

	DIN ISO 11929-3 (VDE 0493-9293)	DIN
	Diese Norm ist zugleich eine VDE-Bestimmung im Sinne von VDE 0022. Sie ist nach Durchführung des vom VDE-Präsidium beschlossenen Genehmigungsverfahrens unter der oben angeführten Nummer in das VDE-Vorschriftenwerk aufgenommen und in der „etz Elektrotechnik + Automation“ bekannt gegeben worden.	VDE

ICS 17.240

Einsprüche bis 2017-01-18

Entwurf

**Bestimmung der charakteristischen Grenzen (Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Grenzen des Überdeckungsintervalls) bei Messungen ionisierender Strahlung –
Teil 3: Anwendung von Entfaltungstechniken
(ISO/CD 11929-3:2016)**

Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation –
Part 3: Application of unfolding methods
(ISO/CD 11929-3:2016)

Détermination des limites caractéristiques (seuil de décision, limite de détection et extrémités de l'intervalle de dispersion) pour mesurages de rayonnements ionisants –
Partie 3: Applications avancées
(ISO/CD 11929-3:2016)

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2016-11-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal des DIN unter www.entwuerfe.din.de bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an dke@vde.com möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/stellungnahme oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an die DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE, Stresemannallee 15, 60596 Frankfurt am Main.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 96 Seiten

DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik in DIN und VDE
DIN-Normenausschuss Radiologie (NAR)
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)

Anwendungsbeginn

Anwendungsbeginn dieser Norm ist ...

Inhalt

Seite

Nationales Vorwort.....	3
Einleitung	4
1 Anwendungsbereich	6
2 Normative Verweisungen	6
3 Begriffe	7
4 Größen und Formelzeichen.....	11
5 Auswertung einer Messung mit Hilfe linearer Entfaltungsmethoden	14
5.1 Allgemeine Aspekte.....	14
5.2 Modelle zur Entfaltung und Grundsätze zur Unsicherheitsbestimmung	14
5.3 Entfaltung als Teilmodell	16
5.4 Eingangsgrößen und ihre Unsicherheiten	16
5.5 Parameter der Entfaltung	17
5.6 Verfahren zur Entfaltung.....	18
5.7 Modifikation der Entfaltung für Poisson-verteilte Impulsanzahlen	20
5.8 Auswertung der primären Ergebniswerte und ihrer beigeordneten Standardunsicherheiten	21
5.9 Standardunsicherheit als eine Funktion eines angenommenen wahren Werts der Messgröße.....	22
5.10 Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Bewertungen	24
5.11 Überdeckungsintervall, bester Schätzwert und seine beigeordnete Standardunsicherheit.....	25
5.12 Prüfbericht	26
6 Spektrenentfaltung bei kernspektrometrischen Messungen	27
6.1 Allgemeines	27
6.2 Gammaspektrometrie – Auswertung einer Einzellinie durch Abzug eines linearen Untergrunds.....	28
6.3 Gammaspektrometrie – Anpassung einer einzelnen Linie.....	29
6.4 Gammaspektrometrie – Anpassung von Doppellinien	33
6.5 Gammaspektrometrie – Bestimmung der Aktivität aus mehreren Linien eines Radionuklids	33
6.6 Erweiterung der Anwendungen bei gammaspektrometrischen Messungen.....	36
6.7 Anwendung auf die Alphaspektrometrie.....	37
7 Entfaltung in multivariaten Messungen von ^{89}Sr und ^{90}Sr Aktivitäten	39
Anhang A (informativ) Korrelationen und Kovarianzen	40
A.1 Definitionen.....	40
A.2 Berechnung von Kovarianzen	40
A.3 Beispiel	41
A.4 Regeln für Kovarianzen.....	42
A.5 Unsicherheitsfortpflanzung und lineare Transformationen.....	42
Literaturhinweise.....	44

Nationales Vorwort

Das internationale Dokument ISO/CD 11929-3 „Determination of the characteristic limits (decision threshold, detection limit and limits of the coverage interval) for measurements of ionizing radiation – Part 3: Application of unfolding methods“ (CD, en: Committee Draft) ist unverändert in diesen Norm-Entwurf übernommen worden. Dieser Norm-Entwurf enthält eine noch nicht autorisierte deutsche Übersetzung.

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung des CD entsprechend der diesbezüglich durch die IEC erteilten Erlaubnis beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen IEC-Text.

Das internationale Dokument wurde vom SC 2 „Radiation protection“ des TC 85 „Nuclear Energy“ der Internationalen Organisation für Normung (ISO) erarbeitet und den nationalen Komitees zur Stellungnahme und Abstimmung vorgelegt.

Die erste Ausgabe ISO 11929:2010 ersetzte ISO 11929-1:2000, ISO 11929-2:2000, ISO 11929-3:2000, ISO 11929-4:2001, ISO 11929-5:2005, ISO 11929-6:2005, ISO 11929-7:2005 und ISO 11929-8:2005, die einer technischen Revision unterzogen wurden, speziell bzgl. der benutzten statistischen Verfahren zur Behandlung der Daten.

Diese zweite Ausgabe von ISO 11929 ersetzt ISO 11929:2010, die einer technischen Revision unterzogen und erweitert wurde bzgl. der Methoden der Unsicherheitsbeurteilung, wie sie in ISO/IEC Guide 98-3:2009, Uncertainty of measurement – Part 1: Guide to the expression of uncertainty in measurement, (JCGM 100:2008), im Folgenden GUM genannt, und ISO/IEC Guide 98-3-1:2008, Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Propagation of distributions using a Monte Carlo method, (JGCM 101:2008), im Folgenden GUM Supplement 1 genannt, niedergelegt sind.

Diese zweite Ausgabe von ISO 11929 besteht aus vier Teilen:

Teil 1: Elementare Anwendungen

Teil 2: Fortgeschrittene Anwendungen

Teil 3: Anwendung von Entfaltungsmethoden

Teil 4: Leitfaden zur Anwendung.

Für diese Norm ist das nationale Arbeitsgremium GUK 967.2 „Aktivitätsmessgeräte für den Strahlenschutz“ der DKE Deutsche Kommission Elektrotechnik Elektronik Informationstechnik im DIN und VDE (www.dke.de), Gemeinschaftsgremium mit dem Normenausschuss Radiologie (NAR) im DIN, zuständig. Für die konzentrierte Detailbehandlung hat dieses den Arbeitskreis GAK 967.2.1 „Nachweis- und Erkennungsgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen“ eingesetzt.

Einleitung

Messunsicherheiten und charakteristische Grenzen, d.h. charakteristische Grenzen wie die Erkennungsgrenze, die Nachweisgrenze und die Grenzen des Überdeckungsintervalls sowie der beste Schätzwert und die ihm zugeordnete Standardunsicherheit) sind in der Metrologie allgemein und im Strahlenschutz von besonderer Bedeutung. Die Quantifizierung der Unsicherheit, die einem Messergebnis zuzuordnen ist, stellt eine Grundlage dar für das Vertrauen, das ein Individuum in das Messergebnis setzen kann. Konformität mit regulatorischen Grenzen, Richtwerten oder Referenzwerten kann nur durch Berücksichtigung und Quantifizierung aller Quellen der Unsicherheit gezeigt werden. Charakteristische Grenzen sind schließlich eine Grundlage für Entscheidungen unter Unsicherheit.

Diese Norm behandelt speziell charakteristische Grenzen für eine nicht-negative Messgröße bei der Messung ionisierender Strahlung. Sie ist jedoch anwendbar für einen weiten Bereich von Messverfahren, der weit über die Messung ionisierender Strahlung hinausgeht.

Die nach dieser Norm zu vorgegebenen Wahrscheinlichkeiten für falsche Entscheidungen festzulegenden Grenzen gestatten es, Nachweismöglichkeiten für eine Messgröße und den durch diese Messgröße quantifizierten physikalischen Effekt wie folgt zu beurteilen:

- Die „Erkennungsgrenze“ erlaubt eine Entscheidung darüber, ob der durch die Messgröße quantifizierte physikalische Effekt vorliegt oder nicht.
- Die „Nachweisgrenze“ gibt an, welcher kleinste wahre Wert der Messgröße mit einem anzuwendenden Messverfahren noch nachgewiesen werden kann. Sie erlaubt damit eine Entscheidung darüber, ob das Messverfahren gestellten Anforderungen genügt und damit für den vorgesehenen Messzweck geeignet ist oder nicht.
- Die „Grenzen des Überdeckungsintervalls“ schließen im Fall, dass das Vorliegen des physikalischen Effektes erkannt wird, ein Überdeckungsintervall ein, der mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit den wahren Wert der Messgröße enthält.

Die genannten Grenzen werden im Folgenden zusammenfassend „charakteristische Grenzen“ genannt.

ANMERKUNG Gemäß dem ISO/IEC Guide 99:2007 aktualisiert in JCGM 200:2012 wird der Begriff „Überdeckungsintervall“ (engl.: “coverage interval”) anstatt “Konfidenzintervall” (engl.: “confidence interval”) benutzt, um die Wortwahl der Bayesschen Terminologie von der der konventionellen Statistik zu unterscheiden.

Alle diese charakteristischen Grenzen basieren auf der Bayes Statistik und auf dem ISO/IEC 98-3 Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement sowie auf dem ISO/IEC Guide 98-3-1 und ISO/IEC 98-3-2 (im Folgenden GUM, GUM Supplement 1, und GUM Supplement 2 genannt). Wie im Detail in Teil 2 dieser Norm beschrieben, werden die charakteristischen Grenzen mathematisch als Momente und Quantile von Wahrscheinlichkeitsdichten (engl.: probability density distributions) der mögliche Werte der Messgröße definiert.

Weil der Messunsicherheit in dieser Norm eine wichtige Rolle zukommt, werden die Auswertung von Messungen und die Behandlung von Messunsicherheiten nach den allgemeinen Verfahren gemäß GUM und GUM Supplement 1 (siehe auch Literaturhinweise [1] bis [5]) durchgeführt. Dies ermöglicht die strikte Trennung der Auswertung der Messungen einerseits und der Festlegung und Berechnung der charakteristischen Grenzen andererseits. Diese Norm basiert auf einer Theorie der Messunsicherheiten [14 bis 16], die ihrerseits auf der Bayes-Statistik [z.B. 17 bis 22] beruht und es erlaubt, auch solche unsichere Größen und Einflüsse zu berücksichtigen, die sich bei mehrmals wiederholten oder bei zählenden Messungen nicht zufällig verhalten. Die letztgenannten Unsicherheiten können mit der konventionellen oder frequentistischen Statistik nicht berücksichtigt werden.

Wegen der Entwicklungen der Metrologie in Bezug auf Messunsicherheiten, wie sie im GUM niedergelegt wurden, wurde ISO 11929:2010 auf der Grundlage des GUM entwickelt. Jedoch wurde die Bayes-Statistik und eine Bayesische Theorie der Messunsicherheiten benutzt. Diese Theorie liefert eine Bayesische Begründung für den GUM. Darüber hinaus basierte ISO 11929:2010 auf den Definitionen der charakteristischen Grenzen [1], einem Vorschlag für eine Norm [2], und einer einführenden Publikation [3]. ISO 11929:2010 vereinigt und ersetzt frühere Teile von ISO 11929 und war für eine Vielzahl von

Messverfahren ionisierender Strahlung sowie, in analoger Weise, auch für andere Messverfahren anwendbar.

Seitdem wurde das GUM Supplement 1 publiziert, in dem eine generellere Behandlung der Messunsicherheiten ausführlich beschrieben wurde und Monte Carlo Methoden für komplexe Auswertungen von Messungen herangezogen wurden. Die war die Motivation, ein entsprechendes Monte Carlo Supplement [4] zu ISO 11929:2010 zu schreiben und ISO 11929:2010 zu revidieren. Die Revision von ISO 11929 beruht weiterhin auf der Bayes-Statistik und kann als Brücke zwischen den Dokumenten ISO 11929:2010 und dem GUM Supplement 1 dienen. Darüber hinaus erlauben eine generellere Definition der charakteristischen Grenzen (Teil 2 dieser internationalen Norm) und die Monte Carlo Berechnung der charakteristischen Grenzen einen Schritt über den gegenwärtigen Stand der Normung, wie er in ISO 11929:2010 niedergelegt ist, hinauszugehen, da Wahrscheinlichkeitsverteilungen anstatt von Unsicherheiten fortgepflanzt werden können. Die Revision ist daher umfassender und erweitert den Bereich der Anwendungen.

