

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen

Zählende Messungen ohne Berücksichtigung
des Probenbehandlungseinflusses

DIN
25 482
Teil 1

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

Inhalt

	Seite		Seite
1 Anwendungsbereich	1	4.2 Erkennungsgrenze	2
2 Zweck	1	4.3 Nachweisgrenze	2
3 Begriffe und Symbole	1	4.4 Vertrauensbereich	3
3.1 Meßverfahren	1	5 Anwendung dieser Norm	3
3.2 Nulleffekt	2	5.1 Vorgaben	3
3.3 Bruttoeffekt	2	5.2 Beurteilung eines Meßverfahrens	3
3.4 Nettoeffekt	2	5.3 Beurteilung von Meßergebnissen	3
3.5 Richtwert	2	5.4 Dokumentation	3
3.6 Größen und Symbole	2	6 Bilder und Tabellen	4
4 Kennwerte und Vertrauensbereich	2	Zitierte Normen	10
4.1 Grundlagen	2	Weitere Normen und andere Unterlagen	10

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt in dem Teilbereich der Kernstrahlungs-Meßtechnik, in dem (beispielsweise an Proben) Ereignisse (insbesondere Impulse) gezählt werden. Sie berücksichtigt ausschließlich den zufälligen Charakter des radioaktiven Zerfalls und der Impulszählung und läßt alle anderen Einflüsse (z. B. aus der Probenbehandlung, der Wägung, der Anreicherung oder der Instabilität der Meßanordnung) außer Betracht. Ferner wird vorausgesetzt, daß die Meßdauer klein gegenüber der Halbwertszeit der beteiligten Radionuklide ist und apparative Totzeiten vernachlässigbar sind. Sofern Aktivitäten oder Aktivitätskonzentrationen bestimmt werden sollen, wird vorausgesetzt, daß die Faktoren zur Umrechnung von Impulsraten in Aktivitäten bzw. Aktivitätskonzentrationen so genau bestimmt worden sind, daß der Einfluß ihrer Meßunsicherheit vernachlässigt werden kann.

Anmerkung: Ein Beiblatt mit einer Beschreibung von Anwendungsbeispielen ist in Vorbereitung.

Zählende Messungen unter Berücksichtigung einer Probenbehandlung und analoge Impulsratenmessungen sowie spezielle Probleme, die bei der Anwendung dieser Norm auftreten (z. B. bei spektrometrischen Messungen oder bei kontinuierlicher Überwachung von Aktivitätsflüssen), werden in weiteren Teilen dieser Norm behandelt.

2 Zweck

Zweck der Norm ist die Festlegung geeigneter Kennwerte, die eine Beurteilung der Nachweismöglichkeiten bei Kernstrahlungsmessungen erlauben. Hierfür werden auf der Basis statistischer Verfahren für vorgegebene Fehlerwahrscheinlichkeiten zwei Kennwerte festgelegt:

- die **Erkennungsgrenze**, die für jede Messung bei vorgegebener Fehlerwahrscheinlichkeit eine Entscheidung darüber zuläßt, ob unter den registrierten Impulsen ein Beitrag der Probe enthalten ist,
- die **Nachweisgrenze**, die angibt, welcher kleinste Probenbeitrag mit dem betrachteten Meßverfahren bei vorgegebener Fehlerwahrscheinlichkeit noch nachgewiesen werden kann und damit eine Entscheidung zuläßt, ob ein Meßverfahren im Sinne dieser Norm bestimmten Anforderungen genügt und damit für den gegebenen Meßzweck geeignet ist.

3 Begriffe und Symbole

3.1 Meßverfahren

Ein Meßverfahren im Sinne dieser Norm ist die Anwendung einer Meßeinrichtung für Zählmessungen.

Fortsetzung Seite 2 bis 10

Normenausschuß Kerntechnik (NKe) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Deutsche Elektrotechnische Kommission im DIN und VDE (DKE)
Ausschuß Qualitätssicherung und angewandte Statistik (AQS)

Documents
Document Sharing Hub

3.2 Nulleffekt

Der Nulleffekt ist der Meßeffect, der durch den Untergrund (z. B. natürliche Strahlungsquellen) bewirkt wird.

3.3 Bruttoeffekt

Der Bruttoeffekt ist der Meßeffect, der durch den Nulleffekt und die eventuelle Strahlung einer Probe (Probenbeitrag) bewirkt wird.

3.4 Nettoeffekt

Der Nettoeffekt ist der Beitrag der Probe zum Bruttoeffekt.

3.5 Richtwert

Der Richtwert ist derjenige Wert eines quantitativen Merkmals, dessen Einhaltung durch die Istwerte empfohlen wird, ohne daß Grenzwerte vorgegeben sind. (aus: DIN 55 350 Teil 12/09.88)

Anmerkung: Richtwert in dieser Norm sind Anforderungen an Meßverfahren aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder sonstigen Gründen, die z. B. als Aktivität, Aktivitätskonzentration, Dosisleistung usw. angegeben werden.

3.6 Größen und Symbole

N_0	Anzahl der Impulse, die bei der Messung des Nulleffekts gezählt werden.
N_b	Anzahl der Impulse, die bei der Messung des Bruttoeffekts gezählt werden.
t_0	Meßdauer der Nulleffektmessung
t_b	Meßdauer der Bruttoeffektmessung
R_0	Nulleffektzählrate, Quotient aus den während der vorgewählten Meßdauer t_0 gezählten Impulsen N_0 und der Meßdauer t_0 : $R_0 = N_0/t_0$
Q_0	Erwartungswert von R_0
R_b	Bruttoeffektzählrate, Quotient aus den während der vorgewählten Meßdauer t_b gezählten Impulsen N_b und der Meßdauer t_b : $R_b = N_b/t_b$
Q_b	Erwartungswert von R_b
R_n	Nettoeffektzählrate, Differenz aus Brutto- und Nulleffektzählrate, $R_n = R_b - R_0$
Q_n	Erwartungswert von R_n
R_n^*	Erkennungsgrenze für die Nettozählrate R_n bei Zeitvorwahl
$(t_b/t_0)^*$	Erkennungsgrenze für den Quotienten der Meßwerte t_b/t_0 bei Impulsvorwahl
Q_n^*	Nachweisgrenze für den Erwartungswert der Nettozählrate R_n bei Zeitvorwahl
$(Q_b/Q_0)^*$	Nachweisgrenze für den Quotienten Q_b/Q_0 bei Impulsvorwahl
α	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art des statistischen Tests zur Entscheidung zwischen der Hypothese $Q_b = Q_0$ und der Alternativhypothese $Q_b > Q_0$
β	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art des statistischen Tests zur Entscheidung zwischen der Hypothese $Q_b = Q_0$ und der Alternativhypothese $Q_b > Q_0$, wenn $Q_n = Q_n^*$ bei Zeitvorwahl bzw. $Q_b/Q_0 = (Q_b/Q_0)^*$ bei Impulsvorwahl ist
$1 - \gamma$	Vertrauensniveau des Vertrauensbereiches für Q_n oder Q_b/Q_0

$k_{1-\alpha}, k_{1-\beta}, k_{1-\gamma/2}$ Quantile der Standard-Normalverteilung (siehe Tabelle 2)

$F(N_b, N_0, 1-\alpha),$
 $F(N_0, N_b, 1-\beta),$
 $F(N_0, N_b, 1-\gamma/2),$
 $F(N_b, N_0, 1-\gamma/2)$ Quantile der F -Verteilung (siehe Tabellen 3 und 4)

q Quotient der Meßzeiten t_b und t_0 bei Zeitvorwahl: $q = t_b/t_0$,
 bzw.
 Quotient der Impulsanzahlen N_b und N_0 bei Impulsvorwahl: $q = N_b/N_0$

Anmerkung: Die in dieser Norm verwendeten Begriffe der Stochastik sind in DIN 13 303 Teil 1 und Teil 2 und in DIN 55 350 Teil 21 bis Teil 24 erklärt.

4 Kennwerte und Vertrauensbereich

4.1 Grundlagen

Es wird angenommen, daß sowohl die bei einer Messung des Bruttoeffekts als auch die bei einer davon unabhängigen Messung des Nulleffekts eingehenden Impulse je einen Poisson-Prozeß bilden. Daher ist die Anzahl der Impulse N_b , die während der Meßdauer t_b bei einer Messung des Bruttoeffekts eingehen, Poisson-verteilt mit dem Erwartungswert $Q_b t_b$. Die Anzahl der Impulse N_0 , die während der Meßdauer t_0 bei einer Messung des Nulleffekts eingehen, ist ebenfalls Poisson-verteilt mit dem Erwartungswert $Q_0 t_0$.

Die Formulierung der Kennwerte **Erkennungsgrenze** und **Nachweisgrenze** erfolgt in Abhängigkeit davon, ob Zeitvorwahl oder Impulsvorwahl vorliegt.

4.2 Erkennungsgrenze

Als **Erkennungsgrenze** wird bei Zeitvorwahl derjenige Wert R_n^* bezeichnet, bei dessen Überschreitung durch eine gemessene Nettozählrate R_n gefolgert wird, daß ein Probenbeitrag vorliegt.

Bei Impulsvorwahl wird als Erkennungsgrenze derjenige Wert $(t_b/t_0)^*$ bezeichnet, bei dessen Unterschreitung durch einen Quotienten von Meßzeiten (t_b/t_0) gefolgert wird, daß ein Probenbeitrag vorliegt.

Andernfalls wird jeweils angenommen, daß kein Probenbeitrag vorliegt.

Wenn in Wahrheit nur Nulleffekt vorliegt, kommt man bei Einhaltung dieser Entscheidungsregel nur mit der Wahrscheinlichkeit α zu der dann falschen Entscheidung, es liege ein Probenbeitrag vor (Fehler 1. Art).

Anmerkung: Die Erkennungsgrenze ist der kritische Wert eines statistischen Tests zur Entscheidung zwischen der Hypothese $Q_b = Q_0$ und der Alternativhypothese $Q_b > Q_0$.

Bei Zeitvorwahl ist sie derjenige Wert R_n^* , bei dessen Überschreitung durch den ermittelten Wert R_n die Hypothese verworfen wird. Bei Impulsvorwahl ist sie derjenige Wert $(t_b/t_0)^*$, bei dessen Unterschreitung durch den ermittelten Wert t_b/t_0 die Hypothese verworfen wird. Die statistischen Tests sind so angelegt, daß die Wahrscheinlichkeit, fälschlicherweise die Hypothese zu verwerfen (die Fehlerwahrscheinlichkeit 1. Art), gleich einem vor Beginn der Messung festzulegenden Wert α ist.

4.3 Nachweisgrenze

Als **Nachweisgrenze** wird bei Zeitvorwahl der kleinste Erwartungswert der Nettozählrate Q_n^* (bzw. bei Impulsvorwahl der kleinste Quotient aus den Erwartungswerten von Brutto- und Nulleffektzählrate $(Q_b/Q_0)^*$) bezeichnet, für den bei Anwendung der Entscheidungsregel nach Abschnitt 4.2 die Wahrscheinlichkeit dafür, daß fälschlicherweise kein Probenbei-

trag, sondern nur Nulleffekt angenommen wird, höchstens β beträgt (Fehler 2. Art).

Zur Prüfung, ob ein Meßverfahren für den Meßzweck geeignet ist, wird die Nachweisgrenze mit einem vorgegebenen Richtwert (gemeint sind hier vorgegebene Anforderungen an die Empfindlichkeit des Meßverfahrens aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder sonstigen Gründen) verglichen.

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

Anmerkung 2: Bei Zeitvorwahl ist die Nachweisgrenze q_n^* die zu dem betreffenden statistischen Test zur Entscheidung zwischen der Hypothese $q_b = q_0$ und der Alternativhypothese $q_b > q_0$ gehörige kleinste Differenz $q_n = q_b - q_0$ mit folgender Eigenschaft:

Ist in Wirklichkeit $q_n \geq q_n^*$, so ist die Wahrscheinlichkeit, fälschlicherweise die Hypothese $q_b = q_0$ nicht zu verwerfen (Fehlerwahrscheinlichkeit 2. Art), höchstens gleich einem vor Beginn der Messung festzulegenden Wert β .

Bei Impulsvorwahl ist die Nachweisgrenze $(q_b/q_0)^*$ der zu dem betreffenden statistischen Test zur Entscheidung zwischen der Hypothese $q_b = q_0$ und der Alternativhypothese $q_b > q_0$ gehörige kleinste Quotient q_b/q_0 mit folgender Eigenschaft: ist in Wirklichkeit $q_b/q_0 \geq (q_b/q_0)^*$, so ist die Wahrscheinlichkeit, fälschlicherweise die Hypothese $q_b = q_0$ nicht zu verwerfen (Fehlerwahrscheinlichkeit 2. Art), höchstens gleich einem vor Beginn der Messung festzulegenden Wert β .

4.4 Vertrauensbereich

Zur Vervollständigung werden Formeln angegeben, mit denen bei einem vorgegebenen Vertrauensniveau $(1-\gamma)$ jedem Meßwert ein **Vertrauensbereich** zugeordnet wird. Der Vertrauensbereich für q_n oder q_b/q_0 ist ein zu dem erhaltenen Meßwert von R_n oder t_b/t_0 anzugebendes Intervall. Es wird behauptet, daß dieses Intervall den wahren Wert von q_n oder q_b/q_0 enthält. Die Intervalle werden so angegeben, daß in wenigstens $(1-\gamma) \cdot 100\%$ aller Fälle eine richtige Aussage zu erwarten ist.

5 Anwendung dieser Norm

5.1 Vorgaben

Die Fehlerwahrscheinlichkeiten α , β und das Vertrauensniveau $1-\gamma$ müssen vorgegeben werden. In dieser Norm wird empfohlen, $\alpha = \beta = \gamma = 0,05$ zu wählen. Die Meßzeiten t_0 und t_b bei Zeitvorwahl bzw. die Impulsanzahlen N_0 und N_b bei Impulsvorwahl sollen so gewählt sein, daß die Nachweisgrenze den Richtwert unterschreitet.

5.2 Beurteilung eines Meßverfahrens

Die Entscheidung, ob ein Meßverfahren nach Abschnitt 3.1 bestimmten Anforderungen bezüglich der Nachweisgrenze genügt, wird durch den Vergleich der ermittelten Nachweisgrenze mit dem vorgegebenen Richtwert (siehe Abschnitt 4.3) getroffen.

Dies kann zur Beurteilung eines beabsichtigten Meßverfahrens aufgrund eines Erfahrungswertes für den Nulleffekt oder einer gesonderten Messung desselben im Vorhinein oder zur Beurteilung einer erfolgten Messung aufgrund des dann vorliegenden Wertes des Nulleffekts im nachhinein erfolgen.

Die Nachweisgrenze kann entweder aus Bild 1 oder Bild 2 abgelesen oder mittels der Formeln in Tabelle 1 errechnet werden.

Ist die so ermittelte Nachweisgrenze größer als der Richtwert, so ist das Meßverfahren nicht für den Meßzweck geeignet.

Anmerkung: Die Eignung eines Meßverfahrens für den Meßzweck kann unter Umständen beispielsweise durch Vorwahl größerer Meßdauer bzw. höherer Impulsanzahl, durch verringerten Nulleffekt, durch vergrößerte Probenmenge oder Anreicherung erreicht werden.

5.3 Beurteilung von Meßergebnissen

Die Erkennungsgrenze kann aus Bild 1 oder Bild 2 abgelesen oder mittels der Formeln in Tabelle 1 errechnet werden.

Das Meßergebnis wird mit der so ermittelten Erkennungsgrenze verglichen (siehe Abschnitt 4.2).

5.4 Dokumentation

Einem Bericht über Messungen nach dieser Norm sind Angaben über die Fehlerwahrscheinlichkeiten, die Erkennungsgrenze und die Nachweisgrenze beizufügen.

Zu festgestellten Probenbeiträgen sind zusätzlich außer dem Meßwert auch nach den Gleichungen in Tabelle 1 ermittelte Vertrauensbereiche sowie das Vertrauensniveau z.B. nach DIN 1319 Teil 3 anzugeben.