

	<p>Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen Teil 6: Zählende Messungen mit Berücksichtigung des Probenbehandlungs- und Geräteinflusses Erläuterungen und Beispiele</p>	<p>Beiblatt 1 zu DIN 25482-6</p>
--	--	---

ICS 17.240

Deskriptoren: Kerntechnik, Kernstrahlung, Meßverfahren, Zählung, Nachweisgrenze

Detection limit and decision threshold for ionizing radiation measurements —
Part 6: Counting measurements with allowance for influence of sample treatment and equipment used —
comments and examples

Limite de détection et seuil de décision d'une mesure de rayonnements ionisants —
Partie 6: Méthode de mesure tenant compte de l'influence de la préparation d'un échantillon et du système;
commentaires et exemples

Dieses Beiblatt enthält Informationen zu DIN 25482-6,
jedoch keine zusätzlichen genormten Festlegungen.

Inhalt

	Seite		Seite
Vorwort	1	6 Beispiel 6 für die Anwendung auf die Beurteilung von Filmdosimetern zur Personenüberwachung	11
1 Erläuterungen	2		
2 Beispiele 1 und 2 für die Anwendung auf ⁹⁰Sr-Bestimmungen in Bodenproben nach chemischer Abtrennung mit und ohne bekannten Variationskoeffizienten	2	7 Beispiel 7 für die Anwendung auf ¹⁰Be-Bestimmungen mittels Beschleuniger-Massenspektrometrie	13
2.1 Beispiel 1: Zählrate der Umgebungs- strahlung und Variationskoeffizient des Probenbehandlungsverfahrens sind bekannt	2	8 Beispiele 8 und 9 für die Anwendung auf ³H-Bestimmungen in Bodenproben nach chemischer Abtrennung mit und ohne bekannten Variationskoeffizienten	16
2.2 Beispiel 2: Variationskoeffizient des Probenbehandlungsverfahrens ist nicht bekannt	4	8.1 Beispiel 8: Zählrate der Umgebungs- strahlung und Variationskoeffizient des Probenbehandlungsverfahrens sind bekannt	16
3 Beispiel 3 für die Anwendung auf die Beurteilung von Abfallproben	6	8.2 Beispiel 9: Variationskoeffizient des Probenbehandlungsverfahrens ist nicht bekannt	18
4 Beispiel 4 für die Anwendung auf ⁹⁰Sr-Bestimmungen in Urinproben zur Inkorporationsüberwachung	8	Anhang A (informativ) Literaturhinweise	20
5 Beispiel 5 für die Anwendung auf spezielle alphaspektrometrische Messungen	10		

Vorwort

Dieses Beiblatt wurde vom Fachbereich Kerntechnik, NMP 722 „Nachweisgrenzen radioaktiver Stoffe“, erarbeitet.

Fortsetzung Seite 2 bis 20

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

1 Erläuterungen

Die Erläuterungen und Beispiele beziehen sich auf DIN 25482-6:1993-02, Abschnitt 5. Sie dienen dazu, das Verständnis der Norm zu fördern und ihre Anwendung zu erleichtern. In diesem Beiblatt verwendete Verweise und Referenzen auf spezielle Gleichungen und Tabellen beziehen sich entsprechend generell auf DIN 25482-6:1993-02, sofern sie nicht mit einem anderslautenden Zusatz versehen sind.

ANMERKUNG 1: Um ein Nachvollziehen der Zwischenrechnungen zu ermöglichen, werden in diesem Beiblatt die Zwischenergebnisse mit einer größeren Anzahl von Ziffern angegeben, als dies in der Praxis für Endergebnisse (siehe die Abschnitte „Dokumentation“ in den einzelnen Beispielen) sinnvoll ist.