Die revidierte ISO 11929 ist darüber hinaus mehr explizit bei der Berechnung der charakteristischen Grenzen. Sie korrigiert auch ein Problem in ISO 11929:2010 bzgl. unsicherer Größen und Einflüsse, die sich nicht zufällig verhalten bei wiederholten Messungen. Die Publikation [5] gibt eine Übersicht über die Grundlagen dieser Revision. Außerdem werden in Teil 3 dieser internationalen Norm detaillierte Anleitungen gegeben, wie charakteristische Grenzen im Falle multivariater Messungen und Entfaltungsverfahren zu berechnen sind. Für solche Messungen bietet GUM Supplement 2 die Grundlage für die Auswertung der Messunsicherheiten.

In dieser Norm werden Formeln für die Berechnung der charakteristischen Grenzen einer Messgröße der Messung ionisierender Strahlung angegeben, mittels der „Standardmessunsicherheit“ der Messgröße (im Folgenden „Standardunsicherheit“) nach dem GUM als auch mittels Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen (engl.: probability density functions, PDFs) der Messgröße die auf der Grundlage des GUM Supplement 1 ermittelt werden. Die Standardunsicherheiten oder die Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen berücksichtigen sowohl die Unsicherheiten der aktuellen Messung als auch solche der Probenbehandlung, der Kalibrierung von Messsystemen und andere Einflüsse. Bei letzteren wird angenommen, dass sie aus früheren Untersuchungen bekannt sind.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm legt im Bereich der Metrologie ionisierender Strahlung ein Verfahren zur Berechnung der „Erkennungsgrenze“, der „Nachweisgrenze“ und der „Grenzen des Überdeckungsintervalls“ für eine nichtnegative Messgröße der ionisierenden Strahlung bei Messungen mit Zeit- und Impulsvorwahl fest. Das Messergebnis ergibt sich aus den Ergebnissen von Messungen einer Bruttozählrate und einer Nulleffektzählrate sowie weiteren Größen aufgrund eines Modells der Auswertung. Speziell kann die Messgröße die Nettozählrate als Differenz der Bruttozählrate und der Nulleffektzählrate oder die Nettoaktivität einer Probe sein. Sie kann auch durch Kalibrierung der Messeinrichtung, Probenbehandlung und andere Faktoren beeinflusst sein.

Diese Norm ist in vier Teile aufgeteilt: elementare Anwendungen auf der Grundlage des GUM in Teil 1, fortgeschrittene Anwendungen auf der Grundlage von GUM Suppl. 1 in Teil 2, Anwendungen auf Entfaltungsverfahren in Teil 3 und Anleitungen zur Anwendung in Teil 4.

Teil 1 behandelt elementare Anwendungen zählender Messungen, wie sie häufig im Bereich der Metrologie ionisierender Strahlung auftreten werden. Dieser Teil beschränkt sich auf Anwendungen, bei denen die Unsicherheiten auf der Grundlage des GUM (JCGM 2008) ermittelt werden können. Im [Anhang A](#) wird der spezielle Fall wiederholter zählender Messungen mit zufälligen Einflüssen und in [Anhang B](#) Messungen mit linearen Analog Ratemetern.

Teil 2 erweitert die frühere Norm ISO 11929:2010 auf die Auswertung von Messungen, bei denen die Messunsicherheiten nach dem GUM Supplement 1 ermittelt werden. Zusätzlich decken die fortgeschrittenen Anwendungen wie Auswertung der Messung mittels Entfaltungsverfahren und mittels Entfaltungsmethoden ausgewertete zählende spektrometrische Vielkanalmessungen, insbesondere spektrometrische Messungen von Alpha- und von Gammastrahlung. Teil 2 enthält außerdem Erläuterungen zu allgemeinen Aspekten zählender Messungen und zur Anwendung der Bayes-Statistik auf Messungen.

Teil 3 behandelt die Auswertung von Messungen mit Hilfe von Entfaltungsverfahren, zählende Vielkanalmessungen insofern sie mit Entfaltungsverfahren ausgewertet werden, insbesondere alpha- und gamma-spektrometrische Messungen. Außerdem gibt Teil 3 Anleitungen, wie mit Korrelationen und Kovarianzen zu verfahren ist.

Teil 4 gibt nach einer kurzen Darstellung des Verfahrens mit einer Fülle von numerischen Beispielen Anleitungen zur Anwendung dieser Norm.

Sinngemäß gilt diese Norm auch bei anderen Messungen gleich welcher Art, wenn dasselbe Modell der Auswertung anzuwenden ist. Weitere praktische Beispiele können in anderen ISO-Normen gefunden werden, z. B. ISO 18589 [\[6\]](#), ISO 9696 [\[7\]](#), ISO 9697 [\[8\]](#), ISO 9698 [\[9\]](#), ISO 10703 [\[10\]](#), ISO 7503 [\[11\]](#), ISO 28218 [\[12\]](#), und ISO 11885 [\[13\]](#).

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente, die in diesem Dokument teilweise oder als Ganzes zitiert werden, sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

EN ISO 80000-1:2013, *Größen und Einheiten – Teil 1: Allgemeines*

EN ISO 80000-10:2013, *Größen und Einheiten – Teil 10: Atom- und Kernphysik*

ISO/IEC Guide 98-1:2009, *Uncertainty of measurement - An introduction to the "Guide to the expression of uncertainty in measurement"*, JCGM 104:2009

ISO/IEC Guide 98-3:2009, *Uncertainty of measurement – Part 1: Guide to the expression of uncertainty in measurement*, JCGM 100:2008; referred to as **GUM** for short in this standard

ISO/IEC Guide 98-3-1:2008, *Evaluation of measurement data – Supplement 1 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – a Propagation of distributions using a Monte Carlo method*, JCGM 101:2008; referred to as **GUM Supplement 1** for short in this standard.

ISO/IEC Guide 98-3-2:2008, *Evaluation of measurement data – Supplement 2 to the “Guide to the expression of uncertainty in measurement” – Models with any number of output quantities*, JCGM 102:2011; referred to as **GUM Supplement 2** for short in this standard

ISO/IEC Guide 98-4:2012, *Evaluation of measurement data – The role of measurement uncertainty in conformity assessment*, JCGM 106:2012

ISO/IEC Guide 99:2007, *International vocabulary of metrology – Basic and general concepts and associated terms (VIM)*, JCGM 200:2012

ISO 3534-1 *Statistics – Vocabulary and symbols – Part 1: General statistical terms and terms used in probability*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO 31-0, ISO 31-9, ISO/IEC Guide 98-3, ISO/IEC Guide 98-3-1, ISO/IEC 98-3-2, ISO/IEC Guide 99 und ISO 3534-1 und die folgenden Begriffe.

3.1

Größenwert

Wert einer Größe

(en: quantity value, value of a quantity, value)

Zahl und Einheit, die zusammen den Wert einer Größe ausdrücken

[JCGM 200:2012, 1.19]

3.2

Messung

(en: measurement)

Prozess, experimentell einen oder mehrere Werte einer Größe zu bestimmen, die sinnvoller Weise der Größe zugeordnet werden können

[JCGM 200:2012, 2.1]

3.3

Messgröße

(en: measurand)

zu messende Größe

[JCGM 200:2012, 2.3]

3.4

Überdeckungsintervall

(en: coverage interval)

Intervall, das den Bereich möglicher wahrer Werte der Messgröße auf der Grundlage der verfügbaren Information mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit enthält

[JCGM 200:2012, 2.36]

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Überdeckungsintervall muss nicht symmetrisch zu einem gewählten Wert der Messgröße liegen. (siehe JCGM 101:2008).

Anmerkung 2 zum Begriff: Ein Überdeckungsintervall sollte nicht als Konfidenzintervall bezeichnet werden, um eine Verwechslung des statistischen Konzepts zu vermeiden.

3.5

Messmethode

Methode der Messung

(en: measurement method, method of measurement)

generische Beschreibung der logischen Organisation der Arbeitsvorgänge, die bei einer Messung ausgeführt werden

[JCGM 200:2012, 2.4]

3.6

Messverfahren

(en: measurement procedure)

Genaue Beschreibung einer Messung gemäß einem oder mehreren Messprinzipien und einer gegebenen Messmethode basierend auf einem Modell der Messung einschließlich aller Berechnungen zur Erlangung eines Messergebnisses

[JCGM 200:2012, 2.6]

3.7

Messergebnis

Ergebnis der Messung

(en: measurement result, result of measurement)

Satz von Größenwerten, der einer Messgröße zuzuordnen ist, zusammen mit jeder ansonsten verfügbaren relevanten Information

[JCGM 200:2012, 2.9]

3.8

Gemessener Wert einer Größe

Wert einer gemessenen Größe

Messwert

(en: measured quantity value, value of a measured quantity, measured value)

Größenwert, der das Messergebnis darstellt

[JCGM 200:2012, 2.10]

3.9

Wahrer Größenwert

Wahrer Wert einer Größe

Wahrer Wert

(en: true quantity value, true value of a quantity, true value)

Größenwert, der konsistent ist mit der Definition einer Größe

[JCGM 200:2012, 2.11]

Anmerkung 1 zum Begriff: Im Fehleransatz zur Beschreibung Messungen wird angenommen, dass der wahre Wert eindeutig, aber in der Praxis unerkennbar ist. Im Unsicherheitsansatz ist anzuerkennen, dass es aufgrund des inhärent unvollständigen Detailierungsgrades der Definition einer Größe einen einzigen wahren Wert nicht gibt sondern lediglich einen Satz von wahren Werten, die mit der Definition der Größe konsistent sind. Jedoch ist dieser Satz prinzipiell und in der Praxis unerkennbar ist. Andere Ansätze verzichten vollständig auf das Konzept des wahren Wertes und stützen sich auf das Konzept der metrologischen Kompatibilität von Messergebnissen für die Beurteilung ihrer Gültigkeit.

Anmerkung 2 zum Begriff: Im speziellen Fall einer Naturkonstante nimmt man an dass die Größe einen einzelnen wahren Wert besitzt.

Anmerkung 3 zum Begriff: Wenn die Unsicherheit aufgrund der Definition der Messgröße als vernachlässigbar verglichen mit anderen Komponenten der Messunsicherheit angehen werden kann, mag angenommen werden, dass die Messgröße einen "wirklichen wahren Wert" besitzt. Das ist der Ansatz, der im GUM und dazugehörigen Dokumenten benutzt wird, wobei das Wort "wahr" als redundant angesehen wird.

3.10

Messfehler

Fehler der Messung

Fehler

(en: measurement error, error of measurement, error)

Gemessener Größenwert minus einen Referenzgrößenwert

[JCGM 200:2012, 2.16]

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Konzept des "Messfehlers" kann benutzt werden, wenn

- a) es einen einzigen Referenzgrößenwert als Bezug gibt, der vorliegt, wenn eine Kalibrierung mit Hilfe eines Messstandards mit vernachlässigbarer Messunsicherheit vorgenommen wird oder wenn ein konventioneller Größenwert gegeben ist, in welchem Fall der Messfehler bekannt ist.
- b) angenommen wird, dass eine Messgröße einen einzigen wahren Wert besitzt oder einen Satz von wahren Werten in einem Bereich vernachlässigbarer Größe, in dem die Messunsicherheit unbekannt ist.

3.11

Messunsicherheit

Unsicherheit der Messung

Unsicherheit

(en: measurement uncertainty, uncertainty of measurement, uncertainty)

nichtnegativer Parameter, der die Streuung der Werte charakterisiert, die vernünftigerweise der Messgröße auf der Grundlage der benutzten Information zugeordnet werden können

[JCGM 200:2012, 2.26]

Anmerkung 1 zum Begriff: Messunsicherheiten enthalten Beiträge von systematischen Effekten, wie Korrekturen und zugewiesene Größenwerte gemessener Standards, als auch definitorische Unsicherheiten. Bisweilen werden systematische Effekte nicht korrigiert, sondern stattdessen zugeordnete Messunsicherheiten berücksichtigt.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Parameter kann zum Beispiel eine Standardabweichung, genannt Standardunsicherheit (oder ein Vielfaches davon) sein oder die Halbwertsbreite eines Intervalls mit einer angegebenen statistischen Überdeckungswahrscheinlichkeit.

Anmerkung 3 zum Begriff: Die Messunsicherheit enthält üblicherweise mehrere Komponenten. Einige dieser Komponenten können aus statistischen Verteilungen als Ergebnisse von wiederholten Messungen ermittelt und als Standardunsicherheiten charakterisiert werden. Die übrigen Komponenten, die auch als Standardunsicherheiten charakterisiert werden können, werden aus Wahrscheinlichkeitsverteilungen gewonnen, die auf Erfahrung und anderen Informationen beruhen.

Anmerkung 4 zum Begriff: Allgemein gilt für einen Satz von Informationen, dass die Messunsicherheit einem gemessenen Größenwert der Messgröße zugeordnet ist. Eine Veränderung dieses Größenwerts bewirkt auch eine Veränderung der zugeordneten Unsicherheit.

3.12

Modell der Auswertung

(en: model of evaluation)

Menge mathematischer Relationen zwischen allen gemessenen und anderen Größen, die bei der Auswertung der Messung einbezogen werden

Anmerkung 1 zum Begriff: Das Modell der Auswertung muss nicht eine explizite Funktion sein. Es kann auch ein Algorithmus sein, der mit einem Computerprogramm abgearbeitet wird.

3.13

Erkennungsgrenze

(en: decision threshold)

Schätzwert der Messgröße, bei dessen Überschreitung durch ein aktuelles Ergebnis einer Messung mit einem Messverfahren, das einen physikalischen Effekt quantifiziert, man entscheidet, dass der physikalische Effekt vorliegt.

Anmerkung 1 zum Begriff: Für den Fall, dass das Messergebnis y größer ist als die Erkennungsgrenze, ist die Nachweisgrenze y^* so festgelegt, dass die Wahrscheinlichkeit, dass der wahre Wert der Messgröße Null ist, kleiner oder gleich einem vorgegebenen Wert α ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Wenn das Messergebnis y kleiner als die Erkennungsgrenze y^* ist, kann das Ergebnis nicht dem physikalischen Effekt zugeordnet werden. Trotzdem kann daraus nicht geschlossen werden, dass der physikalische Effekt nicht vorliegt.

3.14

Nachweisgrenze

(en: detection limit)

kleinster wahrer Wert der Messgröße, der mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit durch das Messverfahren erkannt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Mit der Erkennungsgrenze nach 3.13 ist die Nachweisgrenze der kleinste wahre Wert der Messgröße, für den die Wahrscheinlichkeit für die falsche Entscheidung, dass der wahre Wert der Messgröße Null ist, gleich einem vorgegebenen Wert β ist, wenn der wahre Wert in Wirklichkeit nicht Null ist.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Begriffe Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze werden in unterschiedlichen Normen nicht eindeutig verwendet, z.B. in Normen der chemischen Analytik und der Qualitätssicherung. Wenn diese Begriffe benutzt werden, ist jeweils anzugeben nach welcher Norm sie benutzt werden.

3.15

Grenzen des Überdeckungsintervalls

(en: limits of the coverage interval)

Werte, die ein Überdeckungsintervall definieren

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Grenzen werden in dieser Norm so berechnet, dass das Überdeckungsintervall den wahren Wert der Messgröße mit der vorgegebenen Wahrscheinlichkeit $(1-\gamma)$ enthält.

Anmerkung 2 zum Begriff: Die Definition des Überdeckungsintervalls ist mehrdeutig ohne weitere Festlegungen. In dieser Norm werden alternativ das probabilistisch symmetrische und das kürzeste Überdeckungsintervall benutzt.

3.16

bester Schätzwert für den wahren Wert der Messgröße

(en: best estimate of the true value of the measurand)

Erwartungswert der Wahrscheinlichkeitsverteilung des wahren Wertes der Messgröße, gegeben durch das experimentelle (primäre) Messergebnis und unter Berücksichtigung aller Informationen, die vor der Durchführung der Messung vorlagen

Anmerkung 1 zum Begriff: Zum besten Schätzwert unter allen möglichen Schätzwerten der Messgröße bei gegebener Information gehört die kleinste Standardunsicherheit.

3.17

Richtwert

(en: guideline value)

Wert entsprechend wissenschaftlicher, legaler oder anderer Anforderungen in Bezug auf das Nachweisvermögen, der zur Beurteilung, ob ein Messverfahren für die Messgröße genügt, zum Vergleich mit der Nachweisgrenze herangezogen wird.

Anmerkung 1 zum Begriff: Ein Richtwert kann z. B. als Aktivität, spezifische Aktivität oder Aktivitätskonzentration, Oberflächenaktivität oder Dosisrate gegeben sein.

Anmerkung 2 zum Begriff: Der Vergleich der Nachweisgrenze mit dem Richtwert erlaubt eine Entscheidung darüber, ob das für die Messung vorgesehene Messverfahren gestellten Anforderungen genügt und damit für den Messzweck geeignet ist oder nicht. Das Messverfahren genügt den Anforderungen, wenn die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert.

Anmerkung 3 zum Begriff: Der Richtwert darf nicht verwechselt werden mit anderen Werten zu Festlegung von Konformitätsanforderungen oder gesetzlichen Grenzwerten.

3.18

Nulleffekt

(en: background effect)

Messeffekt, der durch andere Strahlungsquellen als die des Messobjektes selbst bewirkt wird

Anmerkung 1 zum Begriff: Die Auswirkung des Untergrunds durch natürliche Strahlungsquellen oder radioaktive Materialien in oder in der Umgebung des Messgeräts sowie der Probe selbst (z. B. mit anderen Linien des Spektrums).

3.19

Untergrund bei spektrometrischen Messungen

(en: background effect in spectrometric measurement)

Anzahl der nicht interessierenden Ereignisse im Bereich einer betrachteten Linie im Spektrum

3.20

Nettoeffekt

(en: net effect)

Beitrag der möglichen Strahlung eines Messobjekts (z. B. einer Strahlungsquelle oder eines Strahlungsfeldes) zum Messeffekt

3.21

Bruttoeffekt

(en: gross effect)

Messeffekt, der durch den Nulleffekt und den Nettoeffekt bewirkt wird

3.22

Abschirmfaktor

(en: shielding factor)

Faktor, der die Reduzierung der Nulleffektzählrate durch die Abschirmwirkung des Messobjektes beschreibt

3.23

Dämpfungszeitkonstante

(en: relaxation time constant)

Zeitdauer, in der das Ausgangssignal eines linearen Ratemeters auf das 1/e-fache des Anfangswertes abklingt, nachdem die Folge der Eingangsimpulse abgebrochen ist

4 Größen und Formelzeichen

Die Formelzeichen für Hilfsgrößen sowie die nur in den Anhängen benutzten Formelzeichen sind nicht aufgeführt. Physikalische Größen werden mit Großbuchstaben bezeichnet und müssen sorgfältig von ihren Werten unterschieden werden, die mit den entsprechenden Kleinbuchstaben bezeichnet werden.

ANMERKUNG Diese Norm geht davon aus, dass die Messgröße einen wahren Wert besitzt, der unbekannt und unerkennbar ist. In einigen Anwendungen muss ein wahrer Wert angenommen werden.

A Antwortmatrix des Spektrometers

A_{ik} Element der Antwortmatrix A

a_0, a_1 Parameter der Standardunsicherheit einer Nettozählrate in algebraischer Darstellung

b Breite einer Gammalinie, in Kanälen

c_j Positionsparameter einer Linie j bei Gamma- oder Alphaspektrometrie

diag Indikator für eine Diagonalmatrix

<i>D</i>	Transformationsmatrix von gemessener Aktivität zu zerfallskorrigierter Aktivitätskonzentration
<i>d</i>	Satz statistisch unabhängiger Größen
<i>f_B</i>	Funktion der Analogwerts des Faktors $(1 + b / (2L))$ für die Peakfläche bei der Designfaktormethode für den Fall der Linienanpassung (Gammaspektrometrie)
<i>f_{att,i}</i>	Korrektionsfaktor für die Selbstabschirmung für die Gammalinie <i>i</i>
<i>f_{TCSS,i}</i>	Korrektionsfaktor für die Koinzidenz-Sumation für die Gammalinie <i>i</i>
<i>f_d</i>	Korrektionsfaktor für den Zerfall, einschließlich des Zerfalls während der Messung
<i>G_k</i>	Funktion der Eingangsgrößen X_i ($i = 1, \dots, m$)
<i>G</i>	Spaltenmatrix von G_k
<i>h</i>	Halbwertsbreite einer Linie, in Kanälen
<i>h(.)</i>	Funktion als Teil eines eingeschlossenen Modells
<i>i</i>	Kanalnummer in einem Vielkanal-Spektrum, das durch eine spektroskopische Messung von Kernstrahlung erhalten wurde ($i = 1, \dots, m$)
<i>J</i>	Matrix von teilweisen Ableitungen von y^* , bezogen auf den Parameter <i>y</i>
<i>L</i>	Breite des Untergrunds (in Kanälen) einer Gammalinie
<i>L_k</i>	k-tes Element eines Systems von die spektrale Dichte beschreibenden Funktionen, das durch Überlagerung die gesamte Anpassungsfunktion ergibt
<i>m</i>	Anzahl der Eingangsgrößen, Kanalnummer eines Spektrums, Liniennummer je für die Aktivitätsberechnung verwendeten Nuklids oder Index eines Parameters
<i>N_i</i>	Poisson-Verteilung einer Zufallsvariablen eines in Kanal <i>i</i> während der Messzeit <i>t</i> ($i = 1, \dots, m$) gezählten Impulses
<i>n_i</i>	Anzahl der in einem Kanal <i>i</i> während der Messzeit <i>t</i> ($i = 1, \dots, m$) gezählten Impulse, Schätzwert für N_i
<i>n</i>	Anzahl der Ausgangsgrößen bei der Entfaltung
<i>n_g</i>	Anzahl der gezählten Impulse des Bruttoeffekts
<i>n₀</i>	mittlere Anzahl der gezählten Impulse des Untergrunds
<i>p_i</i>	Schätzwert einer Eingangsgröße, die nicht angepasst wurde (Parameter); enthalten in der Antwortmatrix <i>A</i>
<i>P</i>	Spaltenmatrix von p_i
<i>p_C</i>	Werte nichtlinearer Parameter, die auf ihren kalibrierten Schätzwerten festgehalten werden
<i>p_{α,i}</i>	Alpha-Emissionswahrscheinlichkeit einer Gammalinie <i>i</i>
<i>p_{γ,i}</i>	Gamma-Emissionswahrscheinlichkeit einer Gammalinie <i>i</i>

q	Spaltenmatrix von Eingangsgrößen, die als Parameter angesehen werden; zumeist in der Matrix D enthalten
Q	Matrix der partiellen Ableitungen von y in Bezug auf Parameter p
Q'	Matrix der partiellen Ableitungen von y^+ in Bezug auf Parameter q
R_{ni}	Nettozählrate für die interessierende Linie i
$R_{ni,0}$	Nettozählrate einer Linie des Untergrundspektrums am Ort der interessierenden Linie i
R_{gi}	Gesamtzählrate für die interessierende Linie i
R_{Ti}	Zählrate des trapezförmigen Untergrundkontinuums für die interessierende Linie i
t	Messdauer
X_i	Zufallsvariable für die Zählrate der in Kanal i während der Messdauer t gezählten Impulse, Eingangsgröße der Auswertung, $X_i = N_i / t$ ($i = 1, \dots, m$)
X	Spaltenmatrix von X_i
x_i	Zählrate der in Kanal i während der Messdauer t gezählten Impulse, $x_i = n_i / t$ ($i = 1, \dots, m$), Schätzwert für X_i
x	Spaltenmatrix von x_i
x_{net}	Spaltenmatrix der Nettozählraten
$u(x_i, x_j)$	Kovarianz, verbunden mit x_i und x_j
$u(y_k)$	Standardunsicherheit, verbunden mit y_k
U_x	Unsicherheitsmatrix von X
U_y	Unsicherheitsmatrix von Y
w	Spaltenmatrix der Eingangs-Schätzwerte, $w = (x_1, \dots, x_m, p_1, p_2, \dots)^T$ (transponierte Reihenmatrix)
Y_k	Ausgangsgröße (Parameter), durch Entfaltungstechniken abgeleitet aus dem Vielkanalspektrum ($k = 1, \dots, n$)
Y	Spaltenmatrix von Y_k
y_k	Schätzwert der Eingangsgröße Y_k ($k = 1, \dots, n$), erhalten aus der (primären) Entfaltung
$\tilde{y}$	Spaltenmatrix Y nach Ersetzen von y_1 durch $\tilde{y}$
Y^+	Spaltenmatrix der finalen Werte der Ausgangsgröße nach Konversion in zerfallskorrigierte Aktivitätskonzentrationen
Y_0	Spaltenmatrix der Untergrundzählraten
z	Spaltenmatrix der an die Werte x_i angepassten Werte z_i

Δ_j	partielle Größe eines Parameters j , der bei der partiellen Ableitung mit Bezug auf diesen Parameter verwendeten Inkremente
ϑ	kontinuierlicher Parameter (z. B. Energie oder Zeit), bezogen auf die verschiedenen Kanalnummern in einem Spektrum, z. B. einem Gammaskpektrum
ϑ_i	Wert von ϑ für den Kanal i ($i = 1, \dots, m$)
ε_i	Nachweiswahrscheinlichkeit für ein Nuklid i oder eine Gammalinie i
η_l	Teilfläche einer nachlaufenden Komponente l einer Alphalinie, Formungsparameter bei der Alphaspektrometrie
τ_l	Formungsparameter einer Formungskomponente l einer Alphalinie, Formungsparameter bei der Alphaspektrometrie
σ	Breite der Gauß-Verteilung, Parameter bei der Alphaspektrometrie
$\psi_k(\vartheta)$	Funktion, die die Formung einer individuellen Spektrallinie oder eines Untergrundbeitrags beschreibt ($k = 1, \dots, n$)

5 Auswertung einer Messung mit Hilfe linearer Entfaltungsmethoden

5.1 Allgemeine Aspekte

Dieses Kapitel 5 basiert auf dem GUM und dem GUM Supplement 2. Letzterer erweitert den GUM auf eine beliebige Anzahl von Ergebnisgrößen. Für die Auswertung von zählenden und spektrometrischen Kernstrahlungsmessungen mittels Entfaltungsmethoden und die Berechnung der charakteristischen Werte werden Festlegungen getroffen.

5.2 Modelle zur Entfaltung und Grundsätze zur Unsicherheitsbestimmung

Werden mehr als eine Ergebnisgröße simultan gemessen, überlagern sich ihre auf eine unabhängige Größe wie die Strahlungsenergie oder die Zeit bezogenen Wahrscheinlichkeitsdichtefunktionen, woraus sich z. B. ein Energiespektrum oder eine zeitabhängige Abklingkurve als primäres Ergebnis der Messung ergibt. Die Überlagerung ist ganz überwiegend linear. Ein Problem entsteht, wenn die einzelnen Wahrscheinlichkeitsdichten durch nicht-ideale Antwortfunktionen des Detektors verzerrt oder verbreitert werden. Als „Entfaltung“ bezeichnet man den Vorgang zur Rekonstruktion der originalen Wahrscheinlichkeitsdichten aus der gemessenen Verteilung, einem Energiespektrum oder einer Abklingkurve, und der (bekannten) Antwortfunktion des Detektors.

Die Messung der Werte y der physikalischen Größen Y (Rang n), wie z. B. eine radionuklidspezifische Aktivität oder Zählraten, beginnt daher mit der Messung der Werte x von X (Rang m), die z. B. Kanalinhalt eines Vielkanalanalysatorspektrums (Energiespektrum) oder gemessene Zählraten einer zeitabhängigen Abklingkurve darstellen. Im Sinne dieser Norm wird solch eine Messung als eine lineare Überlagerung der durch die Aktivität des Präparats und den Nulleffekt verursachten Verteilungsdichten (oder Beiträge) $A_{k,i}$ des Radionuklids k zu jeder der Komponenten i der gemessenen x : $x_i = \sum_k A_{k,i} y_k$ aufgefasst.

Obwohl funktionale Darstellungen der Antwortfunktionen $A_{k,i}$ des Detektors (z. B. die Form einer Gammalinie) nicht-linear von Parametern wie einem Breitenparameter abhängen können, überlagern sich die dazugehörigen Nettoflächen immer linear.

Die Messung von mehr als einer Ergebnisgröße erfordert ein multivariates Modell der Messung. Solche Größen sind wechselseitig korreliert, da sie von gemeinsamen Eingangsgrößen abhängen. Es gibt zwei

Formen eines solchen Modells, abhängig davon, wie die Gleichungen zur Auswertung der Werte jedes Y_k formuliert werden können. Der Fall eines expliziten Modells ist gegeben, wenn es zur Berechnung eines der Werte von Y_k möglich ist, verschiedene Funktionen $G_k(X)$ zu formulieren, die nur von X abhängen; G ist die multivariate Modellfunktion (siehe GUM Supplement 2, Kapitel 6). Ein implizites Modell liegt vor, wenn Komponenten von Y ebenfalls in diesen Funktionen vorkommen, wodurch z. B. ein iteratives Lösungsverfahren erforderlich wird. Solch ein Modell für Y wird durch einen Satz von n Gleichungen spezifiziert

$$h = (h_1, \dots, h_n)^T \text{ oder } h(Y, X) = 0. \quad (1)$$

Ein explizites multivariates Modell ist durch einen Satz von n funktionalen Beziehungen gegeben:

$$Y_k = G_k(X_1, \dots, X_m); \quad (k = 1, \dots, n) \quad (2)$$

Schätzwerte y_k der n Messgrößen Y_k ergeben sich durch Einsetzen von Schätzwerten x_i der m Eingangsgrößen X_i ($i = 1, \dots, m$) in Gleichung (2):

$$y_k = G_k(x_1, \dots, x_m); \quad (k = 1, \dots, n) \quad (3)$$

Die den x_i zugeordneten Standardunsicherheiten, $u(x_i)$, und Kovarianzen, $u(x_i, x_j)$, bilden die Elemente der symmetrischen Unsicherheitsmatrix U_x und genügen den Beziehungen $u(x_i, x_i) = u^2(x_i)$ und $u(x_i, x_j) = u(x_j, x_i)$. Sind sie bekannt, folgen analog die den y_k zugeordneten Standardunsicherheiten, $u(y_k)$, und Kovarianzen, $u(y_k, y_l)$, aus:

$$u(y_k, y_l) = \sum_{i,j=1}^m \frac{\partial G_k}{\partial x_i} \cdot \frac{\partial G_l}{\partial x_j} \cdot u(x_i, x_j); \quad (k, l = 1, \dots, n) \quad (4)$$

Man erhält $u(y_k) = \sqrt{u(y_k, y_k)}$ und $u(y_k, y_l) = u(y_l, y_k)$ ($k \neq l$). Der Einfachheit halber werden die partiellen Ableitungen $\partial G_k / \partial x_i$, nach Ersetzen aller Eingangsgrößen X_i durch ihre Schätzwerte x_i , in Gleichung (4) und im Folgenden kurz als $\partial G_k / \partial x_i$ bezeichnet.

Die Modell-Funktionen G_k müssen nicht explizit als arithmetische Ausdrücke vorliegen. Sie können auch als ein Algorithmus gegeben sein, zum Beispiel in Form eines Rechenprogramms. In solchen Fällen, oder wenn kompliziertere Modell-Funktionen zu verwenden sind, können die partiellen Ableitungen möglicherweise nicht explizit angegeben, aber numerisch hinreichend genau durch Verwendung der Hälfte der Standardunsicherheit $u(x_i)$ als ein Inkrement von x_i geschätzt werden:

$$\frac{\partial G_k}{\partial x_i} = \frac{1}{u(x_i)} \{ G_k [x_1, \dots, x_i + u(x_i)/2, \dots, x_m] - G_k [x_1, \dots, x_i - u(x_i)/2, \dots, x_m] \} \quad (5)$$

Anmerkung 1 Die Gleichungen (2) bis (4) gelten für die Modell-Funktionen G_k die im Unsicherheitsbereich zwischen $x_i - u(x_i)$ und $x_i + u(x_i)$ ausreichend linear sind. Andernfalls müssen aufwändigere Prozeduren verwendet werden, wie sie im GUM, 5.1.2, beschrieben sind.

Anmerkung 2 Zur Verbesserung der Genauigkeit des Differenzenquotienten wird in der Praxis $u(x_i)$ in Gleichung (5) durch einen deutlich kleineren Wert Δ_j ersetzt, z. B. $\Delta_j = 2 \cdot 10^{-6} x_j$.

Es ist hervorzuheben, dass bei multivariaten Messungen die Verwendung der Matrix-Schreibweise von Vorteil ist. Daher werden im Folgenden diejenigen Größen, Werte und Funktionen, die durch das gleiche Symbol gekennzeichnet sind, in einer Spaltenmatrix zusammengefasst und als transponierte Zeilenmatrix mit dem fettgedruckten Symbol geschrieben. Beispiele sind $x = (x_1, \dots, x_m)^T$, $y = (y_1, \dots, y_n)^T$ und $G(x) =$

$(G_1, \dots, G_n)^T$. Weiterhin werden die Unsicherheitsmatrizen $U_x = [u(x_i, x_j)]$ und $U_y = [u(y_k, y_l)]$ sowie die Sensitivitätsmatrix $G_x = (\partial G_k / \partial x_i)$ eingeführt. Die Gleichungen (3) und (4) lauten dann einfach:

$$y = G(x); \quad U_y = G_x U_x G_x^T \quad (6)$$

Eine oft vorkommende Situation bei multivariaten Messungen mit einem expliziten Modell ist durch lineare Gleichungen beschrieben, die in einer Matrixgleichung der Form $X = A \cdot Y$ zusammengefasst werden. Es wird durch die Methode der gewichteten kleinsten Quadrate bearbeitet, wenn das System der Gleichungen überbestimmt ist.

5.3 Entfaltung als Teilmodell

Die mit der Entfaltung erhaltenen primären Ergebnisgrößen Y sind Aktivitäten oder Zählraten. Sehr oft ist nicht Y die gesuchte Messgröße, sondern Aktivitätskonzentrationen. Letztere erfordern noch Korrekturen im Hinblick auf den Radionuklid-abhängigen radioaktiven Zerfall, auf die chemische Ausbeute oder andere Einflüsse. Daher muss eine andere interessierender Messgröße, Y^+ , berechnet werden:

$$Y^+ = D \cdot Y, \quad \text{oder,} \quad Y^+ = D \cdot (Y - Y_0) \quad (7)$$

mit einer diagonalen Matrix D . Ihre diagonalen Elemente sind im Allgemeinen Funktionen $D_{j,j}(q, y)$ von Eingangsgrößen q ; sie können auch von Y abhängen, wenn mindestens eins der Elemente y_k darin verwendet wird. Letzteres kann vorkommen, wenn z. B. das Design der simultanen Messung der Aktivitäten von Strontium-Isotopen derart erweitert wird, dass die Messungen von ^{85}Sr , das mit einer bekannten Aktivität als radiochemischer Tracer zur Probe hinzugegeben wurde, in die Entfaltung einbezogen wird, um daraus die chemische Strontium-Ausbeute zu berechnen; siehe Beispiele in Teil 4 dieser Norm. Der zweite Teil von Gleichung (7) kann zum Beispiel beim Fitten von Peakflächen in der Gammaskopimetrie vorkommen, wenn Y Zählraten angepasster Peakflächen darstellt, von denen mögliche Linienflächenbeiträge Y_0 noch abzuziehen sind, die aus einem separat gemessenen Nulleffekt-Spektrum bestimmt werden.

Die durch die Transformation D nötig werdende Erweiterung zu einer zwei-stufigen Unsicherheitsfortpflanzung wird in [Abschnitt 5.6](#) ausgeführt.

5.4 Eingangsgrößen und ihre Unsicherheiten

Eingangsgrößen umfassen alle Größen, von denen gemessene oder anderweitig ermittelte Werte in der Entfaltung verwendet werden und denen Unsicherheiten beigeordnet sind. Impulsanzahlen oder Zählraten als Eingangsgrößen, mit X_i bezeichnet, sind von den anderen Eingangsgrößen zu trennen, die als Parameter betrachtet werden, deren Werte mit p_i bezeichnet werden (siehe [5.5](#)).

Abhängig von der Art der Messung sind Zählraten-bezogene Eingangsgrößen, X_i , für die n_i Ereignisse während der Messdauer, t_i , registriert werden, entweder mit einer gemeinsamen Einkanal-Analyse oder mit individuellen Kanälen wie im Falle mehrerer Zählkanäle oder der Vielkanal-Analyse verknüpft, wie z. B. bei der Mehrfenster-Flüssigkeitsszintillations-Analyse oder bei einem Alpha- oder Gammaskopetrum.

Für eine Zählrate $X_i = R_i$ sind unter der Annahme (unabhängiger) Poisson-Statistik bei vorliegendem Zählergebnis n_i während der Messdauer t_i anzusetzen: $x_i = r_i = n_i / t_i$ und $u^2(x_i) = n_i / t_i^2 = x_i / t_i$. Kovarianzen können darüber hinaus oft Null gesetzt werden: $u(x_i, x_j) = 0$ ($i \neq j$). Die Messdauern können zwischen den zu den verschiedenen X_i gehörenden Messungen variieren. Die Komponenten der Messunsicherheiten bilden Unsicherheits-Matrizen $U_x = [u(x_i, x_j)]$ und $U_y = [u(y_i, y_j)]$. U_x ist oft diagonal mit den Elementen $u^2(x_i) = n_i / t_i^2$.

Es ist nützlich Gleichungen für die Quantifizierung der Unsicherheitsmatrix U_x der Eingangsgrößen X zu haben. Repräsentiert X einen Vektor von Nettozählraten, ist es vorteilhaft, die Varianzen in U_x in der folgenden allgemeinen Form darzustellen:

$$u^2(x_i) = \frac{x_i}{t_{ci}} + \sum_k \left[\frac{x_{0,k}}{t_{ci}} + u^2(x_{0,k}) \right] \quad (8)$$

worin die Symbole $x_{0,k}$ und t_{ci} mögliche Nulleffekt- und Interferenzzählraten, die von den zu X_i gehörenden Bruttozählraten abzuziehen sind, und die Zählauern der Messungen des Präparats. Kovarianzen zwischen einem Paar $(X_i, X_j) (i \neq j)$ der Komponenten von X existieren dann, wenn beide Größen, X_i und X_j , als Funktionen betrachtet, von derselben Größe der anderen (Untergrund-bezogenen) mit Unsicherheiten behafteten Größen d abhängen. Wenn der Satz solcher d_k darüber hinaus statistisch unabhängig ist, ist die Kovarianz gegeben durch (siehe [Anhang A](#))

$$u(x_i, x_j) = \sum_k \frac{\partial X_i}{\partial d_k} \frac{\partial X_j}{\partial d_k} u^2(d_k) \quad (9)$$

5.5 Parameter der Entfaltung

Beispiele von Parametern sind Spektrum-Parameter wie z. B. die Breiten der Spektrallinien, Nachweiswahrscheinlichkeiten, Radionuklid-spezifische Daten wie Emissionswahrscheinlichkeiten und Halbwertszeiten, und Korrekturfaktoren. Es wird angenommen, dass Werte und Standardunsicherheiten der Parameter der Entfaltung im Vorhinein nach den Regeln des GUM bestimmt wurden.

Die Elemente der Matrix A können andere Größen enthalten, die als ein Vektor p von Parametern betrachtet werden und denen Unsicherheiten zugeordnet sind. Zur Vereinfachung werden die Schätzwerte x und p als Spaltenmatrix $w = (x_1, \dots, x_m, p_1, p_2, \dots)^T$ zusammengefasst.

Zur Entfaltung werden die Schätzwerte x und p der Eingangsgrößen und die ihnen zugeordnete Unsicherheitsmatrix $U_w(x, p)$ benötigt. Diese Unsicherheitsmatrix muss als Kovarianzmatrix nach GUM berechnet werden (siehe auch Literaturhinweise [1] und [2]). Diese Unsicherheitsmatrix $U_w(x, p)$ wird als Funktion von x benötigt, da x zur Berechnung der charakteristischen Grenzen unterschiedliche Werte annehmen muss, während p konstant bleibt. Die Unsicherheitsmatrizen U_x und U_p , die x und p zugeordnet sind, sind Teilmatrizen von U_w . Der Rang von U_x darf nicht kleiner sein als die Anzahl n der Modellgleichungen. Wenn die Werte für x und p aus unterschiedlichen, voneinander unabhängigen Experimenten stammen, besteht keine Korrelation zwischen x und p . Dann sind diejenigen Elemente der Unsicherheitsmatrix U_w null, die Paaren x_i und p_k zugeordnet sind.

Ein explizites Modell der Auswertung besteht aus den n Beziehungen zwischen den Eingangs- und Ergebnisgrößen. Diese können formal und sehr allgemein als eine Spaltenmatrix $H(y, p)$ der Modellfunktionen H_k geschrieben werden, die alle von diesen Größen abhängen:

$$x = H(y, p) \quad (10)$$

Ohne (x, p) zu w zusammenzufassen, liest sich die Unsicherheitsfortpflanzung wie folgt:

$$U_y = G_w U_w G_w^T = G_x U_x G_x^T + G_p U_p G_p^T \quad (11)$$

In Abschnitt 5.6 wird gezeigt, dass im Falle eines linearen und expliziten Modells der Ausdruck $G_x U_x G_x^T$ mittels eines anderen Ausdrucks ausgewertet wird, der aus der Methode der kleinsten Quadrate stammt. Der zweite Ausdruck in der vorstehenden Gleichung wird jedoch mit der Unsicherheitsfortpflanzung mit der Transformationsmatrix G_p mit den Elementen $G_{l,j} = \partial Y_l / \partial p_j$ berechnet. Um Verwechslungen vorzubeugen

wird diese Matrix wegen des mehrdeutigen Symbols G im Folgenden mit Q bezeichnet. Es wird betont, dass die Berechnung dieser Matrix einen nicht gerade einfachen Schritt darstellt, da hierzu die Ableitungen der als Funktion darzustellenden Werte der Ergebnisgrößen nach den Parametern p zu bilden sind.

$$Q_{l,j} = \frac{\partial y_l}{\partial p_j} = \frac{1}{\Delta_j} \{ y_l(x, p_1, \dots, p_j + \Delta_j / 2) - y_l(x, p_1, \dots, p_j - \Delta_j / 2) \} \quad (12)$$

Für Δ_j siehe die zweite Anmerkung unter Gleichung 5. Die beiden Terme in den geschweiften Klammern zeigen, dass für eine Ableitung zwei Auswertungen der Ergebnisgröße erforderlich sind, d. h. zwei volle Auswertungen nach der Methode der kleinsten Quadrate. Daraus folgt, dass der Algorithmus zu deren Berechnung so zu organisieren ist, dass die Analyse nach der Methode der kleinsten Quadrate als eine Funktion auszuführen ist, die bei jedem Aufruf einen Wert y_l der Ergebnisgröße liefert.

5.6 Verfahren zur Entfaltung

Die Entfaltung in multivariaten Messungen besteht im Wesentlichen darin, neue Werte z der Eingangsgrößen X an die gegebenen Schätzwerte x anzupassen, wobei $z = H(y, p)$ von den Schätzwerten y der Messgröße, die zu bestimmen ist, und von festen gegebenen Daten p abhängen, die nicht ausgeglichen werden sollen. Als Verfahren zur Entfaltung des Spektrums empfiehlt sich besonders eine im Allgemeinen nichtlineare Ausgleichsrechnung, weil sie leicht mit der Behandlung der Unsicherheiten kombiniert werden kann und die folgende kompakte und transparente Darstellung erlaubt.

Die Schätzwerte y der Messgröße werden mit Hilfe der Methode der kleinsten Quadrate so ermittelt, dass

$$\chi^2 = (x - z)^T U_x^{-1}(x) (x - z) = \min \quad (13)$$

gilt, unter der Nebenbedingung $z = H(y, p)$ und mit der Unsicherheitsmatrix $U_x(x)$, die für die Berechnung der charakteristischen Grenzen als Funktion von x gegeben ist. Das Ergebnis der Minimierungsaufgabe sind die Funktionen

$$y = G(x, p) = G(w) \quad (14)$$

$$z = H(y, p) = H[G(w), p] = F(w) \quad (15)$$

und, ähnlich wie Gleichung (6), wobei w anstelle von x steht, und die Unsicherheitsmatrizen:

$$U_y = G_w U_w G_w^T; \quad U_z = F_w U_w F_w^T \quad (16)$$

Die Spaltenmatrix w kombiniert x und p . Die Unsicherheitsmatrix U_w kombiniert entsprechend die Unsicherheitsmatrizen U_x und U_p . Die Ansprechmatrizen F_w und G_w bezeichnen die Matrizen der partiellen Ableitungen der Funktionen $F(w)$ bzw. $G(w)$. Alle Matrizen der rechten Seite von Gleichung (16) sind Funktionen von w .

ANMERKUNG Die mit den Ausdrücken der rechten Seiten der Gleichungen (6) und (16) definierten Unsicherheitsmatrizen stellen allgemein die Unsicherheitsfortpflanzung in Matrixnotation dar, worin die partiellen Ableitungen die linearen Transformationsmatrizen G bzw. F bilden.

Die Ergebnisse der Anpassung sind verträglich mit den gegebenen Werten x , wenn das standardisierte Chi-Quadrat χ_s^2 zu $m > n$ passt und mit dem gefundenen Minimum $\chi_{\min}^2$ die Chi-Quadrat-Bedingung

$$\chi_s^2 = \frac{|\chi_{\min}^2 - (m - n)|}{\sqrt{2(m - n)}} \leq k_{1-\delta/2} \quad (17)$$

erfüllt. Als Irrtumswahrscheinlichkeit wird $\delta = 0,05$ empfohlen.

In vielen Fällen ist die Funktion $H(y, p)$, die an gegebene Schätzwerte x anzupassen ist, linear in y , d. h. $z = H(y, p) = Ay$, wobei die Matrix A nicht von p abhängig ist und die Ansprechmatrix des Spektrometers darstellt. Dann sind x und w identisch, und die Minimierungsprozedur mit der Methode der kleinsten Quadrate kann leicht ausgeführt werden und liefert

$$y = U_y A^T U_x^{-1}(x) x; \quad U_y = \left[A^T U_x^{-1}(x) A \right]^{-1} \quad (18)$$

$$z = Ay; \quad U_z = AU_y A^T \quad (19)$$

$$\chi_{\min}^2 = x^T U_x^{-1}(x) (x - z); \quad \tilde{U}_y = \left[A^T U_x^{-1}(A \tilde{y}) A \right]^{-1} \quad (20)$$

Wenn A mit Unsicherheiten U_p behaftete Parameter p enthält, erweitern sich die Gleichungen (18) bis (20):

$$U_y(x) = \left[A^T U_x^{-1}(x) A \right]^{-1}; \quad y = U_y(x) A^T U_x^{-1}(x) x; \quad U_y = U_y(x) + Q U_p Q^T \quad (21)$$

$$z = Ay; \quad U_z = A \left(U_y(x) + Q U_p Q^T \right) A^T \quad (22)$$

$$\chi_{\min}^2 = x^T U_x^{-1}(x) (x - z); \quad \tilde{U}_y = \left[A^T U_x^{-1}(A \tilde{y}) A \right]^{-1} + Q U_p Q^T \quad (23)$$

Wenn sich das aus der Entfaltung ergebende Y einen Teil des Modells darstellt, ist eine andere Ergebnisgröße, Y^+ , von Interesse. Nach [Abschnitt 5.3](#) wird letztere mit Hilfe einer diagonalen Matrix D nach [Gleichung \(7\)](#) berechnet, d. h. $y_j^+ = D_{jj} y_j$, oder $y_j^+ = D_{jj} (y_j - y_{0,j})$. Enthalten nun die Elemente von D weitere Eingangsgrößen (Parameter) q_m , die mit Unsicherheiten $u(q_m)$ verknüpft sind, werden diese in einem Vektor q und einer Kovarianzmatrix U_q zusammengefasst. Sind in den Elementen der Designmatrix A einige Größen mit Unsicherheiten (Vektor p , Kovarianzmatrix U_p) enthalten, wird empfohlen, p und U_p in q und U_q zusammenzuführen. Zur Berechnung der Unsicherheitsmatrix U_{y^+} werden die partiellen Ableitungen $\partial y_j^+ / \partial y_m = J_{jm}$ und $\partial y_j^+ / \partial q_m = \dot{Q}_{jm} \partial y_j^+ / \partial q_m = \dot{Q}_{jm}$ benötigt, welche die Elemente von Transformationsmatrizen J und $\dot{Q}$ darstellen. Im zweiten Fall der [Gleichung \(7\)](#) werden die Komponenten und Unsicherheiten von y_0 ebenfalls in q und U_q aufgenommen; die partiellen Ableitungen werden mit $J_{jm} = \partial (D_{jj}(q, Y) y_j) / \partial y_m$ und $\dot{Q}_{jm} = \partial (D_{jj}(q, Y) (y_j - y_{0,j})) / \partial q_m$ berechnet; J_{jm} hängen nicht von y_0 ab. Schließlich erhält man folgende Matrix-Gleichung zur Berechnung der Unsicherheitsmatrix U_{y^+} der gewünschten Ergebnisgrößen:

$$U_{y^+} = K U_y K^T + \dot{Q}' U_q \dot{Q}'^T \quad U_{y^+} = K U_y K^T + \dot{Q}' U_q \dot{Q}'^T \quad U_{y^+} = J U_y J^T + \dot{Q}' U_q \dot{Q}'^T, \quad (24)$$

mit $U_y = (A^T U_x^{-1}(x) A)^{-1}$ nach Gleichung (18).

Für ein explizites Modell, das ein Ausgleichungsverfahren als Teil des Modells enthält analog zu den Gleichungen (18) bis (20), wenn man den zweiten Teil von [Gleichung \(7\)](#) verwendet (sonst wäre y_0 Null zu setzen):

$$U_y(x) = \left[A^T U_x^{-1}(x) A \right]^{-1}; \quad y^+ = D \left[U_y(x) A^T U_x^{-1}(x) x - y_0 \right]; \\ U_{y^+} = U_{y^+}(x) + U_{y^+}(q) = J U_y(x) J^T + \dot{Q}' U_q \dot{Q}'^T \quad (25)$$

$$z = (AD^{-1})(y^+ + Dy_0) = (AD^{-1})y^+ + Ay_0; \quad U_z = (AD^{-1})U_{y^+}(x)(AD^{-1})^T + ZU_qZ^T \quad (26)$$

$$\chi_{\min}^2 = x^T U_x^{-1}(x)(x-z); \quad \tilde{U}_{y^+} = J \left[A^T U_x^{-1} (AD^{-1} \tilde{y}^+) A \right]^{-1} J^T + Q^T U_q Q^T \quad (27)$$

mit der Transformationsmatrix $\partial z_j / \partial q_m = Z_{jm}$.

ANMERKUNG 1 Wenn Werte von $\tilde{U}_y$ und $\tilde{U}_{y^+}$ berechnet werden, müssen die Terme QU_pQ^T und $Q^T U_q Q^T$ in den Gleichungen (23) und (27), für jeden neuen Wert von $\tilde{y}$ oder $\tilde{y}^+$, z. B. während der für die Nachweisgrenze erforderlichen Iteration, jeweils neu berechnet werden, nicht jedoch für den Fall der Berechnung partieller Ableitungen. Um jedoch ganz sicher zu gehen, sind die Terme QU_pQ^T und $Q^T U_q Q^T$ in den Gleichungen (23) und (27) durch $\tilde{Q}U_p\tilde{Q}^T$ und $\tilde{Q}^T U_q \tilde{Q}^T$ zu ersetzen.

ANMERKUNG 2 Die Ähnlichkeit der zwei Gleichungen $x = Ay$ und $x = AD^{-1}y^+$ könnte nahelegen, die Lösung der zweiten Gleichung durch Setzung von $x = A'y^+$ auf diejenige für die erste Gleichung zurückzuführen. Dies ist nur dann erlaubt, wenn die Elemente von D nicht von Elementen von y abhängen, andernfalls würde die Gleichung nicht-linear werden und Gleichung (21) wäre nicht mehr anwendbar. Das ist der Grund dafür, dass der Beitrag von U_q , wenn darin auch Parameter von D zu berücksichtigen sind, durch einen zusätzlichen Schritt der Unsicherheitsfortpflanzung bestimmt wird.

ANMERKUNG 3 Für Modelle, die linear in y sind, erfordern die oben aufgeführten Gleichungen Matrixalgebra als numerisches Werkzeug, das auch in üblichen Programmen zur Tabellenkalkulation verfügbar ist. Repräsentiert der Vektor x Kanalinhalt eines Vielkanalspektrums, oder deren Zählraten, sind die Komponenten von x nicht korreliert. In diesem Fall ist es nicht notwendig mit der kompletten Unsicherheitsmatrix U_x zu arbeiten, die groß sein kann; die Verwendung von Standard-Routinen für die lineare Methode der kleinsten Quadrate, wie z. B. LFIT aus Literaturstelle [23], erleichtert die Anwendung und macht sie bedeutend schneller.

ANMERKUNG 4 Sollte das Modell nicht-linear sein, kann ein anderes Standardverfahren angewendet werden, z. B. die Routine MRQMIN [23] für das Levenberg-Marquardt-Verfahren. Enthält die Matrix A mit Unsicherheiten behaftete Parameter, stellt dies auch den allgemeinen Fall des Verfahrens der kleinsten Quadrate (Engl.: total least-squares) dar; siehe Literaturstellen [24, 25]. Praktische Erfahrung hat jedoch gezeigt, dass es ausreicht, das Standardverfahren für die Methode der kleinsten Quadrate zur Berechnung von y zu nehmen und mit einer kompletten Unsicherheitsfortpflanzung U_y zu ermitteln.

5.7 Modifikation der Entfaltung für Poisson-verteilte Impulsanzahlen

Zählraten werden generell aus gemessenen Impulsanzahlen abgeleitet, die der Poissonverteilung genügen und daher im Falle kleiner Impulsanzahlen von der Normalverteilung abweichen (siehe Anhang A in Teil 2 dieser Norm). Von der Anwendung der Methode der kleinsten Quadrate für diesen Fall ist bekannt, dass sie verzerrte Fitparameter liefert. Die Verzerrung kann durch Anwendung des folgenden iterativen Schemas auf Gleichung (18) deutlich reduziert werden; siehe dazu die Literaturstellen [27, 26]. Die Schritte sind:

- Zuerst wird die Gleichung (18) einmal mit den mit statistischen Schwankungen behafteten Eingangsdaten x angewendet, um den Vektor y zu erhalten;
- aus der Gleichung $Ay = x_1$ wird ein neuer Vektor x_1 berechnet (ohne statistische Schwankungen);
- ersetze in der Matrix U_x (nur) die diagonalen Elemente gemäß $U_x(i,i) = x_1(i)/t$;
- wiederhole die Auswertung nach Gleichung (18) unter Verwendung der modifizierten Matrix $U_{x,1}$, wobei jedoch weiterhin der originale Vektor x der Eingangsdaten verwendet wird:

$$U_{y;l}(x) = \left[A^T U_{x;l}^{-1}(x_l) A \right]^{-1}; \quad y_l = U_{y;l}(x) A^T U_{x;l}^{-1}(x_l) x; \quad (28)$$

Die letzten drei Schritte können noch ein- oder zweimal wiederholt werden, jedoch nicht öfter. Der grundsätzliche Ansatz hinter dieser Modifikation bezieht sich auf die "Pearson"-Variante des Ausdrucks für das Chi-Quadrat, die anstelle der sonst in der „Gaußschen“ Methode der kleinsten Quadrate üblichen "Neyman"- oder "modifizierte Neyman"-Variante verwendet wird; siehe Literaturstelle [27].

Eine andere Technik ist das Fitten nach der Methode der Poisson Maximum-Likelihood Schätzung (PMLE); siehe Literaturstelle [27]. Das ist ein für kleine Impulsanzahlen gut geeignetes, aber nicht-lineares Anpassungsverfahren. Dazu kann z. B. die Routine MRQMIN, nach einer Anpassung für PMLE, verwendet; siehe dazu die Literaturstelle [28].

5.8 Auswertung der primären Ergebniswerte und ihrer beigeordneten Standardunsicherheiten

Die Berechnung partieller Ableitungen der Ergebnisgrößen nach den Eingangsgrößen kann durch Einführung einer Funktion, welche den Ergebnisvektor so berechnet, dass alle Werte der Eingangsgrößen berücksichtigt werden, wie z. B. x , p oder q ; der Vektor dieser Eingangsgrößen sei nun mit v bezeichnet. Das folgende Schema zeigt symbolisch in Form einer Routine *Result* die Folge der zur Ermittlung des Vektors $\tilde{y}^+$ erforderlichen Rechnungen. Solch eine Funktion würde auch zur Berechnung eines Unsicherheitsbudgets verwendet werden.

```
function Result (k, v, Ux, Up oder Uq)

  berechne die Matrizen A, D als Funktionen von v;

  invertiere (lokal) die Matrix Ux;

  berechne die Matrix Matmul(Transpose(A), Matmul(Ux-1, A)) und invertiere sie: ergibt Uy(x);

  berechne den Vektor y = Matmul(Uy(x), Matmul(Transpose(A), Matmul(Ux-1, x)));

  Result = y(k)

  Wenn y ein Teil-Modell ist: berechne den Resultat-Vektor y+ = Matmul(D, y);

  Result = y+(k)

end function Result
```

Bei Verwendung einer solchen Funktion kann eine partielle Ableitung wie folgt einfach ermittelt werden:

```
Funktionswert für nicht-modifizierte Eingangsgrößen:
Fv1 = Result(k, v, Ux, Up oder Uq);

Die partiellen Ableitungen werden für mehrere Eingangsgrößen in einer Schleife (loop) berechnet:

loop
```

modifiziere eine der Eingangsgrößen, $v(j)$, durch Addition eines kleinen Werts Δ_j zu $v(j)$:

$Fv2 = \text{Result}(k, \{v(1), \dots, v(j)+\Delta_j, \dots\}, Ux, Up \text{ oder } Uq);$

die partielle Ableitung nach dem Parameter $v(j)$ ist der Quotient:

$(Fv2 - Fv1) / \Delta_j;$

restauriere den nicht-modifizierten Parametervektor v ;

end loop

Dies stellt eine asymmetrische Form des Differenzenquotients dar und erfordert nur eine zusätzliche Funktionsberechnung je Ableitung. Es wird empfohlen, für Δ_j nur kleine Werte, wie z. B. $2 \cdot 10^{-6} v(j)$, zu verwenden und doppelt genau zu rechnen.

Damit erhält man den Vektor der primären Ergebnisgrößen mit den Elementen y_j^+ . Die mit y_j^+ verknüpften Standardunsicherheiten sind durch $u(y_j^+) = \sqrt{U_{y,jj}^+}$ gegeben.

5.9 Standardunsicherheit als eine Funktion eines angenommenen wahren Werts der Messgröße

Die Berechnung der Unsicherheit $\tilde{u}(\tilde{y})$ eines angenommenen wahren Werts $\tilde{y}$ wird zweckmäßigerweise in Form einer Funktion formuliert, mit deren Hilfe die Erkennungsgrenze und die Nachweisgrenze berechnet werden können. In dem hier betrachteten multivariaten Fall ist es nicht möglich die Unsicherheitsfunktion so zu erstellen, dass sie simultan Unsicherheiten für mehrere Komponenten von Y liefert. Daher bezieht sich diese Funktion auf nur eine interessierende Komponente von Y , z. B. die Größe y_j . In dem Ausdruck für $\tilde{u}(\tilde{y})$ wird in dem Vektor Y diese Komponente y_j durch den angenommenen wahren Wert $\tilde{y}$ ersetzt und es ergibt sich der Vektor $\tilde{y} = (\tilde{y}, \max(0, y_2), \dots, \max(0, y_n))^T$, der nun anstelle von y verwendet wird.

ANMERKUNG Ohne die Modifikation, alle anderen Komponenten von Y auf positive Werte zu beschränken, würde ein negativ gefittetes y_k für die interessierende Ergebnisgröße, z. B. y_j , mit $k \neq j$, den Effekt zeigen, als ob der abgezogene Nulleffekt oder Interferenzbeitrag zu niedrig wäre; dadurch würde die Unsicherheit von y_j unterschätzt. Diese Modifikation ist nur für solche y_k anzuwenden, die eine Aktivität repräsentieren, für die negative Werte nicht sinnvoll sind.

Eine multivariate Auswertung führt zu $\tilde{z} = H(\tilde{y}, p)$, d. h. zu simultan modifizierten Eingangsgrößen, welche die Spaltenmatrix x ersetzen. Somit ergibt sich die Spaltenmatrix $\tilde{w}$ aus der Kombination von $\tilde{z}$ und p , darüber hinaus folgen die mit den modifizierten Werten der Eingangsgrößen verknüpften Unsicherheiten, durch $\tilde{U}_w$ gegeben, aus der Kombination von $U_x(\tilde{z})$ und U_p . Die Matrizen $\tilde{w}$ und $\tilde{U}_w$ werden in [Gleichung \(11\)](#) anstelle von w und U_w benutzt, um daraus $\tilde{U}_y$ zu berechnen. Die Wurzel aus dem (1,1)-Element dieser Unsicherheitsmatrix ist schlussendlich die gesuchte Unsicherheitsfunktion $\tilde{u}(\tilde{y})$.

Im Falle eines expliziten, in Bezug auf Y linearen, Modells führt analog eine multivariate Auswertung nach [Gleichung \(22\)](#) zu $\tilde{x} = \tilde{z} = A(p) \tilde{y}$, wobei A von Parametern p abhängt, während die Unsicherheitsmatrix $U_x(\tilde{z})$ der modifizierten Werte der Eingangsgrößen nach [Abschnitt 5.6](#) berechnet wird. Dann werden die

Matrizen $\tilde{z}$ und $U_x(\tilde{z})=U_x(A\tilde{z})$ anstelle von x und U_x in [Gleichung \(23\)](#) eingesetzt, um die Matrix $\tilde{U}_y$ und das interessierenden (k, k) -Element als den gesuchte Wert der Unsicherheitsfunktion $\tilde{u}(\tilde{y}_k)$ zu berechnen.

Wenn das multivariate Modell der Auswertung ein Teil-Modell enthält (siehe [Abschnitt 5.3](#)), werden die Parameter p und q mit den Unsicherheiten U_p und U_q gemeinsam im Vektor q (Reihenfolge: p, q) und in der gemeinsamen Unsicherheitsmatrix U_q zusammengefasst. [Gleichung \(26\)](#) führt zu $\tilde{x} = \tilde{z}$, während $U_x(\tilde{z})$ nach [Abschnitt 5.4](#) berechnet wird; $\tilde{U}_y$ bezieht sich auf das Teil-Modell und wird wie gerade beschrieben berechnet. $\tilde{U}_y$ wird dann in [Gleichung \(27\)](#) eingesetzt und die Wurzel aus dem (k, k) -Element von $\tilde{U}_{y^+}$ stellt den Wert der Unsicherheitsfunktion $\tilde{u}(\tilde{y}_k^+)$ dar.

Das folgende Schema zeigt in einer symbolischen Funktion *Utilde* die Abfolge der Rechenschritte, die nötig sind um die Unsicherheitsfunktion $\tilde{u}(\tilde{y}_k^+)$ zu berechnen.

```
function Utilde (  $\tilde{y}^+$  , k )
```

```
Berechne die Matrizen A, D als Funktion von q;
```

```
ersetze negative Komponenten  $\neq k$  in  $\tilde{y}^+$  durch 0;
```

```
berechne  $\tilde{x} = AD^{-1}\tilde{y}^+$ ;
```

```
    berechne  $\tilde{U}_{\tilde{x}}$  (s. Abschnitt 5.4), z. B.  $u^2(x_i) = \frac{x_i}{t_c} + \frac{x_0}{t_c} + u^2(x_0)$  und  $u(x_l, x_j) = u^2(x_0) = x_0/t_0$ ;
```

```
invertiere die Matrix  $\tilde{U}_{\tilde{x}}$ ;
```

```
berechne die Matrix Matmul(Transpose(A) , Matmul( $\tilde{U}_{\tilde{x}}^{-1}$  , A)) und invertiere sie um  $\tilde{U}_{\tilde{y}}(\tilde{x})$  zu erhalten;
```

```
berechne  $y = \text{Matmul}(\tilde{U}_{\tilde{y}}(\tilde{x}) , \text{Matmul}(\text{Transpose}(A) , \text{Matmul}(\tilde{U}_{\tilde{x}}^{-1} , \tilde{x})))$ ;
```

```
berechne die Matrix  $Q'$  der partiellen Ableitungen  $\partial y_j^+ / \partial q_m = Q'_{jm}$ ;
```

```
berechne die Matrix J der partiellen Ableitungen  $\partial y_j^+ / \partial y_m = J_{jm}$ ;
```

```
berechne  $\tilde{U}_{\tilde{y}^+}$  als
```

```
Matmul(J , Matmul( $\tilde{U}_{\tilde{y}}(\tilde{x})$  , Transpose(J))) + Matmul( $Q'$  , Matmul( $U_q$  , Transpose( $Q'$ )));
```

```
nimm  $\sqrt{\tilde{U}_{\tilde{y}^+, k, k}}$  als den Wert Utilde für die Komponente k.
```

```
end function Utilde
```

5.10 Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Bewertungen

5.10.1 Spezifikationen

Die Wahrscheinlichkeit α für eine falsche Entscheidung für das Vorliegen des untersuchten physikalischen Effekts, die Wahrscheinlichkeit β für eine falsche Entscheidung für das Fehlen des untersuchten physikalischen Effekts und die Wahrscheinlichkeit $1-\gamma$ zum Überdeckungsintervall müssen vorgegeben werden. Die Wahl der geeigneten Werte hängt von der jeweiligen Anwendung ab. Häufig werden $\alpha = \beta$ und der Wert 0,05 für α und β gesetzt. Dann gilt $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1,65$. Wenn für γ der Wert 0,05 gewählt wird, dann gilt $k_{1-\gamma/2} = 1,96$.

Wenn beurteilt werden soll, ob ein Messverfahren für die Messgröße den aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder anderen Gründen gestellten Anforderungen genügt, muss auch ein Richtwert y_r als Wert der Messgröße, z. B. als Aktivität, vorgegeben werden.

5.10.2 Erkennungsgrenze

Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze beziehen sich bei multivariaten Messungen immer auf eine einzelne Komponente j des Vektors y^+ (oder y). Wenn die Unsicherheiten nach GUM ermittelt werden können, ist die Erkennungsgrenze für die Komponente j , y_j^{+*} , wie folgt definiert (siehe Teil 1, Abschnitt 8.2):

$$y_j^{+*} = k_{1-\alpha} \sqrt{\tilde{U}_{\tilde{y}^+, jj}(\tilde{x})} \quad (29)$$

Der Wert $\sqrt{\tilde{U}_{\tilde{y}^+, jj}(\tilde{x})}$ ist mit der in [Abschnitt 5.8](#) erläuterten Unsicherheitsfunktion zu ermitteln, wobei $\tilde{x} = (AD^{-1})\tilde{y}^+$ und $\tilde{y}^+ = (\max(0, y_1^+), \dots, \tilde{y}_j^+ = 0, \dots, \max(0, y_n^+))$ gesetzt werden.

5.10.3 Nachweisgrenze

In Analogie zum Teil 1 dieser Norm wird die mit der Komponente j des Vektors y^+ (oder y) verbundene Nachweisgrenze $y_j^{+\#}$ als Lösung einer impliziten Gleichung definiert:

$$y_j^{+\#} = y_j^{+*} + k_{1-\beta} \sqrt{\tilde{U}_{\tilde{y}^+, j, j}(\tilde{x})}, \quad (30)$$

mit $\tilde{x} = (AD^{-1})\tilde{y}^+$ und $\tilde{y}^+ = (\max(0, y_1^+), \dots, \tilde{y}_j^+ = y_j^{+\#}, \dots, \max(0, y_n^+))$. Der Wert der Wurzel wird wiederum mit Hilfe der in [Abschnitt 5.9](#) erläuterten Unsicherheitsfunktion bestimmt. Da der Wert $y_j^{+\#}$ auch unter der Wurzel auf der rechten Seite der Gleichung (30) vorkommt, handelt es sich um eine implizite Gleichung, die durch Iteration zu lösen ist.

5.10.4 Bewertung eines Messverfahrens

Die Entscheidung, ob ein anzuwendendes Messverfahren gestellten Anforderungen bezüglich des Nachweises des durch die Messgröße quantifizierten physikalischen Effektes genügt, wird durch Vergleich der Nachweisgrenze $y_j^{+\#}$ mit dem vorgegebenen Richtwert y_r getroffen. Ist $y_j^{+\#} > y_r$ oder besitzt Gleichung (30) keine Lösung $y_j^{+\#}$ (siehe Abschnitt 2.7 im Teil 1 dieser Norm), so ist das Messverfahren für den vorgesehenen Messzweck hinsichtlich der Anforderungen nicht geeignet.

5.11 Überdeckungsintervall, bester Schätzwert und seine beigeordnete Standardunsicherheit

5.11.1 Allgemeine Gesichtspunkte

Bei Vorliegen mehr als einer Ergebnisgröße sind deren Unsicherheiten korreliert, so dass Überdeckungs-Ellipsoide konstruiert könnten. Diese werden jedoch in dieser Norm nicht betrachtet. Die Überdeckung nur einer der Ergebnisgrößen wird von ihrer marginalen Verteilung abgeleitet, die man durch Ausintegrieren der verbleibenden Ergebnisgrößen erhält. Danach sind die im Folgenden beschriebenen Überdeckungsintervalle anwendbar.

Die Grenzen des Überdeckungsintervalls werden für einen physikalischen Effekt angegeben, der nach [Abschnitt 5.10.2](#) als vorhanden erkannt wurde, und begrenzen das Überdeckungsintervall in der Weise, dass es mit der Wahrscheinlichkeit $1-\gamma$ den wahren Wert der Messgröße enthält (siehe Teil 1 dieser Norm, Abschnitt 9.1). Die Grenzen des Überdeckungsintervalls berücksichtigen die Bedingung, dass die Messgröße nicht-negativ ist (siehe Anhang B in Teil 2 dieser Norm).

Wenn nur die Bedingung $1-\gamma$ gegeben ist, gibt es keine eindeutige Definition für das Überdeckungsintervall. Weitere Bedingungen sind nötig, die neben anderen zu den Definitionen des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls und des kürzesten Überdeckungsintervalls führen. Diese internationale Norm stellt für den Fall, dass die Unsicherheiten nach GUM ausgewertet werden können, dafür Formeln zur Verfügung.

ANMERKUNG Für den Zweck des Strahlenschutzes hat die Behörde zu entscheiden welche Variante des Überdeckungsintervalls verwendet werden soll. Wenn die oberen Grenzen der zwei Überdeckungsintervalle verglichen werden, ist zu bedenken, dass sie unterschiedliche Wahrscheinlichkeiten haben können, wenn die untere des kürzesten Intervalls bei 0 liegt.

Bei multivariaten Messungen ist ein Überdeckungsintervall immer auf ein einzelne Komponente j des Messgrößen-Vektors Y bezogen und basiert auf dem primären Ergebnis y_j^+ und seiner beigeordneten Standardunsicherheit $u(y_j^+) = \sqrt{U_{y,jj}(x)}$ und den gegebenen primären Werten der anderen Komponenten von Y . Folglich wird die Berechnung des Überdeckungsintervalls, wie in Abschnitt 9 in Teil 1 dieser Norm festgelegt, im Folgenden wiederholt.

5.11.2 Das probabilistisch symmetrische Überdeckungsintervall

Mit dem primären Ergebnis y der Messgröße und der ihm zugeordneten Standardunsicherheit $u(y)$ werden die untere Grenze des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls $y^<$ und die obere Grenze des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls $y^>$ wie folgt berechnet:

$$y^< = y - k_p \cdot u(y) \text{ mit } p = \omega \cdot (1 - \gamma/2) \quad (31)$$

$$y^> = y + k_q \cdot u(y) \text{ mit } q = 1 - \omega \cdot \gamma/2 \quad (32)$$

Dabei ist

$$\omega = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{y/u(y)} \exp\left(-\frac{v^2}{2}\right) dv = \Phi[y/u(y)] \quad (34)$$

Zur Verteilungsfunktion $\Phi(t) = p$ der Standardnormalverteilung und für ihre Umkehrfunktion, $\Phi^{-1}(p) = t = k_p$ wird auf Tabelle E.1 in Teil 1 dieser Norm verwiesen. Für Methoden zur ihrer Berechnung siehe Annex E in Teil 1, oder z. B. Literaturstelle [\[26\]](#).

Im Allgemeinen sind die Grenzen des probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls weder symmetrisch zu y , noch zum besten Schätzwert $\hat{y}$, jedoch sind die Wahrscheinlichkeiten, kleiner als $y^<$ und größer als $y^>$ zu sein, in beiden Fällen gleich $\gamma/2$. Es gilt die Relation $0 < y^< < y^>$.

Falls $y > 4u(y)$ ist, kann $\omega = 1$ gesetzt werden. In diesem Fall gelten die folgenden zu y symmetrischen Näherungen:

$$y^< = y - k_{1-\gamma/2} \cdot u(y) \text{ und } y^> = y + k_{1-\gamma/2} \cdot u(y) \quad (35)$$

5.11.3 Das kürzeste Überdeckungsintervall

Wie in Literaturstelle [5] im Detail beschrieben, werden die untere Grenze $y^<$ und die obere Grenze $y^>$ des kürzesten Überdeckungsintervalls mit Hilfe des primären Messwerts y der Messgröße und dessen beigeordneter Standardunsicherheit $u(y)$ entweder mit

$$y^> = y \pm k_p \cdot u(y) ; p = (1 + \omega \cdot (1 - \gamma)) / 2 \quad (36)$$

berechnet, oder, wenn $y^< < 0$ ist, mit

$$y^< = 0 ; y^> = y + k_q \cdot u(y) ; q = 1 - \omega \cdot \gamma, \quad (37)$$

mit ω nach Gleichung (34). Es gilt die Relation $0 \leq y^< < y^>$ und die Approximation von Gleichung (35) ist gültig.

5.12 Prüfbericht

Der Inhalt des Prüfberichts hängt ab von der jeweiligen Anwendung und den Anforderungen des Auftraggebers oder der Behörde. Unabhängig davon muss die Information erhalten bleiben, um die Daten des Prüfberichts rechtfertigen und die Nachprüfbarkeit garantieren zu können. Das erfordert folgende Angaben:

- Hinweis auf die Ermittlung nach der vorliegenden Norm, z. B. DIN ISO 11929:20xx;
- betrachteter physikalischer Effekt, Messgröße und Modell der Auswertung;
- Wahrscheinlichkeiten α und β einer falsch-positiven oder falsch-negativen Entscheidung, und ggf. Richtwert y_r ;
- die Vektoren der primären Messergebnisse y und der mit y assoziierten Standardunsicherheiten $u(y)$;
- Vektor der Erkennungsgrenzen y^* ;
- Vektor der Nachweisgrenzen $y^\#$;
- ggf. Feststellung, ob das Messverfahren für den vorgesehenen Messzweck geeignet ist oder nicht;
- Feststellung, ob der physikalische Effekt erkannt ist oder nicht;

ANMERKUNG Wenn der physikalische Effekt als nicht vorliegend festgestellt wird, d. h. wenn $y < y^*$, verlangen Behörden gelegentlich, anstelle des Messergebnisses y zu dokumentieren $< y^\#$. Solche Dokumentation kann sinnvoll sein, durch den Vergleich mit dem Richtwert zu zeigen, dass das Messverfahren für den vorgesehenen Messzweck geeignet ist. Es ist jedoch irreführend, da die mathematische Bedeutung nicht korrekt ist.

