

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen

Teil 10: Allgemeine Anwendungen

DIN
25482-10

ICS 17.240

Detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements –
Part 10: General applications

Limite de détection et seuil de décision d'une mesure de rayonnements ionisants –
Partie 10: Applications générales

Inhalt

	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	3
3 Definitionen	4
3.1 Meßgröße	4
3.2 Modell (der Auswertung)	4
3.3 Erkennungsgröße	4
3.4 Erkennungsgrenze (bei Kernstrahlungsmessungen)	4
3.5 Nachweisgrenze	4
3.6 Richtwert	5
4 Größen und Formelzeichen	5
5 Grundlagen	5
5.1 Größen	5
5.2 Erkennungsgrenze	6
5.3 Nachweisgrenze	6
5.4 Vertrauensgrenzen	6
6 Festlegungen und Beurteilungen	7
6.1 Vorgaben	7
6.2 Vorbereitung	7
6.3 Festlegung der Erkennungsgrenze	7
6.4 Festlegung der Nachweisgrenze	7
6.5 Festlegung der Vertrauensgrenzen	8
6.6 Beurteilung eines Meßergebnisses	8
6.7 Beurteilung eines Meßverfahrens	8
7 Dokumentation	8
Anhang A (informativ) Anwendungen	9
Anhang B (informativ) Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung ..	14
Anhang C (informativ) Erläuterungen	16
Anhang D (informativ) Verwendete genormte Begriffe und ihre Quellen	16

Fortsetzung Seite 2 bis 16

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

Vorwort

Diese Norm wurde vom Normenausschuß Materialprüfung (NMP), Fachbereich Kerntechnik, Arbeitsausschuß 722 "Nachweisgrenzen radioaktiver Stoffe" erarbeitet.

Anhänge A bis D sind informativ.

DIN 25482 "Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen" besteht aus:

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

Diese Norm für allgemeine Anwendungen wurde erstellt, um einerseits für alle Normen der Reihe DIN 25482, die jeweils nur für spezielle Meßaufgaben gelten, eine gemeinsame Grundlage zu schaffen und andererseits dem Anwender die Möglichkeit zu eröffnen, bei der ihm gestellten aktuellen Meßaufgabe auch ein geeignetes Auswerteverfahren eigener Wahl einzusetzen.

Die nach dieser Norm mittels statistischer Methoden und vorgegebener Wahrscheinlichkeiten festzulegenden Grenzen gestatten es, Nachweismöglichkeiten für die 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.
- Die *Vertrauensgrenzen* schließen im Fall, daß das Vorliegen des physikalischen Effektes erkannt wird, einen Vertrauensbereich ein, der mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit den wahren Wert der Meßgröße enthält.

Während die genannten Grenzen in den aufgeführten anderen Normen der Reihe DIN 25482 jeweils nur für spezielle Meßaufgaben der Kernstrahlungs-Meßtechnik festgelegt werden, wird diese Einschränkung in dieser Norm fallengelassen. Die Festlegung der Grenzen wird von der Auswertung der Messungen getrennt. Dadurch ist diese Norm allgemein anwendbar. Dem Anwender bleibt es selbst überlassen, sie bei der ihm gestellten aktuellen Meßaufgabe unter Benutzung eines beliebigen geeigneten eigenen Verfahrens zur Auswertung von Messungen anzuwenden. Weil der Meßunsicherheit in dieser Norm eine wichtige Rolle zukommt, werden die Auswertung von Messungen und die Behandlung von Meßunsicherheiten nach den allgemeinen Verfahren in DIN 1319-3, DIN 1319-4, [1] oder [3] durchgeführt.

Diese Norm basiert auf Verfahren der Bayes-Statistik (siehe [3], [4], [5], [6], [7]), damit bei ihrer Anwendung auch unsichere Größen und Einflüsse berücksichtigt werden können, die sich bei mehrmals wiederholten oder bei zählenden Messungen nicht zufällig verhalten (siehe [1], [3]; siehe auch Erläuterung in Anhang C Aufzählung a sowie Beispiel in A.2).

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt im Bereich der Kernstrahlungs-Meßtechnik als Grundnorm für die Festlegung der Erkennungsgrenze, der Nachweisgrenze und der Grenzen eines Vertrauensbereichs für eine nichtnegative Kernstrahlungs-Meßgröße bei allgemeinen, von anderer Seite festzulegenden Meßaufgaben. Sinngemäß gilt sie auch für andere nichtnegative Meßgrößen.

