

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen

Zählende spektrometrische Messungen
ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses

DIN
25 482
Teil 2

Limit of detection and limit of decision for nuclear radiation measurements; counting spectrometric measurements, neglecting the influence of sample treatment

Inhalt

	Seite		Seite
1 Anwendungsbereich	2	5 Anwendung dieser Norm	4
2 Zweck	2	5.1 Vorgaben	4
3 Begriffe und Formelzeichen	2	5.2 Festlegung der Bereichslängen und -lagen	4
3.1 Meßverfahren		5.3 Berechnung der Kennwerte und des Vertrauensbereichs	4
(bei spektrometrischen Messungen)	2	5.3.1 Untergrund	4
3.2 Bereich		5.3.2 Nettoeffekt	4
(bei spektrometrischen Messungen)	2	5.3.3 Erkennungsgrenze	4
3.3 Bruttoeffekt		5.3.4 Nachweisgrenze	4
(bei spektrometrischen Messungen)	2	5.3.5 Vertrauensbereich	4
3.4 Untergrund		5.4 Beurteilung eines Meßverfahrens	4
(bei spektrometrischen Messungen)	2	5.5 Beurteilung eines Meßergebnisses	4
3.5 Bereiche zur Ermittlung des Untergrundes	2	5.6 Dokumentation	4
3.6 Nettoeffekt			
(bei spektrometrischen Messungen)	2	Anhang A Festlegung der Bereiche zur Ermittlung des Untergrundes	5
3.7 Richtwert		Anhang B Besondere Anwendung	6
(bei spektrometrischen Messungen)	3	Anhang C Anwendungsbeispiel	7
3.8 Größen und Formelzeichen	3	Zitierte Normen und andere Unterlagen	8
4 Kennwerte und Vertrauensbereich	3	Erläuterungen	8
4.1 Grundlagen	3		
4.2 Erkennungsgrenze	3		
4.3 Nachweisgrenze	3		
4.4 Vertrauensbereich	4		

Fortsetzung Seite 2 bis 8

Normenausschuß Kerntechnik (NKe) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.



Documents

Document Sharing Hub

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt in dem Bereich der Kernstrahlungs-Meßtechnik, in dem (beispielsweise an Proben) Ereignisse **spektrometrisch** gezählt werden, insbesondere eine Häufigkeitsverteilung (Vielkanalspektrum) der gemessenen Höhen von Impulsen registriert wird. Sie berücksichtigt ausschließlich den zufälligen Charakter der Kernstrahlungseignisse und der Impulzzählung und läßt alle anderen Einflüsse (z.B. aus der Meßgeometrie, der Probenbehandlung, der Wägung, der Anreicherung oder der Instabilitäten der Meßeinrichtung) außer Betracht. Poisson-Verteilungen von Häufigkeiten sollen durch Normalverteilungen angenähert werden dürfen. Ferner wird vorausgesetzt, daß die Meßdauer klein gegenüber den Halbwertszeiten beteiligter Radionuklide ist und apparative Totzeiten vernachlässigbar sind. Sofern die Aktivität einer Probe oder andere Größen bestimmt werden sollen, wird vorausgesetzt, daß alle Parameter, die zu ihrer Berechnung aus Ereignishäufigkeiten (Impulsanzahlen) erforderlich sind, so genau bestimmt wurden, daß der Einfluß ihrer Unsicherheit vernachlässigt werden darf.