ANMERKUNG 2: Zur Berechnung der Kenngrößen werden die Quantile $k_{1-\alpha}$, $k_{1-\beta}$ und $k_{1-\gamma/2}$ der standardisierten Normalverteilung und die Quantile $t_{1-\alpha,f}$ und $t_{1-\gamma/2,f}$ der t -Verteilung benötigt. Diese sind in Tabelle 3 bzw. Tabelle 4 der Norm aufgeführt. Man beachte, daß die (einseitigen) Quantile $k_{1-\alpha}$, $k_{1-\beta}$ in Tabelle 3 Spalte 3 in der Zeile des zugehörigen Wertes der Fehlerwahrscheinlichkeiten α und β (Tabelle 3 Spalte 1) abzulesen sind. Das (zweiseitige) Quantil $k_{1-\gamma/2}$ ist in Tabelle 3, Spalte 3, jedoch neben dem Vertrauensniveau $1-\gamma$ (Tabelle 3, Spalte 2) angegeben. In Tabelle 4 ist das (einseitige) Quantil $t_{1-\alpha,f}$ als Funktion der Fehlerwahrscheinlichkeit α (Zeile 1) und des Freiheitsgrades f (Spalte 1), jedoch das (zweiseitige) Quantil $t_{1-\gamma/2,f}$ als Funktion des Vertrauensniveaus $1-\gamma$ (Zeile 2) und des Freiheitsgrades f (Spalte 1) angegeben.

Erläuterungen zur Auswahl der Beispiele:

Die Beispiele wurden so ausgewählt, daß sie möglichst viele bei Anwendung der Norm DIN 25482-6 auftretenden Fälle mit zu berücksichtigendem Einfluß der Probenbehandlung abdecken. Hieraus läßt sich auch für Sonderfälle die grundsätzliche Vorgehensweise erkennen. Die Beispiele umfassen Anwendungen der in der Norm angegebenen Näherungsformeln mit folgenden Varianten:

1. Sowohl der Erwartungswert Q_u der Zählrate der Umgebungsstrahlung als auch der Beitrag ϑ des Probenbehandlungsverfahrens zum Variationskoeffizienten der Zählrate (kurz: Variationskoeffizient ϑ) sind bekannt.

Der Erwartungswert Q_u ist bekannt, wenn die Umgebungsstrahlung im Rahmen von Voruntersuchungen, wie in 4.1.3 der Norm beschrieben, mit wesentlich höherem Meßaufwand als dem für die Proben- und Blindprobenmessungen vorgesehenen gemessen wurde und somit angenommen werden darf, daß die gemessene Zählrate der Umgebungsstrahlung gleich dem zugehörigen Erwartungswert ist.

Der Variationskoeffizient ϑ ist bekannt, wenn er z. B. im Rahmen von Voruntersuchungen, wie in 4.1.3 der Norm beschrieben, mit einem so großen Meßaufwand (insbesondere hinsichtlich der Anzahl der Messungen n_m) bestimmt wurde, daß angenommen werden darf, daß der so ermittelte Variationskoeffizient ϑ gleich seinem Erwartungswert ist.

2. Einer der folgenden Fälle ist gegeben:

- Der Erwartungswert Q_u der Zählrate der Umgebungsstrahlung ist nicht bekannt.
- Es ist keine oder zumindest keine hinreichend genaue Bestimmung des Variationskoeffizienten ϑ erfolgt.
- Es liegen nichtvernachlässigbare Einflüsse von Geräteinstabilitäten vor.

Die in DIN 25482-6 : 1993-02 angegebenen Verfahren und Gleichungen zur Berechnung der Kenngrößen Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze sowie des Vertrauensbereiches können in der Praxis auf viele unterschiedliche Meßverfahren angewendet werden. Im folgenden werden neben Beispielen für zählende nichtspektrometrische Messungen auch Beispiele anderer Meßverfahren vorgestellt, bei denen die Anwendung dieser Norm ebenfalls möglich ist.

