

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen

Teil 7: Zählende Messungen an Filtern
während der Anreicherung radioaktiver Stoffe

DIN
25482-7

ICS 17.240

Deskriptoren: Kerntechnik, Kernstrahlungsmessung, Filter, Aerosole, Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze

Detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements —

Part 7: Counting measurements on filters during accumulation of radioactive materials

Limite de détection et seuil de décision d'une mesure de rayonnements ionisants —

Partie 7: Méthode de mesure de comptage sur filtre pendant l'accumulation de matériaux radioactifs

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	2	4.3 Nachweisgrenze	5
1 Anwendungsbereich	2	4.4 Vertrauensbereich für die Änderung der Aktivitätskonzentration	6
2 Normative Verweisungen	2	4.5 Vertrauensbereich für die Aktivitätskonzentration	6
3 Definitionen, Größen und Formelzeichen	3	5 Anpassungstest	6
3.1 Meßreihe (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe)	3	6 Berechnungen und Beurteilungen	6
3.2 Meßverfahren (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe)	3	6.1 Vorgaben	6
3.3 Richtwert	3	6.2 Allgemeine Festlegung der Kennwerte und des Vertrauensbereiches	6
3.4 Untergrundeffect (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe)	3	6.3 Anleitung zur Berechnung der Kennwerte und der Vertrauensbereiche	7
3.5 Vergleichsmeßreihe (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe)	3	6.4 Vertrauensbereich für die Meßgröße Aktivitätskonzentration	7
3.6 Größen und Formelzeichen	3	6.5 Beurteilung eines Meßverfahrens	7
4 Kennwerte und Vertrauensbereich	4	6.6 Beurteilung eines Meßergebnisses	8
4.1 Grundlagen	4	7 Dokumentation	8
4.2 Erkennungsgrenze	5	Anhang A (normativ) Berücksichtigung der Zerfallskonstanten λ	9
		Anhang B (informativ) Anwendungsbeispiel	9
		Anhang C (informativ) Literaturhinweise	11

Fortsetzung Seite 2 bis 11

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

Vorwort

Diese Norm wurde vom Fachbereich Kerntechnik, NMP 722 "Nachweisgrenzen radioaktiver Stoffe", erarbeitet.

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

- Teil 1: Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses
- Beiblatt 1 zu Teil 1: Erläuterungen und Beispiele
- Teil 2: Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses
- Teil 3: Messungen mit linearen, analog arbeitenden Zählratenmeßgeräten (Ratemeter)
- Teil 4: Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung von Probenbeeinflussungs- und Gerätebeeinflussungen
- Teil 5: Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbeeinflussungseinflusses
- Beiblatt 1 zu Teil 5: Erläuterungen und Beispiele
- Teil 6: Zählende Messungen mit Berücksichtigung des Probenbeeinflussungs- und Gerätebeeinflusses
- Teil 7: Zählende Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe

Zweck der Norm ist die Festlegung geeigneter Kennwerte, die eine Beurteilung der Nachweismöglichkeiten für die Änderung der Aktivitätskonzentration von Radionukliden in strömenden Medien bei Kernstrahlungsmessungen mit einer Abscheidung und Anreicherung radioaktiver Nuklide oder Nuklidgruppen auf Filtern erlauben. Auf der Basis statistischer Verfahren werden für vorgegebene Fehlerwahrscheinlichkeiten zwei Kennwerte festgelegt:

- die Erkennungsgrenze, die für jede Meßreihe bei vorgegebener Fehlerwahrscheinlichkeit eine Entscheidung darüber zuläßt, ob sich in der betrachteten Zeitspanne die Aktivitätskonzentration der überwachten Nuklide oder Nuklidgruppen in dem das Filter durchströmenden Medium gegenüber einer Vergleichsmeßreihe geändert hat,
- die Nachweisgrenze, die angibt, welche kleinste Änderung der Aktivitätskonzentration der überwachten Nuklide oder Nuklidgruppen in dem das Filter durchströmenden Medium mit dem betrachteten Meßverfahren in der betrachteten Zeitspanne bei vorgegebener Fehlerwahrscheinlichkeit gegenüber einer Vergleichsmessung noch nachgewiesen werden kann. Die Nachweisgrenze läßt damit eine Entscheidung darüber zu, ob ein Meßverfahren im Sinne dieser Norm bestimmten Anforderungen genügt und damit für den vorgesehenen Meßzweck geeignet ist.

