschaftsverlag, Bibliographisches Institut und F. A. Brockhaus (Mannheim, Wien, Zürich) 1990.
- [6] *Internationales Wörterbuch der Metrologie – International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology*. DIN Deutsches Institut für Normung e.V. (Herausgeber), Beuth Verlag (Berlin, Köln) 1994; *International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology*. ISO International Organization for Standardization (Genf) 1993.
- [7] *Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen*. Beuth Verlag (Berlin, Köln) 1995; *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement*. ISO International Organization for Standardization (Genf) 1993, korrigierter Neudruck 1995.
- [8] K. Weise, R. Michel: *Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensbereich in der allgemeinen Kernstrahlungs-Spektrometrie*, *Kerntechnik* 60; Nr. 4; 189–196; 1995.
- [9] O. Mende, R. Michel, K. Kirchhoff, K. Weise: *Untersuchungen zur Festlegung von Erkennungs- und Nachweisgrenzen sowie Vertrauensbereichen bei alphaspektrometrischen Kernstrahlungsmessungen*. In: W. Koelzer, R. Maushart (Herausgeber): *Strahlenschutz: Physik und Meßtechnik*. 26. Jahrestagung des Fachverbandes für Strahlenschutz e.V., Karlsruhe, 24.-26. Mai 1994, Vol. 1; 254–259; TÜV Rheinland (Köln) 1994.
- [10] W. Westmeier: *Computerized analysis of alpha-particle spectra*. *Int. J. Appl. Rad. Isot.* 35, 263; 1984.
- [11] W. Westmeier: *The fitting of solid state detector spectra*. *Nucl. Instr. Meth. Phys. Res.* A242; 437; 1986.
- [12] G. Bortels, P. Collaers: *Analytical function for fitting peaks in alpha-particle spectra from Si-detectors*. *Int. J. Appl. Rad. Isot.* 38; 831; 1987.
- [13] M. Abramowitz, I. Stegun: *Handbook of Mathematical Functions*. 5. Auflage, Kap. 26, Dover Publications (New York) 1968.
- [14] F. Kohlrausch: *Praktische Physik*. 24. Auflage, Band 3, S. 613. B.G. Teubner (Stuttgart) 1996.

3 Begriffe

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Begriffe nach DIN 25482-10, die Begriffe der Stochastik nach DIN 13303-1, DIN 13303-2, DIN 55350-21, DIN 55350-22, DIN 55350-23, DIN 55350-24 sowie DIN 55350-34, die Begriffe der Metrologie nach DIN 1319-1 und DIN 1319-4 sowie nach [6] und die folgenden:

3.1

Spektrometrische Messung (bei Entfaltung von Spektren)

Energie- oder zeitauflösende Messung der Kernstrahlung

ANMERKUNG Beispiele für spektrometrische Messungen sind gammaspektrometrische Messungen von Radionuklid-
den mit Halbleiterdetektoren oder Szintillationszählern oder neutronenspektrometrische Messungen mit Bonnerkugel-
Detektorsystemen.

3.2

Messgröße (bei Entfaltung von Spektren)

Zu ermittelnder Parameter eines Spektrums

ANMERKUNG 1 Die Messgröße ist eine Ergebnisgröße der Entfaltung.

ANMERKUNG 2 Spektrumsparameter sind z. B. die Intensität einer Linie in einem Spektrum über dem Untergrund
oder die Höhe des Untergrunds oder nicht bekannte Parameter einer Ansprechmatrix des Spektrometers.

ANMERKUNG 3 Eine Messgröße in dieser Norm ist nichtnegativ und quantifiziert einen Kernstrahlungs-Effekt. Hat sie
den Wert null, so liegt dieser Effekt nicht vor.

3.3

Entfaltung

Auswertung eines gemessenen Vielkanal-Kernstrahlungsspektrums mittels einer Ausgleichsrechnung

ANMERKUNG 1 Ausgeglichen werden Mess- oder Schätzwerte von ausgewählten, mit Unsicherheiten behafteten Eingangsgrößen der Entfaltung (siehe 5.2). Jedem Kanal eines auszuwertenden Vielkanalspektrums wird eine Eingangsgröße zugeordnet. Ergebnisgrößen der Entfaltung sind die Messgrößen nach 3.2.

ANMERKUNG 2 Die Ausgleichsrechnung ist häufig nichtlinear.