2 Normative Verweisungen

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

- DIN 1303 Vektoren, Matrizen, Tensoren – Zeichen und Begriffe
- DIN 1313 Größen
- DIN 1319-1:1995-01 Grundlagen der Meßtechnik – Teil 1: Grundbegriffe
- DIN 1319-3:1996-05 Grundlagen der Meßtechnik – Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Meßgröße, Meßunsicherheit
- DIN 1319-4 Grundlagen der Meßtechnik – Teil 4: Auswertung von Messungen, Meßunsicherheit
- DIN 13303-1 Stochastik – Wahrscheinlichkeitstheorie, Gemeinsame Grundbegriffe der mathematischen und der beschreibenden Statistik, Begriffe und Zeichen
- DIN 13303-2 Stochastik – Mathematische Statistik, Begriffe und Zeichen
- DIN 25482-1 Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses
- DIN 25482-2 Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses
- DIN 25482-4 Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung von Probenbeeinflussungs- und Geräteeinflüssen
- DIN 25482-5 Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses
- DIN 25482-6 Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Zählende Messungen mit Berücksichtigung des Probenbeeinflussungs- und Geräteeinflusses
- DIN 25482-7 Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Zählende Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe
- DIN 53804-1 Statistische Auswertungen – Meßbare (kontinuierliche) Merkmale
- DIN 55350-12:1989-03 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Merkmalsbezogene Begriffe
- DIN 55350-21 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Zufallsgrößen und Wahrscheinlichkeitsverteilungen
- DIN 55350-22 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Spezielle Wahrscheinlichkeitsverteilungen
- DIN 55350-23 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Beschreibende Statistik
- DIN 55350-24 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Schließende Statistik
- DIN 55350-34 Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Erkennungsgrenze, Erfassungsgrenze und Erfassungsvermögen
- ISO 3534-1:1993 Statistics – Vocabulary and symbols – Part 1: Probability and general statistical terms
- VDI 2739 Blatt 1 Matrizenrechnung – Grundlagen für die praktische Anwendung
- [1] Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen. Beuth Verlag (Berlin, Köln) 1995; Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. ISO International Organization for Standardization (Genf) 1993, korrigierter Neudruck 1995
- [2] Internationales Wörterbuch der Metrologie – International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. DIN Deutsches Institut für Normung (Herausgeber), Beuth Verlag (Berlin, Köln) 1994; International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. ISO International Organization for Standardization (Genf) 1993
- [3] K. Weise, W. Wöger: Meßunsicherheit und Meßdatenauswertung. Wiley-VCH (Weinheim) 1999
- [4] P.M. Lee: Bayesian Statistics: An Introduction. Oxford University Press (New York) 1989

- [5] D. Wickmann: Bayes-Statistik. Mathematische Texte, Band 4, Herausgeber: N. Knocke, H. Scheid, BI Wissenschaftsverlag, Bibliographisches Institut und F.A. Brockhaus (Mannheim, Wien, Zürich) 1990
- [6] K. Weise, W. Wöger: Eine Bayessche Theorie der Meßunsicherheit. PTB-Bericht N-11, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Braunschweig) 1992; A Bayesian theory of measurement uncertainty. Meas. Sci. Technol. 4; 1-11; 1993
- [7] K. Weise: Bayesian-statistical decision threshold, detection limit and confidence interval in nuclear radiation measurement. Kerntechnik 63; 214-224; 1998
- [8] K. Weise, K. Kirchhoff, S. Sackmann: Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensbereich bei zählenden Kernstrahlungsmessungen an strömenden Medien. Kerntechnik 60; 20-27; 1995
- [9] K. Weise, R. Michel: Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensbereich in der allgemeinen Kernstrahlungsspektrometrie. Kerntechnik 60; 189-196; 1995
- [10] F. Kohlrausch: Praktische Physik. 24. Auflage, Band 3, S. 613. B.G. Teubner (Stuttgart) 1996
- [11] M. Abramowitz, I. Stegun: Handbook of Mathematical Functions. 5. Auflage, Kap. 26, Dover Publications (New York) 1968

3 Definitionen

ANMERKUNG: Die Benennungen wichtiger Begriffe sind im folgenden bei deren ersten Auftreten oder an besonderen Stellen kursiv gesetzt. Die bei Benennungen in runden Klammern stehenden Zusätze dürfen fortgelassen werden, wenn keine Gefahr der Verwechslung mit anderen Begriffen besteht.