- i) falls einer der physikalischen Effekte erkannt ist, außerdem untere Grenze $y^<$ und obere Grenze $y^>$ des zur Wahrscheinlichkeit $1-\gamma$ gehörenden probabilistisch symmetrischen Überdeckungsintervalls, und der beste Schätzwert $\hat{y}$ der Messgröße und die dazugehörige Standardunsicherheit $u(\hat{y})$.

ANMERKUNG Alternativ können die untere Grenze $y^<$ und obere Grenze $y^>$ des zur Wahrscheinlichkeit $1-\gamma$ gehörenden kürzesten Überdeckungsintervalls, und der beste Schätzwert $\hat{y}$ der Messgröße und die dazugehörige Standardunsicherheit $u(\hat{y})$ dokumentiert werden.

6 Spektrenentfaltung bei kernspektrometrischen Messungen

6.1 Allgemeines

Zur Entfaltung eines gemessenen Vielkanalspektrums werden nach Gleichung (10) Funktionen $H(y, p)$ an die Schätzwerte x der m Eingangsgrößen X angepasst, z. B. an die gemessenen Werte $x_i = n_i/t$ der aus den Kanalinhalt n_i berechneten spektralen Dichte. Das Modell kann Werte von mit Unsicherheiten behafteten Parametern p enthalten, wie z. B. Lage- und Linienformparameter.

Die Berechnung der Schätzwerte y der Ergebnisgrößen Y , der mit y verknüpften Unsicherheitsmatrix U_y und der angepassten Werte z (beste Schätzwerte) der Eingangsgrößen X , die durch die gemessenen oder geschätzten Werte w aller Eingangsgrößen mit ihrer dazugehörigen Unsicherheitsmatrix U_w gegeben sind, erfordert im allgemeinsten Fall ein nicht-lineares Verfahren der Anpassung.

Im speziellen Fall der in den Ergebnisgrößen Y linearen Spektrenentfaltung wird die spektrale Dichte $H(\vartheta_i, p)$ durch die Spaltenmatrix $X = [H(\vartheta_i, p)]$ repräsentiert. Die ϑ_i sind die als exakt angenommenen Stützstellen, z. B. die den Kanälen zugeordneten Energien oder Zeiten. In dem hier betrachteten linearen Fall müssen solche Parameter p , die sich nicht-linear verhalten, wenn sie in y einbezogen würden, bei den durch Kalibrierung bestimmte Werten p_c festgehalten werden. Die spektrale Dichte wird mittels eines Funktionensystems $L_k(\vartheta_i, p_c)$ approximiert:

$$X_i = H(\vartheta_i, p_c) = \sum_{k=1}^n L_k(\vartheta_i, p_c) \cdot Y_k ; (i = 1, \dots, m) \text{ oder } X = AY \quad (38)$$

Mit festgehaltenen Parameterwerten besteht die dann konstante Matrix A aus den Elementen $A_{ik} = L_k(\vartheta_i, p_c)$, die die Formen der einzelnen Spektrumslinien und der Untergrundbeiträge beschreibt.

Die zu bestimmenden Ergebnisgrößen Y_k sind zum Beispiel Nettoflächen von Spektrumslinien, oder eine Stufenfunktionshöhe oder Polynom-Amplituden von Untergrundbeiträgen. Sie bilden die Spaltenmatrix y der Schätzwerte der Größen.

Einige der Parameter p mögen nicht genau bekannt sein. Ausgehend von ihren geschätzten Werten können sie durch die Entfaltung ebenfalls geschätzt werden. Dazu werden die ungenau bekannten Größenwerte den Werten y der Ergebnisgrößen hinzugefügt. Damit hängt A auch von y ab und es ergibt sich der Fall eines nicht-linearen Modells nach Gleichung (10) mit $x = H(y, p) = A(y, p) y$, wie er in komplexer Gammaspektrometrie üblich ist.

Die Funktionen $L_k(\cdot)$ sind die Antwortfunktionen des Spektrometers, beispielsweise eines Halbleiterdetektors in der Gamma- oder Alphaspektrometrie oder einer Bonner Kugel in der Neutronenspektrometrie sein. Mathematisch können sie sehr allgemein gewählt sein und können daher den phänomenologischen oder physikalischen Erfordernissen angepasst werden. Sie können auch gemessene oder berechnete Funktionen sein, die den vorliegenden physikalischen Prozess reflektieren. Sie können in Form analytischer Ausdrücke oder auch in numerischer Form vorliegen. Die Antwortfunktionen erlauben nicht nur die Beschreibung der

Form von Spektrumslinien. Auch der Untergrund unter diesen Linien kann durch Überlagerung solcher Funktionen in nahezu beliebiger Form modelliert werden.

6.2 Gammaskpektrometrie – Auswertung einer Einzellinie durch Abzug eines linearen Untergrunds

Es wird ein elementares Beispiel zur Auswertung eines Gammaskpektrums gezeigt, in dem Ereignisse einer einzelnen ungestörten Linie mit bekannter Lage im Spektrum nachgewiesen werden sollen, und der Abzug eines linearen Untergrunds ausreichend ist, um die Nettoimpulse der Linie zu bestimmen. Solch ein linearer Untergrund kann in der Gammaskpektrometrie oft angenommen werden.

Zur Untergrundbestimmung ist es ausreichend drei benachbarte Bereiche, A1, B und A2, wie folgt einzuführen. Der zentrale Bereich B der Breite b umfasst alle Kanäle, die zur Linie gehören, und enthält insgesamt n_g Impulse. Nimmt man eine Gaußförmige Linienform mit der Halbwertsbreite h an, soll der Bereich B möglichst symmetrisch über den Bereich der Linie gesetzt werden. Da Fluktuationen der Kanalzuordnung nicht auszuschließen sind, oder Untergrund im Falle intensiver Linien nicht dominiert, sollte $b = 2,5 h$ gewählt werden.

ANMERKUNG Im Falle eines dominierenden Untergrunds, ist die zu bevorzugende Breite des Bereichs B $b = 1,2 h$. Dieser Bereich umfasst dann einen Anteil der Linienfläche von $f = 0,84$.

Die Halbwertsbreite muss mit Hilfe einer Referenzprobe, welche die Linie in ausreichender Intensität emittiert, oder von benachbarten Linien mit vergleichbarer Form und Breite, unter denselben Messbedingungen ermittelt werden. Bereich B soll eine ganze Zahl von Kanälen umfassen, so dass b entsprechend aufgerundet wird.

Die zum Bereich B unter- und oberhalb benachbarten Bereiche A1 und A2 sollen mit gleicher Breite $l = l_1 = l_2$ spezifiziert werden. Die gesamte Breite, $l_1 + l_2 = 2l$, soll so groß wie möglich gewählt werden, aber so, dass die Untergrundform in allen Kanälen der Bereiche A1 und A2 noch als näherungsweise linear betrachtet werden kann. n_1 plus n_2 ist der gesamte Inhalt in den Kanälen der Bereiche A1 und A2. Drückt man nun den gesamten linearen Untergrund unter der Linie als Produkt der Breite b (in Kanälen) und dem mittleren Untergrund pro Kanal aus, $(n_1 + n_2) / (2l)$, erhält man

$$n_0 = b \frac{(n_1 + n_2)}{2l} \quad (39)$$

Die folgenden Berechnungen basieren auf dem Annex D im Teil 1 dieser Norm. Für die während der Messdauer t_g erhaltene Zählrate x_{net} der Nettofläche der Linie und die ihr zugeordnete Unsicherheit gilt

$$x_{net} = \frac{n_g}{t_g} - \frac{n_0}{t_g} \quad (40)$$

$$u^2(x_{net}) = \frac{n_g^2}{t_g^2} + \frac{n_0^2}{t_g^2} = \frac{n_g^2}{t_g^2} + \left(\frac{b}{2lt_g} \right)^2 (n_1 + n_2) = \frac{n_g^2}{t_g^2} + \left(-\frac{n_0}{t_g^2} + \frac{n_0}{t_g^2} \right) + \frac{n_0}{t_g^2} \frac{b}{2l} = \frac{x_{net}^2}{t_g^2} + \frac{n_0}{t_g^2} \left(1 + \frac{b}{2l} \right) \quad (41)$$

Der Vergleich von Gleichung (41) mit der standardisierten Form der Varianz einer Nettozählrate, siehe Gleichung (D.5) in Annex D im Teil 1,

$$u^2(x_{net}) = a_1 x_{net} + a_0 \quad (42)$$

ergibt die Koeffizienten a_0 und a_1 , mit denen die Erkennungsgrenze und die Nachweisgrenze direkt berechnet werden können (x_0 ist hier die Zählrate des Trapezuntergrunds):

$$a_1 = \frac{1}{t_g}, \quad a_0 = \frac{n_0}{t_g^2} \left(1 + \frac{b}{2l} \right) = \frac{x_0}{t_g} \left(1 + \frac{b}{2l} \right). \quad (43)$$

ANMERKUNG Der Ausdruck in der Klammer in Gleichung (43) wird als "Design-Faktor" der klassischen TPA-Linienauswertemethode (Engl.: Total Peak Area (TPA) method) betrachtet. Dieser Faktor, der für die TPA-Methode unabhängig von der Nettofläche ist, ändert sich bei Anwendung der Methode der Linienanpassung. Es wird dann angenommen, dass $(1+b/(2l))$ in eine Funktion $f_B(\cdot)$ übergeht.

Bei Anwendung des Anhangs D im Teil 1 dieser Norm und unter der Annahme eines Wertes w für den Kalibrierfaktor kann die Erkennungsgrenze wie folgt berechnet werden:

$$y^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) = k_{1-\alpha} w \sqrt{a_0} \quad (44)$$

$$y^* = k_{1-\alpha} w \sqrt{a_0} = k_{1-\alpha} w \sqrt{\frac{x_0}{t_g} \left(1 + \frac{b}{2l} \right)} \quad (45)$$

Mit der Annahme $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k$ wird weiterhin nach Anhang D der Wert der Nachweisgrenze berechnet:

$$y^\# = \frac{2y^* \psi}{\theta} = \frac{2y^* + k^2 w/t_g}{1 - k^2 u_{\text{rel}}^2(w)}; \quad (46)$$

worin die zwei Parameter nach dem Anhang D im Teil 1 lauten:

$$\theta = 1 - k_{1-\beta}^2 u_{\text{rel}}^2(w), \quad \psi = 1 + \frac{k_{1-\beta}^2}{2y^*} (w a_1). \quad (47)$$

6.3 Gammaspektrometrie – Anpassung einer einzelnen Linie

6.3.1 Allgemeines

Die Gammaspektrometrie mit Reinstgermanium-Detektoren beruht auf einem Energie-abhängigen Nachweisprozess. Daher wird bei der Messung ein Energiespektrum in Form eines Vielkanal-Impulshöhenspektrums aufgenommen. Es besteht aus einem sich mit der Energie nur wenig veränderndem Untergrund-Kontinuum (Compton-Kontinuum), mit dem sich viele sehr schmale Linien überlagern, die auf Gamma-Photonen zurückgehen, die durch den Photoeffekt ihre gesamte Energie im Germanium-Kristall deponieren. Diese Linien sind in den meisten Fällen gut voneinander isoliert, einige davon können sich aber auch überlagern. Es trifft zu, dass ihre Linienform gut durch eine Gaußkurve mit dem Breitenparameter h , der üblicherweise durch die mit der Energie zunehmenden Halbwertsbreite (Fwhm) charakterisiert wird. Das Zentrum der Linie j , mit c_j bezeichnet (oder mit E_j nach Konvertierung zur Energie), wird als Kanalnummer bestimmt und korrespondiert mit der Gammaenergie und kann zur Identifikation des Radionuklids dienen.

Die in eine Nettozählrate konvertierte Nettofläche einer Gauß-förmigen Linie ist ein Maß für die Aktivität des Radionuklids. Die Nettofläche bekommt man durch Subtraktion des Integrals einer linearen Untergrundfunktion von der Summe der Summe aller Impulse im Linienbereich; dies stellt die sogenannte Trapezmethode zur Bestimmung der Nettofläche dar. Sie kann jedoch auch durch die Anpassung einer Summe der Funktionen für den Untergrund, ggf. auch einer asymmetrischen sogenannten Stufenfunktion, und einer Gauß-förmigen Linienfunktion an einen geeignet gewählten und den Linienbereich sicher einschließenden Ausschnitt des Spektrums bestimmt werden.

Der letzte Fall wird im Folgenden betrachtet. Es wird eine lineare Anpassung betrachtet, bei der die nicht-linearen Linienform-Parameter für die Linienposition und die Breite bei ihren kalibrierten Werten festgehalten werden. Dies wird für kleine Linien als angemessen angesehen.