

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen

Teil 4: Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne
Berücksichtigung von Probenbehandlungs- und Geräteinflüssen

DIN
25482-4

ICS 13.280; 17.240

Deskriptoren: Kerntechnik, Strahlungsmessung, Meßverfahren, Alphaspektrometrie, Nachweisgrenze

Limit of detection and limit of decision for nuclear radiation measurements – Part 4: Counting alphaspectrometric measurements, neglecting the influence of sample treatment and equipment used

Limite de détection et seuil de décision d'une mesure de rayonnement nucléaire – Partie 4: Méthode de mesure par spectrométrie alpha négligeant l'influence de traitement des échantillons et des instruments

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	4.4 Vertrauensbereich	5
1 Anwendungsbereich und Zweck	2	5 Anwendung dieser Norm	5
2 Normative Verweisungen	2	5.1 Vorgaben	5
3 Definitionen, Größen und Formelzeichen	3	5.2 Berechnung der Kennwerte und des Vertrauensbereiches	5
3.1 Meßverfahren (bei alphaspektrometrischen Messungen)	3	5.2.1 Bestimmung der Peakflächen und des Netto- effektes mit zugehörigen Meßunsicherheiten in Form empirischer Varianzen	5
3.2 Bereich (bei alphaspektrometrischen Messungen)	3	5.2.2 Bestimmung der Varianzen als Funktion des Nettoeffektes	6
3.3 Nettoeffekt (bei alphaspektrometrischen Messungen)	3	5.2.3 Erkennungsgrenze	6
3.4 Richtwert (bei alphaspektrometrischen Messungen)	3	5.2.4 Nachweisgrenze	6
3.5 Größen und Formelzeichen	3	5.2.5 Vertrauensbereich	6
4 Kennwerte und Vertrauensbereich	3	5.3 Beurteilung eines Meßverfahrens	6
4.1 Grundlagen und Modell	3	5.4 Beurteilung eines Meßergebnisses	6
4.2 Erkennungsgrenze	5	5.5 Dokumentation	6
4.3 Nachweisgrenze	5	Anhang A (informativ) Literaturhinweise	7

Fortsetzung Seite 2 bis 7

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

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuß Kerntechnik (NKe), Arbeitsausschuß 2.12 "Nachweisgrenzen radioaktiver Stoffe", erarbeitet.

1 Anwendungsbereich und Zweck

Diese Norm gilt in dem Bereich der Kernstrahlungs-Meßtechnik, in dem Ereignisse mit Hilfe der Alphaspektrometrie gezählt werden, wobei eine Häufigkeitsverteilung (Vielkanalspektrum, kurz: Spektrum) der gemessenen Impulshöhen registriert wird. Sie berücksichtigt ausschließlich den zufälligen Charakter der Kernstrahlungsereignisse und der Impulszählung und läßt alle anderen Einflüsse (z. B. aus der Meßgeometrie, der Probenbehandlung, der Probenaufarbeitung zur Messung, der möglicherweise variierenden Selbstabsorption, der Wägung, der Anreicherung oder der Instabilität der Meßeinrichtung) außer Betracht. Speziell behandelt diese Norm nicht den Einfluß von Blindwerten oder den Vergleich von mehreren Spektren, z. B. von Proben- und Blindprobenmessungen. Derartige Probleme werden in einem zukünftigen Teil der Norm behandelt. Sie können jedoch in speziellen Fällen in sinngemäßer Anwendung von DIN 25482-1 oder DIN 25482-6 bearbeitet werden.

Es werden dabei sowohl die Fälle behandelt, in denen auf Grund von Überlagerungen von Spektrallinien im interessierenden Spektralbereich eine Ausgleichsrechnung zur Kurvenanpassung (siehe DIN 1319-4) eine angemessene Auswertemethode darstellt, als auch Fälle, in denen die Linien eines Radionuklids von denen eines anderen so getrennt sind, daß auch eine Auswertung in Analogie zu DIN 25482-5 möglich ist. In diesem Fall wird in Zusammenhang mit DIN 25482-5 vorausgesetzt, daß der tatsächliche Verlauf des Untergrundes im interessierenden Bereich durch eine Gerade approximiert werden kann. Die Verwendung dieser Auswertemethode empfiehlt sich insbesondere dann, wenn im betrachteten Bereich nur sehr wenige Impulse gezählt werden. Besonderheiten, die bei der Verwendung von DIN 25482-5 für diese Art der Auswertung von Alpha-Spektren zu beachten sind, werden in 4.1 dargestellt. In dem in der vorliegenden Norm vorrangig betrachteten Fall, daß die Auswertung auf Grund sich überlagernder Spektrallinien mittels Kurvenanpassung durch Ausgleichsrechnung erfolgt, wird vorausgesetzt, daß die tatsächlichen Linienformen der Spektrallinien durch die in 4.1 gegebene Gleichung (2) in hinreichender Näherung beschrieben werden können. Wird von einer anderen Form der Spektrallinien ausgegangen, so kann diese Norm zwar dennoch in vielen Fällen sinngemäß angewendet werden; der verwendete Ansatz für die Form der Linien (Modell) ist dann jedoch nach 5.5 zu dokumentieren.