4 Größen und Formelzeichen

Die Formelzeichen für Hilfsgrößen sowie die nur in den informativen Anhängen A und B benutzten Formelzeichen sind hier nicht aufgeführt.

A Ansprechmatrix eines Spektrometers

E Operator zur Bildung des Erwartungswertes einer Zufallsvariablen

F, G, H, M Modellfunktionen als Spaltenmatrizen

F_x Matrix der partiellen Ableitungen der Funktionen F_i , $F_x = (\partial F_i / \partial x_k)$

F_y Matrix der partiellen Ableitungen der Funktionen F_i , $F_y = (\partial F_i / \partial y_k)$

g bester Schätzwert für den wahren Wert der Messgröße

i, j, k, l allgemeine Laufindizes, z. B. für die Kanalnummer in einem Vielkanalspektrum aus einer spektrometrischen Kernstrahlungsmessung

k_p Quantil der standardisierten Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit p (z. B. $p = 1 - \alpha, 1 - \beta$ oder $1 - \gamma/2$)

m Anzahl der Kanäle in einem Vielkanalspektrum oder Anzahl der Eingangsgrößen

n Anzahl der Ergebnisgrößen

N_i Poisson-verteilte Zufallsvariable der während der Messdauer t gezählten Impulse im Kanal i ($i = 1, \dots, m$)

n_i Anzahl der während der Messdauer t gezählten Impulse im Kanal i

s Anzahl der Eingangsgrößen, die nicht in die Ausgleichsrechnung mit einbezogen werden

t Messdauer

U_x Unsicherheitsmatrix von X

U_y Unsicherheitsmatrix von Y

$u(g)$ Standardunsicherheit zum Schätzwert g

$u(x_i)$ Standardunsicherheit der Eingangsgröße X_i zum primären Messergebnis x_i

$u(y_k)$ Standardunsicherheit der Ergebnisgröße Y_k zum Schätzwert y_k

$u(z_i)$ Standardunsicherheit zum ausgeglichenen Wert z_i

$\mathbf{v}$	Spaltenmatrix aller Schätzwerte der Eingangsgrößen; $\mathbf{v} = (v_1 \dots v_{m+s})^T = (x_1 \dots x_m \ w_1 \dots w_s)^T$
W_j	nicht auszugleichende Eingangsgröße der Auswertung ($j = 1, \dots, s$)
w_j	Schätzwert der Eingangsgröße W_j
$\mathbf{X}$	Spaltenmatrix der X_i
$\mathbf{x}$	Spaltenmatrix der x_i
X_i	auszugleichende Eingangsgröße der Auswertung ($i = 1, \dots, m$)
x_i	Messwert oder Schätzwert der Eingangsgröße X_i ; primäres Messergebnis für X_i
Y	Zufallsvariable als Erkennungsgröße; Schätzer für die Messgröße
$\mathbf{y}$	Spaltenmatrix der y_i
y	ermittelter Wert der Erkennungsgröße Y
y^*	Erkennungsgrenze für die Messgröße
Y_k	Ergebnisgröße ($k = 1, \dots, n$)
$\mathbf{Y}_k$	Spaltenmatrix der Y_k
y_k	Schätzwert der Ergebnisgröße Y_k
$\mathbf{y}'$	Spaltenmatrix $\mathbf{y}$ nach der Ersetzung von y_1 durch einen anderen Wert
$\mathbf{z}$	Spaltenmatrix der z_i
z_i	ausgeglichener Wert, verbesserter Schätzwert für X_i
α	Wahrscheinlichkeit des Fehlers erster Art
β	Wahrscheinlichkeit des Fehlers zweiter Art
$1-\gamma$	Wahrscheinlichkeit zum Vertrauensbereich
$\Phi(t)$	Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung, $\Phi(k_p) = p$ (siehe Anhang B)
$\hat{\eta}$	Zufallsvariable als Schätzer für die Messgröße
	ANMERKUNG Werte für Y können negativ sein, Werte für $\hat{\eta}$ sind nicht negativ.
η	Wert des Schätzers $\hat{\eta}$ für die Messgröße, wahrer Wert der Messgröße
η^*	Nachweisgrenze für die Messgröße
η_u, η_o	untere bzw. obere Vertrauensgrenze für die Messgröße
$\tilde{u}(\eta)$	Standardunsicherheit der Erkennungsgröße Y als Funktion des wahren Wertes η der Messgröße