Die Begriffe zu den mit einem Kreuz (+) versehenen Benennungen sind in den in Anhang D genannten Normen definiert.

Für die Anwendung dieser Norm gelten die Definitionen

- der Meßtechnik nach DIN 1319-1, DIN 1319-3, DIN 1319-4, [1] und [2],
 - der Stochastik nach DIN 13303-1, DIN 13303-2, DIN 53804-1, den in Abschnitt 2 aufgeführten Normen der Reihe DIN 55350 und nach ISO 3534-1:1993
- und folgende:

3.1 Meßgröße: Physikalische Größe⁺, der die *Messung*⁺ gilt.
[DIN 1319-1:1995-01]

ANMERKUNG: Eine Meßgröße in dieser Norm ist nichtnegativ und quantifiziert einen betrachteten Kernstrahlungseffekt. Hat sie den wahren Wert⁺ null, so liegt dieser Effekt nicht vor. Ein einfaches Beispiel für eine Meßgröße ist die Zählrate des *Nettoeffektes*⁺ einer Probe eines radioaktiven Materials (*Nettozählrate*). (Zu weiteren Beispielen siehe 5.1 Anmerkung 1)

3.2 Modell (der Auswertung): Mathematische Beziehungen zwischen allen bei der Auswertung von *Messungen*⁺ beteiligten *Meßgrößen*⁺ und anderen Größen.
[DIN 1319-3:1996-05]

ANMERKUNG: Für die Auswertung der Messungen jeder aktuellen Meßaufgabe ist ein spezielles Modell erforderlich. Dieses Modell ermöglicht es auch, die Auswertung von der Berechnung der Grenzen nach dieser Norm zu trennen (siehe 5.1 und A.5).

3.3 Erkennungsgröße: *Zufallsvariable*⁺ für die Entscheidung, ob ein betrachteter physikalischer Effekt vorliegt oder nicht.

ANMERKUNG: Eine Erkennungsgröße ist sowohl ein *Schätzer*⁺ für eine Meßgröße nach 3.1 Anmerkung, als auch eine *Prüfvariable*⁺ eines *statistischen Tests*⁺ (siehe 5.2 Anmerkung).

3.4 Erkennungsgrenze (bei Kernstrahlungsmessungen): Festgelegter Wert einer *Erkennungsgröße*, bei dessen Überschreitung durch einen ermittelten Wert der Erkennungsgröße entschieden wird, daß ein betrachteter physikalischer Effekt vorliegt.

ANMERKUNG: Der Begriff "Erkennungsgrenze (bei Kernstrahlungsmessungen)" ist ein Spezialfall des allgemeineren Begriffs "*Erkennungsgrenze*⁺" (siehe 5.2 Anmerkung).

3.5 Nachweisgrenze: Kleinster wahrer Wert⁺ einer *Meßgröße*⁺, der mit einem anzuwendenden *Meßverfahren*⁺ noch nachgewiesen werden kann.

ANMERKUNG 1: Die Nachweisgrenze erlaubt durch Vergleich mit einem vorgegebenen *Richtwert*⁺ (siehe 3.6) eine Entscheidung darüber, ob das anzuwendende Meßverfahren gestellten Anforderungen genügt und damit

für den vorgesehenen Meßzweck geeignet ist. Das ist der Fall, wenn die Nachweisgrenze nicht größer ist als der Richtwert.

ANMERKUNG 2: Der Begriff "Nachweisgrenze" ist ein Spezialfall des Begriffs "Erfassungsvermögen⁺".

3.6 Richtwert: Wert eines *quantitativen Merkmals*⁺, dessen Einhaltung durch die *Istwerte*⁺ empfohlen wird, ohne daß *Grenzwerte*⁺ vorgegeben sind.
[DIN 55350-12:1989-03]

ANMERKUNG 1: Ein quantitatives Merkmal ist in dieser Norm eine *Meßgröße*⁺ nach 3.1 Anmerkung.

ANMERKUNG 2: Ein Richtwert in dieser Norm basiert auf gestellten Anforderungen an ein anzuwendendes *Meßverfahren*⁺ für eine *Meßgröße* nach 3.1 Anmerkung aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder anderen Gründen. Er wird als Wert der *Meßgröße*, z.B. als Aktivität, vorgegeben.