Es wird ferner 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, 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. Zusätzlich werden die zugrundeliegenden Verteilungen, wie insbesondere auch die Poisson-Verteilungen von Ereignishäufigkeiten, durch entsprechende Normalverteilungen angenähert. Zweck dieser Norm ist die Festlegung zweier geeigneter Kennwerte, die eine Beurteilung der Nachweismöglichkeiten bei alphaspektrometrischen Kernstrahlungsmessungen erlauben.

Auf der Basis statistischer Verfahren werden für vorgegebene Fehlerwahrscheinlichkeiten und für eine bestimmte

Energie der Alpha-Teilchen (Alpha-Energie) in einem gemessenen Spektrum festgelegt:

- die Erkennungsgrenze, die eine Entscheidung darüber zuläßt, ob unter den registrierten Ereignissen im Spektrum Ereignisse einer speziellen nachzuweisenden Spektrallinie (oder sinngemäß auch Spektralliniengruppe) vorhanden sind,
- die Nachweisgrenze, die angibt, welcher kleinste Erwartungswert der Anzahl der interessierenden Ereignisse der betrachteten Spektrallinie im Spektrum mit dem angewendeten Meßverfahren noch nachgewiesen werden kann, und damit eine Entscheidung darüber zuläßt, ob ein Meßverfahren bestimmten Anforderungen genügt und somit für den vorgesehenen Meßzweck geeignet ist.

2 Normative Verweisungen

Diese Norm enthält durch datierte und 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 dieser Publikationen nur zu dieser Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

DIN 1319-4 : 1985-12

Grundbegriffe der Meßtechnik — Behandlung von Unsicherheiten bei der Auswertung von Messungen

DIN 13303-1

Stochastik — Wahrscheinlichkeitstheorie — Gemeinsame Grundbegriffe der mathematischen und beschreibenden Statistik, Begriffe und Zeichen

DIN 13303-2

Stochastik — Mathematische Statistik, Begriffe und Zeichen

DIN 25482-1 : 1989-04

Nachweisgrenzen und Erkennungsgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen — Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses

DIN 25482-5 : 1993-06

Nachweisgrenzen und Erkennungsgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen — Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses

DIN 55350-12 : 1989-03

Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik — Merkmalsbezogene Begriffe

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] Bortels, G., Collaers, P.: Analytical function for fitting peaks in alpha-particle spectra from Si detectors. Int. J. Appl. Radiat. Isot. 38-10; 831; 1987
- [2] Westmeier, W.: Computerized analysis of alpha-particle spectra. Int. J. Appl. Radiat. Isot. 35-4; 263; 1984
- [3] Westmeier, W.: The fitting of solid state detector spectra; Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A 242, 437-442; 1986
- [4] Weise, L.: Statistische Auswertung von Kernstrahlungsmessungen. Oldenbourg Verlag, München und Wien 1971

3 Definitionen, Größen und Formelzeichen

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Definitionen für Benennungen der Stochastik nach DIN 13303-1, DIN 13303-2, DIN 55350-21 und DIN 55350-24 sowie die folgenden Definitionen.

Der Begriff "Nachweisgrenze" ist ein Spezialfall des Begriffes "Erfassungsvermögen" nach DIN 55350-34.

3.1 Meßverfahren (bei alphaspektrometrischen Messungen): Anwendung eines Detektors (z. B. Halbleiter-Detektor, Gitterionisationskammer) und eines Impulshöhen-Vielkanalanalysators für alphaspektrometrische Zählmessungen, wobei die Häufigkeitsverteilung (Vielkanalspektrum) bestimmter Ereignisse nur einmal gemessen wird.

ANMERKUNG: Die Ereignisse unterscheiden sich in Teilchenenergie oder Impulshöhe, die jeweils einer bestimmten Kanalnummer (linear) zugeordnet wird.

3.2 Bereich (bei alphaspektrometrischen Messungen): Eine Menge von Zählkanälen des registrierten Vielkanalspektrums mit fortlaufenden Kanalnummern. Die Länge des Bereiches ist die Anzahl seiner Kanäle.

3.3 Nettoeffekt (bei alphaspektrometrischen Messungen): Anzahl N_n der interessierenden, der jeweils betrachteten Spektrallinie zugehörigen Ereignisse im Vielkanalspektrum.

3.4 Richtwert (bei alphaspektrometrischen Messungen): Derjenige Erwartungswert des Nettoeffektes, dessen Einhaltung durch den Istwert empfohlen wird.

ANMERKUNG 1: Der Richtwert ist in DIN 55350-12: 1989-03 wie folgt definiert: Der Richtwert ist derjenige Wert eines quantitativen Merkmals, 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 angegeben, so muß er mittels eines Kalibrierfaktors in Ereigniszahlen umgerechnet werden. Der Kalibrierfaktor läßt sich z. B. mit Hilfe einer in allen wesentlichen Eigenschaften vergleichbaren Referenzprobe sowie mittels radioaktiver Markierung (E: Tracer) zur Bestimmung der chemischen Ausbeute ermitteln.

3.5 Größen und Formelzeichen

- m Anzahl der Kanäle im Spektrum
- n Anzahl der zu berücksichtigenden Spektrallinien

P	Spaltenmatrix der n Peakflächen P_j
t	Meßdauer
v	Spaltenmatrix der Erwartungswerte der in den Kanälen gemessenen Impulsanzahlen
x	Position im Spektrum
$x_{0,j}$	Lage der j -ten Spektrallinie
y	Spaltenmatrix der in den Kanälen gemessenen Impulsanzahlen
A	Ansprechmatrix (Responsematrix)
A_{ij}	Elemente der Ansprechmatrix
$a_{0j}, a_{1j}, a_{2j}, a_{3j}$	Parameter der Spektrallinienform
$F(x)$	Funktion zur Beschreibung des Spektrums
f	Kalibrierfaktor
K_i	Anzahl der gezählten Ereignisse im Kanal i
$L_j(x)$	Kurvenform der j -ten Spektrallinie
N_n	Nettoeffekt
N_n^*	Erkennungsgrenze für den Nettoeffekt N_n
P_j	Peakfläche der j -ten Spektrallinie, Anzahl der zur j -ten Spektrallinie gehörenden Ereignisse
$R_j(x)$	Hilfsfunktion zur Beschreibung der Form der j -ten Spektrallinie
S_p	Kovarianzmatrix zu P
S_y	Kovarianzmatrix zu y
s_n^2	empirische Varianz des Nettoeffektes N_n
$s_{y,i}^2$	Diagonalelemente der Matrix S_y
α	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art der statistischen Prüfung zur Entscheidung zwischen der Hypothese $v_n = 0$ und der Alternativhypothese $v_n > 0$
β	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art der vorgenannten statistischen Prüfung, wenn $v_n = v_n^*$
$1 - \gamma$	Vertrauensniveau des Vertrauensbereiches für v_n
x_i	Erwartungswert der Ereignisse K_i im Kanal i
v_n	Erwartungswert des Nettoeffektes N_n
v_n^*	Nachweisgrenze für den Erwartungswert v_n des Nettoeffektes N_n
v_r	Richtwert
σ_n^2	Varianz des Nettoeffektes N_n
$\sigma, \sigma_j, \tau, \tau_j$	Parameter der Spektrallinienform
$\tau_{1,j}, \tau_{2,j}, \tau_{3,j}$	
χ^2	Chiquadrat
$k_{1-\alpha}, k_{1-\beta}, k_{1-\gamma/2}, k_{1-\delta}$	Quantile der standardisierten Normalverteilung
$\sigma_n^2 (N_n = d)$	Varianz des Nettoeffektes für $N_n = d$
$\hat{s}_n^2 (N_n = d)$	empirische Varianz des Nettoeffektes für $N_n = d$
$\hat{p}$	Spaltenmatrix der $\hat{p}_j$ mit $\hat{p}_j = p_j$ für $j \neq j_0$ und $\hat{p}_j = d$ für $j = j_0$
$\hat{v}$	Spaltenmatrix der Erwartungswerte $\hat{v}_j$ der in den Kanälen gemessenen Impulsanzahlen, wenn $N_n = d$ ist
$\hat{S}_p$	Kovarianzmatrix zu $\hat{p}$
$\hat{S}_v$	Kovarianzmatrix zu $\hat{v}$
$\hat{s}_{v,i}^2$	Diagonalelemente der Matrix $\hat{S}_v$

4 Kennwerte und Vertrauensbereich

4.1 Grundlagen und Modell

Es wird angenommen, daß die bei der Registrierung des Spektrums in den einzelnen Kanälen gezählten Ereignisse voneinander unabhängige Poisson-Prozesse bilden. Daher