2 Beispiele 1 und 2 für die Anwendung auf ^{90}Sr -Bestimmungen in Bodenproben nach chemischer Abtrennung mit und ohne bekanntem Variationskoeffizienten

2.1 Beispiel 1: Zählrate der Umgebungsstrahlung und Variationskoeffizient des Probenbehandlungsverfahrens sind bekannt

2.1.1 Einleitung

An einer Probe aus einem Bodenprofil ist der ^{90}Sr -Gehalt nach chemischer Abtrennung zu bestimmen. Die in der REI [1] und dem Routine-Meßprogramm des IMIS [2] geforderte Nachweisgrenze für ^{90}Sr im Boden beträgt 0,5 Bq/kg.

2.1.2 Aufgabenstellung

- Es ist nach DIN 25482-6 : 1993-02 zu prüfen, ob das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet ist. Als Richtwert ist der in 2.1.1 genannte Wert von 0,5 Bq/kg zu verwenden.
- Es ist zu prüfen, ob in der vorliegenden Probe eine ^{90}Sr -Aktivität erkannt wird. Wird ein Probenbeitrag festgestellt, so ist nach 5.4 von DIN 25482-6 : 1993-02 das Meßergebnis mit zugehörigem Vertrauensbereich anzugeben.

ANMERKUNG: Zur Zahl der bei Zwischenergebnissen angegebenen Ziffern siehe Abschnitt 1 Anmerkung 1.

2.1.3 Vorgaben

Die Wahrscheinlichkeiten für den Fehler 1. und 2. Art werden nach 5.1 von DIN 25482-6 : 1993-02 zu $\alpha = \beta = 0,05$ und das Vertrauensniveau zu $1-\gamma = 0,95$ vorgegeben. Die chemische Ausbeute $\eta(^{90}\text{Sr})$ der ^{90}Sr -Abtrennung wurde in Voruntersuchungen (siehe unten) über einen ^{85}Sr -Tracer bestimmt und beträgt 0,57. Eingesetzt wird eine Bodenprobe von ca. 100 g ($n_b = 1$). Nach der chemischen Abtrennung wird die Meßprobe mit einem flüssigen Szintillator vermischt. Nach Aufbau des Tochternuklids ^{90}Y bis zum radioaktiven Gleichgewicht wird die Meßprobe zählend im Flüssigkeitszintillationszähler gemessen, wobei ein Fenster so gesetzt wird, daß ^{90}Y ohne Beeinflussung durch den ^{85}Sr -Tracer nachgewiesen wird. In dieser Anordnung beträgt der Zählwirkungsgrad $\varepsilon(^{90}\text{Y})$ für den Nachweis von ^{90}Sr über ^{90}Y im Gleichgewicht bei dem verwendeten Detektor 0,51.

Die Meßdauer beträgt $t_b = 30\,000$ s. Der Nulleffekt wird einmal mit gleicher Meßdauer gemessen, also $n_0 = 1$ und $t_0 = 30\,000$ s.

Im Rahmen von halbjährlichen Bestimmungen der chemischen ^{90}Sr -Ausbeute des Meßverfahrens wird regelmäßig die durchschnittliche Zählrate Q_u der Umgebungsstrahlung sowie der Variationskoeffizient ϑ des Probenbehandlungsverfahrens ermittelt. Diese Voruntersuchungen werden hier für die Probenuntersuchung herangezogen:

- Bestimmung von Q_u : Die letzte Ermittlung der Untergrundzählrate Q_u ergab bei einer Meßdauer von 600 000 s den Wert $0,024\,5\text{ s}^{-1}$ (siehe Abschnitt 1, Anmerkung 1).

- b) Bestimmung von ϑ : Hierzu wurde Blindprobenmaterial radioaktiv markiert. Daraus wurden $n_m = 20$ Proben entnommen und dem Probenbehandlungsverfahren unterzogen. Anschließend wurden damit zählende Messungen mit einer Meßdauer von jeweils $t_m = 30\,000$ s durchgeführt, deren Ergebnisse in Tabelle 1 dargestellt sind.

Tabelle 1: Anzahl der gemessenen Impulse

Probe Nr	Impulsanzahl $N_{m,i}$	Probe Nr	Impulsanzahl $N_{m,i}$
1	74 349	11	78 194
2	67 939	12	69 221
3	88 449	13	63 965
4	83 321	14	70 503
5	66 657	15	74 220
6	64 094	16	97 422
7	74 348	17	74 476
8	93 576	18	71 784
9	56 402	19	68 235
10	66 785	20	74 989

Mit Hilfe von Gleichung (1) in DIN 25482-6:1993-02 ergibt sich mit diesen Meßdaten ($R_{m,i} = N_{m,i}/t_m$) und der unter a) angegebenen Untergrundzählrate Q_u :

$$\vartheta^2 = 0,01897, \text{ d. h. } \vartheta = 0,1377.$$

Da die Bestimmung der Parameter Q_u und ϑ wie in 4.1.3 von DIN 25482-6:1993-02 beschrieben durchgeführt wurde, wird im Sinne von DIN 25482-6:1993-02 für die Berechnung der Kenngrößen und des Vertrauensbereiches davon ausgegangen, daß die Parameter Q_u und ϑ bekannt sind.

2.1.4 Nulleffekt

Der Nulleffekt wird durch Messung einer Blindprobe bestimmt, für die ein ^{90}Sr -armer Boden verwendet wird. Bei der einmaligen Messung der Blindprobe ($n_0 = 1$) nach der Probenbehandlung mit einer Meßdauer von $t_0 = 30\,000$ s wurden 866 Impulse gezählt, was einer Nulleffektzählrate von $R_0 = 0,02887 \text{ s}^{-1}$ entspricht.

2.1.5 Bruttoeffekt

Die Messung des Bruttoeffektes an der Probe ($n_b = 1$) mit einer Meßdauer von $t_b = 30\,000$ s liefert eine Impulsanzahl von $N_b = 1943$, was einer Bruttoeffektzählrate von $R_b = 0,06477 \text{ s}^{-1}$ entspricht.

2.1.6 Nachweisgrenze

Die Parameter Q_u und ϑ werden, wie in 2.1.3 dargelegt, bei diesem Beispiel als bekannt angenommen, so daß die Berechnung der Nachweisgrenze nach Gleichung (10) von DIN 25482-6:1993-02 erfolgen darf.

Da vor der Probenuntersuchung nicht alle Parameter zur Berechnung der Nachweisgrenze bekannt sind, wird die Nachweisgrenze für die erfolgte Messung unter Verwendung des Wertes R_0 als Schätzwert für Q_0 im nachhinein abgeschätzt.

Vor Berechnung der Nachweisgrenze nach Gleichung (10) sind die Hilfsgrößen c_3 und c_4 nach Gleichung (5) und (6)

von DIN 25482-6:1993-02 zu ermitteln: $c_3 = 2,648 \cdot 10^{-6}$ und $c_4 = 1,645$. Die Quantile $k_{1-\alpha}$ und $k_{1-\beta}$ der standardisierten Normalverteilung werden dabei zu den vorgegebenen Fehlerwahrscheinlichkeiten Tabelle 3 von DIN 25482-6:1993-02 entnommen ($k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = k_{0,95} = 1,645$).

Unter Verwendung dieser Hilfsgrößen sowie der Größen ϑ^2 , Q_u und Q_0 (hierfür wird als Schätzwert R_0 verwendet) liefert Gleichung (10) von DIN 25482-6:1993-02 als Nachweisgrenze der Zählrate: $Q_n^* = 0,01022 \text{ s}^{-1}$. Die Nachweisgrenze $g^*(^{90}\text{Sr})$ für den ^{90}Sr -Gehalt wird hieraus unter Berücksichtigung der oben gemachten Angaben zum Zählwirkungsgrad $\varepsilon(^{90}\text{Y})$ des Detektors und zur Probenmasse m_p sowie zur ^{90}Sr -Ausbeute $\eta(^{90}\text{Sr})$ der chemischen Abtrennung wie folgt berechnet:

$$g^*(^{90}\text{Sr}) = \frac{Q_n^*}{\varepsilon(^{90}\text{Y}) \cdot \eta(^{90}\text{Sr}) \cdot m_p} = \frac{0,01022 \text{ s}^{-1}}{0,51 \cdot 0,57 \cdot 0,100 \text{ kg}} = 0,3516 \text{ Bq/kg} \quad (1)$$