2 Zweck

Zweck der Norm ist (wie in DIN 25 482 Teil 1/04.89) die Festlegung zweier geeigneter Kennwerte, die eine Beurteilung der Nachweismöglichkeiten bei spektrometrischen Kernstrahlungsmessungen erlauben. Auf der Basis statistischer Verfahren werden für vorgegebene Fehlerwahrscheinlichkeiten und für einen bestimmten betrachteten Bereich B (siehe Abschnitt 3.3) eines gemessenen Vielkanalspektrums festgelegt:

- die **Erkennungsgrenze**, die eine Entscheidung darüber zuläßt, ob unter den registrierten Ereignissen im betrachteten Bereich B des Spektrums bestimmte interessierende Ereignisse (z.B. einer nachzuweisen den Spektrallinie) vorhanden sind,
- die **Nachweisgrenze**, die angibt, welcher kleinste Erwartungswert der Anzahl der interessierenden Ereignisse im betrachteten Bereich B des Spektrums mit dem angewendeten Meßverfahren noch nachgewiesen werden kann, und damit eine Entscheidung darüber zuläßt, ob ein Meßverfahren im Sinne dieser Norm bestimmten Anforderungen genügt und somit für den vorgesehenen Meßzweck geeignet ist.

3 Begriffe und Formelzeichen

Anmerkung: Die in dieser Norm verwendeten Begriffe der Stochastik sind in DIN 13 303 Teil 1 und Teil 2 und DIN 55 350 Teil 21 bis Teil 24 sowie Teil 34 erklärt. Der Begriff „Nachweisgrenze“ ist ein Spezialfall des Begriffs „Erfassungsvermögen“ nach DIN 55 350 Teil 34.

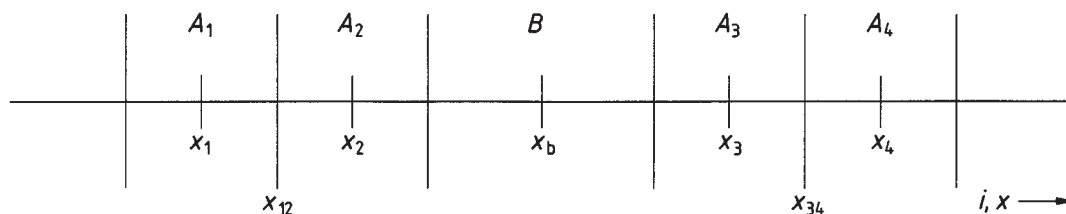


Bild 1. Lage des betrachteten Bereichs B (Länge z_b) des Spektrums zwischen den benachbarten Bereichen A_k (Länge $z_o/4$, $k = 1, 2, 3, 4$) zur Ermittlung des Untergrundes im Bereich B (i Kanalnummer, x kontinuierliche Koordinate, die der Kanalnummer entspricht, x_k und x_b Bereichsmitten, x_{12} , x_{34} Bereichsgrenzen)

3.1 Meßverfahren (bei spektrometrischen Messungen)

Ein Meßverfahren bei spektrometrischen Messungen ist die Anwendung einer Meßeinrichtung mit vielen Zählkanälen für spektrometrische Zählmessungen, z.B. eines Impulshöhen-Vielkanalanalysators, wobei die Häufigkeitsverteilung (Vielkanalspektrum, kurz: Spektrum) bestimmter Ereignisse nur **einmal** gemessen, d.h. eine einzelne spektrometrische Messung ausgeführt wird. Die Ereignisse unterscheiden sich in mindestens einer ausgewählten Meßgröße (z.B. Teilchenenergie, Laufzeit, Impulshöhe), deren jeweiliger Meßwert einer bestimmten Kanalnummer (linear) zugeordnet wird.

3.2 Bereich (bei spektrometrischen Messungen)

Ein Bereich bei spektrometrischen Messungen ist allgemein eine Menge von Zählkanälen des registrierten Spektrums mit fortlaufenden Kanalnummern $i = n, \dots, n + z - 1$. z ist die Länge des Bereichs, also die Anzahl seiner Kanäle.

3.3 Bruttoeffekt (bei spektrometrischen Messungen)

Der Bruttoeffekt bei spektrometrischen Messungen ist die Anzahl N_b aller gezählten Ereignisse in einem bestimmten betrachteten Bereich B des registrierten Spektrums mit der Länge z_b .