Die Kennwerte Erkennungs- und Nachweisgrenze für die Änderung der Aktivitätskonzentration dienen unter anderem auch dazu, bei erhöhten Aktivitätskonzentrationen die Wirksamkeit eingeleiteter Gegenmaßnahmen direkt beurteilen zu können. Verringert sich das Meßergebnis für die Aktivitätskonzentration einer danach begonnenen Meßreihe um mehr als die Erkennungsgrenze (für die Änderung der Aktivitätskonzentration) im Vergleich zur Meßreihe vor der Einleitung dieser Maßnahmen, sind diese Maßnahmen als erfolgreich erkannt worden. Verringert sich das Meßergebnis für die Aktivitätskonzentration der neuen Meßreihe dagegen um weniger als die Erkennungsgrenze (für die Änderung der Aktivitätskonzentration), so liefert die Nachweisgrenze (für die Änderung der Aktivitätskonzentration) den maximalen Wert für die Verringerung der Aktivitätskonzentration, der durch die eingeleiteten Maßnahmen bis jetzt bewirkt sein könnte. Gegebenenfalls ist zu überlegen, ob nicht durch einen Filterwechsel, d. h. durch eine Reduzierung des Untergrundeffektes auf den eigentlichen Nulleffekt, eine entscheidende Verbesserung von Erkennungs- und Nachweisgrenze erreicht werden kann.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt in dem Bereich der Kernstrahlungs-Meßtechnik, in dem Ereignisse (insbesondere Impulse) gezählt werden, die durch die von der Aktivität auf einem Filter ausgehende Kernstrahlung verursacht werden, während gleichzeitig einzelne radioaktive Nuklide oder Nuklidgruppen auf diesem Filter aus einem hindurchströmenden Medium abgeschieden und angereichert werden. Aus der Zunahme der Aktivität dieser Radionuklide auf dem Filter wird dabei ihre Aktivitätskonzentration im hindurchströmenden Medium ermittelt. Diese Norm berücksichtigt ausschließlich den zufälligen Charakter der Kernstrahlungseignisse und der Impulzzählung und läßt alle anderen Einflüsse (z. B. aus der Meßgeometrie, der Abscheidung, der Anreicherung oder Instabilitäten der Meßanordnung) außer Betracht. Es wird ferner vorausgesetzt, daß die Meßdauer klein gegenüber den Halbwertszeiten der überwachten Radionuklide ist und daß apparative Totzeiten vernachlässigbar sind. Sofern Aktivitäten, Aktivitätskonzentrationen oder andere Größen bestimmt werden sollen, wird vorausgesetzt, daß alle Parameter, die

zu ihrer Berechnung aus Ereignishäufigkeiten (Impulsanzahlen) erforderlich sind, so genau bestimmt worden sind, daß der Einfluß ihrer Unsicherheit auf das Meßergebnis vernachlässigt werden darf.

Zur Bestimmung der auf einem Filter abgeschiedenen Aktivität und entsprechender Erkennungs- und Nachweisgrenzen sowie von Vertrauensbereichen ist DIN 25482-1 anzuwenden.

Zur nuklidspezifischen Aktivitätsbestimmung einzelner auf einem Filter abgeschiedener Radionuklide einschließlich geeigneter spektrometrischer Zählmessung an diesem Filter sowie zur Bestimmung entsprechender Erkennungs- und Nachweisgrenzen ist DIN 25482-2 oder DIN 25482-5 anzuwenden.

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 25482-1 : 1989-04

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Teil 1: Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses

DIN 25482-2

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Teil 2: Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses

DIN 25482-5

Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen — Teil 5: Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses

- [1] K. Weise, K. Kirchhoff und S. Sackmann: Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensbereich bei zählenden Kernstrahlungsmessungen an strömenden Medien; Kerntechnik **60** (1995) No. 1 (S. 22 – 27)

3 Definitionen, Größen und Formelzeichen

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

ANMERKUNG: Die in dieser Norm verwendeten Begriffe der Stochastik sind in DIN 13303-1, DIN 13303-2 und DIN 55350-21 bis DIN 55350-24 sowie DIN 55350-34 erklärt.

Für die Anwendung dieser Norm gelten weiterhin die folgenden Definitionen:

3.1 Meßreihe (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe): Mindestens zwei nicht notwendig aneinander anschließende, aber sich zeitlich nicht überlappende Messungen gleicher oder unterschiedlicher Dauer von Kernstrahlungsereignissen mittels einer Meßeinrichtung für Zählmessungen.

3.2 Meßverfahren (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe): Kombination einer kontinuierlichen Abscheidung und Anreicherung von in einem Medium transportierten radioaktiven Nukliden oder Nuklidgruppen auf einem geeigneten Filter und gleichzeitiger Anwendung einer Meßeinrichtung für Zählmessungen.