ANMERKUNG: Bei Vernachlässigung des Probenbehandlungseinflusses und infolgedessen Verwendung von DIN 25482-1:1989-04 zur Berechnung der Nachweisgrenze hätte man fälschlicherweise den Wert $Q_n^* = 0,00474 \text{ s}^{-1}$ erhalten ($t_0 = n_0 \cdot 30\,000$ s, $t_b = n_b \cdot 30\,000$ s), was einer Aktivität von 0,1632 Bq/kg entspricht.

Wenn die Nachweisgrenze anstelle von Gleichung (10) mit Gleichung (11) berechnet wird, ergeben sich folgende Näherungswerte: $Q_n^* = 0,005353 \text{ s}^{-1}$ und $g^*(^{90}\text{Sr}) = 0,184 \text{ Bq/kg}$. Die beträchtlichen Unterschiede im Vergleich zu obigen Ergebnissen ergeben sich, obwohl das Produkt $Q_0 \cdot n_b \cdot t_b = 866$ hinreichend groß ist, aufgrund des relativ großen Wertes für ϑ , der gegen die Anwendung der Näherungsgleichung (11) spricht.

Die nach Gleichung (10) von DIN 25482-6:1993-02 berechnete Nachweisgrenze ist kleiner als der in 2.1.1 vorgegebene Richtwert von 0,5 Bq/kg. Das Meßverfahren ist für den Meßzweck geeignet.

2.1.7 Erkennungsgrenze

Da die Parameter Q_u und ϑ bekannt sind, erfolgt die Berechnung der Erkennungsgrenze nach Gleichung (8) von DIN 25482-6:1993-02. Die Bedingung zur Anwendung der Gleichung (9), daß die Größen $Q_0 \cdot n_0 \cdot t_0$ und $Q_0 \cdot n_b \cdot t_b$ hinreichend große Werte annehmen, ist gegeben; allerdings ist der Parameter ϑ nicht klein (siehe auch 2.1.6).

Vor Berechnung der Erkennungsgrenze nach Gleichung (8) von DIN 25482-6:1993-02 sind die Hilfsgrößen q , c_1 , c_2 und c_5 nach den Gleichungen (2), (3), (4) und (7) zu ermitteln: $q = 1$, $c_1 = 1/15\,000 = 6,667 \cdot 10^{-5}$, $c_2 = 2$ und $c_5 = 0,5$. Das Quantil $k_{1-\alpha}$ der standardisierten Normalverteilung zu der vorgegebenen Wahrscheinlichkeit $\alpha = 0,05$ für einen Fehler 1. Art wird der Tabelle 3 von DIN 25482-6:1993-02 entnommen ($k_{0,95} = 1,645$).

Mit diesen Hilfsgrößen sowie den Größen ϑ^2 und Q_u liefert die Gleichung (8) von DIN 25482-6:1993-02 als Erkennungsgrenze der Zählrate: $R_n^* = 0,003\,002 \text{ s}^{-1}$.

Die Erkennungsgrenze $G^*(^{90}\text{Sr})$ für die spezifische ^{90}Sr -Aktivität wird hieraus unter Berücksichtigung der oben gemachten Angaben zum Zählwirkungsgrad $\varepsilon(^{90}\text{Y})$ des Detektors, zur Probenmasse m_p und zur ^{90}Sr -Ausbeute $\eta(^{90}\text{Sr})$ der chemischen Abtrennung wie folgt berechnet:

$$G^*(^{90}\text{Sr}) = \frac{R_n^*}{\varepsilon(^{90}\text{Y}) \cdot \eta(^{90}\text{Sr}) \cdot m_p} = \frac{0,003\,002 \text{ s}^{-1}}{0,51 \cdot 0,57 \cdot 0,100 \text{ kg}} = 0,103 \text{ Bq/kg} \quad (2)$$