3.4 Untergrund (bei spektrometrischen Messungen)

Der Untergrund bei spektrometrischen Messungen ist die Anzahl N_o der nicht interessierenden Ereignisse im Spektrumsbereich B . Diese Ereignisse können sowohl vom Nulleffekt durch die Umgebungsstrahlung herrühren als auch Beiträgen von Flanken und Ausläufern aller Linien außerhalb des Bereichs B entstammen.

3.5 Bereiche zur Ermittlung des Untergrundes

Bereiche zur Ermittlung des Untergrundes sind vier Bereiche A_k ($k = 1, 2, 3, 4$) gleicher Länge $z_o/4$, die in der Reihenfolge A_1, A_2, B, A_3, A_4 aneinander und an den Bereich B anschließen. $z_o + z_b$ ist daher die Länge des Gesamtbereichs.

Anmerkung: Zur gegenseitigen Lage der Bereiche siehe Bild 1.

3.6 Nettoeffekt (bei spektrometrischen Messungen)

Der Nettoeffekt bei spektrometrischen Messungen ist die Anzahl $N_n = N_b - N_o$ wohldefinierter, interessierender Ereignisse in dem betrachteten Bereich B des Spektrums.

3.7 Richtwert bei spektrometrischen Messungen

Der Richtwert bei spektrometrischen Messungen ν_r ist derjenige Erwartungswert des Nettoeffekts, dessen Einhaltung durch den Istwert empfohlen wird.

Anmerkung 1: Der Richtwert ist in DIN 55 350 Teil 12/03.89 wie folgt definiert: Der Richtwert ist derjenige Wert einer Größe, dessen Einhaltung durch die Istwerte empfohlen wird, ohne daß Grenzwerte vorgegeben sind.

Anmerkung 2: Der Richtwert ergibt sich aus Anforderungen an ein Meßverfahren aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder sonstigen Gründen. Ist er z.B. als Aktivität A angegeben, so muß er mittels eines Kalibrierfaktors K und der Meßdauer t in Ereignisanzahlen umgerechnet werden: $\nu_r = A \cdot t/K$. Der Kalibrierfaktor läßt sich mit Hilfe einer Referenzprobe bestimmen.

3.8 Größen und Formelzeichen

B	interessierender Bereich des Spektrums
A_k	Bereiche zur Ermittlung des Untergrundes ($k = 1, 2, 3, 4$)
z_b	Länge des Bereichs B
z_o	Gesamtlänge der Bereiche A_k
$q = z_b/z_o$	Quotient der Länge z_b des Bereichs B und der Gesamtlänge z_o der Bereiche A_k
t	Meßdauer
N_b	Bruttoeffekt
N_k	Gesamtanzahl der gezählten Ereignisse im Bereich A_k ($k = 1, 2, 3, 4$)
N_o	Untergrund
N_n	Nettoeffekt
$M_o = N_1 + N_2 + N_3 + N_4$	Summe aller gezählten Ereignisse in den Bereichen A_k
$M_1 = N_1 - N_2 - N_3 + N_4$	Hilfsgröße für die Ermittlung des Untergrundes N_o
ν_b, ν_n, ν_o	Erwartungswerte des Bruttoeffekts N_b , Nettoeffekts N_n bzw. Untergrundes N_o
ν_r	Richtwert
h	Halbwertsbreite einer Linie im Spektrum
s_o^2	empirische Varianz des Untergrundes N_o
σ_o^2	Varianz des Untergrundes N_o
N_n^*	Erkennungsgrenze für den Nettoeffekt N_n , d.h. für die Anzahl der interessierenden Ereignisse im Bereich B
ν_n^*	Nachweisgrenze für den Erwartungswert ν_n des Nettoeffekts N_n im Bereich B
α	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art der statistischen Prüfung zur Entscheidung zwischen der Hypothese $\nu_b = \nu_o$ und der Alternativhypothese $\nu_b > \nu_o$
β	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art der vorgenannten statistischen Prüfung, wenn $\nu_n = \nu_n^*$