ANMERKUNG:

a) Bei der Überwachung der Fortluft oder der Raumluft einer kerntechnischen Anlage auf radioaktive Aerosolpartikel oder gasförmiges Radioiod sind die nachzuweisenden Aktivitätskonzentrationen so gering, daß innerhalb eines begrenzten Meßvolumens nicht genügend Aktivität vorhanden ist, um diese direkt messen zu können. Das Medium wird daher durch ein geeignetes Filter geleitet, auf dem die radioaktiven Aerosolpartikel bzw. das gasförmige Radioiod abgeschieden und dadurch angereichert werden.

b) In der Fortluft und der Raumluft von Kernkraftwerken müssen im Normalfall an Partikeln gebundene radioaktive Stoffe oder gasförmiges Radioiod auch dann nachgewiesen werden können, wenn im zu überwachenden Medium gleichzeitig radio-

aktive Edelgase vorhanden sind, deren Aktivitätskonzentration die partikelgebundene Aktivitätskonzentration und die des gasförmigen Radioiods um mehrere Größenordnungen übersteigt. Deshalb wird darauf geachtet, daß nur Materialien eingesetzt werden, an denen die Anlagerung von Edelgasen vernachlässigbar ist, z. B. keine aktivkohlehaltigen Filter. Außerdem wird durch konstruktive Maßnahmen, wie z. B. die Minimierung sogenannter freier Volumina, dafür gesorgt, daß möglichst wenige Zerfallseignisse radioaktiver Edelgase vom Detektor registriert werden.

3.3 Richtwert: Derjenige Wert eines quantitativen Merkmals, dessen Einhaltung durch die Istwerte empfohlen wird, ohne daß Grenzwerte vorgegeben sind.

(Aus: DIN 55350-12 : 1989-03)

ANMERKUNG: Richtwerte in dieser Norm sind Anforderungen an Meßverfahren aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder sonstigen Gründen, die z. B. als Aktivität, Aktivitätskonzentration oder Aktivitätsabgaberate vorgegeben werden.

3.4 Untergrundeffect (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe): Derjenige Meßeffect, der nicht von den zu überwachenden radioaktiven Nukliden oder Nuklidgruppen bewirkt wird. Bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe tragen auch Radionuklide, die vor Beginn der betrachteten Meßreihe auf dem Filter abgeschieden worden sind, zum Untergrundeffect bei.

ANMERKUNG: Grundsätzlich gehören dazu sowohl die Beiträge, die von der Umgebungsstrahlung herrühren, als auch die Beiträge von störenden Radionukliden. Letztere sind Radionuklide im Meßmedium oder in der Meßanordnung, die nicht zu den zu überwachenden radioaktiven Nukliden oder Nuklidgruppen gehören. In der Fortluft und Raumluft von Kernkraftwerken sind insbesondere radioaktive Edelgase störende Radionuklide.

3.5 Vergleichsmeßreihe (bei zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe): Meßreihe, mit deren Schätzwert für die Aktivitätskonzentration der Schätzwert für die Aktivitätskonzentration einer betrachteten Meßreihe verglichen wird und die mit der letzteren zeitlich nicht überlappt. Eine Vergleichsmeßreihe darf auch eine Untergrundeffectmeßreihe sein.

3.6 Größen und Formelzeichen

a	Aktivitätskonzentration im Medium
ϑ^i	Zeitpunkt des Beginns des i -ten Meßzeitintervalls
ϑ_i	Zeitpunkt des Endes des i -ten Meßzeitintervalls ($\vartheta_{i+1} \leq \vartheta^i < \vartheta_i$; $i = 1, \dots, m$; i wird zeitlich rückwärts gezählt)
m	Anzahl der Meßzeitintervalle einer Meßreihe ($m \geq 2$)
τ_i	Dauer des i -ten Meßzeitintervalls ($\tau_i = \vartheta_i - \vartheta^i$)
t_i	mittlerer Zeitpunkt des i -ten Meßzeitintervalls ($t_i = (\vartheta_i + \vartheta^i)/2$)

T	effektive Meßdauer einer Meßreihe $\left(T = \sum_{i=1}^m \tau_i\right)$
t^*	Bezugszeitpunkt für die Änderung der Aktivitätskonzentration
t_0	Zeitpunkt, für den ϱ ermittelt wird
N_i	Anzahl der registrierten Kernstrahlungsereignisse im i -ten Meßzeitintervall einer Meßreihe
$\hat{N}_i$	angepaßter Wert zu N_i (siehe Gleichung (18))
ν_i	Erwartungswert der poissonverteilten Anzahl N_i
ϱ	Erwartungswert der Zählrate der registrierten Kernstrahlungsereignisse
$\dot{\varrho}$	zeitliche Ableitung von ϱ
Q	Hilfsgröße
z	Integrationsvariable
$s^2(X)$	empirische Varianz zum Schätzwert X einer Größe x
t	Zeit
$\sigma^2(x)$	Varianz einer Größe x
$R, \dot{R}$	Schätzwerte für ϱ bzw. $\dot{\varrho}$
S	Hilfsgröße
$s(x)$	Standardabweichung einer Größe x
D	Schätzwert für die Änderung einer Aktivitätskonzentration Für die Erhöhung der Aktivitätskonzentration ist D gleich $\dot{R}' - \dot{R}$ Für die Verringerung der Aktivitätskonzentration ist D gleich $\dot{R} - \dot{R}'$
D^*	Erkennungsgrenze für die Änderung einer Aktivitätskonzentration $D^* = (\dot{R}' - \dot{R})^*$ für die Erhöhung der Aktivitätskonzentration $D^* = (\dot{R} - \dot{R}')^*$ für die Verringerung der Aktivitätskonzentration
δ	Erwartungswert für die Änderung einer Aktivitätskonzentration Für die Erhöhung der Aktivitätskonzentration ist δ gleich $\dot{\varrho}' - \dot{\varrho}$ Für die Verringerung der Aktivitätskonzentration ist δ gleich $\dot{\varrho} - \dot{\varrho}'$
δ^*	Nachweisgrenze für die Änderung einer Aktivitätskonzentration $\delta^* = (\dot{\varrho}' - \dot{\varrho})^*$ für die Erhöhung der Aktivitätskonzentration $\delta^* = (\dot{\varrho} - \dot{\varrho}')^*$ für die Verringerung der Aktivitätskonzentration

g_i, h_i	Gewichte
$\dot{V}$	(konstanter) Volumendurchfluß des Mediums
λ	Zerfallskonstante eines Radionuklides
η	Nachweisempfindlichkeit der Zählmesung
α	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art des statistischen Tests zur Entscheidung zwischen der Hypothese $\delta = 0$ und der Alternativhypothese $\delta > 0$
β	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art des vorgenannten statistischen Tests wenn $\delta = \delta^*$
$1 - \gamma$	Vertrauensniveau des Vertrauensbereiches für $\dot{\varrho}$ oder δ
$k_{1-\alpha}, k_{1-\beta}, k_{1-\gamma/2}$	Quantile der standardisierten Normalverteilung
ANMERKUNG: Eingestrichene Größen beziehen sich immer auf die zeitlich spätere Meßreihe und sind immer analog zu den ungestrichenen definiert.	

4 Kennwerte und Vertrauensbereich

4.1 Grundlagen

4.1.1 Allgemeines

Es wird angenommen, daß die in den einzelnen Meßzeitintervallen gezählten Ereignisse voneinander unabhängige Poisson-Prozesse bilden. Daher ist die Anzahl N_i der Ereignisse, die während eines Meßzeitintervalls registriert werden, mit einem Erwartungswert ν_i poissonverteilt. Die Poisson-Verteilung wird durch die Normalverteilung angenähert. Zu den registrierten Zufallsereignissen trägt auch der Untergrundeffect bei. Für die Aussagen dieser Norm wird davon ausgegangen, daß sich dieser Beitrag in der betrachteten Zeitspanne nicht ändert.

Bei der Durchführung einer Messung muß im Einzelfall entschieden werden, ob es erforderlich ist, die Richtigkeit dieser Voraussetzung zu überprüfen, z.B. durch eine zusätzliche Überwachung der Edelgasaktivitätskonzentration im zu überwachenden Medium oder der Dosisleistung am Detektoraufstellort.

ANMERKUNG: Der Einfluß radioaktiver Edelgase kann auch durch den sogenannten 3-Phasen-Zyklusbetrieb minimiert werden. Dabei wird nur in der ersten Phase eines jeden Zyklus Medium durch den Filter gesaugt. Danach wird die Mediumszufuhr unterbrochen und in der zweiten Phase die Filteranordnung mit aktivitätsfreiem Medium gespült. In der dritten Phase werden die vom Filter ausgehenden Kernstrahlungsereignisse registriert.

4.1.2 Modell

Aus dem Zerfallsgesetz für ein radioaktives Nuklid mit der Zerfallskonstante λ folgt:

$$\varrho(t) = \eta \dot{V} \int_0^t a(z) \exp(-\lambda(t-z)) dz \quad (1)$$

Dabei ist $t = 0$ der Zeitpunkt der Inbetriebnahme des Filters.