4 Größen und Formelzeichen

Die Formelzeichen für Hilfsgrößen sowie die nur im informativen Anhang A benutzten Formelzeichen sind nicht aufgeführt.

$\hat{\xi}$	<i>Zufallsvariable</i> ⁺ als <i>Schätzer</i> ⁺ für eine nichtnegative <i>Meßgröße</i> ⁺ nach 3.1 Anmerkung, die den betrachteten physikalischen Effekt quantifiziert
ξ	Wert des Schätzers $\hat{\xi}$; <i>wahrer Wert</i> ⁺ der <i>Meßgröße</i> . Liegt der betrachtete physikalische Effekt nicht vor, so ist $\xi = 0$, anderenfalls ist $\xi > 0$.
X	<i>Zufallsvariable</i> als <i>Erkennungsgröße</i> (siehe 3.3); Schätzer für die <i>Meßgröße</i>
x	ermittelter Wert der <i>Erkennungsgröße</i> X ; primäres <i>Meßergebnis</i> ⁺ für die <i>Meßgröße</i>
$u(x)$	<i>Standardmeßunsicherheit</i> ⁺ der <i>Meßgröße</i> zum primären <i>Meßergebnis</i> x
$\tilde{u}(\xi)$	<i>Standardmeßunsicherheit</i> der <i>Erkennungsgröße</i> X als Funktion des wahren Wertes ξ der <i>Meßgröße</i>
z	bester <i>Schätzwert</i> ⁺ der <i>Meßgröße</i>
$u(z)$	<i>Standardmeßunsicherheit</i> der <i>Meßgröße</i> zum besten <i>Schätzwert</i> z
x^*	<i>Erkennungsgrenze</i> (siehe 3.4) für die <i>Meßgröße</i>
ξ^*	<i>Nachweisgrenze</i> (siehe 3.5) für die <i>Meßgröße</i>
ξ_r	<i>Richtwert</i> ⁺ (siehe 3.6) für die <i>Meßgröße</i>
ξ_u, ξ_o	untere bzw. obere <i>Vertrauensgrenze</i> ⁺ für die <i>Meßgröße</i>
α	<i>Wahrscheinlichkeit des Fehlers erster Art</i> ⁺
β	<i>Wahrscheinlichkeit des Fehlers zweiter Art</i> ⁺
$1-\gamma$	<i>Wahrscheinlichkeit</i> ⁺ zum <i>Vertrauensbereich</i> ⁺ für die <i>Meßgröße</i>
k_p	<i>Quantil</i> ⁺ der <i>standardisierten Normalverteilung</i> ⁺ zur Wahrscheinlichkeit p (z.B. $p = 1-\alpha$, $1-\beta$ oder $1-\gamma/2$)
$\Phi(t)$	<i>Verteilungsfunktion</i> ⁺ der <i>standardisierten Normalverteilung</i> . Es gilt $\Phi(k_p) = p$.
E	Operator zur Bildung des <i>Erwartungswertes</i> ⁺ einer Zufallsvariablen
Var	Operator zur Bildung der <i>Varianz</i> ⁺ einer Zufallsvariablen

5 Grundlagen

5.1 Größen

Dem zu untersuchenden physikalischen Effekt einer gestellten Kernstrahlungs-Meßaufgabe ist eine nichtnegative *Meßgröße* zuzuweisen, die den Effekt quantifiziert und den wahren Wert null annimmt, wenn der Effekt in einem aktuellen Fall nicht vorliegt. Für diesen Zweck ist der Effekt genau zu beschreiben.

Der *Meßgröße* ist dann eine *Erkennungsgröße* X zuzuordnen, eine Zufallsvariable, die gleichzeitig auch ein Schätzer für die *Meßgröße* sein soll. Es wird gefordert, daß der Erwartungswert EX der *Erkennungsgröße* X mit dem wahren Wert ξ der *Meßgröße* übereinstimmt, daß also $EX = \xi$ gilt. Ein aus Messungen ermittelter Wert x des Schätzers X ist ein *Schätzwert*⁺ der *Meßgröße*. Er ist als primäres *Meßergebnis*⁺ zusammen mit der ihm zugehörigen primären *Standardmeßunsicherheit*⁺ $u(x)$ (auch kurz *Standardunsicherheit*) der *Meßgröße* als primäres *vollständiges Meßergebnis*⁺ für die *Meßgröße* nach DIN 1319-3, DIN 1319-4, [1] oder [3] zu berechnen (siehe A.5), und zwar durch