 $1-\gamma$
 $k_{1-\alpha}, k_{1-\beta}, k_{1-\gamma/2}$

Vertrauensniveau des Vertrauensbereiches für ν_n

Quantile der standardisierten Normalverteilung

4 Kennwerte und Vertrauensbereich

4.1 Grundlagen

Es wird angenommen, daß die bei der Registrierung des Spektrums in den einzelnen Kanälen gezählten Ereignisse voneinander unabhängige Poisson-Prozesse bilden. Daher ist die Anzahl N der Ereignisse, die während der Messung in einem Bereich des Spektrums registriert werden, mit einem Erwartungswert ν Poisson-verteilt. Die Poisson-Verteilung wird durch die Normalverteilung angenähert.

Für die Ermittlung des Untergrundes wird angenommen, daß dessen Erwartungswert ν_o eine Linearkombination der Erwartungswerte der Anzahlen N_k ist, was durch die Proportionalität aller Erwartungswerte zur Meßdauer und durch das Superpositionsprinzip für die Linien und den Untergrund im Spektrum nahegelegt wird.

4.2 Erkennungsgrenze

Als **Erkennungsgrenze** wird derjenige Wert N_n^* bezeichnet, bei dessen Überschreitung durch einen gemessenen Nettoeffekt N_n gefolgert wird, daß ein Beitrag der interessierenden Ereignisse im betrachteten Bereich B vorhanden ist. Anderenfalls wird angenommen, daß keine solchen Ereignisse vorliegen.

Wenn in Wirklichkeit nur Untergrund vorliegt, kommt es bei Einhaltung dieser Entscheidungsregel nur mit der Wahrscheinlichkeit α zu der dann falschen Entscheidung, es lägen interessierende Ereignisse im betrachteten Bereich B vor (Fehler 1. Art).

Anmerkung: Die Erkennungsgrenze N_n^* ist der kritische Wert des in Abschnitt 3.8 bei der Erklärung von α genannten statistischen Prüfung zur Entscheidung zwischen den Hypothesen. Bei Überschreitung des kritischen Werts durch den ermittelten Wert (hier durch den Nettoeffekt N_n) wird die Hypothese verworfen. Die statistische Prüfung ist so angelegt, daß die Wahrscheinlichkeit, fälschlicherweise die Hypothese zu verwerfen (Fehlerwahrscheinlichkeit 1. Art), höchstens gleich einem vor Beginn der Messung festzulegenden Wert α ist.

4.3 Nachweisgrenze

Als **Nachweisgrenze** wird der kleinste Erwartungswert ν_n^* des Nettoeffektes bezeichnet, für den bei Anwendung der Entscheidungsregel nach Abschnitt 4.2 die Wahrscheinlichkeit dafür, daß im betrachteten Bereich B fälschlicherweise kein Nettoeffekt, sondern nur Untergrund angenommen wird, höchstens β beträgt (Fehler 2. Art).

Zur Prüfung, ob ein Meßverfahren für den Meßzweck geeignet ist, wird die Nachweisgrenze ν_n^* mit dem vorgegebenen Richtwert ν_r (siehe Abschnitt 3.7) verglichen.

Anmerkung 1: Der Unterschied in der Anwendung der Kennwerte Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze liegt darin, daß gemessenen Werte mit der Erkennungsgrenze zu vergleichen sind, die Nachweisgrenze jedoch mit dem Richtwert.

Anmerkung 2: Die Nachweisgrenze ν_n^* ist die zu dem in Abschnitt 3.8 bei der Erklärung von α genannten statistischen Prüfung zur Entscheidung zwischen den Hypothesen gehörige kleinste Differenz $\nu_n = \nu_b - \nu_o$ mit folgender Eigenschaft: