FS-99-108-AKSIGMA

ISSN 1013-4506



Fachverband für Strahlenschutz e.V.

Mitgliedsgesellschaft der International Radiation Protection Association (IRPA) für die Bundesrepublik Deutschland und die Schweiz Publikationsreihe FORTSCHRITTE IM STRAHLENSCHUTZ

Publication Series PROGRESS IN RADIATION PROTECTION

NACHWEIS-, ERKENNUNGS- UND VERTRAUENSGRENZEN BEI KERNSTRAHLUNGS-MESSUNGEN

R. Michel K. Kirchhoff

FS-99-108-AK SIGMA



Fachverband für Strahlenschutz e.V.

Mitgliedsgesellschaft der International Radiation Protection Association (IRPA) für die Bundesrepublik Deutschland und die Schweiz

Publikationsreihe FORTSCHRITTE IM STRAHLENSCHUTZ

Publication Series PROGRESS IN RADIATION PROTECTION

Nachweis-, Erkennungs- und Vertrauensgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen

R. Michel und K. Kirchhoff

Zentrum für Strahlenschutz und Radioökologie Universität Hannover, Hannover

Nachweis-, Erkennungs- und Vertrauensgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen

Die Deutsche Bibliothek – CIP Einheitsaufnahme

Michel, Rolf: Nachweis-, Erkennungs- und Vertrauensgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen R. Michel; K. Kirchhoff. Fachverband für Strahlenschutz e.V. -Köln : TÜV-Verlag, 1999 (Publikationsreihe Fortschritte im Strahlenschutz) ISBN 3-8249-0542-6

Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem Papier

ISSN 1013-4506 ISBN 3-8249-0542-6 © by TÜV-Verlag GmbH, Unternehmensgruppe TÜV Rheinland/Berlin-Brandenburg, Köln 1999 Gesamtherstellung TÜV-Verlag GmbH, Köln Printed in Germany 1999

Vorwort

Es wird eine Übersicht über Methoden zur Festlegung von charakteristische Grenzen (Nachweis-, Erkennungs- und Vertrauensgrenzen) bei Kernstrahlungsmessungen gegeben. Dazu werden die wissenschaftlichen Grundlagen und der Stand nationaler und internationaler Normungsarbeiten auf diesem Gebiet dargestellt. Dann wird das bisher auf der Grundlage der konventionellen Statistik entwickelte Formelwerk kurz vorgestellt und Beispiele für einige Anwendungen gegeben. Zusätzlich werden neue Entwicklungen angesprochen, die mit den Methoden der Bayes-Statistik eine von speziellen Meßverfahren unabhängige, allgemein für alle Probleme der Kernstrahlungsmessungen anwendbare Festlegung der charakteristischen Grenzen erlauben. Mit dem neuen Ansatz wird die Bestimmung charakteristischer Grenzen zusammen mit der Berechnung der Standardmeßunsicherheiten ein integraler Bestandteil der Qualitätssicherung bei Kernstrahlungsmessungen.

Dieses Manuskript ist aus einem Skript und Unterlagen entstanden, die an die Teilnehmer einer Fortbildungsveranstaltung zum Thema "Berechnungsbeispiele für Nachweisgrenzen nach DIN" verteilt wurden. Diese Fortbildungsveranstaltung fand am 27.09.1998 im Vorlauf zur 30. Jahrestagung 1998 in Lindau statt, die der Fachverband für Strahlenschutz e.V. zusammen mit dem Österreichischen Verband für Strahlenschutz durchführte. Die große Nachfrage nach diesen Unterlagen bewog die Autoren dazu, diese Einführung in das komplexe Thema der charakteristischen Grenzen weiter auszuarbeiten, mit der Unterstützung des Fachverbandes für Strahlenschutz e.V. zu publizieren und damit einen Beitrag zur besseren Akzeptanz und leichteren Benutzung der einschlägigen Normen zu leisten.

Inhaltsübersicht

Seite

	Vorwort	i
	Symbole und Formelzeichen	v
Ι	Einleitung	1
1 1.1 1.2 1.3	Charakteristische Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen Erkennungsgrenze Nachweisgrenze Vertrauensgrenzen	1 3 4 4
2	Stand der Normung von charakteristischen Grenzen bei Kernstrahlungs- messungen	6
II	Grundlagen	9
3 3.1 3.2 3.3	Einige Grundlagen aus der Metrologie Grundbegriffe Berechnung von Meßunsicherheiten Verteilungen von Meßwerten und wahren Werten	9 9 11 18
4 4.1 4.2	Einige Grundlagen aus der Statistik Konventionelle Statistik Bayes Statistik	27 27 34
III	Charakteristische Grenzen auf der Grundlage konventioneller Statistik	39
5 5.1 5.2 5.3	Ableitung charakteristischer Grenzen auf der Grundlage konventioneller Statistik Hypothesentests Verteilungstests Festlegung der charakteristischen Grenzen	39 40 42 44
6 6.1 6.2 6.3 6.4	Charakteristische Grenzen bei zählenden Kernstrahlungsmessungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses Ableitung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-1 bei Zeitvorwahl Berechnung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-1 Beispiel: Dichtheitsprüfung mittels Wischtest Beispiel: Messung einer Abfallprobe	45 45 51 53 56
6.5	Beispiel: Zählende Messung einer Wischprobe mit Impulsvorwahl	57

7.	Charakteristische Grenzen bei Messungen mit linearen, analog arbeitenden Ratemetern	62
7.1	Grundlagen	62
7.2	Berechnung der charakteristischen Grenzen	63
7.3	Beispiel: Kontaminationsmessung	64
8	Charakteristische Grenzen bei hochauflösenden, γ -spektrometrischen	
	Messungen	66
8.1	Berechnung der charakteristischen Grenzen	66
8.2	Beispiel: 'Be im γ -Spektrum eines Luftfilters	67
9	Charakteristische Grenzen bei zählenden Messungen mit Berücksichtigung	
	des Probenbehandlungseinflusses	71
9.1	Grundlagen	71
9.2	Berechnung der charakteristischen Grenzen bei unbekanntem Einfluß	
	des Probenbehandlungsverfahrens	76
9.3	Beispiel: ¹⁵⁷ Cs in Proben radioaktiven Abfalls	77
9.4	Berechnung der charakteristischen Grenzen bei bekanntem Einfluß	
	des Probenbehandlungsverfahrens	81
9.5	Beispiel: Bestimmung von ⁹⁰ Sr in Bodenproben	82
IV	Charakteristische Grenzen auf der Grundlage der Bayes Statistik	84
10	Festlegung charakteristischer Grenzen mittels Bayes-Statistik	84
10.1	Charakteristische Grenzen auf der Grundlage von DIN 25482-10	84
10.2	Die Berechnung von $\tilde{u}(\mathbf{x})$	87
11	Charakteristische Grenzen für zählende Messungen ohne Berücksichtigung	
	der Probenbehandlung nach DIN 25482-10	91
11.1	Anwendung von DIN 25482-10 auf zählende Messungen	93
11.2	Beispiel: Vorgehen nach DIN 25482-10 in Analogie zu DIN 25482-1	94
11.3	Beispiel: Berücksichtigung der Unsicherheit des Ansprechvermögens	98
12	Zählende Messung mit Probenbehandlung nach DIN 25482-10	102
12.1	Beispiel: Unbekannter Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens	104
12.2	Beispiel: Bekannter Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens	109
13	Entfaltung von Vielkanalspektren	115
13.1	Einfache Beispiele linearer Entfaltung bei spektrometrischen Messungen	120
13.2	Lineare Entfaltung in der α -Spektrometrie	121
13.2	Entfaltung von v. Spektren	121
13.2	Entratung von F-spektien	122
14	Charakteristische Grenzen bei der Dosismessung mit Thermolumineszenz	105
1/1	(IL)-DOSIMELEM	125
14.1	Grundlagen der Dosismessung mit TL-Dosimetern	125
14.2	resuegung der charakteristischen Grenzen	150
14.3	Beispiei: Ermittiung der Photonendosis in der Personendosimetrie	131

14.4 14.5	Beispiel: Ermittlung der Neutronendosis in der Personendosimetrie Beispiel: Ermittlung der Personendosis in gemischten Photonen- und	135
	Neutronenfeldern	139
V	Zusammenfassung und Ausblick	142
15	Generelles Vorgehen zur Bestimmung der charakteristischen Grenzen	142
15.1	Vorbereitung	142
15.2	Wahl der Methode und Durchführung	144
15.3	Schlußbemerkungen	148
Abkür	zungsverzeichnis	149
Literat	urnachweis	149
A	Tabellenanhang	154
A.1	Werte der Quantile $k_{1,2}, k_{1,2}, k_{1,2}$ der Standardnormalverteilung für unter-	
	schiedliche Werte der Wahrscheinlichkeiten a , b und 1 - g .	154
A.2	Werte der Fehlerfunktion $F(z)$ und ihrer Ableitung $j(z)$.	155
A.3	Werte der c^2 -Verteilung als Funktion der Wahrscheinlichkeit p und der Anzahl der Freiheitsgrade f	156
A.4	Quantile t_p der t-Verteilung mit Freiheitsgrad f in Abhängigkeit von der Wahrscheinlichkeit p	157

Symbole und Formelzeichen

Es wurde versucht, die nachstehend aufgeführten Symbole und Formelzeichen konsequent anzuwenden. Dies konnte nicht immer durchgehalten werden. Auch mußten einzelne Symbole mit mehreren Bedeutungen belegt werden. Daher muß der Leser sich die Bedeutung bisweilen aus dem Kontext erschließen. Im Text wird jedoch versucht, diesen Kontext jeweils eindeutig zu formulieren.

а	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1.Art
a_F	wahrer Wert der flächenbezogenen Aktivität
a_F^*	Nachweisgrenze der flächenbezogenen Aktivität
b	Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2.Art
1 - g	Wahrscheinlichkeit zum Vertrauensbereich
G(a)	Wert der Gammafunktion zum Parameter a
D t	Zeitintervall
δ	wahrer Wert der Dosis D
e	Nachweiswahrscheinlichkeit, Ansprechvermögen
h	Parameter bei der Berechnung der Vertrauensgrenzen nach DIN 25482-10
1	Zerfallswahrscheinlichkeit
m	Mittelwert
n	wahrer Wert von Zählereignissen
n ₀	wahrer Wert der Zählereignisse von Nulleffektmessungen
n _b	wahrer Wert der Zählereignisse von Bruttoeffektmessungen
n	Vektor der Eingangsgrößen
F(z)	Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung
$\boldsymbol{j}(x)$	Ableitung von $F(z)$, Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der standardisierten Normalverteilung
j	Kalibrierfaktor
$\boldsymbol{Y}_k(\boldsymbol{J})$	Funktionen zur Beschreibung der spektralen Dichte
\boldsymbol{r}_n	wahrer Wert der Nettozählrate
\boldsymbol{r}_n^*	Erkennungsgrenze der Nettozählrate
$\boldsymbol{r}_{n,l}$	untere Vertrauensgrenze der Nettozählrate (Index <i>l</i> von <u>l</u> ower)
$\boldsymbol{r}_{n,u}$	obere Vertrauensgrenze der Nettozählrate (Index u von upper)
\boldsymbol{r}_0	wahrer Wert der Nulleffektzählrate

wahrer Wert der Bruttoeffektzählrate
untere Vertrauensgrenze der Zählrate (Index l von lower)
obere Vertrauensgrenze der Zählrate (Index <i>u</i> von <u>upper</u>)
bester Schätzer für r_b
bester Schätzer für r_0
Varianz
Zeitkonstante eines Ratemeters
relativer Fehler des Probenbehandlungsverfahrens
Parameter der spektralen Dichte, Stützstellen, z. B. Kanalzahlen
chemische Ausbeute
wahrer Wert der Meßgröße X
untere Vertrauensgrenze (<i>l</i> für <u>l</u> ower)
obere Vertrauensgrenze (<i>u</i> für <u>u</u> pper)
Zufallsvariable, Schätzer der Meßgröße <i>X</i> unter Berücksichtigung des Modell- priors
1
Nachweisgrenze der Meßgröße X
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung flächenbezogene Aktivität (Meßgröße)
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung flächenbezogene Aktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der flächenbezogenen Aktivität
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung flächenbezogene Aktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der flächenbezogenen Aktivität Nettoaktivität (Meßgröße)
Nachweisgrenze der Meßgröße Xχ²-VerteilungEreignisseParameter der Rechteck- und Dreiecksverteilungflächenbezogene Aktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der flächenbezogenen AktivitätNettoaktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der Nettoaktivität
Nachweisgrenze der Meßgröße Xχ²-VerteilungEreignisseParameter der Rechteck- und Dreiecksverteilungflächenbezogene Aktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der flächenbezogenen AktivitätNettoaktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der NettoaktivitätAktivitätskonzentration (Meßgröße)
Nachweisgrenze der Meßgröße Xχ²-VerteilungEreignisseParameter der Rechteck- und Dreiecksverteilungflächenbezogene Aktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der flächenbezogenen AktivitätNettoaktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der NettoaktivitätAktivitätskonzentration (Meßgröße)Erkennungsgrenze der Aktivitätskonzentration
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung flächenbezogene Aktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der flächenbezogenen Aktivität Nettoaktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der Nettoaktivität Aktivitätskonzentration (Meßgröße) Erkennungsgrenze der Aktivitätskonzentration Sensitivitätskoeffizienten
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung flächenbezogene Aktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der flächenbezogenen Aktivität Nettoaktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der Nettoaktivität Aktivitätskonzentration (Meßgröße) Erkennungsgrenze der Aktivitätskonzentration Sensitivitätskoeffizienten Erwartungswert der Zufallsvariablen X
Nachweisgrenze der Meßgröße Xχ²-VerteilungEreignisseParameter der Rechteck- und Dreiecksverteilungflächenbezogene Aktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der flächenbezogenen AktivitätNettoaktivität (Meßgröße)Erkennungsgrenze der NettoaktivitätAktivitätskonzentration (Meßgröße)Erkennungsgrenze der AktivitätskonzentrationSensitivitätskoeffizientenErwartungswert der Zufallsvariablen XKapazität
Nachweisgrenze der Meßgröße X χ^2 -Verteilung Ereignisse Parameter der Rechteck- und Dreiecksverteilung flächenbezogene Aktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der flächenbezogenen Aktivität Nettoaktivität (Meßgröße) Erkennungsgrenze der Nettoaktivität Aktivitätskonzentration (Meßgröße) Erkennungsgrenze der Aktivitätskonzentration Sensitivitätskoeffizienten Erwartungswert der Zufallsvariablen X Kapazität Dosis (Meßgröße)

F	Fläche eines Wischtests	
F(x)	Verteilungsfunktion der Werte x einer Zufallsvariablen X	
F(x,t)	Matrix von Modellfunktionen	
$F(\mathbf{n})$	Matrix von Modellfunktionen	
$F(n_1,n_2,p)$	Quantile der F -Verteilung zu den Parametern n_1 , n_2 und p	
f	Entnahmefaktor beim Wischtest	
f(x)	Wahrscheinlichkeitsdichte; Ableitung der Verteilungsfunktion $F(x)$	
$f(\mathbf{R}_n)$	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der Meßwerte R_n der Nettozählrate	
$f(R_n \mid \boldsymbol{r}_n = 0)$	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion für die Meßwerte R_n , wenn der wahre Wert der Nettozählrate $\mathbf{r}_n = 0$ ist	
$f(R_n \mid \boldsymbol{r}_n > 0)$	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion für die Meßwerte R_n , wenn der wahre Wert der Nettozählrate $r_n > 0$ ist	
$f(\boldsymbol{x} \mid \boldsymbol{x}; \boldsymbol{y})$	Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion für \boldsymbol{x} gegeben x unter der Randbedingung y	
$f(\mathbf{X})$	Modellprior; Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion für den wahren Wert x , die <i>a priori</i> bekannt ist.	
$f_0(\boldsymbol{x} \mid x; y)$	Datenprior, Likelihood; Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion für den wahren Wert x , die aus den Meßwerten x der Meßgröße X unter den Randbedingungen y folgt.	
\widetilde{f}	bester Schätzer einer Verteilungsfunktion f	
G, G_k	Modellfunktion(en)	
H_0	Nullhypothese	
H_1	Alternativhypothese	
H_p	Personendosis	
H_p^*	Erkennungsgrenze für die Personendosis	
H_g	Photonendosis	
$H_{m{g}}^{*}$	Erkennungsgrenze für die Photonendosis	
H_n	Neutronendosis	
H_n^*	Erkennungsgrenze für die Neutronendosis	
H _n	Matrix von Modellfunktionen	
$H(\boldsymbol{J})$	Funktion der spektralen Dichte	
i, j, k, l	Indices	
k_p	Quantil der standardisierten Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit p	
L_j	Funktionen zur Beschreibung der Form von Spektrallinien	

т	Anzahl der Messungen
m_0	Anzahl der Messungen des Nulleffekts
m_b	Anzahl der Messungen des Bruttoeffekts
m_m	Anzahl der Messungen markierter Proben aus Blindprobenmaterial
m_p	Probenmasse
N(x,s)	Normalverteilung mit dem Mittelwert x und der Standardabweichung s
<i>N</i> (0,1)	Standardnormalverteilung mit dem Mittelwert 0 und der Standardabweichung 1
Ν	Anzahl von Zählereignissen (Meßgröße)
n	Anzahl von gemessenen Zählereignissen
N_i	Anzahl von Zählereignissen in einem Kanal i (Meßgrößen)
n_i	Anzahl von gemessenen Zählereignissen in einem Kanal i
n_n	Anzahl der gemessenen Zählereignisse des Nettoeffekts
n_0	Anzahl der gemessenen Zählereignisse des Nulleffekts
n_b	Anzahl der gemessenen Zählereignisse des Bruttoeffekts
P(X = k)	Wahrscheinlichkeit, daß die Zufallsvariable X den Merkmalskennwert k an- nimmt
P(A B)	bedingte Wahrscheinlichkeit; Wahrscheinlichkeit des Ereignisses A gegeben Ereignis B
Q	Ladung
Q_m	Erwartungswert der mittleren Ladung eines Ratemeters
q = 1 - p	komplementäre Wahrscheinlichkeit zu <i>p</i>
q	standardisierte Ladung beim Ratemeter
$\boldsymbol{\widehat{A}}^{\scriptscriptstyle +}$	Menge der positiven reellen Zahlen
R	Ohmscher Widerstand, Arbeitswiderstand
R	Richtwert
R	Zählrate (Meßgröße und Meßwerte)
$r(x_i, x_j)$	Korrelationskoeffizienten
R_0	Zählrate des Nulleffekts (Meßgröße und Meßwerte)
R_b	Zählrate des Bruttoeffekts (Meßgröße und Meßwerte)
R_n	Zählrate des Nettoeffekts (Meßgröße und Meßwerte)
R_n^*	Erkennungsgrenze der Nettozählrate
$R_{m,i}$	Zählrate der Probe <i>i</i> aus radioaktiv markiertem Blindprobenmaterial

\overline{R}_m	arithmetisches Mittel der $R_{m,i}$
S	Entropie
S	empirische Standardabweichung; Schätzwert für \boldsymbol{s}
$s(x_i,x_j)$	Schätzwerte der Kovarianzen $u(x_i, x_j)$
s^2	empirische Varianz
Т	Teststatistik, Abstandsmaß für Verteilungen
T_c	kritischer Wert einer Teststatistik
t	Zeit, Meßdauer
t	Vektor von Parametern
t _{1-a,f}	Quantile der t-Verteilung zur Wahrscheinlichkeit $1 - a$ bei f Freiheitsgraden
t_0	Meßdauer der Messung des Nulleffekts
t_b	Meßdauer der Messung des Bruttoeffekts
t_m	Meßdauer der Messung markierter Proben von Blindprobenmaterial
$u(x), u_x$	Standardmeßunsicherheit der Meßgröße X zum primären Meßergebnis x
u(z)	Standardmeßunsicherheit der Meßgröße zum besten Schätzwert z
$u_i(y_k)$	Beitrag der Eingangsgröße X_i mit dem Schätzwert x_i zur Unsicherheit des Wertes y_k der Ergebnisgröße Y_k
$u(x_i,x_j)$	Kovarianzen
$u_c(y_k)$	Kombinierte Standardunsicherheit des Wertes y_k der Ergebnisgröße Y_k
$\widetilde{u}(\mathbf{x})$	Standardmeßunsicherheit der Erkennungsgröße X als Funktion des wahren Werts \mathbf{x} der Meßgröße X
U _n	Unsicherheitsmatrix
U_x	Unsicherheitsmatrix der \boldsymbol{x} mit den Elementen $u(x_i, x_j)$
U_t	Unsicherheitsmatrix der t mit den Elementen $u(t_i, t_j)$
U_y	Unsicherheitsmatrix der y mit den Elementen $u(y_i, y_j)$
Var(X)	Varianz der Zufallsvariablen X
V	Potentialdifferenz, Spannung
X	Zufallsvariable als Erkennungsgröße; Schätzer für die Meßgröße
X	Meßgröße
x	ermittelter Wert der Erkennungsgröße; primäres Ergebnis der Meßgröße X
<i>x</i> [*]	Erkennungsgrenze der Meßgröße X
X_i	Ausgangsgrößen
x_i	Werte der Ausgangsgrößen X_i als Schätzer ihrer wahren Werte \mathbf{x}_i

x	Vektor der Meßwerte x_i
\overline{x}	arithmetischer Mittelwert der x_i
\overline{x}_g	geometrischer Mittelwert der x _i
Y, Y_k	Ergebnisgröße(n)
Y, y_k	Wert(e) der Ergebnisgröße(n) Y bzw. Y_k als Schätzer der wahren Werte
у	Vektor der Werte der Ergebnisgrößen y_k
Ζ.	bester Schätzwert der Meßgröße
Z _i	an die Kanalinhalte n_i angepaßte Werte in Vielkanalspektren
Z _k ,i	Differenzenquotienten
z	Vektor der ausgeglichenen Werte z_i

I Einleitung

1 Charakteristische Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen

Charakteristische Grenzen wie Nachweis-, Erkennungs- und Vertrauensgrenzen werden in allen Bereichen der Umweltanalytik benötigt. Sie sind ein wesentlicher Bestandteil der Qualitätssicherung, ohne die zuverlässige und belastbare Aussagen über mögliche Umweltgefährdungen allgemein nicht möglich sind. Speziell sind ohne die charakteristischen Grenzen Aussagen über die Eignung von Meßverfahren für bestimmte Meßaufgaben oder die Interpretation und Bewertung vorliegender Meßergebnisse unmöglich. Dabei ist die Qualität und Zuverlässigkeit der charakteristischen Grenzen selbst von großer Bedeutung, wenn die Angabe charakteristischer Grenzen in zunehmendem Maße in gesetzlichen Regelwerken gefordert wird.

Bei Kernstrahlungsmessungen besteht das Problem darin, daß im allgemeinen die von einer zu untersuchenden Probe ausgehende Strahlung über einem Untergrund natürlicher Kernstrahlungsereignisse gemessen werden muß, der die Nachweismöglichkeit des Probenbeitrages einschränkt. Es ist daher unabdingbar, drei Fragen zu beantworten:

- 1. Ist unter den gemessenen Kernstrahlungsereignissen ein Beitrag der Probe?
- 2. Wie groß ist der kleinste Probenbeitrag, der zuverlässig nachgewiesen werden kann?
- 3. Falls ein Probenbeitrag erkannt wurde, wie groß ist der Wertebereich der Meßgröße, der mit großer Sicherheit den wahren Wert der Meßgröße enthält?

Diese drei Fragen werden beantwortet durch die Angabe der charakteristischen Grenzen:

- 1. Die *Erkennungsgrenze* (engl. decision threshold) erlaubt eine Entscheidung darüber, ob der durch die Meßgröße quantifizierte physikalische Effekt vorliegt.
- Die Nachweisgrenze (engl. detection limit) 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 Forderungen genügt und damit für den Meßzweck geeignet ist.
- 3. Die *Vertrauensgrenzen* (engl. confidence limits) schließen im Fall, daß das Vorliegen des physikalischen Effekts erkannt wird, einen Vertrauensbereich ein, der mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit den wahren Wert der Meßgröße enthält.

Ausgangspunkt jeder Messung, ihrer Auswertung und der Festlegung der charakteristischen Grenzen ist die Definition der *Meßgröße* und des *Modells der Auswertung*. Vielfach glaubt der Experimentator intuitiv die Meßgröße und ein entsprechendes Modell der Auswertung zu kennen. Es erweist sich aber immer wieder, vor allem auch bei der Ableitung von Formeln für die Berechnung der charakteristischen Grenzen, daß die Festlegung der Meßgröße und eines Modells der Auswertung eine schwierige Aufgabe ist.

Hier sei als einfaches Beispiel einer Meßgröße die Nettozählrate einer Probe r_n gewählt, deren Messung mittels des Modells nach Gl. 1.1 ausgewertet wird:

$$\boldsymbol{r}_n = \boldsymbol{r}_b - \boldsymbol{r}_0 \quad . \tag{1.1}$$

Gl. 1.1 verbindet die wahren Werte der Nettozählrate \mathbf{r}_n mit denen der Bruttoeffektzählrate \mathbf{r}_b und der Nulleffektzählrate \mathbf{r}_0 . Der Wert R_n der Meßgröße Nettozählrate wird als Differenz einer zählenden Bruttomessung der Dauer t_b mit dem primären Meßergebnis R_b und einer zählenden Nulleffektmessung der Dauer t_0 mit dem primären Meßergebnis R_0 berechnet:

$$R_n = R_b - R_0 = n_b/t_b - n_0/t_0 \quad . \tag{1.2}$$

Dabei sind n_b und n_0 die während der Messungen des Brutto- bzw. Nettoeffekts gezählten Anzahlen von Zählereignissen.

Anmerkung 1: Für eine genaues Verständnis der metrologischen Grundlagen und der Ableitung, Berechnung und Anwendung charakteristischer Grenzen ist die sorgfältige Unterscheidung der Begriffe $Me\beta größe$, wahrer Wert der $Me\beta größe$ und des durch eine Messung gewonnenen Schätzwerts des wahren Wertes der $Me\beta größe$ unerläßlich (vgl. Kapitel 2). Soweit wie möglich wird daher in dieser Arbeit die folgende Schreibweise zur Unterscheidung einer Meßgröße X, ihren wahren Wertes x und eines durch Messung gewonnenen Schätzwerts x benutzt. Meßgrößen werden durch lateinische Großbuchstaben bezeichnet, der wahrer Wert einer Meßgröße durch den entsprechenden kleinen griechischen Buchstaben und der Schätzwert durch kleine lateinische Buchstaben. Dies ist jedoch nicht immer durchzuhalten, da z. B. sowohl für die Meßgröße "Zählrate" als auch für die Schätzwerte von Zählraten der Buchstabe R allgemein gebräuchlich ist. Daher benutzen wir im Falle der Zählrate den griechischen Buchstaben r sowohl zur Bezeichnung der Meßgröße als auch zur Bezeichnung ihren wahren Wertes. Der Leser muß sich daher in einigen Fällen die Unterscheidung der Meßgröße und ihren wahren Wertes aus dem Kontext erschließen.

Anmerkung 2: In Gleichung 1.1 werden griechischen Buchstaben benutzt, da es sich bei dem Modell um einen Zusammenhang zwischen den wahren Werten der beteiligten Größen handelt. Als Ergebnis einer Messung erhält man Schätzwerte der wahren Werte. Man schätzt \mathbf{r}_b durch $R_b = n_b/t_b$, \mathbf{r}_0 durch $R_0 = n_0/t_0$ und durch Einsetzen dieser Schätzwerte in Gl. 1.1 den Schätzwert für \mathbf{r}_n mit $R_n = R_b - R_0 = n_b/t_b - n_0/t_0$.

Ausgehend von den Konzepten, die von Currie [Cur68], Nicholson [Nic63] und Altschuler und Pasternak [Alt63] entwickelt wurden, können die charakteristischen Grenzen auf der Grundlage statistischer Hypothesentests über die Gleichheit der Verteilungen von Proben- und Untergrund-Zählereignissen festgelegt werden. Diese frühen Ansätze basieren alle auf den Methoden konventioneller Statistik (vgl. Kap. 4.1), mit denen Annahmen über die Meßwertverteilungen bei mehrfach wiederholten Messungen gemacht werden.

Im oben genannten Beispiel sind dies die Verteilungen der Meßwerte von \mathbf{r}_n für die beiden Fälle, daß ein Probenbeitrag vorliegt ($\mathbf{r}_n > 0$) oder daß ausschließlich Untergrund vorliegt ($\mathbf{r}_n = 0$).

In jüngster Zeit wurde von Weise [Wei98a, Wei98b] ein neuer, allgemeinerer Ansatz zur Bestimmung charakteristischer Grenzen entwickelt. Es wurde eine Neudefinition und eine neue Berechnung der charakteristischen Grenzen auf der Grundlage der Bayes-Statistik (vgl. Kap. 4.2) mit Hilfe der Bayes-Theorie der Meßunsicherheiten [Wei92] vorgenommen. Die neue Methode ist generell anwendbar und erlaubt es, auch solche Meßunsicherheiten zu berücksichtigen, die sich bei mehrfach wiederholten Messungen nicht zufällig verhalten. Sie gründet die Berechnung charakteristischer Grenzen auf die Bestimmung der Meßunsicherheiten, die integraler Teil jeder Auswertung von Messungen ist, und macht damit die charakteristischen Grenzen zu einem integralen Teil der Qualitätssicherung und –kontrolle von Messungen. Beide Ansätze benutzen die in Kap. 1.1 bis 1.3 gegebenen Definitionen charakteristischer Grenzen. Sie gehen jedoch von völlig unterschiedlichen Wahrscheinlichkeitsbegriffen aus, die in Kapitel 4 erläutert werden. Daher dürfen beide Ansätze nicht vermischt werden und der Benutzer muß sich entscheiden, welcher Ansatz für sein Meßproblem geeigneter ist. Hilfen zu dieser Entscheidung werden in Kap. 14 gegeben. Es ist jedoch festzustellen, daß die Ergebnisse beider Ansätze zumindest asymptotisch für große Ereigniszahlen gleich sind.

Daher werden hier Grundlagen und Beispiele für charakteristische Grenzen auf der Basis sowohl konventioneller Statistik (Kap. 5 - 9) als auch der Bayes-Statistik (Kap. 10 –13) dargestellt. Wegen der über die zählenden Kernstrahlungsmessungen hinausgehenden Anwendbarkeit des neuen Ansatzes wird in Kap. 14 der Fall der Dosimetrie mittels Thermolumineszenz-Dosimetern behandelt. Es muß aber betont werden, daß der neue Ansatz auch außerhalb nuklearer Meßtechnik allgemein anwendbar ist und ein Konzept zur Vereinheitlichung der Bestimmung charakteristischer Grenzen in allen Bereichen von Wissenschaft und Technik darstellt.

1.1 Erkennungsgrenze

Die Erkennungsgrenze R_n^* ist definiert als der kritische Wert eines statistischen Tests der *Nullhypothese*

$$H_0: \quad \boldsymbol{r}_n = 0 \tag{1.3}$$

gegen die Alternativhypothese

$$H_1: \quad \boldsymbol{r}_n > 0. \tag{1.4}$$

Der kritische Wert des statistischen Tests, R_n^* , ist dann definiert durch

$$P(R_n > R_n^*) = \mathbf{a} \quad , \tag{1.5}$$

wobei \boldsymbol{a} eine vorgewählte Irrtumswahrscheinlichkeit mit $0 < \boldsymbol{a} < 1$ ist.

Wenn eine gemessene Nettozählrate R_n größer als R_n^* ist, so wird die Nullhypothese, H_0 , verworfen und gefolgert, daß ein Beitrag der Probe zu den gezählten Kernstrahlungsereignissen vorliegt. Wenn die Nullhypothese, H_0 , fälschlicherweise verworfen wird und in Wirklichkeit kein Probenbeitrag vorliegt, macht man einen **Fehler 1.** Art. Die Wahrscheinlichkeit für diesen Fehler 1. Art ist **a**. Die Wahrscheinlichkeit, daß es gerechtfertigt war, die Nullhypothese nicht zu verwerfen, ist 1 - **a** (Abb. 1.1).



Abb. 1.1: Schematische Darstellung zur Festlegung der Erkennungsgrenze

1.2 Nachweisgrenze

Wenn andererseits aber die Nullhypothese fälschlicherweise angenommen wird, d.h. daß in Wahrheit ein Probenbeitrag vorliegt, man aber entscheidet, dies sei nicht der Fall, macht man einen **Fehler 2.** Art. Die Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art werde mit \boldsymbol{b} bezeichnet.

Dieser Fehler 2. Art stellt die Grundlage für die Definition der Nachweisgrenze dar. Als Nachweisgrenze definiert man den kleinsten wahren Wert der Meßgröße, für den bei Vorliegen der oben definierten Erkennungsgrenze die Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art gleich einem vorgewählten Wert **b** ist. Im gegenwärtigen Beispiel bedeutet das, daß die Nachweisgrenze der kleinste wahre Wert \mathbf{r}_n^* ist mit der Eigenschaft:

$$P(R_n < R_n^*) = \boldsymbol{b} \quad . \tag{1.6}$$

Wenn also eine gemessene Nettozählrate R_n größer ist als r_n^* , so ist die Wahrscheinlichkeit fälschlicherweise das Vorhandensein eines Probenbeitrages abzulehnen **b** und die Aussage, daß ein Probenbeitrag vorliegt, ist mit der Wahrscheinlichkeit 1 - **b** wahr (Abb. 1.2).

Für die Beurteilung eines Meßverfahrens in Bezug auf seine Eignung für den Meßzweck zieht man die Nachweisgrenze heran und vergleicht sie mit einem Richtwert, zur Beurteilung eines Meßergebnisses jedoch die Erkennungsgrenze, die mit dem Meßergebnis verglichen wird.

1.3 Vertrauensgrenzen

Die Vertrauensgrenzen r_l , r_u schließen einen Vertrauensbereich ein. Sie werden zur Charakterisierung eines vorliegenden Meßergebnisses oberhalb der Erkennungsgrenze R_n^* so definiert, daß der von den Vertrauensgrenzen eingeschlossene Vertrauensbereich den wahren Wert der Meßgröße mit der vorgewählten Wahrscheinlichkeit von (1 - g) enthält (Abb. 1.3):

$$P = P(\mathbf{r}_l \le \mathbf{r}_n \le \mathbf{r}_u) = 1 - \mathbf{g} \quad \text{und} \quad P_l = P(\mathbf{r}_n < \mathbf{r}_l) = P(\mathbf{r}_u > \mathbf{r}_n) = P_u = \mathbf{g}/2 \quad . \quad (1.7)$$

Die Qualität der charakteristischen Grenzen selbst kann dadurch charakterisiert werden, wie gut sie die Wahrscheinlichkeiten a, b und (1 - g) einhalten.



Abb. 1.2: Schematische Darstellung zur Festlegung der Nachweisgrenze



Abb. 1.3: Schematische Darstellung zur Festlegung der Grenzen des Vertrauensbereiches.

2 Stand der Normung von charakteristischen Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen

Wegen der besonderen Bedeutung der Festlegung charakteristischer Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen für Strahlenschutz und Umweltüberwachung wurde 1982 ein umfangreiches Standardisierungsprogramm begonnen. Die Arbeitsgruppe "Nachweisgrenzen" (DIN NKe 2.12, seit 1998 DIN NMP 722) des Deutschen Institut für Normung e.V., die zugleich der AK SIGMA des Fachverbandes für Strahlenschutz e.V. ist, erarbeitete eine nationale Norm (DIN 25482) zur einheitlichen Berechnung der charakteristischen Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen. Tabelle 2.1 gibt einen Überblick über den derzeitigen Stand der Normungsarbeiten. Bis heute sind acht Teile, teilweise mit Beiblättern zur Erläuterung ihrer Anwendung, fertiggestellt. Drei weitere Teile sind derzeit in Arbeit.

Die Teile 1 bis 7 von DIN 25482 behandeln spezielle Meßverfahren der Kernstrahlungsmeßtechnik und leiten die charakteristischen Grenzen auf der Grundlage konventioneller Statistik der Verteilungen der Meßwerte bei mehrfach wiederholten Messungen ab. Dieser Ansatz stellte eine relativ starke Einschränkung dahingehend dar, daß für jede spezielle Meßaufgabe eine eigene Norm teilweise sehr aufwendig abgeleitet werden mußte. Auch konnten nur solche Meßunsicherheiten berücksichtigt werden, die bei mehrfach wiederholten oder bei zählenden Messungen erfaßt werden können.

In Teil 10 der Norm DIN 25482 wurde ein anderer Ansatz benutzt, der eine generelle Lösung des Problems der Festlegung von charakteristischen Grenzen für beliebige Meßaufgaben erlaubt. Auf der Grundlage der Bayes-Statistik, z.B. [Lee89], und mit Hilfe der Bayes-Theorie der Meßunsicherheit [Wei92] können die charakteristischen Grenzen mit Hilfe des Prinzips der Maximalen Entropie über die Standardunsicherheiten der Meßgrößen zu einem Meßergebnis allgemein festgelegt werden [Wei98a, Wei98b]. Ein besonderer Vorteil des neuen Ansatzes besteht darin, daß nunmehr auch unsichere Größen und Einflüsse berücksichtigt werden können, die sich bei mehrmals wiederholten oder zählenden Messungen nicht zufällig verhalten [ISO95], wie z. B. die Unsicherheiten von Kalibrierquellen bei der Aktivitätsbestimmung. Mit dem neuen Verfahren wird die Festlegung der charakteristischen Grenzen von der Auswertung der Messungen getrennt, bei der generell die Meßunsicherheiten nach DIN 1319-3 [DIN 96a], DIN 1319-4 [DIN85] oder nach dem ISO Guide for the Expression of Uncertainty in Measurement [ISO95] zu bestimmen sind. An dieser Stelle wird auf eine ausführlichere Darstellung dieses Verfahrens verzichtet. Hierzu wird in Kapitel 4 nur eine kurze Übersicht gegeben. Darüber hinaus wird auf den Beitrag von K. Weise auf der 30. Jahrestagung des Fachverbandes für Strahlenschutz [Wei98b] sowie auf eine umfassende Publikation [Wei98a] verwiesen.

In allen Fällen, in denen sowohl die Verfahren nach DIN 25482 Teil 1 bis Teil 7 als auch nach DIN 25482 Teil 10 anwendbar sind, sind bei analogem Vorgehen die Ergebnisse für die charakteristischen Grenzen zumindest asymptotisch für große Ereigniszahlen gleich.

In den derzeit in Arbeit befindlichen Normteilen DIN 25482-11, DIN 25482-12 und DIN 25482-13 werden die Methoden aus DIN 25482-10 benutzt, um für spezielle Anwendungen, die ohne die erweiterten Möglichkeiten zur Berücksichtigung verschiedener Unsicherheitstypen nicht behandelbar wären, das neue Verfahren explizit darzustellen. Der Bedarf zusätzli-

cher Normen ergibt sich dabei im Hinblick auf ein bessere Verständlichkeit und leichtere Anwendbarkeit.

DIN 25482	Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen
Teil 1	Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses
Mit Beiblatt	
Teil 2	Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbe-
Mit Beiblatt	handlungseinflusses
Teil 3	Messungen mit linearen, analog arbeitenden Zählratenmeßgeräte (Ratemeter)
Teil 4	Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung von Pro-
	benbehandlungs- und Geräteeinflüssen
Teil 5	Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berück-
mit Beiblatt	sichtigung des Probenbehandlungseinflusses
Teil 6	Zählende Messungen mit Berücksichtigung des Probenbehandlungs- und Gerä-
mit Beiblatt	teeinflusses
Teil 7	Zählende Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe
Teil 10	Allgemeine Anwendungen
Teil 11	Messungen mit Thermolumineszenz-Dosimetern
Teil 12	Entfaltung von spektrometrischen Messungen
Teil 13	Zählende Messungen an bewegten Objekten

Tabelle 2.1: Charakteristische Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen: Stand der Normung in Deutschland. In dieser Arbeit werden Normen nur mit ihrer Bezeichnung ohne Angabe der Literaturstelle genannt. Sie werden unter ihren Normbezeichnungen im Literaturverzeichnis aufgeführt.

In Österreich wurde 1995 eine erste Norm, ÖNORM S 5250-1, zur Beschreibung zählstatistischer Aspekte bei allgemeinen Radioaktivitätsmessungen veröffentlicht [ÖNI95, ÖNI97a]. Ein weiterer Teil, der sich mit spektroskopischen Messungen befaßt, liegt als Vorschlag für ÖNORM S 5250-2 [ÖNI97b] vor (Tab. 2.2).

Norm	Titel
ÖNORM S 5250-1	Zählstatistische Aspekte bei Radioaktivitätsmessungen, Österreichisches Normungsinstitut (ÖN), Wien, 1995; Berichtigung, 1997
ÖNORM S 5250-2	Zählstatistische Aspekte bei Radioaktivitätsmessungen: Spektroskopische Messungen, Österreichisches Normungsinstitut (ÖN), Vorschlag, Sept. 1997

Tab. 2.2: Charakteristische Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen: Stand der Normung in Österreich.

ISO 11929	Determination of Detection Limit and Decision Threshold for Ionizing Radiation Measurements
Part 1	Fundamentals and Application to Counting Measurements without the Influence of Sample Treatment
Part 2	Fundamentals and Applications to Counting Measurements with the Influence of Sample Treatment
Part 3	Fundamentals and Application to Counting Measurements by Use of High Resolution Gamma Spectrometry, without the Influence of Sample Treatment
Part 4	Fundamentals and Application to Measurements by Use of Linear Scale Analogue Ratemeters, without the Influence of Sample Treat- ment
Part 5	Fundamentals and Application to a Transient Measurement Mode
Part 6	Fundamentals and Application to Measurements of Aerosols and Liquid Effluents while Running
Part 7	Fundamentals and General Applications
Part 8	Fundamentals and Application to Unfolding of Spectrometric Meas- urements without the Influence of Sample Treatment

Tabelle 2.3: Charakteristische Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen: Stand der internationalen Normung.

Die Internationalen Normungsbemühungen auf dem Gebiet der charakteristischen Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen sind ebenfalls noch nicht ganz soweit fortgeschritten wie die nationalen Arbeiten in Deutschland. Seit einigen Jahren werden von der International Organization for Standardization ISO in der Working Group ISO/TC 85/WG 2 (seit 1998 ISO/TC 85/SC 2/WG 17) jedoch auf der Grundlage der deutschen Normen analoge internationale Standards erarbeitet. Tabelle 1.3 gibt einen Überblick über den Stand der Arbeiten und die in Vorbereitung befindlichen Normen.

II Grundlagen

3 Einige Grundlagen aus der Metrologie

Zum Verständnis und zur richtigen Anwendung charakteristischer Grenzen müssen zuerst einige Definitionen und Grundlagen der Metrologie dargestellt werden. Die Definitionen dienen dazu, für den Zweck dieser Arbeit eine einheitliche Fachsprache festzulegen, damit jede Benennung unabhängig von der ihr intuitiv oder aus historischen Gründen vom Einzelnen beigelegten Bedeutung für jeden Benutzer dasselbe bedeutet. Im Hinblick auf die neuen Entwicklungen, die eine einheitliche Betrachtung und Behandlung von Meßunsicherheiten und charakteristischen Grenzen erlauben, ist die Benutzung einer einheitlichen Terminologie eine Grundvoraussetzung. Dazu soll in den metrologischen Grundlagen kurz der Weg von der Definition der zu messenden Größe und des Meßverfahrens über die Durchführung der Messung und ihre Auswertung bis hin zur Bestimmung der Meßunsicherheiten dargestellt werden.

Wir sind uns dabei bewußt, daß Definitionen und Grundlagen der Metrologie im Rahmen dieser Arbeit nur unvollständig und unvollkommen dargestellt werden können. Verschiedene internationale Organisationen (BIPM, IEC, IFCC, ISO, IUPAC, IUPAP, OIML; siehe Abkürzungsverzeichnis) haben zu diesen Themen in den letzten Jahren grundlegende Empfehlungen erarbeitet und gemeinsam publiziert. Es handelt sich um das *International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology* (abgekürzt *VIM*) [ISO93, DIN94] und um den *Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement* (abgekürzt *ISO Guide*) [ISO95]. In Deutschland haben diese Empfehlungen ihren Niederschlag in der Normenreihe DIN 1319 gefunden. In dieser Arbeit soll aus diesen beiden Publikationen nur soviel wiedergegeben werden, wie es im Zusammenhang mit der Ableitung und Berechnung charakteristischer Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen erforderlich ist. Dabei soll mehr Wert auf Verständlichkeit für den Anwender als auf vollständige wissenschaftliche Korrektheit gelegt werden. Dem an grundsätzlichen Fragen der Metrologie interessierten Leser wird die Originallektüre der genannten Arbeiten dringend empfohlen.

3.1 Grundbegriffe

Wenn der Praktiker an ein Meßproblem herangeht, geschieht dies meist mit auf Ausbildung und Erfahrung gegründeten intuitiven Vorstellungen vom Zweck der Messung, von der zu bestimmenden Größe, von Meß- und Auswerteverfahren und von möglichen Meßfehlern. Es zeigt sich aber, daß dies zur Durchführung und Qualitätssicherung der Messung und zur Bestimmung charakteristischer Grenzen nicht ausreicht. Es ist vielmehr erforderlich, die zu bestimmende Größe und das Meßverfahren eindeutig zu definieren und ein mathematisches Modell (vgl. Kap. 3.2) zu erstellen, mit dem die Messung ausgewertet werden soll. Grundlage dafür ist wiederum, die einheitliche und eindeutige Definition der zugrunde liegenden metrologischen Begriffe.

Als *meßbare Größe* (engl. measurable quantity) bezeichnet man eine Eigenschaft eines Phänomens, eines Körpers oder einer Substanz, die qualitativ beschrieben und quantitativ ermittelt werden kann (VIM 1.1). Dabei kann es sich um eine meßbare Größe im allgemeinen Sinn handeln, wie z.B. Länge, Zeit, Masse, Aktivität, Stoffmengen- oder Aktivitätskonzentration. Es können aber auch spezielle Größen sein, wie die Länge eines gegebenen Stabes, die Masse eines bestimmten Steines, die Aktivität eines radioaktiven Präparates oder einer Umweltprobe oder die flächenbezogene Aktivität eines Objektes, das auf Kontamination überprüft wird.

Der Zweck der Messung einer meßbaren Größe ist, dieser im aktuellen Fall einen Wert zuzuordnen. Dieser (Größen-)Wert ist eine spezielle Größe, die als ein Produkt aus Zahl und Einheit dargestellt wird, z.B. die Aktivität einer Probe A = 5.3 Bq. Als *Meßgröße* (engl. measurand) bezeichnet man die spezielle Größe, die Gegenstand der Messung ist (VIM 2.6) und als *Messung* die "Gesamtheit aller Tätigkeiten zur Ermittlung eines Größenwertes" (VIM 2.1).

Eine Messung beginnt daher mit der Spezifizierung der Meßgröße, der Meßmethode (VIM 2.4) und des Meßverfahrens (VIM 2.5). Da jede Messung mit unzureichend bekannten Meßabweichungen behaftet ist, erhält man als *Meßergebnis* lediglich einen *Schätzwert für den wahren Wert* der Meßgröße. Das Ergebnis einer Messung ist daher nur dann vollständig, wenn eine Aussage über die dem Schätzwert zugeordnete Meßunsicherheit gemacht wird.

Als *Meßunsicherheit* (engl. measurement uncertainty) bezeichnet man einen dem Meßergebnis zugeordneten Parameter, der die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Meßgröße zugeordnet werden könnte (VIM 3.9). Dieser Parameter kann z.B. eine Standardabweichung (oder ein Vielfaches davon) oder die halbe Breite eines Vertrauensbereichs sein, der ein festgelegtes Vertrauensniveau hat.

Die Meßunsicherheit enthält im allgemeinen viele Komponenten. Einige dieser Komponenten können durch mehrfach wiederholte Messungen als empirische Standardabweichungen gekennzeichnet werden. Andere Komponenten werden aus angenommenen Wahrscheinlichkeitsverteilungen ermittelt, die sich auf Erfahrung oder andere Information gründen. Auch diese Komponenten können als Standardabweichungen charakterisiert werden.

Der ISO Guide benutzt nicht mehr den Begriff Meßfehler zur Beschreibung von Meßunsicherheiten. Der Begriff "Fehler" soll nur noch im Sinne falschen Handelns oder Urteilens benutzt werden. Er wird z.B. für den grundsätzlich unbekannten *verbleibenden Fehle*r (eng. remaining error) verwendet, der die Abweichung des wahren Wertes der Meßgröße vom für alle bekannten systematischen Effekte korrigierten Meßergebnis bezeichnet.

Speziell entfällt auch die Bezeichnung von zufälligen und systematischen Fehlern. Bekannte systematische Effekte, die das Meßergebnis beeinflussen, sind zu korrigieren. Damit geht man davon aus, daß das für systematische Effekte korrigierte Meßergebnis der beste Schätzwert für den wahren Wert der Meßgröße ist. Da auch die Korrektionen und die benutzten Bezugsnormale (z.B. radioaktive Kalibrierquellen) mit Unsicherheiten behaftet sind, sind ihre Komponenten zur Unsicherheit bei der Ermittlung der Unsicherheit des korrigierten Meßergebnisses ebenfalls zu berücksichtigen. Unbekannte systematische Effekte tragen zum verbleibenden Fehler bei und sind nicht quantifizierbar. Abb. 3.1 zeigt ein einfaches Schema, das (Größen-)Werte, Fehler und Unsicherheiten bei der Meßung einer Meßgröße verdeutlicht.

Anmerkung: Es wird hier auf das Problem der unvollständigen Definition der Meßgröße und die damit verbundene Meßunsicherheit nicht eingegangen. Vergleiche dazu *ISO Guide*, Fig. D.2.



Abb. 3.1: Schematische Darstellung einer Messung und der dabei auftretenden Beziehungen zwischen Werten, Fehlern und Unsicherheiten.

3.2 Berechnung von Meßunsicherheiten

Für die Quantifizierung der Meßunsicherheiten müssen Messung und Auswertung ein wenig näher betrachtet werden. Allgemein ist das Ziel eines Experimentes die Messung einer oder mehrerer Meßgrößen, für deren wahre Werte Schätzwerte als Meßergebnisse mittels Auswertung des Experimentes zu ermitteln sind. Im Folgenden bezeichne Y_k die Meßgrößen, die die *Ergebnisgrößen* des Experimentes sind. Y_1 sei die spezielle Meßgröße, für die später die charakteristische Grenzen bestimmt werden sollen. Die Meß- oder Ergebnisgrößen Y_k sind über ein *Modell der Auswertung* mit *Eingangsgrößen* X_i verbunden, die im Rahmen der Auswertung zur Ermittlung der Meßergebnisse benötigt werden. Diese Eingangsgrößen können Größen sein, die durch ein- oder mehrmalige Messungen zu ermitteln sind, *Einflußgrößen* sowie Ergebnisgrößen vorangegangener Experimente und deren Auswertungen. Das Modell der Auswertung ist ein System mathematischer Beziehungen, das *m* Eingangsgrößen (gemessen oder aus anderen Quellen bekannt) X_i (i = 1,...,n) mit Ausgangs- oder Ergebnisgrößen Y_k (k = 1,...,n) (Y_i sei die speziell interessierende Meßgröße) verbindet:

$$(Y_1, Y_2, ..., Y_n) = G_k(X_1, ..., X_m)$$
(3.1)

oder in Matrixschreibweise

$$Y = G(X) \quad . \tag{3.2}$$

Das Modell der Auswertung muß nicht explizit vorliegen. Es kann sich auch um ein Computerprogramm handeln.

Ein einfaches Modellbeispiel ist die Nettozählrate \mathbf{r}_n bei der Messung eines radioaktiven Präparates, die als Differenz einer Bruttozählrate \mathbf{r}_b und einer Nulleffektzählrate \mathbf{r}_0 nach Gl. 3.3 zu bestimmen ist:

$$\mathbf{r}_n = \mathbf{r}_b - \mathbf{r}_0 \tag{3.3}$$

Aktuelle Werte x_i der Eingangsgrößen X_i werden aus Messungen oder aus anderen Quellen erhalten. Damit sind die Werte x_i der Eingangsgrößen X_i Schätzer für die wahren Werte x_i der Eingangsgrößen. Aus ihnen werden durch Einsetzung in die Modellgleichungen die Werte y_k der Ergebnisgrößen Y_k als Schätzwerte für die wahren Werte der Ergebnisgrößen berechnet. Abb. 3.2 gibt eine schematische Darstellung der Auswertung eines Experimentes.



Abb. 3.2: Schematische Darstellung der Auswertung eines Experimentes

Im Beispiel nach Gl. 3.3 werden aktuelle Werte der Brutto- und Nulleffektzählrate, R_b bzw. R_o , aus den während der Meßdauern t_b und t_o der Brutto- und Nulleffektmessung gezählten Impulsanzahlen n_b und n_0 berechnet. Aus ihnen erhält man als Meßergebnis den Schätzwert R_n für die Nettozählrate \mathbf{r}_n nach Gl. 3.4.

$$R_n = n_b / t_b - n_0 / t_0 \tag{3.4}$$

Jedem Meßwert ist eine Meßunsicherheit zugeordnet, die nach DIN 1319 oder dem ISO Guide als Standardmeßunsicherheit zu bestimmen ist. Um die Standardmeßunsicherheiten $u(y_k)$, die den Meßergebnissen y_k der Meßgrößen Y_k zugeordnet sind, zu bestimmen, müssen die Standardmeßunsicherheiten $u(x_i)$, die den Schätzwerten x_i aller Eingangsgrößen X_i zugeordnet sind, bekannt sein oder bestimmt werden.

Die Meßunsicherheiten $u(x_i)$ können nach dem ISO Guide bzw. nach DIN 1319 abgeschätzt werden

- durch mehrfach wiederholte Messungen
- aus Erfahrungswerten über das Meßverfahren
- aus Informationen aus anderen Quellen.

Bei einer Meßgröße X_i , die zufällig variiert (Zufallsvariable), ist meist das arithmetische Mittel \bar{x}_i der Ergebnisse aus *n* mehrfach wiederholten, von einander unabhängigen Messungen der beste Schätzwert des wahren Wertes der Meßgröße:

$$\bar{x}_i = \frac{1}{n} \sum_{k=1}^n x_{i,k} \quad . \tag{3.5}$$

Daher wird für eine Eingangsgröße X_i , deren wahrer Wert aus *n* unabhängigen Messungen geschätzt wird, der Mittelwert \overline{x}_i als Schätzwert x_i bei der Auswertung in Gl. 3.1 eingesetzt.

Die individuellen Beobachtungen $x_{i,k}$ unterscheiden sich aufgrund zufälliger Variationen von Einflußgrößen oder zufälligen Effekten. Ihre Variation kann durch die *experimentelle Standardabweichung* $s(x_{i,k})$ nach Gl. 3.6 beschrieben werden:

$$s(x_{i,k}) = \sqrt{\frac{1}{(n-1)} \cdot \sum_{k=1}^{n} (x_{i,k} - \overline{x}_i)}$$
 (3.6)

Das Quadrat der Standardabweichung $s^2(x_{i,k})$ wird als *experimentelle Varianz* der Meßwerte bezeichnet. Sie ist ein Schätzwert der *Varianz* $s^2(x_{i,k})$ der Wahrscheinlichkeitsverteilung der $x_{i,k}$ und charakterisiert die Variabilität der beobachteten Werte $x_{i,k}$ oder genauer ihre Dispersion um den Mittelwert \overline{x}_i . Der beste Schätzwert der Varianz des Mittelwertes $s^2(\bar{x}_i) = s^2(x_{i,k})/n$ ist das Quadrat der experimentellen Standardabweichung des Mittelwertes $s(\bar{x}_i)$, die als experimentelle Varianz des Mittelwertes durch Gl. 3.7 gegeben ist:

$$s^{2}(\overline{x}_{i}) = \frac{s^{2}(x_{i,k})}{n}$$

$$(3.7)$$

Die experimentelle Standardabweichung des Mittelwertes $s(\bar{x}_i)$ kann ebenfalls als Maß der Unsicherheit von \bar{x}_i benutzt werden. Daher wird für eine Eingangsgröße X_i , deren Wert durch das arithmetische Mittel \bar{x}_i der Ergebnisse von k unabhängigen Wiederholungsmessungen $x_{i,k}$ geschätzt wird, die *Standardmeßunsicherheit* $u(x_i) = s(\bar{x}_i)$ gesetzt. Eine so gewonnene Standardmeßunsicherheit wird nach dem ISO Guide als *Typ A Standardmeßunsicherheit* bezeichnet.

Für solche Ausgangsgrößen X_i , für die Schätzwerte x_i nicht durch mehrfach wiederholte Messungen gewonnen werden können, müssen die Standardunsicherheiten $u(x_i)$ aus anderen Quellen gewonnen werden. Solche Standardmeßunsicherheiten nennt der ISO Guide **Typ B Standardmeßunsicherheiten**. Typ B Standardmeßunsicherheiten müssen aus wissenschaftlicher Beurteilung aller verfügbaren Informationen über die mögliche Variabilität der x_i bzw. X_i gewonnen werden. Die Gesamtheit der zu berücksichtigenden Information kann umfassen:

- früher gemessene Daten
- Erfahrung oder allgemeines Wissen über das Verhalten oder die Eigenschaften der relevanten Materialien, Phänomene und Instrumente
- Spezifikationen und Herstellerangaben
- Daten aus Kalibrierungs- oder anderen Zertifikaten
- Unsicherheiten, die in Handbüchern entsprechenden Daten zugeordnet sind.

Wenn Typ B Standardmeßunsicherheiten, wie z.B. Unsicherheiten von Kalibrierquellen, aus Angaben von Herstellern oder Kalibrierdiensten entnommen werden, ist zu prüfen, ob es sich um Standardmeßunsicherheiten oder um eine erweiterte Standardmeßunsicherheit $k \cdot u(x_i)$ handelt. Im letzten Fall ist für die Auswertung eines Experimentes die angegebene Meßunsicherheit durch den Erweiterungsfaktor k zu dividieren. Ist statt einer Meßunsicherheit in den Herstellerangaben lediglich ein Konfidenzniveau, z.B. 90, 95 oder 99 %, angegeben, so kann man, sofern nicht anders vermerkt, von der Annahme einer Normalverteilung ausgehen und die entsprechenden Erweiterungsfaktoren, im Beispiel 1.64, 1.96 beziehungsweise 2.58, annehmen (vgl. Kapitel 3.3).

Neben der Annahme einer Normalverteilung für die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Meßwerte, die auch der Wahl des arithmetischen Mittels als bestem Schätzer des Wertes der Meßgröße und der Standardabweichung als Maß für die Meßunsicherheit zugrunde liegt, können bei den Typ B Meßunsicherheiten auch andere Verteilungen sinnvoll sein. Beispiele sind die Poissonverteilung, die Rechteckverteilung, die trapezoidale Verteilung, die Dreiecksverteilung und parabelförmige Verteilungen. Stets ist dann die Standardmeßunsicherheit aus den Parametern der Verteilung so zu berechnen, daß die integrale Wahrscheinlichkeit

der Wahrscheinlichkeitsverteilung der x_i im Intervall $[x_i-u(x_i),x_i+u(x_i)]$ wie bei der Normalverteilung 0.682 beträgt.

Die Begründung der Annahme einer Binomialverteilung oder einer Poissonverteilung als Wahrscheinlichkeitsverteilung der Meßwerte bei der Zählung radioaktiver Zerfallsereignisse liegt in der konstanten Wahrscheinlichkeit I des radioaktiven Zerfalls einer Kernart und der Unabhängigkeit der Zerfallsprozesse von einander. Sie ist Ausdruck des physikalischen Verständnisses von quantenmechanischen Zerfallsprozessen. Die häufige Annahme einer Poissonverteilung ist darin begründet, daß kurzlebige Radionuklide in der Praxis seltener vorkommen als langlebige Radionuklide, für die gilt, daß die Beobachtungszeit t klein gegenüber der Lebensdauer der radioaktiven Kerne $t \ll t = 1/I$ ist. Vergleiche hierzu Kapitel 4.1. Bei Annahme einer Poissonverteilung von Ereigniszahlen bei zählenden Messungen kann als Standardmeßunsicherheit die Wurzel aus einer gemessenen Ereigniszahl N als Schätzwert für die Wurzel aus der Varianz der Poissonverteilung angesetzt werden: $u(N) = \sqrt{N}$.

Auch andere Wahrscheinlichkeitsverteilungen können aus *a priori* Wissen um den Meßprozess stammen. In manchen Fällen, in denen man nur wenig Vorabinformation über das wahrscheinliche Ergebnis der Messung hat, kann man nur annehmen, daß die Wahrscheinlichkeit eines Meßwertes in einem Intervall der Länge 2*a* konstant, außerhalb dieses Intervalles aber null ist. Dann ist die Wahrscheinlichkeitsverteilung eine **Rechteckverteilung** mit der konstanten Wahrscheinlichkeit 1/2*a* im Intervall und null außerhalb. In diesem Fall ist die *a priori* Standardmeßunsicherheit $u(x_i) = a/\sqrt{3}$ (vgl. Abb. 3.3).

Wenn mehr Information vorliegt, kann es zum Beispiel gerechtfertigt sein, eine **Dreiecks**verteilung der Wahrscheinlichlichkeit in einem Intervall der Länge 2*a* gemäß Abb. 3.3 anzunehmen. In diesem Fall ist die Standardmeßunsicherheit $u(x_i) = a / \sqrt{6}$. Ableitungen hierzu finden sich im ISO Guide.

Die beiden Verteilungen werden jeweils durch einen Parameter *a* beschrieben, der den möglichen Wertebereich charakterisiert. Der Maximalwert der Wahrscheinlichkeitsverteilungen ergibt sich dann aus der Normierung der Gesamtwahrscheinlichkeit auf Eins.

Bei der Auswertung eines Experimentes mit dem Modell nach Gl. 3.1 erhält man als Meßergebnisse Schätzwerte y_k , der Meßgrößen Y_k aus den Modellgleichungen, indem die Schätzwerte x_i (i = 1,...,m) der wahren Werte der m Ausgangsgrößen $X_1,...,X_m$ einsetzt (Gl. 3.8).

$$Y_k = G_k(x_1, ..., x_m) \; ; \; (k = 1, ..., n) \tag{3.8}$$

Die zugehörigen *kombinierte Standardmeßunsicherheiten* $u_c(y_k)$ der y_k berechnet man dann im Falle nicht korrelierter, von einander unabhängiger Ausgangsgrößen X_i als positive Wurzel der kombinierten Varianz $u_c^2(y_k)$ nach Gl. 3.9 in der bekannten Form des *Fehlerfortpflanzungsgesetzes*:

$$u_{c}^{2}(y_{k}) = \sum_{i=1}^{m} \left(\frac{\partial G_{k}}{\partial x_{i}}\right)^{2} \cdot u^{2}(x_{i}) \quad ; (k = 1,...,n) \quad .$$
(3.9)



Abb. 3.3: Illustration der Definition der Standardmeßunsicherheiten bei Rechtecks- und Dreiecksverteilungen der Wahrscheinlichkeit der Meßwerte.

Die partiellen Ableitungen in Gl. 3.9 sind ein Maß für die Empfindlichkeit der Unsicherheit der Ergebnisgröße gegenüber der Unsicherheit der jeweiligen Eingangsgröße. Man schreibt daher häufig auch Gl. 3.9 in der Form

$$u_c^2(y_k) = \sum_{i=1}^m (c_{k,i} \cdot u(x_i))^2 \equiv \sum_{i=1}^m u_i^2(y_k) \; ; \; (k = 1, ..., n)$$
(3.10)

mit

$$c_{k,i} \equiv \partial G_k / \partial x_i \quad , \quad u_i (y_k) \equiv |c_{k,i}| \cdot u(x_i)$$
 (3.11)

Die $c_{k,i}$ werden als *Sensitivitätskoeffizienten* bezeichnet. Die kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y_k)$ in Gl. 3.11 kann numerisch berechnet werden, indem $c_{k,i} \cdot u(x_i)$ in Gl. 3.11 ersetzt wird durch

$$Z_{k,i} = \frac{1}{2} \left[G_k \left(x_i, \dots, x_i + u(x_i), \dots, x_m \right) - G_k \left(x_i, \dots, x_i - u(x_i), \dots, x_m \right) \right].$$
(3.12)

Das heißt, daß $u_c(y_k)$ dadurch numerisch berechnet wird, indem man die Änderung in y_j als Folge der Änderung des Wertes x_i um $+u(x_i)$ und $-u(x_i)$ berechnet. Den Wert von $u_i(y_k)$ kann dann als $|Z_i|$ betrachtet werden und der Wert des entsprechenden Sensitivitätskoeffizienten $c_{k,i}$ ist $Z_i/u(x_i)$. Gleichung 3.12 erlaubt auch eine empirische Ermittlung der $u_c(y_k)$ und der $c_{k,i}$ durch Änderung der Werte der Ausgangsgrößen.

Wenn jedoch die Ausgangsgrößen X_i nicht von einander unabhängig, sondern miteinander korreliert sind, muß die kombinierte Standardunsicherheit $u_c(y_k)$ unter Berücksichtigung von Kovarianzen nach Gl. 3.13 berechnet werden:

In Gl. 3.13 sind x_i und x_j Schätzwerte von X_i und X_j und $u(x_i,x_j) = u(x_j,x_i)$ die geschätzten *Kovarianzen*, die x_i und x_j zugeordnet sind und die berücksichtigen, daß die Bestimmung der x_i nicht unabhängig von einander erfolgt.

Werden die Standardunsicherheiten, die den Schätzwerten x_i und x_j der Ausgangsgrößen X_i und X_j zuzuordnen sind, durch *n* mehrfach wiederholten, unabhängigen Messungen gewonnen, schätzt man die Kovarianzen $u(x_i, x_j) = s(x_i, x_j)$ nach Gl. 3.14:

$$s(x_i, x_j) = \frac{1}{n-1} \cdot \sum_{k=1}^n (x_{i,k} - \bar{x}_i) \cdot (x_{j,k} - \bar{x}_j) \quad . \tag{3.14}$$

 \overline{x}_i und \overline{x}_j sind die arithmetischen Mittelwerte der $x_{i,k}$ bzw. $x_{j,k}$.

Das Ausmaß der Korrelation zwischen x_i und x_j kann durch den Korrelationskoeffizienten $r(x_i,x_j)$ geschätzt werden, der gegeben ist durch

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i) \cdot u(x_j)} \quad .$$
(3.15)

Mit den Korrelationskoeffizienten, den Standardunsicherheiten der x_i und den Sensitivitätskoeffizienten kann Gl. 3.13 dann geschrieben werden als

$$u_{c}^{2}(y_{k}) = \sum_{i,j=1}^{m} c_{k,i}^{2} \cdot u^{2}(x_{i}) + 2 \cdot \sum_{i=1}^{m-1} \sum_{j=i+1}^{m} c_{k,i} \cdot c_{k,j} \cdot u(x_{i}) \cdot u(x_{j}) \cdot r(x_{i}, x_{j}) ; \quad (k = 1, ..., n) \quad (3.16)$$

Mit den Kovarianzen erhält man

$$u^{2}(y_{k}) = u(y_{k}, y_{k}) \quad . \tag{3.17}$$

In Fällen, in denen die partiellen Ableitungen nicht explizit verfügbar sind, können sie numerisch hinreichend approximiert werden, indem man die Standardunsicherheit $u(x_k)$ als Inkrement der x_k benutzt:

$$\frac{\P G_k}{\P x_i} = \frac{1}{u(x_i)} \cdot \left(G_k \left(x_1, \dots, x_i + u(x_i) / 2, \dots, x_m \right) - G_k \left(x_1, \dots, x_i - u(x_i) / 2, \dots, x_m \right) \right) . \quad (3.18)$$

3.3 Verteilungen von Meßwerten und wahren Werten

In der konventionelle Statistik (vgl. Kap. 4.1) und in allen Bereichen des praktischen Messens und Interpretierens von Meßergebnissen spielen Verteilungen von Meßwerten eine bedeutende Rolle. Es ist eine Grunderfahrung, daß bei mehrfach wiederholten Messungen die Meßwerte eine Häufigkeitsverteilung zeigen, die im idealen Fall eine symmetrische Verteilung, z.B. die Normalverteilung, ist. Im Sinne des oben zum Thema Meßunsicherheiten gesagten kann eine derartige Häufigkeitsverteilung als Wahrscheinlichkeitsverteilung der Meßwerte bei Existenz eines wohldefinierten wahren Wertes der Meßgröße interpretiert werden. Wegen der grundsätzlichen Bedeutung der Normalverteilung sollen einige ihrer Eigenschaften hier kurz zusammengestellt werden.

Die Normalverteilung $N(\mathbf{m}\mathbf{s})$ ist eine kontinuierliche Verteilung, die durch zwei Parameter \mathbf{m} und \mathbf{s} gekennzeichnet ist. Der Parameter \mathbf{m} ist der Erwartungswert der Verteilung und der Parameter \mathbf{s} als Standardabweichung die Wurzel aus der Varianz \mathbf{s}^2 der Verteilung. Die Normalverteilung kann im Sinne der konventionellen Statistik interpretiert werden als eine Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion. Der Wert f(x) dieser Funktion gibt die Wahrscheinlichkeit dafür an, bei Wiederholungsmessungen einen Meßwert im Intervall [x,x+dx] zu beobachten:

$$f(x) = \frac{1}{s \cdot \sqrt{2p}} \cdot \exp\left[-(x - m)^2 / 2s^2\right] \quad ; \quad -\infty < x < +\infty \quad . \tag{3.19}$$

Das Integral der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der Normalverteilung wird die Verteilungsfunktion der Normalverteilung genannt und nach Gl. 3.20 berechnet:

$$F(x) = \frac{1}{\boldsymbol{s} \cdot \sqrt{2\boldsymbol{p}}} \int_{-\infty}^{x} \exp\left[-\left(z-\boldsymbol{m}\right)^{2}/2\boldsymbol{s}^{2}\right] dz \quad .$$
(3.20)

Die Werte F(x) geben die Wahrscheinlichkeit an, daß bei Wiederholungsmessungen Meßwerte $\leq x$ beobachtet werden.

Mit einer endlichen Zahl von Messungen kann der Erwartungswert μ der Normalverteilung durch den arithmetische Mittelwert $\bar{x} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} x_i$ geschätzt werden. Die Standardabweichung s, die die Breite der Verteilung beschreibt, wird aus der empirischen Standardabweichung s



Abb. 3.4: Schematische Darstellung der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion einer Normalverteilung $N(\bar{x}, s)$.

Im Bereich $\bar{x} \pm s$ um das Maximum der Verteilung (Mittelwert) liegen 68.2 % aller Meßwerte. Der Bereich $\bar{x} \pm 2s$ schließt 95.5 % der Meßwerte ein. Durch Multiplikation der Standardabweichung mit einem Faktor k_p (0 < p < 1) kann ein Anteil 1 - p der Meßwerte festgelegt werden, der im Bereich $\bar{x} \pm k_p \cdot s$ um das Maximum der Verteilung liegt. Der Anteil p liegt außerhalb dieses Bereiches.

Man definiert so einseitige und zweiseitige Quantile der Meßwertverteilung. Das *einseitige, obere Quantil* k_p gibt den Anteil der Meßwerte (1 - p) an, die bei wiederholten Messungen größer als $\overline{x} + k_p \cdot s$ zu erwarten sind. Das *einseitige, untere Quantil* k_p gibt den Anteil der Meßwerte p an, die bei wiederholten Messungen kleiner als $\overline{x} - k_p \cdot s$ zu erwarten sind. Die einseitigen Quantile werden zur Festlegung von Erkennungs- und Nachweisgrenzen verwendet. Die *zweiseitigen Quantile* $k_{p/2}$ und $k_{1-p/2}$ beschreiben den Anteil der Meßwerte (1 - p), die bei wiederholten Messungen im Intervall $[\bar{x} - k_{p/2} \cdot s, \bar{x} + k_{1-p/2} \cdot s]$ um den Mittelwert zu erwarten sind. Die zweiseitigen Quantile werden zur Angabe des Vertrauensbereiches verwendet.

Die Erweiterungsfaktoren k_p werden (einseitige bzw. zweiseitige) Quantile zur Wahrscheinlichkeit p genannt. Als Zahlenwerte werden die Quantile aus der standardisierten Normalverteilung N(0,1) berechnet und liegen tabelliert vor (Anhang A.1).

Die standardisierte Normalverteilung N(0,1) (Abb. 3.4 und Tabelle A.2 im Anhang) ist gegeben durch

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2p}} \cdot \exp(-x^2/2)$$
; $-\infty < x < +\infty$ (3.21)

Das Integral der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion der Standardnormalverteilung wird auch Fehlerfunktion genannt und nach Gl. 3.22 berechnet (vgl. hierzu Kapitel 10):

$$\Phi(x) = \frac{1}{\sqrt{2p}} \int_{-\infty}^{x} \exp(-z^2/2) dz \quad .$$
(3.22)

Darstellungen der standardisierten Normalverteilung sowie der zweiseitigen und einseitigen, oberen und unteren Quantile sind in Abb. 3.5 gegeben.

Ohne den exakten Definitionen und Ableitungen der charakteristischer Grenzen (Kap. 5 und 10) vorzugreifen, kann man anhand der Quantile von Meßwertverteilungen bereits hier das Prinzip der Festlegung der charakteristischen Grenzen erläutern.

Die Erkennungsgrenze EKG wird als oberes einseitiges Quantil der Meßwertverteilung beim wahren Wert Null zum vorgegebenen Wert **a**, dem Fehler 1. Art, errechnet.

$$EKG = k_{1-a} \cdot s(0) \tag{3.23}$$

wobei *s* die Standardabweichung des Wertes der Meßgröße bei Vorliegen des wahren Wertes null und k_{1-a} das einseitige obere Quantil der Standardnormalverteilung ist.

Die Nachweisgrenze NWG wird aus der Erkennungsgrenze und dem unteren einseitigen Quantil der Meßwertverteilung, wenn der wahre Wert der Meßgröße gerade gleich der Nachweisgrenze ist, zum vorgegebenen Wert \boldsymbol{b} , dem Fehler 2. Art, errechnet:

$$NWG = EKG + k_{1-b} \cdot s(NWG) = k_{1-a} \cdot s(0) + k_{1-b} \cdot s(NWG) .$$
(3.24)

dabei ist *s* Standardabweichung der Meßwerte bei Vorliegen der jeweiligen wahren Werte und k_{1-a} das einseitige obere, k_{1-b} das einseitige untere Quantil der Standardnormalverteilung.



Abb. 3.5: Die Standardnormalverteilung (A), ihre einseitigen, oberen (B) und unteren (C) Quantile sowie die zweiseitigen Quantile (D).

Vielfach wird zur Berechnung der Nachweisgrenze Gl. 3.25 benutzt, die allerdings nur eine grobe Näherung darstellt und meist eine Unterschätzung der Nachweisgrenze zur Folge hat (vgl. Kapitel 10):

$$NWG = EKG + k_{1-b} \cdot s(0) = k_{1-a} \cdot s(0) + k_{1-b} \cdot s(0) = (k_{1-a} + k_{1-b}) \cdot s(0) \quad . \tag{3.25}$$

Die Vertrauensgrenzen schließen einen Vertrauensbereich ein, der den wahren Wert der Meßgröße mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit enthält. Demnach wird die untere bzw. obere Vertrauensgrenze als unteres bzw. oberes einseitiges Quantil der Meßwertverteilung bei Schätzung des wahren Wertes des Meßgröße durch das arithmetische Mittel der Meßwerte zur Wahrscheinlichkeit $\gamma/2$ bzw. (1 - $\gamma/2$) errechnet. Mit den Indices *l* für "lower" und *u* für "upper" werden dann die Vertrauensgrenzen \mathbf{x}_l und \mathbf{x}_u festgelegt durch

$$P(x < \mathbf{x}_{l}) = \mathbf{g} / 2 \qquad P(\mathbf{x}_{u} < x) = \mathbf{g} / 2 \qquad (3.26)$$

und man erhält

$$\mathbf{x}_{l} = \overline{x} - k_{1-\mathbf{g}/2} \cdot s \qquad \mathbf{x}_{u} = \overline{x} + k_{1-\mathbf{g}/2} \cdot s \quad . \tag{3.27}$$

Bei dem bisher Ausgeführten wurde grundsätzlich die Annahme gemacht, daß ein wohldefinierter wahrer Wert der Meßgröße existiert und daß die Meßwertverteilung durch zufällig verteilte Meßabweichungen zustande kommt, die dann durch eine Normalverteilung beschrieben werden kann. Dies ist jedoch nicht immer der Fall.

Bei zählenden Messungen von radioaktiven Zerfallsereignissen ist die Meßwertverteilung wegen des zugrundeliegenden Poissonprozesses eine Poissonverteilung (Kap. 4.1). Die Poissonverteilung ist eine ein-parametrige Verteilung mit $\mathbf{m} = \mathbf{s}^2$, die im Grenzfalle hoher Ereigniszahlen durch die Normalverteilung genähert werden kann. Die Standardabweichung *s* kann daher auch ohne Wiederholungsmessungen aus der Anzahl der gezählten Ereignisse *n* als Schätzwert für den Erwartungswert **m** abgeschätzt werden. Damit kann die Varianz \mathbf{s}^2 der Poissonverteilung durch

$$s^2 = n \tag{3.28}$$

geschätzt werden.

Andere, von der Normalverteilung abweichende Meßwertverteilungen werden z.B. dann beobachtet, wenn Probenbehandlungseinflüsse zusätzlich zur Statistik des radioaktiven Zerfalls die Meßergebnisse beeinflussen. In Kapitel 9 wird gezeigt werden, daß selbst bei Vorliegen eines wohldefinierten wahren Wertes der Meßgröße die Meßwertverteilungen dann nicht mehr durch die Normalverteilungen oder die Poissonverteilungen beschrieben werden können und negative Binomialverteilungen angenommen werden müssen.

Zusammenfassend kann man sagen, daß die beobachteten Meßwertverteilungen durch Unsicherheiten des Meßprozesses aus statistischen und anderen Gründen selbst bei Vorliegen eines wohldefinierten wahren Wertes der Meßgröße beeinflußt werden.

Eine weitere Komplikation tritt auf, wenn der wahre Wert der Meßgröße nicht wohldefiniert ist, sondern in untersuchten Objekten selbst wieder eine Verteilung aufweist. Dies soll an folgendem Beispiel erläutert werden.

Gegeben sei eine Wasserprobe, an der die ²²⁶Ra Aktivitätskonzentration bestimmt werden soll. In diesem Fall ist die Meßgröße die Aktivitätskonzentration A_s , deren wahrer Wert durch die Meßwerte a_s geschätzt wird. Bei mehrfach wiederholten Messungen derselben Probe wird
man eine Meßwertverteilung der a_s erhalten, die durch eine Poissonverteilung beschrieben werden kann.

Wird nicht dieselbe Probe mehrfach gemessen, sondern Aliquots der Probe, die als homogen angenommen werden können, wird man, wenn Probenbehandlungseinflüsse vernachlässigbar sind, ebenfalls eine Meßwertverteilung erhalten, die durch eine Poissonverteilung beschrieben werden kann. In diesem Falle bleibt der wahre Wert der Meßgröße wohldefiniert und die arithmetischen Mittelwerte und Standardabweichungen dieser Messungen werden, ebenfalls zuverlässige Schätzwerte des Erwartungswertes und damit des wahren Wertes der Meßgröße und der Standardabweichung darstellen.

Betrachtet man nun die Ergebnisse von ²²⁶Ra Messungen in Wasserproben verschiedener Herkunft, so ist die obige Annahme eines wohldefinierten wahren Wertes der Meßgröße nicht mehr gegeben. Abb. 3.6 zeigt die Ergebnisse einer derartigen Untersuchung [Rue96].

Die Verteilung (Abb. 3.6 A) ist stark links schief mit einem ausgeprägten "Tailing" zu hohen Konzentrationen. Schon der Augenschein zeigt, daß es sich nicht um eine lineare Normalverteilung handelt. Das Histogramm der Verteilung über einer logarithmischen Konzentrationsachse (Abb. 3.6 B) zeigt wesentlich mehr Ähnlichkeit mit einer Normalverteilung und deutet damit auf das mögliche Vorliegen einer logarithmischen Normalverteilung hin.

Eine logarithmische Normalverteilung wird durch eine Wahrscheinlichkeitsdichte nach Gl. 3.29 beschrieben:

$$f(x) = \frac{1}{\boldsymbol{s} \cdot x \cdot \sqrt{2\boldsymbol{p}}} \cdot \exp\left[-\frac{1}{2} \cdot \left(\frac{\ln(x) - \ln(\overline{x}_g)}{\boldsymbol{s}}\right)^2\right] .$$
(3.29)

Man beachte, daß der Mittelwert der Verteilung der natürliche Logarithmus des geometrischen Mittelwertes

$$\overline{x}_g = n \sqrt{\prod_{i=1}^n x_i}$$
(3.30)

ist und daß die Angabe eines Mittelwertes \bar{x}_g einer logarithmischen Normalverteilung mit der zugehörigen Standardunsicherheit s in der Form $\ln(\bar{x}_g) \pm s$ auf einer linearen Skala äquivalent zur Angabe $\bar{x}_g \cdot (\exp(s))^{\pm 1}$ ist.

Das Auftreten dieser logarithmischen Normalverteilung ist nicht durch den Meßprozess und mit ihm zusammenhängende zufällige Meßabweichungen verursacht. Sie ist vielmehr Ausdruck der Verteilung der wahren Werte der Meßgröße in unterschiedlichen Wasserproben. Logarithmische Normalverteilungen kommen vielfältig bei der Untersuchung von Phänomenen und Eigenschaften von Umweltproben vor. In den Documenta Geigy [Gei71] findet man dazu die Aussage: "In der Natur sind viele zufällige Veränderliche lognormal verteilt. Überall dort, wo die Reaktion eines Elementes auf eine gegebene Ursache sich proportional verhält zur Intensität der Ursache und zur Größe des Elementes, wird die Form der Verteilung lognormal sein. In der Praxis ist dies vor allem bei toxikologischen und ähnlichen Bio-Versuchen von Bedeutung, bei denen die Veränderliche x (Dosierung) routinemäßig logarithmisch transformiert wird."



Abb. 3.6: Meßergebnisse der ²²⁶Ra Aktivitätskonzentration in 1666 Trinkwasserproben aus der Bundesrepublik Deutschland [Rue96] als Histogramme über linearer (A) und logarithmischer (B) Aktivitätskonzentrationsachse. Das Meßwertkollektiv enthält keine Daten < NWG, so daß eine Verfälschung der Verteilung durch mangelnde Empfindlichkeit des Meßverfahrens ausgeschlossen werden kann.

Man beobachtet die logarithmische Normalverteilung immer dann, wenn eine Meßgröße in verschiedenen Proben durch mehrere Prozesse beeinflußt wird, die multiplikativ auf die Meßgröße einwirken mit Parametern, die ihrerseits normalverteilt sind. Für den Fall der Aktivitätskonzentrationen im Wasser kann man dies durch ein einfaches 1-Kompartment Modell erklären, in dem die Auslaugung von ²²⁶Ra durch Grundwasser aus dem Kompartment Gestein proportional ist zur ²²⁶Ra Menge im Gestein.

Ein derartig einfaches Modell kann zur Beschreibung der Konzentrationen *x* von radioaktiven Stoffen und stabilen nicht essentiellen Elementen in vielen biologischen und Umweltsystemen benutzt werden und erklärt die häufig in der Natur beobachtete Normalverteilung [Hec95]. Es gilt dann

$$\frac{dx}{dt} = -k \cdot x(t) \tag{3.31}$$

mit der Lösung für das Abklingen einer Anfangskonzentration x(0)

$$x(t) = x(0) \cdot \exp(-k \cdot t)$$
 (3.32)

In biologischen und Umweltsystemen ist die Ausscheidungs- oder Abklingkonstante k keine exakte Größe sondern mit Unsicherheiten aufgrund systematischer und zufälliger Schwankungen von Einflußgrößen behaftet. Falls die zufälligen Schwankungen überwiegen, kann man in erster Näherung annehmen, daß die Werte von k durch eine Normalverteilung $N(\bar{k}, s_k)$ beschrieben werden können. Dann erhält man aus Gl. 3.32 durch Logarithmieren und Ersetzen von k durch $N(\bar{k}, s_k)$

$$\ln(x(t)) = \ln(x(0)) - N(\overline{k}, \mathbf{s}_k) \cdot t \tag{3.33}$$

Zu einem festen Zeitpunkt *t* folgt aus Gl. 3.33, daß der Logarithmus der beobachteten Konzentrationen *x* eine Normalverteilung darstellt und man erhält durch Delogarithmieren eine logarithmische Normalverteilung. Man beachte allerdings, daß in diese Ableitung eine Reihe von Annahmen eingehen, insbesondere, daß systematische Schwankungen der Einflußgrößen klein gegenüber den zufälligen Schwankungen sind. Im Einzelfall ist zu prüfen, ob die Annahme einer logarithmischen Normalverteilung gerechtfertigt ist. Dies kann sowohl in graphischer Form mittels Auftragung auf Wahrscheinlichkeitspapier als auch durch mathematische Verteilungstests (vgl. Kap. 5.2) erfolgen.

Indizien für das Vorliegen einer logarithmischen Normalverteilung sind Abweichungen des Medians der Meßwertverteilung vom arithmetischen Mittelwert sowie im Vergleich zum arithmetischen Mittelwert große Standardabweichungen der Meßwerte. Die entsprechenden Kennwerte der Datenreihe der ²²⁶Ra Aktivitätskonzentrationen in Trinkwasser sind als Beispiel in Tab. 3.1 zusammengestellt.

Man beachte des weiteren, daß die beobachteten Meßwerte bei nicht wohldefinierten wahren Werten in einem Kollektiv untersuchter Proben Verteilungen aufweisen, die exakt nur durch die Faltung der durch die Meßunsicherheiten hervorgerufenen Verteilung mit der Verteilung der wahren Werte im Kollektiv beschrieben werden kann. Tatsächlich handelt es sich um unterschiedliche Meßgrößen, wenn man von

• der Konzentration eines Radionuklides X_i in einer Probe *i* oder

• der mittleren Konzentration eines Radionuklides $\overline{X} = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} X_i$ in *n* Proben spricht.

	²²⁶ Ra in Wasser
Anzahl der Meßdaten	1666
Anzahl der Daten < NWG	0
Kleinster Wert	0.37 mBq/l
Größter Wert	690. mBq/l
Arithmetischer Mittelwert und Standardabweichung	9.32 <u>+</u> 23.7 mBq/l
Geometrischer Mittelwert und Standardabweichung	$4.72\cdot 2.8^{\pm 1}~\mathrm{mBq/l}$
Median	4.44 mBq/l
10 % Quantil	1.48 mBq/l
90 % Quantil	16. mBq/l

Tab. 3.1: Übersicht über die Meßreihe von ²²⁶Ra Aktivitätskonzentrationen in Trinkwasser [Rue96] aus Abb. 3.6.

4 Einige Grundlagen aus der Statistik

In dieser Arbeit sollen einige Grundlagen der Statistik nur soweit zusammengestellt werden, wie sie zum Verständnis hier notwendig sind. Wir werden die benötigten Grundlagen getrennt für die konventionelle Statistik (Kap. 4.1) und für die Bayes-Statistik (Kap. 4.2) darstellen. Für eine eingehende Beschäftigung mit der Statistik sei auf einschlägige Lehrbücher, z.B. [Sch92, Sac78] für die konventionelle Statistik und [Wic90, Lee89] für die Bayes-Statistik, verwiesen.

Statistik wird hier als "methodische Wissenschaft zur Erfassung zufälliger und zufallsartiger Massenerscheinungen" [Wic90] verstanden. Der Begriff "Erfassung" wird von Sachs [Sac78] als *Beschreiben, Schätzen* und *Entscheiden* definiert. Zur Aufgabe *Beschreiben* bietet die Statistik deskriptive Methoden, z.B. zur Stichprobenbeschreibung, und Verteilungstheorien zur Beschreibung von Grundgesamtheiten an. Statistische Schätzverfahren erlauben unbekannte Werte von Größen von Grundgesamtheiten aus Stichproben zu *schätzen*. Sie bilden auch die Grundlage zur Behandlung des Problems der Meßunsicherheiten. Testtheorien erlauben als Hypothesen-Entscheidungstheorien *Entscheidungen* zwischen unterschiedlichen Hypothesen und sind die Grundlage für die Analyse von Zusammenhängen und miteinander verbundenen Phänomenen.

Für die Praxis der Durchführung und Auswertung von Messungen und die Festlegung charakteristischer Grenzen werden Methoden und Ergebnisse aus allen diesen Teilbereichen der Statistik benötigt. Damit ist verständlich, daß es unmöglich ist, alle Grundlagen im Detail hier vorzustellen. Für den Anwender sei die leicht faßliche Einführung in die Praktische Statistik von Schönwiese [Sch92] zu weiterführenden Lektüre besonders empfohlen.

4.1 Konventionelle Statistik

Von besonderer Bedeutung bei der Auswertung und Interpretation von Messungen sind Meßwertverteilungen. Bei mehrfach wiederholten Messungen bilden die Meßwerte x_i (i = 1,...,n), die eine Stichprobe vom Umfang n aus der Grundgesamtheit aller möglichen Meßwerte darstellen, eine Häufigkeitsverteilung. Die konventionelle Statistik macht Aussagen über die zu erwartenden Meßwertverteilungen bei mehrfach wiederholten Messungen.

Danach kann unter der Annahme zufällig verteilter Meßabweichungen und eines wohldefinerten wahren Wertes **x** einer Meßgröße *X*, diese Meßwertverteilung von *n* Wiederholungsmessungen im Grenzfall $n \to \infty$ durch die Normalverteilung $N(\mathbf{x}, \mathbf{s})$ mit der Standardabweichung **s** beschrieben werden.

Die Normalverteilung ist eine symmetrische Verteilung, die durch die zwei Parameter**x** und **s** gekennzeichnet ist, die bei einer Messung durch den arithmetischen Mittelwert der Meßwerte \bar{x} und die empirische Standardabweichung *s* nach Gl. 3.5 und 3.6 geschätzt werden. In Abb. 4.1 ist eine Normalverteilung am Beispiel von mehrfach wiederholten Messungen der Zählrate bei zählenden Kernstrahlungsmessungen dargestellt, bei der der wahre Wert der Meßgröße **r** und die Parameter der Verteilung aus den Meßwerten R_i geschätzt werden (vgl. Kap. 3.3).



Abb. 4.1: Schematische Darstellung einer Normalverteilung von Zählraten

Abb. 4.1 ist eine idealisierte Darstellung der Meßwertverteilung, die im nie realisierbaren Grenzfall von $n \rightarrow \infty$ bei mehrfach wiederholten Messungen erwartet wird. Die tatsächlichen Verteilungen der Meßwerte können durchaus davon abweichen. Darum sollen hier einige der relevanten Verteilungsfunktionen vorgestellt werden.

Die zufälligen Meßabweichungen, die Ursache für die beobachteten Streuungen von Meßwerten sind, können aus verschiedenen Quellen stammen. Sie können durch Instabilitäten des Meßsystems, durch Einflüsse von Probenbehandlungsverfahren und durch Zufälligkeit von Kernstrahlungsereignissen verursacht sein. Je nach Größe dieser unterschiedlichen Einflüsse werden verschiedene Meßwertverteilungen anzunehmen sein.

Betrachtet man nur den statistischen Charakter von Kernstrahlungsereignissen und läßt alle anderen Unsicherheiten außer acht, so ist grundsätzlich die Binomialverteilung die zu erwartende Verteilung. Die Binomialverteilung ist die fundamentale Häufigkeitsverteilung, die alle zufälligen Ereignisse beschreibt. Historisch war sie die erste, die von Bernoulli im 18ten Jahrhundert theoretisch abgeleitet wurde. Alle anderen Verteilungen können aus ihr abgeleitet werden.

Sei *p* die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten eines Ereignisses und q = 1 - p die Wahrscheinlichkeit, daß es nicht auftritt, so ist die Wahrscheinlichkeit P_k , daß bei *n* Versuchen das spezielle Ereignis *k*-mal beobachtet wird, gegeben durch das Glied des Binomialausdrucks $(p+q)^n$, in dem *p* in die Potenz *k* erhoben wird. Da $(p+q)^n$ immer eins ist, repräsentiert dieser

Ausdruck die Summe aller individuellen Wahrscheinlichkeiten, daß die Zufallsgröße X die unterschiedlichen Werte X = n, X = n - 1, ..., X = 1, X = 0 annimmt. Die diskrete Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion P(X = k) ergibt dann mit den bekannten Binomialkoeffizienten die Binomialverteilung

$$P(X=k) = \binom{n}{k} p^k \cdot (1-p)^{n-k} \quad . \tag{4.1}$$

Die Binomialverteilung ist eine zwei-parametrige Verteilung mit den Parametern *n* und *p*, wobei *n* eine natürliche Zahl und $(0 \le p \le 1)$ ist. Auch *k* ist eine natürliche Zahl. Die Parameter *n* und *p* sind mit dem Erwartungswert E(X) und der Varianz Var(X) der Verteilung nach Gl. 4.2 und Gl. 4.3 verbunden. Es ist Var(N) \le E(N).

$$n = \frac{E(X)^2}{E(X) - Var(X)}; \quad p = 1 - \frac{Var(X)}{E(X)}$$
(4.2)

$$E(X) = n \cdot p \; ; \; \operatorname{Var}(X) = n \cdot p \cdot q \tag{4.3}$$

Im Falle zählender Kernstrahlungsmessungen entspricht p der konstanten Wahrscheinlichkeit $\mathbf{l} \cdot \Delta t$, daß ein Kernzerfall des Radionuklids im Zeitintervall $\mathbf{D}t$ der Messung stattfindet und einen Zählimpuls auslösen wird. Mit $p = \mathbf{l} \cdot \Delta t$ und $q = 1 - \mathbf{l} \cdot \Delta t$ ergibt sich die Binomialverteilung nach Gl. 4.1. Die Binomialverteilung beschreibt dann für das Vorliegen von n Kernen des Radionuklids A die Fluktuationen in der Anzahl der gemessenen Impulse k bei Wiederholungsmessungen. Da $p = \mathbf{l} \cdot \Delta t$ kleiner eins sein muß, muß wegen $\mathbf{l} = \ln 2/T_{1/2}$ die Meßzeit Δt klein sein verglichen mit der Halbwertszeit des Radionuklids und die Anzahl radioaktiver Kerne n darf durch den radioaktiven Zerfall nicht wesentlich verändert werden. Bei bekannter Zerfallswahrscheinlichkeit \mathbf{l} ist daher zur Schätzung von Erwartungswert und Varianz der Verteilung nur eine einzige Messung erforderlich.

Die Normalverteilung geht aus der Binomialverteilung als analytische Näherung für den Fall $n \otimes \mathbf{W}$ und p = 0.5 hervor. Sie ist im Bereich $-\infty \le x \le +\infty$ definiert und nicht auf Observable beschränkt, die nur natürliche Zahlen als Werte annehmen können. Die Normalverteilung ist eine kontinuierliche Verteilung, die durch zwei Parameter **m**und **s** beschrieben wird, mit der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion

$$f(x) = \frac{1}{\sqrt{2\boldsymbol{p} \, \boldsymbol{s}^2}} \cdot \exp\left(-0.5 \cdot \left(\frac{x-\boldsymbol{m}}{\boldsymbol{s}}\right)^2\right).$$
(4.4)

Die beiden Parameter sind der Erwartungswert $\mathbf{m} = E(X)$ und die Varianz $s^2 = Var(X)$ der Normalverteilung.

Für $n \to \infty$, $p \to 0$ und konstantes endliches Produkt $n \cdot p$ geht die Binomialverteilung in die Poissonverteilung über. Dies gilt in guter Näherung bereits für $n \ge 100$ und $p \le 0.05$. Die letztgenannte Bedingung ist bei der Messung von Kernstrahlungsereignissen wegen $p = \mathbf{I} \cdot \Delta t$ immer erfüllt, wenn die Halbwertszeit 14-mal größer als die Meßzeit Δt ist. Die Poissonverteilung ist eine einparametrige, diskrete Verteilung mit der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion

$$P(X=k) = \frac{\mathbf{I}^k}{k!} \cdot e^{-\mathbf{I}} \quad . \tag{4.5}$$

Der Parameter *I* der Poissonverteilung ist gleich Erwartungswert und Varianz der Verteilung:

$$\mathbf{l} = \mathbf{E}(X) = \operatorname{Var}(X) = n \cdot p \quad . \tag{4.6}$$

Bei Kernstrahlungsmessungen können außer der Binomialverteilung und der Poissonverteilung noch andere Meßwertverteilungen auftreten, wenn zufällige Einflüsse anderer Ursache die Meßwerte zusätzlich beeinflussen, z. B., wenn Einflüsse von Probenbehandlungsverfahren oder Geräteinstabilitäten berücksichtigt werden müssen. Abb. 4.2 zeigt schematisch die bei Kernstrahlungsmessungen anzunehmenden Verteilungen.

Dies soll am Beispiel des Einflusses von Probenbehandlungsverfahren auf die Meßwertverteilung bei mehrfach wiederholten Untersuchungen von Aliquots eines Probenmaterials erläutert werden. Dabei wird angenommen, daß das zu untersuchende Probenmaterial hinreichend homogen ist, so daß die Aliquots für die untersuchte Meßgröße X, z.B. die Aktivitätskonzentration von ⁹⁰Sr im Probenmaterial, denselben wahren Wert **x** besitzen. Jedes dieser Aliquots wird nun separat dem Probenbehandlungsverfahren unterworfen, d.h. ⁹⁰Sr chemisch abgetrennt, und anschließend zählend gemessen. Dann wird man bei mehrfach wiederholten Messungen eines Meßpräparats desselben Aliquots eine Meßwertverteilung erwarten können, die durch eine Poissonverteilung beschrieben wird.

Betrachtet man aber die Meßwertverteilung der Meßwerte, die aus je einer Messung des Meßpräparates verschiedener Aliquots gewonnen wurde, so kann diese vielfach nicht durch eine Poissonverteilung beschrieben werden. Durch die Probenbehandlung wird der wahre Wert der Meßgröße x im Ausgangs-Probenmaterial durch zufällige Einflüsse verändert und besitzt selbst eine Verteilung f(x) in den verschiedenen Aliquots. Bei der jeweiligen Einzelmessung eines Aliquots wird nun jeweils eine Stichprobe vom Umfang eins aus der poissonverteilten Grundgesamtheit aller möglichen Meßwerte zum jeweiligen wahren Wert der Meßgröße im speziellen Aliquot gezogen. Als Konsequenz erhält man als Verteilung der Meßwerte verschiedener Aliquots eine Verteilung, die durch Faltung der Verteilung der wahren Werte f(x) mit der Poissonverteilung beschreiben werden kann.

Als mögliche Verteilungsfunktion zur Beschreibung von $f(\mathbf{x})$ bietet sich zum Beispiel die Gammaverteilung an. Die Gammaverteilung ist eine zwei-parametrige Verteilung mit den Parametern a und b und der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion

$$f_{a,b}(x) = \frac{x^{a-1} \cdot e^{-x/b}}{\Gamma(a) \cdot b^a} \text{ mit } x \ge 0, \ a, b \in \mathfrak{R}^+$$

$$(4.7)$$

Erwartungswert und Varianz der Gammaverteilung sind gegeben durch

$$E(x) = a \cdot b \quad \text{und} \quad Var(x) = a \cdot b^2 \tag{4.8}$$

Wie in Kapitel 9 gezeigt wird, können Mischungen von Poissonverteilungen und Gammaverteilungen erfolgreich zur Beschreibung von Meßwertverteilungen eingesetzt werden, bei denen neben der Statistik des radioaktiven Zerfalls auch Probenbehandlungseinflüsse berücksichtigt werden müssen.



Abb. 4.2: Meßwertverteilungen bei Kernstrahlungsmessungen

Durch Faltung der Gamma-Verteilung nach Gl. 4.7 mit der Poissonverteilung nach Gl. 4.5 erhält man die entsprechende Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion P(X = k) nach Gl. 4.9.

$$P(X=k) = \int_{0}^{\infty} d\mathbf{l} \, \frac{\mathbf{l}^{k}}{k!} e^{-\mathbf{l}} \cdot f_{a,b}(\mathbf{l})$$

$$\tag{4.9}$$

und nach längerer Ableitung, z. B. [Men90]

$$P(X = k) = \frac{\Gamma(r+k)}{\Gamma(r) \cdot k!} (1+b)^{-a} \left(\frac{b}{b+1}\right)^{k}$$
(4.10)

Mit r = a und $p = \frac{1}{b+1}$ erhält man aus Gl. 4.10 die negative Binomialverteilung

$$P(X = k) = \frac{\Gamma(r+k)}{\Gamma(r) \cdot k!} \cdot p^r \cdot (1-p)^k \quad ; \quad k = 0, 1, 2, \dots$$
(4.11)

Für die negative Binomialverteilung können Erwartungswert und Varianz aus den Parametern nach Gl. 4.12 berechnet werden.

$$E(x) = \frac{r(1-p)}{p} \quad \text{und} \quad Var(x) = \frac{r(1-p)}{p^2} = E(x) + \frac{E(x)^2}{r}$$
(4.12)

Die Parameter r und p ergeben sich aus Erwartungswert und Varianz der Verteilung zu

$$r = \frac{\mathrm{E}(X)^2}{\mathrm{Var}(X) - \mathrm{E}(X)} \text{ und } p = \frac{\mathrm{E}(X)}{\mathrm{Var}(X)} .$$
(4.13)

Eine besondere Eigenschaft der negativen Binomialverteilung folgt aus Gl. 4.14, wenn man die relative Standardabweichung, das ist der Variationskoeffizient s/m berechnet. Man erhält

$$\frac{\mathbf{s}}{\mathbf{m}} = \frac{\sqrt{\operatorname{Var}(x)}}{\operatorname{E}(x)} = \sqrt{\frac{1}{\operatorname{E}(x)} + \frac{1}{r}}$$
(4.14)

Der erste Summand unter der Wurzel in Gl. 4.14 beschreibt den Einfluß der Unsicherheit des Poissonprozesses auf den Variationskoeffizienten. Für eine reine Poissonverteilung ohne zusätzliche Einflüsse von Probenbehandlungsverfahren oder Geräteinstabilitäten gilt

$$\frac{\mathbf{s}}{\mathbf{m}} = \frac{\sqrt{\operatorname{Var}(x)}}{\operatorname{E}(x)} = \sqrt{\frac{1}{\operatorname{E}(x)}} \quad . \tag{4.15}$$

Der zweite Summand 1/r in Gl. 4.14 quantifiziert die zusätzlichen Einflüsse von Probenbehandlungsverfahren oder Geräteinstabilitäten. $1/r = J^2$ wird in DIN 25482-6 (Kapitel 9) zur Parameterisierung derartiger Unsicherheiten und zur Festlegung von charakteristischen Grenzen benutzt.

Ganz allgemein kann man für eine gegebene Meßwertverteilung bei Kernstrahlungsmessungen durch Vergleich des Mittelwertes mit der empirischen Varianz bereits Indizien dafür ableiten, ob eine Binomialverteilung, eine Poissonverteilung oder Mischungen aus Poissonverteilungen anzunehmen sind. Ist die empirische Varianz kleiner als der Mittelwert steht zu erwarten, daß der ideale Grenzfall der Poissonverteilung nicht gegeben ist und eine Binomialverteilung vorliegt. Ist die empirische Varianz in etwa gleich dem arithmetischen Mittelwert, so ist es wahrscheinlich, daß eine Poissonverteilung angenommen werden darf. Man spricht dann auch davon, daß die Messung *statistisch rein* sei. Ist die Varianz deutlich größer als der Mittelwert, sind außer den statistischen Fluktuationen des radioaktiven Zerfalls Einflüsse anderer zufällig variierender Einflußgrößen zu berücksichtigen, die eventuell durch die Annahme einer negativen Binomialverteilung beschrieben werden können. Zur Veranschaulichung ist in Abb. 4.3 ein Vergleich einer Poissonverteilung mit dem Erwartungswert 50 mit zwei negativen Binomialverteilungen mit dem gleichen Erwartungswert aber unterschiedlichen Verhältnissen von Varianz zu Erwartungswert dargestellt. Auch von der Normalverteilung kann sich die negative Binomialverteilung deutlich unterschieden (Abb. 4.4).



Abb. 4.3: Vergleich einer Poissonverteilung mit dem E(X) = 50 und negativen Binomialverteilungen mit gleichem Erwartungswert aber unterschiedlichen VAR(*X*)/E(*X*) Verhältnissen.

Es ist aber darauf hinzuweisen, daß die Annahme einer bestimmten Wahrscheinlichkeitsverteilung nur auf der Grundlage eines entsprechenden Verteilungstests (Kapitel 5.2) gerechtfertigt werden kann. Diese Rechtfertigung ist dann aber nicht von der Art, daß die Aussage "*Die Meßwerte sind negativ binomial verteilt"* zulässig wäre. Die statistisch korrekte Aussage ist: "*Die Annahme einer negativen Binomialverteilung kann nicht abgelehnt werden."*

Man stößt hier auf ein Problem der konventionellen Statistik, die z.B. ihre Aussagen über die Wahrscheinlichkeitsverteilung von Meßwerten stets in die Form kleidet "Angenommen die Hypothese trifft zu, dann gilt …." . Eine Überwindung dieser Schwierigkeit ist nur im Rahmen der Bayes-Statistik möglich.



Abb. 4.4: Vergleich einer Normalverteilung und einer negativen Binomialverteilung, jeweils mit Erwartungswert 50 und einem Verhältnis von VAR(X)/E(X) von 10.

4.2 Bayes-Statistik

Zu einer Diskussion der unterschiedlichen Sichtweisen der konventionellen und der Bayes-Statistik in der Metrologie müssen zwei Aspekte besprochen werden. Es handelt sich um die Fragen, was die beiden unterschiedlichen statistischen Ansätze unter *Wahrscheinlichkeit* verstehen, wenn von Wahrscheinlichkeitsverteilungen Gebrauch gemacht wird, und welche Auswirkungen die unterschiedlichen Wahrscheinlichkeitsbegriffe auf die zur Festlegung der charakteristischen Grenzen benötigten Hypothesentests haben.

Der erste und erkenntnistheoretisch wichtige Unterschied liegt in der Art der Behandlung von Wahrscheinlichkeiten. Zwar haben sowohl die konventionelle als auch die Bayes-Statistik ihre Grundlagen in der Wahrscheinlichkeitstheorie, sie unterscheiden sich aber grundsätzlich in ihrem Verständnis des Begriffs der Wahrscheinlichkeit P(A) ($0 \le P(A) \le 1$) eines zufälligen Ereignisses *A*, das in einem wohldefinierten Experiment auftreten kann oder nicht. In der konventionellen Statistik wird P(A) als die relative Häufigkeit, mit der das Ereignis *A* bei mehrfach wiederholten Experimenten unter nominell identischen Versuchsbedingungen auftreten wird oder mit der man vermutet, daß es auftreten wird, aufgefaßt.

In der Bayes-Statistik [Bay63] drückt die Wahrscheinlichkeit P(A) unter Berücksichtigung aller verfügbarer Informationen den Grad des Vertrauens darin aus, daß *A* auftreten wird, bevor das Experiment durchgeführt wird. Es handelt sich dabei um den klassischen Wahrscheinlichkeitsbegriff, der von Jakob Bernoulli und Pierre-Simon Laplace eingeführt wurde. Es ist dieselbe Art der Wahrscheinlichkeit, mit der ein Würfelspieler annimmt, daß die Wahrscheinlichkeit, eine "Eins" zu würfeln, beim idealen Würfel 1/6 ist.

Aussagen der konventionellen Statistik sind stets von der inneren Form: "Das Ereignis E tritt mit der Wahrscheinlichkeit p ein, wenn die Hypothese H zutrifft" [Wic90]. Übertragen auf ein

Meßproblem bedeutet das: "Der Meßwert x tritt mit der Wahrscheinlichkeit p ein, wenn die Meßgröße X den wahren Wert x besitzt." Dies bedeutet, daß die konventionelle Statistik Fragen nur folgender Art beantworten kann:

"Gegeben der wahre Wert \mathbf{x} einer Meßgröße X, wie ist die Wahrscheinlichkeitsverteilung der Meßwerte x?"

Die Bayes-Statistik erlaubt demgegenüber auch Aussagen von der Form: "Angesichts des beobachteten Ereignisses *E* trifft die Hypothese *H* mit der Wahrscheinlichkeit *q* zu." [Wic90] Diese Aussage bedeutet für ein Meßproblem: "Angesichts des beobachteten Meßwertes *x* besitzt die Meßgröße *X* den wahren Wert **x** mit der Wahrscheinlichkeit *q*." Damit gibt die Bayes-Statistik auch eine Antwort auf die Frage:

"Gegeben die beobachteten Meßwerte x, wie ist die Wahrscheinlichkeit dafür, daß die Meßgröße X den wahren Wert \mathbf{x} besitzt?"

Damit beantwortet zwar die Bayes-Statistik, nicht aber die konventionelle Statistik die jedem Meßproblem zugrundeliegende Frage, wie der Experimentator aus den beobachteten Meßergebnissen den wahren Wert einer Meßgröße schätzen kann.

Mathematisch formalisiert werden können die beiden unterschiedlichen Ansätze durch Einführung der *bedingten Wahrscheinlichkeit* P(A|B), d. h. die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten des Ereignisses A unter der zusätzlichen Bedingung, daß das Ereignis B aufgetreten ist, auftreten wird oder daß sein Auftreten angenommen wird.

Für bedingte Wahrscheinlichkeiten gilt das Bayessche Theorem

$$P(A|B) \cdot P(B) = P(B|A) \cdot P(A) = P(AB) \quad . \tag{4.16}$$

Die Wahrscheinlichkeit für das Ereignis A gegeben das Ereignis B mal der Wahrscheinlichkeit für das Ereignis B ist gleich dem Produkt der Wahrscheinlichkeit für das Ereignis B geben das Ereignis A und der Wahrscheinlichkeit für das Ereignis A.

In Gl. 4.16 bedeutet AB das Ereignis "A und B". Zwei Ereignisse werden voneinander unabhängig genannt, wenn gilt

$$P(A|B) = P(A) \text{ bzw. } P(B|A) = P(B).$$

$$(4.17)$$

Wenn mehrere Ereignisse B_j existieren, von denen genau eines in einem Experiment auftritt, gilt

$$P(A) = \sum_{j} P(A \mid B_{j}) \cdot P(B_{j}) \quad . \tag{4.18}$$

Übertragen wir diesen Formalismus auf das Meßproblem. Es bezeichne $f(x|\mathbf{x}; y)$ die Wahrscheinlichkeit für das Auftreten des Meßwertes *x*, gegeben den wahren Wert der Meßgröße **x** unter der Randbedingung y. Umgekehrt ist $f(\mathbf{x}|x; y)$ die Wahrscheinlichkeit für den wahren Wert \mathbf{x} , gegeben den Meßwert x unter der gegebenen Randbedingung y des Experimentes. Diese beiden Definitionen sind unabhängig vom statistischen Ansatz, erlauben es aber den Unterschied zwischen der konventionellen Statistik und der Bayes-Statistik zu verdeutlichen.

Die konventionelle Statistik gibt Wahrscheinlichkeiten der Form $f(x|\mathbf{x}; y)$ an, während die Bayes-Statistik Angaben über $f(\mathbf{x}|x; y)$ macht. Da der wahre Wert der Meßgröße grundsätzlich unbekannt ist, ist die eigentliche Aufgabe eines Experimentes Aussagen über $f(\mathbf{x}|x; y)$ zu machen, die Wahrscheinlichkeit dafür, daß die Meßgröße den wahren Wert \mathbf{x} hat, gegeben den oder die Meßwerte x unter den Randbedingungen y.

In der Bayes-Theorie wird zur Beschreibung von $f(\mathbf{x}|x; y)$ ein Ansatz gemacht, der die Information aus dem aktuellen Experiment von aller sonstigen Information über die Meßgröße separiert, indem $f(\mathbf{x}|x; y)$ als Produkt zweier Wahrscheinlichkeiten, des Daten-Prior $f_0(\mathbf{x}|x; y)$ und des Modell-Prior $f(\mathbf{x})$, geschrieben wird (Gl. 4.19).

$$f(\mathbf{x}|x;y) = f_0(\mathbf{x}|x;y) \cdot f(\mathbf{x})$$
(4.19)

Der Daten-Prior (engl.: Likelihood) $f_0(\mathbf{x}|x; y)$ ist die Wahrscheinlichkeit dafür, daß die Meßgröße den wahren Wert \mathbf{x} hat, wenn lediglich die Meßwerte x unter den Randbedingungen y gegeben sind. Es werden nur die Meßwerte berücksichtigt, jedoch nicht andere Informationen.

Der Modell-Prior $f(\mathbf{x})$ enthält alle Informationen, die existieren, bevor ein Experiment durchgeführt wurde; darum hängt er nicht von x oder y ab. Für zählende Kernstrahlungsmessungen kann man zum Beispiel für die Meßgröße Nettozählrate für den Modell-Prior die Forderung, daß die Nettozählrate nicht-negativ ($\mathbf{x} \ge 0$) ist, annehmen. Dies heißt für $f(\mathbf{x})$

$$f(\mathbf{x}) = \begin{cases} \text{const} & (\mathbf{x} \ge 0) \\ 0 & (\mathbf{x} < 0) \end{cases}$$
(4.20)

Man beachte, daß aktuelle Meßwerte R_n der Meßgröße Nettozählrate r_n durchaus negativ sein können, daß der Experimentator aber *a priori* weiß, ohne ein Experiment durchgeführt zu haben, daß der wahre Wert der Meßgröße nicht negativ sein kann. Man beachte gleichfalls, daß alle nicht-negativen Werte der Meßgröße gleich wahrscheinlich sind, da ansonsten keine Information über den Wert der Meßgröße vor Durchführung des Experimentes vorliegt.

Der Daten-Prior $f_0(\mathbf{x}|x; y)$ enthält die Information, die aus den aktuellen Ergebnissen, den Meßwerten *x*, des Experimentes selbst über den wahren Wert **x** der Meßgröße *X* gewonnen wird. Gegeben ein (primäres) Meßergebnis *x* als Schätzwert für den wahren Wert **x** der Meßgröße *X*. Dem Meßwert *x* von *X* ist die Standardmeßunsicherheit u(x) zugeordnet, für die hier die hier vereinfachte Schreibweise u_x benutzt werden soll. u_x ist nach DIN 1319 oder dem ISO Guide zu berechnen. Weise und Wöger [Wei92] haben eine **Bayessche Theorie der Me***βunsicherheiten* entwickelt, in der sowohl Unsicherheiten vom Typ A als auch vom Typ B (vgl. Kap. 3.2) berücksichtigt werden können und die es erlaubt, mit Hilfe des Prinzips der maximalen (Informations-) Entropie die Wahrscheinlichkeit $f(\mathbf{x}|x; y)$ zu berechnen. Eine vollständige Darstellung dieser Theorie würde den Rahmen dieser Arbeit sprengen. Es sollen aber die wesentlichen Aussagen ohne nähere Ableitung kurz dargestellt werden.

Da der Daten-Prior $f_0(\mathbf{x}|x; y)$ ausschließlich die experimentelle Information des aktuellen Experimentes berücksichtigt, gilt $x = E(\mathbf{x})$ und $u_x^2 = Var(\mathbf{x})$ mit der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion $f_0(\mathbf{x}|x; y)$.

Das Prinzip der maximalen (Informations-) Entropy [Jay89]

$$S = -\int f(\mathbf{x}|x; y) \cdot \ln(f_0(\mathbf{x}|x; y)) d\mathbf{x} = \max$$
(4.21)

kann benutzt werden, um die Verteilung $f(\mathbf{x}|x; y)$ zu berechnen. Die Lösung dieser Maximierungsaufgabe wird mit der Methode der Lagrange Multiplikatoren durchgeführt und man erhält als Ergebnis

$$f(\mathbf{x}|x;y) = C \cdot f(\mathbf{x}) \cdot \exp\left(-(\mathbf{x}-x)^2 / 2 \cdot u_x^2\right) .$$
(4.22)

Die gesuchte Wahrscheinlichkeitsverteilung $f(\mathbf{x}|x; y)$ setzt sich also multiplikativ aus dem Modell-Prior $f(\mathbf{x})$ und einer Normalverteilung $N(x,u_x)$ zusammen. Die Normalverteilung in Gl. 4.22 ist anders als in der konventionellen Statistik keine Näherung, sondern das Ergebnis der Maximierungsaufgabe. Auch ist sie nicht eine Verteilung bei mehrmals wiederholten oder zählenden Messungen. Wird der wahre Wert \mathbf{x} einer Meßgröße X durch den Mittelwert \overline{x} der Meßwerte x_i aus mehrfach wiederholten Messungen geschätzt, gilt Gl. 4.23:

$$f(\mathbf{x}|\overline{x}; y) = C \cdot f(\mathbf{x}) \cdot \exp\left(-(\mathbf{x} - \overline{x})^2 / 2 \cdot u_{\overline{x}}^2\right) .$$
(4.23)

Ist über die Meßgröße *a priori* nichts bekannt, so muß der Modell-Prior als konstant angenommen werden. In diesem Fall erhält man bei gegebenen Meßwerten x mit der Standardunsicherheit u_x für die Wahrscheinlichkeitsverteilung $f(\mathbf{x}|x; y)$ eine Normalverteilung.

Für das oben genannte Beispiel der nicht-negativen Meßgröße "Nettozählrate", deren Modell-Prior durch Gl. 4.20 gegebenen ist, erhält man aufgrund der Multiplikation für $f(\mathbf{x}|x; y)$ eine abgeschnittene Normalverteilung (Abb. 4.5).

Abschließend soll noch eine Aussage über die Wahrscheinlichkeit $f(x|\mathbf{x}; y)$ für die Verteilung der Meßwerte bei gegebenem wahren Wert \mathbf{x} der Meßgröße X gemacht werden. Mit dem Bayesschen Theorem nach Gl. 4.16 erhält man

$$f(\mathbf{x}|\mathbf{x}; y) \cdot f(\mathbf{x}) = f(\mathbf{x}|x; y) \cdot f(x; y) .$$
(4.24)

Da f(x;y), die Wahrscheinlichkeit für das Beobachten eines Meßwertes x unter gegebenen Randbedingungen y, ebenso wie $f(\mathbf{x};y)$, die Wahrscheinlichkeit für einen wahren Wert \mathbf{x} unter gegebenen Randbedingungen y, konstant sind, erhält man mit Gl. 4.24 durch Näherung von u(x) durch die Funktion $\tilde{u}(\mathbf{x})$ für $f(x|\mathbf{x};y)$

$$f(\mathbf{x}|\mathbf{x}; \mathbf{y}) = C \cdot \exp\left(-(\mathbf{x} - \mathbf{x})^2 / 2 \cdot \tilde{u}^2(\mathbf{x})\right) \qquad (\mathbf{x} \ge 0) \quad . \tag{4.25}$$

 $\tilde{u}(\mathbf{x})$ ist die Standardunsicherheit der Meßgröße X als Funktion ihres wahren Wertes \mathbf{x} . $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ kann durch u_x^2 geschätzt werden. Bei gegebenem wahren Wert \mathbf{x} der Meßgröße mit der Standardunsicherheit $\tilde{u}(\mathbf{x})$ ist die Wahrscheinlichkeitsverteilung $f(x|\mathbf{x}; y)$ eine Normalverteilung. Man beachte, daß der Wert \mathbf{x} der Meßgröße X jetzt als Parameter auftritt und daß die Varianz u_x^2 der Verteilung $f(\mathbf{x}|\mathbf{x}; y)$ gleich der Varianz $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ der Verteilung $f(x|\mathbf{x}; y)$ ist:

$$u_x^2 = \widetilde{u}^2(\mathbf{x}) \quad . \tag{4.26}$$



Abb. 4.5: Darstellung der Wahrscheinlichkeitsdichtefunktion $f(\mathbf{x}|x; y)$ nach Gl. 4.22 für den Fall einer nicht-negativen Meßgröße mit dem Modell-Prior nach Gl. 4.20.

III Charakteristische Grenzen auf der Grundlage konventioneller Statistik

5 Ableitung charakteristischer Grenzen auf der Grundlage konventioneller Statistik

In den Teilen 1 - 7 von DIN 25482 werden die charakteristischen Grenzen mittels konventioneller Statistik über die Quantile der Meßwertverteilungen aus mehrfach wiederholten Messungen abgeleitet.

Bei zählenden Messungen, wie sie im aktuellen Beispiel der Nettozählrate r_n nach Gl. 1 behandelt werden, können die charakteristischen Grenzen auf der Basis der Poisson-Statistik abgeleitet werden, vorausgesetzt, daß alle sonstigen experimentellen Unsicherheiten vernachlässigbar sind. Dies fordert dann bei der Berechnung von Aktivitäten aus Zählraten, daß die Unsicherheiten der Kalibrierfaktoren vernachlässigbar sind, was häufig nicht der Fall ist. In diesem einfachsten Fall können die Quantile durch Näherung der Poisson-Verteilung durch eine Normalverteilung berechnet werden [DIN89]. Die Grenzen dieses Verfahrens wurden in einer ganzen Serie von Messungen untersucht (vgl. Kapitel 9.1), bei denen es sich herausstellte, daß bereits einfache physikalische oder chemische Probenbehandlungen zusätzliche Meßabweichungen verursachen und die Annahme der Poisson-Verteilung der Meßwerte bei mehrfach wiederholten Messungen nicht mehr rechtfertigen lassen [Bar89]. Es wurden daraufhin verschiedene Verteilungen getestet und es wurde ein Verfahren entwickelt, das die Berechnung der charakteristischen Grenzen auch bei zählenden Messungen unter dem Einfluß von Probenbehandlungsmaßnahmen erlaubt [Bar89, Bar91c, Kir95]. Dieses Verfahren beruht auf der in vielen Fällen gerechtfertigten Annahme einer negativen Binomialverteilung der gezählten Ereignisse. Dieser Ansatz war bereits recht allgemein und erwies sich bei einer Vielzahl von Meßproblemen als anwendbar [DIN93c].

Wie in Kapitel 9.1 ausführlich behandelt wird, erwies sich auch bei γ-spektrometrischen Messungen die Annahme Poisson-verteilter Ereigniszahlen in den einzelnen Kanälen als nicht allgemein gerechtfertigt [Bar91a]. Instabilitäten der Spektrometer können durchaus verantwortlich sein für Abweichungen der Verteilung der in einem Kanal gezählten Ereignisse von der Poisson-Verteilung. Für die Summe der Ereigniszahlen in nicht zu kleinen Kanalbereichen ist die Annahme einer Poisson-Verteilung jedoch meist gerechtfertigt. Damit wurden Verfahren zur Berechnung der charakteristischen Grenzen für niedrig- und hochauflösende γ-Spektrometrie entwickelt [Bar91b, DIN93b, DIN92a], wobei die Entfaltung komplexer Spektren mit Ausnahme des einfachen Falles linearer Entfaltung von α-Spektren [DIN96b, Men94b, Men94a, Men95] ausgeschlossen wurde. Für hochauflösende y-Spektrometrie können die charakteristischen Grenzen auch dann berechnet werden, wenn Korrekturen für interferierende y-Linien vorgenommen werden müssen [Men95] oder wenn Probenbehandlungseinflüsse berücksichtigt werden müssen [Men93]. Auch für andere spezielle Meßverfahren, wie Messungen mit linearen, analog arbeitenden Ratemetern und bei der Messung der Kernstrahlung während der Sammlung von Radionukliden auf Filtern, konnten statistische Modelle zur Berechnung der charakteristischen Grenzen entwickelt werden, wobei besonderer Wert auf die Grenzen der Anwendbarkeit der Verfahren gelegt wurde [Wei95b, Kir95, DIN96a, DIN97b].

5.1 Hypothesentests

Im Rahmen der konventionellen Statistik erfolgt die Bestimmung der charakteristischen Grenzen für eine Meßgröße X_n , die sich als Differenz einer Meßgröße des Bruttoeffekts X_b und einer Meßgröße des Nulleffekts X_0 darstellen läßt ($X_n = X_b - X_0$) und den wahren Wert \mathbf{x}_n besitzt, mit Hilfe eines statistischen Hypothesentests, mit dem die Nullhypothese

$$H_0: \quad \mathbf{x}_n = 0 \tag{5.1}$$

gegen die Alternativhypothese

$$H_1: \quad \mathbf{x}_n > 0 \tag{5.2}$$

getestet wird.

Dabei wird angenommen, daß die Meßwerte des Bruttoeffekts $x_{b,i}$ ($i = 1,...,n_b$) und die Meßwerte des Nulleffektes $x_{0,i}$ ($i = 1,...,n_0$) bestimmten statistischen Verteilungen, z. B. der Poissonverteilung gehorchen. Diese Annahme ist durch Verteilungstests (Kap. 5.2) zu überprüfen. Man beachte, daß die Meßergebnisse, die paarweise als Differenz $x_{n,i} = x_{b,i} - x_{0,i}$ berechnet werden, nicht derselben Verteilung gehorchen müssen wie die $x_{b,i}$ bzw. die $x_{0,i}$.

Es ist daher für den statistischen Test eine geeignete Teststatistik, d. h. eine statistische Testgröße (z. B. ein Abstandsmaß) und eine geeignete Testverteilung zu bestimmen. Eine solche Teststatistik T kann zum Beispiel sein

$$T = \frac{\bar{x}_b - \bar{x}_0}{\sqrt{s_b^2 / n + s_0^2 / m}} \quad .$$
(5.3)

Mit Hilfe der Testverteilung ist ein geeigneter kritischer Bereich (Ablehnungsbereich) zum Testniveau α (Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art; siehe dazu Kap. 5.2) zu bestimmen, daß für die bei Wiederholungsexperimenten erhaltenen Werte *t* der Teststatistik *T* gilt:

$$P(t \ge T_c(x_n^*)) = \mathbf{a} \quad . \tag{5.4}$$

Über T_c wird so die Erkennungsgrenze x_n^* festgelegt (Abb. 5.1).

Der Hypothesentest wird in einem bestimmten Fall, d.h. bei Vorliegen bestimmter Meßwerte, so durchgeführt, daß die Nullhypothese verworfen wird, wenn der aus der vorliegenden Stichprobe erhaltene Wert von *t* der Testgröße *T* in den Ablehnungsbereich fällt.

Die Nachweisgrenze \mathbf{x}_{n}^{*} wird dann mit der Wahrscheinlichkeit **b** für den Fehler 2. Art (siehe dazu Kap. 5.2) so definiert, daß

$$P\left(t(\boldsymbol{x}_{n}^{*}) \leq T_{c}\left(\boldsymbol{x}_{n}^{*}\right)\right) = \boldsymbol{b} \quad .$$

$$(5.5)$$

Eine Teststatistik muß verschiedenen Anforderungen genügen. Der Ablehnungsbereich soll möglichst exakt sein, d. h. die vorgegebenen Irrtumswahrscheinlichkeiten a und b sollen mit hoher Genauigkeit eingehalten werden. Außerdem sollen möglichst einfach zu handhabende Formeln für die Erkennungs- und Nachweisgrenze angebbar sein. Drittens soll der Test eine hohe Mächtigkeit haben, d. h. die Teststatistik T ist so zu wählen, daß bei geringen Abweichungen von H_0 der Fehler 2. Art b möglichst klein wird.



Abb. 5.1: Schematische Darstellung eines statistischen Hypothesentests zur Festlegung der Erkennungsgrenze.

Da einzelne Messungen stets nur Stichproben der Grundgesamtheit aller möglichen Meßwerte sind, sind auch die aktuellen Werte der Testgröße *t* statistischen Schwankungen unterworfen, so daß z. B. ein Wert der Testgröße $t > T_c$ auch bei Vorliegen der Nullhypothese H_0 erhalten werden kann. Man macht dann bei der Entscheidung nach Gl. 5.4 einen Fehler, indem man irrtümlich die Nullhypothese verwirft. Ein derartiger Fehler wird Fehler 1. Art genannt.

Andererseits können bei wahren Werten der Meßgröße größer Null, d. h. bei Vorliegen der Alternativhypothese H_1 , Werte der Testgröße $t < T_c$ erhalten werden. Wenn man dann bei der Entscheidung nach Gl. 5.5 die Nullhypothese akzeptiert, macht man den sog. Fehler 2. Art, d. h. man akzeptiert die Nullhypothese, obwohl sie nicht zutrifft.

Die Irrtumswahrscheinlichkeiten a und b sind nun ein Maß für die Qualität einer Entscheidung mittels des Hypothesentests, da im Vergleich von jeweiliger Realität und angenommener Hypothese p = 1 - a und p = 1 - b die Wahrscheinlichkeiten für richtige Entscheidungen und p = a und p = b für falsche Entscheidungen sind (Tab. 5.1).

5.2 Verteilungstests

In der konventionellen Statistik werden Wahrscheinlichkeitsverteilungen für das Auftreten von Meßwerten bei mehrfach wiederholten Messungen angenommen. Dies bedeutet jedoch nicht, daß die Meßwerte einer bestimmten Verteilung gehorchen. Es handelt sich vielmehr um eine Hypothese, daß eine bestimmte Meßwertverteilung vorliegt. Ob die Annahme dieser Hypothese gerechtfertigt ist, muß selbst mittels Hypothesentests sog. Verteilungstests entschieden werden.

Tab. 5.1: Wahrscheinlichkeiten p für richtige und falsche Entscheidungen und für die Fehler1. und 2. Art beim Testen von Hypothesen.

Wirklichkeit	Entscheidung des Hypothesentest		
	$H_0: \boldsymbol{x}_b = \boldsymbol{x}_0$	$H_1: \boldsymbol{x}_b > \boldsymbol{x}_0$	
	angenommen	angenommen	
$\mathbf{x}_b = \mathbf{x}_0$	Richtige Entscheidung	Falsche Entscheidung	
		Fehler 1. Art	
	<i>p</i> = 1 - <i>a</i>	<i>p</i> = a	
$\mathbf{x}_b > \mathbf{x}_0$	Falsche Entscheidung	Richtige Entscheidung	
	Fehler 2. Art		
	$p = \boldsymbol{b}$	<i>p</i> = 1 - <i>b</i>	

Die Aussagen der Verteilungstests sind von der Art: "Die Verteilung *ABC* kann mit der Wahrscheinlichkeit 1 – a nicht abgelehnt werden." Dabei ist a der Fehler 1. Art für den Hypothesentest der Nullhypothese

*H*₀: Die Meßwerte x_i (i = 1,...,n) sind *ABC*-verteilt

gegen die Alternativhypothese

 H_1 : Die Meßwerte sind nicht *ABC*-verteilt.

Die konventionelle Statistik macht also keine Aussage der Art: "Die Meßwerte sind *ABC*-verteilt." Es kann damit durchaus vorkommen, daß auch die Annahme verschiedener Verteilungen für denselben Satz experimenteller Daten gerechtfertigt ist. Verteilungstests folgen damit dem allgemeinen oben erläuterten Schema, d. h. daß eine Teststatistik definiert werden muß, deren kritischer Wert als Ablehnungskriterium für die Nullhypothese herangezogen wird.

So kann ein *Test auf Poisson-Verteilung* mit Hilfe eines einfachen c^2 -Tests durchgeführt werden. Danach muß die Hypothese einer Poisson-Verteilung mit der Wahrscheinlichkeit **a** für einen Fehler 1. Art abgelehnt werden, wenn gilt

$$\sum_{i=1}^{n} \frac{(x_i - \bar{x})^2}{\bar{x}} > c_{1-a,n-1}^2 \quad \text{mit} \quad \bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^{n} x_i \quad .$$
(5.6)

Die Werte von c^2 liegen in tabellierter Form vor (Tab. A.2 im Anhang).

Auch ein *Test auf Normalverteilung* kann noch relativ einfach durchgeführt werden [Bar88]. Danach muß die Hypothese einer Normalverteilung mit der Wahrscheinlichkeit a für eine Fehler 1. Art abgelehnt werden, wenn gilt

$$\frac{2}{n}\sum_{i=1}^{n-1}\sum_{j=i+1}^{n}\exp\left(-0.5\left(y_{i}-y_{j}\right)^{2}\right) - \sqrt{2}\sum_{i=1}^{n}\exp\left(-0.25 \cdot y_{i}^{2}\right) + 1 + \frac{n}{\sqrt{3}} > T_{c}\left(\boldsymbol{a},n\right)$$
(5.7)

mit

$$y_i = \frac{x_i - \bar{x}}{s} \text{ und } \bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \text{ und } s = \sqrt{\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}.$$
 (5.8)

Auch die Werte von $T_c(\mathbf{a},n)$ liegen tabelliert vor [Bar88]. Auf ihre Darstellung im Anhang wurde allerdings verzichtet.

Für andere Verteilungen sind die Verteilungstests wesentlich komplizierter. Beim *Test auf negative Binomial-Verteilung* [Men90, Zim90] können die kritischen Werte der Testgröße z. B. nicht mehr allgemein tabelliert angegeben werden. Die Hypothese einer negativen Binomial-Verteilung muß abgelehnt werden mit der Wahrscheinlichkeit *a* für den Fehler 1. Art, wenn gilt:

$$\frac{1}{n}\sum_{i,k=1}^{n} \left(\frac{a^2 + a \cdot q \cdot (x_i + x_k) + q^2 \cdot x_i \cdot x_k}{x_i + x_k + 1} + \frac{x_i \cdot x_k}{x_i + x_k + 1} - \frac{2q \cdot x_i \cdot x_k}{x_i + x_k} \right) - n \cdot a > D_c(\mathbf{a}, n, r, p)$$
(5.9)

wobei *r*, *p* die Parameter der negativen Binomial-Verteilung sind mit $q = 1 + \bar{x}/s^2$ und $a = \bar{x}^2/s^2$. Die Werte $D_c(a,n,r,p)$ liegen *nicht* tabelliert vor, sondern müssen bei jedem Testproblem mittels Monte Carlo Simulationen bestimmt werden [Zim90].

Prinzipiell muß vor jeder Annahme einer Wahrscheinlichkeitsverteilung ein entsprechender Verteilungstest durchgeführt werden. Diese Anforderung hat die Entwicklung geeigneter Formeln für die charakteristischen Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen deutlich erschwert (vgl. Kap. 6 - 9), da man nur für wenige ausgewählte Fälle davon ausgehen kann, daß be-

stimmte Verteilungen, wie z. B. die Poissonverteilung, für bestimmte Klassen von Meßproblemen grundsätzlich angenommen werden können, wenn Instabilitäten von Meßgeräten und die Unsicherheiten von Probenbehandlungsverfahren vernachlässigbar sind.

5.3 Festlegung der charakteristischen Grenzen

Die Festlegung der charakteristischen Grenzen für eine Meßgröße *X* erfolgt im Rahmen der konventionellen Statistik in folgenden Schritten.

Mit Hilfe der Testverteilung ist ein geeigneter kritischer Bereich (Ablehnungsbereich) zum Testniveau α (Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art) zu bestimmen

$$P(t \ge T_c(x^*)) = a$$
 . (5.10)

Man beachte, daß nicht $T_c = x^*$ ist, sondern daß aus der Festlegung von T_c die Erkennungsgrenze folgt ($T_c \Rightarrow x^*$).

Die Nachweisgrenze \mathbf{x}^* wird definiert über

$$P\left(t(\boldsymbol{x}^*) \le T_c\left(\boldsymbol{x}^*\right)\right) = \boldsymbol{b} \quad .$$
(5.11)

Über die Vertrauensgrenzen x_l und x_u wird ein Vertrauensbereich $[x_l, x_u]$ so definiert, daß

$$P(\mathbf{x}_{l} \le x \le \mathbf{x}_{u}) = 1 - \mathbf{g} \tag{5.12}$$

mit

$$P(x > \boldsymbol{x}_{\mu}) = \boldsymbol{g} / 2 \tag{5.13}$$

und

$$P(x < \mathbf{x}_l) = \mathbf{g}/2 \quad . \tag{5.14}$$

In den folgenden Kapiteln wird ein kurzer Überblick über die Berechnungsverfahren für die verschiedenen Anwendungen gegeben. Diese Darstellung ist stark vereinfachend. Für die exakte Anwendung sei auf die entsprechenden Normen verwiesen, die vor allem auch Warnvermerke für die Grenzen der Anwendbarkeit enthalten. In den entsprechenden Normen sind teilweise auch einfachere Näherungsformeln mit allerdings geringerer Genauigkeit angegeben. Auf die Darstellung dieser Näherungsformeln wird hier ebenfalls verzichtet.

6 Charakteristische Grenzen bei zählenden Kernstrahlungsmessungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses

Zählende Messungen wie das in dem in Abschnitt 1 angesprochenen Beispiel stellen den einfachsten Fall der Berechnung der charakteristischen Grenzen dar. DIN 25482-1 behandelt diesen Fall, wobei Messungen sowohl mittels Zeit- als auch mittels Impulsvorwahl durchgeführt werden können.

6.1 Ableitung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-1 bei Zeitvorwahl

Die Ableitung der in den verschiedenen Normteilen 1 - 7 von DIN 25482 angegebenen Formeln für die charakteristischen Grenzen ist teilweise äußerst aufwendig. Nur im Fall Poissonverteilter Daten und gleichen Meßdauern t_0 und t_b kann die Meßwertverteilung der Nettozählraten noch formelmäßig angegeben werden [Str62]. Aber bereits geeignete Quantile für Festlegung von Nachweis- und Erkennungsgrenzen können nur noch numerisch bestimmt werden. Man muß daher einen anderen Weg mit Hilfe geeigneter Teststatistiken wählen. Dieser soll hier exemplarisch für den Fall zählender Messungen mit Zeitvorwahl unter Vernachlässigung von Probenbehandlungsverfahren vorgestellt werden. Da es an ausführlichen Darstellungen hierzu in der Literatur fehlt, kann weiterführend nur auf [Men90] verwiesen werden.

Zur Anwendung des in Kapitel 1 und 5 beschriebenen statistischen Hypothesentest hat man wie folgt vorzugehen:

- 1. Zu den vorgegebenen Hypothesen ist eine geeignete Teststatistik T, d.h. eine geeignete statistische Testgröße (z.B. ein Abstandsmaß) und die dazugehörige Testverteilung zu bestimmen. Die Testgröße kann aber im allgemeinen nicht die Meßgröße selbst sein.
- 2. Mit Hilfe dieser Testverteilung ist ein geeigneter kritischer Bereich (Ablehnungsbereich) zum Testniveau *a* (Wahrscheinlichkeit für den Fehler 1. Art) zu bestimmen.
- 3. Zur Durchführung eines Tests in einem speziellen Fall ist zu prüfen, ob der aus der Stichprobe (Messung) erhaltene Wert t der Prüfgröße T in den Ablehnungsbereich fällt. Wenn dies der Fall ist, so wird die Nullhypothese H_0 abgelehnt bzw. anderenfalls akzeptiert.

Dabei stellt die Wahl der Teststatistik ein entscheidendes Problem dar, da zumindest zwei Forderungen an den Test zu stellen sind:

- 1. Zu der Teststatistik T mit einem Testniveau a soll ein Ablehnungsbereich möglichst exakt und mit einfach handhabbaren Formeln angebbar sein.
- 2. Andererseits sollte die Teststatistik so gewählt werden, daß die Wahrscheinlichkeit **b** für den Fehler 2. Art schon bei "geringen Abweichungen" von der Aussage der Nullhypothese H_0 möglichst klein wird (Mächtigkeit des Tests).

Bei dem vorliegenden Testproblem handelt es sich um einen einseitigen 2 Stichprobentest. Somit gibt es nur eine Grenze zwischen Ablehnungs- und Akzeptanzbereich beim Hypothesentest. Diese Grenze t_c (der kritische Wert) ergibt sich nach Gl (6.1).

$$P(t \ge t_c) = \boldsymbol{a} \tag{6.1}$$

Vielfach wird als Teststatistik die Testgröße *T* nach Gl. (6.2) zur Festlegung von Nachweisund Erkennungsgrenzen benutzt:

$$T = \frac{\bar{x}_b - \bar{x}_0}{\sqrt{s_b^2 / n_b + s_0^2 / n_0}} \quad . \tag{6.2}$$

Darin sind \bar{x}_0, \bar{x}_b die arithmetischen Mittelwerte der Meßwerte $x_{0,i}$ $(i = 1, ..., n_o)$ und $x_{b,i}$ $(i = 1, ..., n_b)$ der Nulleffekt- bzw. der Probenmessungen und s_o^2 und s_b^2 die Erwartungswerte der Varianzen dieser Meßwerte.

Die Testgröße T ist annähernd normalverteilt

$$T \approx N \left(\frac{\overline{x}_b - \overline{x}_0}{\sqrt{\boldsymbol{s}_b^2 / n_b + \boldsymbol{s}_0^2 / n_0}}, 1 \right)$$
(6.3)

und erlaubt die Bestimmung des Ablehnungsbereichs und der kritischen Größe über die Berechnung der Quantile der standardisierten Normalverteilung. Ohne hier auf eine Diskussion der mit diesem Ansatz verbundenen Probleme [Men90] einzugehen, erhält man mit ihm bei Poisson-verteilten Daten, wie den wahren Werten der Zählraten r_0 und r_b ,

$$T = \frac{\overline{R}_b - \overline{R}_0}{\sqrt{r_b/t_b + r_0/t_0}}$$
(6.4)

und bei Vorliegen der Nullhypothese mit $\mathbf{r}_0 = \mathbf{r}_h$

$$T = \frac{\overline{R}_b - \overline{R}_0}{\sqrt{r_0 (1/t_b + 1/t_0)}} \quad . \tag{6.5}$$

Als besten Schätzer $\tilde{\boldsymbol{r}}_0$ für \boldsymbol{r}_0 erhält man in diesem Fall

$$\tilde{\mathbf{r}}_0 = \frac{\overline{R}_b \cdot t_0 + \overline{R}_0 \cdot t_b}{t_0 + t_b} \tag{6.6}$$

und damit für die Testgröße T

$$T = \frac{R_b - R_0}{\sqrt{\overline{R}_0 / t_b + \overline{R}_b / t_0)}} \tag{6.7}$$

Man erhält so mit der Nettozählrate $\overline{R}_n = \overline{R}_b - \overline{R}_0$ als Erkennungsgrenze R_n^* mit dem (1-*a*)-Quantil der standardisierten Normalverteilung k_{1-a} (Tab. A.1 im Anhang):

$$P(T(\boldsymbol{R}_{n}^{*}) \geq k_{1-\boldsymbol{a}}) = \boldsymbol{a} \quad . \tag{6.8}$$

Daraus läßt sich die Erkennungsgrenze wie folgt berechnen:

$$R_{n}^{*} = \overline{R}_{b} - \overline{R}_{0} = k_{1-a} \cdot \sqrt{\overline{R}_{0} / t_{b} + \overline{R}_{b} / t_{0}}$$

$$\Rightarrow R_{n}^{*2} = k_{1-a} \cdot \left[\frac{R_{n}^{*}}{t_{0}} + \overline{R}_{0} \cdot \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right) \right]$$
(6.9)

Auflösung nach der Erkennungsgrenze ergibt dann die Formel aus DIN 25482-1 für die Erkennungsgrenze bei zählenden Messungen bei Vernachlässigung von Probenbehandlungsverfahren

$$R_n^* = \frac{1}{2 \cdot t_0} \cdot k_{1-a}^2 \cdot \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot \overline{R}_0 \cdot t_0}{k_{1-a}^2} \left(1 + \frac{t_0}{t_b} \right)} \right) \quad . \tag{6.10}$$

In den Meßanleitungen [MAL98] findet man eine einfachere Formel: Wird nämlich bei der Schätzung von \mathbf{r}_0 und der Varianzen nicht von der Voraussetzung der Gültigkeit der Nullhypothese $H_0: \mathbf{r}_0 = \mathbf{r}_b$ ausgegangen, so wird T zu

$$T = \frac{\overline{R}_b - \overline{R}_0}{\sqrt{\overline{R}_0 / t_0 + \overline{R}_b / t_b}}$$
(6.11)

Daraus erhält man analog für die Erkennungsgrenze

$$R_{n}^{*} = k_{1-a} \cdot \sqrt{\overline{R}_{0} \left(\frac{1}{t_{0}} + \frac{1}{t_{b}}\right)}$$
(6.12)

Diese Formel liefert jedoch nur für $t_0 > 100 \cdot t_b$ eine gute Einhaltung der Fehlerwahrscheinlichkeit **a**.

Zur Bestimmung der Nachweisgrenze nach DIN 25482-1 kann ebenfalls von der Testgröße nach Gl. 6.11 ausgegangen werden, die in diesem Falle allerdings nicht standardnormalverteilt ist. Die Nachweisgrenze \mathbf{r}_n^* ergibt sich bei vorgegebener Wahrscheinlichkeit **b** für den Fehler 2. Art sowie bei vorgegebener Teststatistik für die Erkennungsgrenze mit den besten Schätzern $\tilde{\mathbf{r}}_h$ und $\tilde{\mathbf{r}}_h$ zu

$$\boldsymbol{b} = P \left(\frac{\tilde{\boldsymbol{r}}_b - \tilde{\boldsymbol{r}}_0}{\sqrt{\boldsymbol{s}_b^2 / n_b + \boldsymbol{s}_0^2 / n_0}} < k_{1-\boldsymbol{a}} \right) .$$
(6.13)

Mit $\mathbf{r}_n^* = \mathbf{r}_b - \mathbf{r}_0$ erhält man daraus:

$$\boldsymbol{b} = P \left(\frac{\tilde{\boldsymbol{r}}_{b} - \tilde{\boldsymbol{r}}_{0} - \boldsymbol{r}_{n}^{*}}{\sqrt{\boldsymbol{s}_{b}^{2} / n_{b} + \boldsymbol{s}_{0}^{2} / n_{0}}} < k_{1-\boldsymbol{a}} - \frac{\boldsymbol{r}_{n}^{*}}{\sqrt{\boldsymbol{s}_{b}^{2} / n_{b} + \boldsymbol{s}_{0}^{2} / n_{0}}} \right) .$$
(6.14)

 $\frac{\tilde{\boldsymbol{r}}_b - \tilde{\boldsymbol{r}}_0 - \boldsymbol{r}_n^*}{\sqrt{\boldsymbol{s}_b^2 / n_b + \boldsymbol{s}_0^2 / n_0}}$ ist asymptotisch standard-normalverteilt mit *N*(0,1). Damit erhält man:

$$k_{1-a} - \frac{r_n^*}{\sqrt{s_b^2 / n_b + s_0^2 / n_0}} = k_b = -k_{1-b}$$

$$\Rightarrow r_n^* = (k_{1-a} + k_{1-b}) \cdot \sqrt{s_b^2 / n_b + s_0^2 / n_0} \quad .$$
(6.15)

Verwendet man nun die Poisson-Verteilung, d. h. $s^2 = m$ um die Nachweisgrenze auszurechnen, so erhält man für die Nachweisgrenze bei Poisson-verteilten Meßwerten die Formel:

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \frac{\left(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\right)^{2}}{2t_{b}} \cdot \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot t_{b} \cdot \mathbf{r}_{0}}{\left(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\right)^{2}} \left(1 + \frac{t_{b}}{t_{0}}\right)}\right)$$
(6.16)

Bei der Überprüfung der Zuverlässigkeit der Nachweisgrenze nach Gl. 6.16 stellt sich allerdings heraus, daß diese Formel nur dann gute Ergebnisse liefert, wenn $t_b \approx t_0$ ist und zudem der Erwartungswert nicht zu klein ($\mathbf{r}_0 > 10$) ist.

Wenn die Schätzung der Varianz durch den Ansatz nach Gl. 6.11 nicht gut ist, ist eine bessere Teststatistik z. B. durch Gl. 6.17 gegeben.

$$T = \sqrt{\frac{n \cdot m \cdot (n+m-2)}{n+m}} \cdot \frac{\bar{x}_b - \bar{x}_0}{\sqrt{(n-1) \cdot \hat{s}_b^2 + (m-1) \cdot \hat{s}_0^2}} \quad .$$
(6.17)

Dann ist T allerdings nicht mehr normalverteilt sondern mit f = m + n - 2 Freiheitsgraden t-verteilt.

In DIN 25482-1 wird noch eine andere Möglichkeit benutzt, die Nachweisgrenze zu bestimmen. Mit der Methode der "varianzstabilisierenden Schätzer", auf die hier nicht näher eingegangen werden soll, gilt allgemein unter der Nullhypothese $x_0 = x_b$ approximativ:

$$\left(\overline{x}_b - \overline{x}_0 - x_n^*\right) \approx N\left(0, \mathbf{s}_b^2 / n_b + \mathbf{s}_0^2 / n_0\right).$$
(6.18)

Ist eine Funktion f: $\mathfrak{R} \rightarrow \mathfrak{R}$ differenzierbar im Punkt x_n^* , so konvergiert auch

$$\left(F(x_b - x_0) - f(x_n^*)\right) \to N\left(0, \left[f'(x_n^*)\right]^2 \left(\mathbf{s}_b^2 / n_b + \mathbf{s}_0^2 / n_0\right)\right)$$
(6.19)

Für die Lösung der Differentialgleichung

$$f'(z) = \left(\mathbf{s}_b^2 / n_b + \mathbf{s}_0^2 / n_0\right)^{-1/2}$$
(6.20)

gilt:

$$\left(f\left(\overline{x}_b - \overline{x}_0\right) - \widetilde{f}\left(x_n^*\right)\right) \approx N(0,1) \quad . \tag{6.21}$$

Daraus folgt, daß die Nullhypothese dann verworfen werden muß, wenn gilt:

$$\left(\tilde{f}\left(\bar{x}_{b}-\bar{x}_{0}\right)-\tilde{f}\left(0\right)\right) > k_{1-\boldsymbol{a}} \quad . \tag{6.22}$$

Damit ergibt sich die Erkennungsgrenze $x_n^* = \overline{x}_b - \overline{x}_0$ als

$$x_{n}^{*} = \tilde{f}^{-1} \left(k_{1-a} + \tilde{f}(0) \right)$$
(6.23)

Die Nachweisgrenze kann über die Bedingung bestimmt werden, daß gilt

$$\boldsymbol{b} = P\left(\left(\tilde{f}\left(\bar{x}_{b} - \bar{x}_{0}\right) - \tilde{f}\left(0\right)\right) < k_{1-\boldsymbol{a}}\right) \rightarrow P\left(f\left(\bar{x}_{b} - \bar{x}_{0}\right) - f\left(0\right) < k_{1-\boldsymbol{a}}\right)$$

$$\Rightarrow \quad \boldsymbol{b} = P\left(\left(f\left(\bar{x}_{b} - \bar{x}_{0}\right) - f\left(\boldsymbol{x}_{n}^{*}\right)\right) < k_{1-\boldsymbol{a}} + \left(f\left(0\right) - f\left(\boldsymbol{x}_{n}^{*}\right)\right)\right) \quad .$$

$$(6.24)$$

Unter der Alternative $H_1: X_n > 0$ gilt asymptotisch:

$$\left(f\left(\overline{x}_{b} - \overline{x}_{0}\right) - f\left(\mathbf{X}_{n}^{*}\right)\right) \approx N(0,1) .$$
(6.25)

Dies führt zur Nachweisgrenze

$$\mathbf{X}_{n}^{*} = f^{-1} \Big(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}} + f(0) \Big)$$
(6.26)

Im speziellen Fall Poisson-verteilter Meßwerte bei zählenden Kernstrahlungsmessungen ohne Berücksichtigung von Probenbehandlungseinflüssen erhält man:

$$f'(z) = \frac{1}{\sqrt{\mathbf{r}_0 / t_0 + (\mathbf{r}_0 + z) / t_b}}$$
(6.27)

und daraus

$$f(z) = 2t_b \cdot \sqrt{r_0 \cdot \left(\frac{1}{t_b} + \frac{1}{t_0}\right) + \frac{z}{t_b}} \quad .$$
(6.28)

Damit ergibt sich mit $z = r_n^* + r_0$ die Nachweisgrenze in DIN 25482-1 bei Zeitvorwahl zu

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \left(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\right) \cdot \sqrt{\mathbf{r}_{0} \cdot \left(\frac{1}{t_{0}} + \frac{1}{t_{b}}\right)} + \frac{1}{4} \cdot \left(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\right)^{2} \cdot \left(\frac{1}{t_{0}} + \frac{1}{t_{b}}\right).$$
(6.29)

Als Ansatz für die Berechnung der Vertrauensgrenzen benutzt man wieder eine Testgröße *T* nach Gl. 6.17. Daher wird, anders als bei Anwendung von DIN 25482-10, der Vertrauensbereich symmetrisch zum Erwartungswert liegen. Daher genügt es hier, exemplarisch nur eine Vertrauensgrenze abzuleiten. Die andere ergibt sich durch Substitution von $(1 - \gamma/2)$ durch $\gamma/2$, wobei zu beachten ist, daß $k_{\gamma/2} = -k_{1-g/2}$ ist.

Die Bedingung für die obere Grenze des Vertrauensbereichs r_u lautet:

$$P(\boldsymbol{r}_n - \overline{\boldsymbol{R}}_n \ge \boldsymbol{r}_{nu}^*) = 1 - \boldsymbol{g} / 2 \quad . \tag{6.30}$$

Dies ist äquivalent zu

$$P\left(\frac{\boldsymbol{r}_{n}-\overline{R}_{n}}{\sqrt{\boldsymbol{s}_{b}^{2}/n_{b}+\boldsymbol{s}_{0}^{2}/n_{0}}} \ge \frac{\boldsymbol{r}_{nu}^{*}}{\sqrt{\boldsymbol{s}_{b}^{2}/n_{b}+\boldsymbol{s}_{0}^{2}/n_{0}}}\right) = 1-\boldsymbol{g}/2$$
(6.31)

und man erhält

$$k_{1-g/2} = \frac{r_{nu}^* - \overline{R}_n}{\sqrt{s_b^2 / n_b + s_0^2 / n_0}}$$
(6.32)

bzw. umgeformt

$$\mathbf{r}_{nu}^{*} = \overline{R}_{n} + k_{1-\mathbf{g}/2} \cdot \sqrt{\mathbf{s}_{b}^{2}/n_{b} + \mathbf{s}_{0}^{2}/n_{0}} \quad .$$
(6.33)

Für Poisson-verteilte Meßwerte ergeben sich die Formeln aus DIN 25482-1 für zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungsbeitrages bei Zeitvorwahl

$$\mathbf{r}_{nl}^{*} = R_{n} - k_{\mathbf{g}/2} \cdot \sqrt{R_{b}/t_{b} + R_{0}/t_{0}} , \ \mathbf{r}_{nu}^{*} = R_{n} + k_{1-\mathbf{g}/2} \cdot \sqrt{R_{b}/t_{b} + R_{0}/t_{0}} .$$
(6.34)

Diese kurze Darstellung vermittelt zumindest einen Eindruck von der Komplexität der Ableitung charakteristischer Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen. Es ist darauf hinzuweisen, daß für die verschiedenen Anwendungen solcher Messungen jeweils neue statistische Untersuchungen erforderlich waren, um geeignete Modelle, Verteilungen und Teststatistiken zu entwickeln. Die in den folgenden Kapiteln angegebenen Formeln für die charakteristischen Grenzen sind ebenfalls Beleg für die Komplexität des Problems.

6.2 Berechnung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-1

Seien R_o und R_b die Zählraten der Untergrund- bzw. Probenmessung mit den jeweiligen Meßdauern t_0 und t_b und k_{1-a} , k_{1-b} , $k_{1-g/2}$ die Quantile der standardisierten Normalverteilung für die Wahrscheinlichkeiten **a**, **b** und 1-**g**, so berechnen sich bei **Zeitvorwahl** die **Erkennungsgrenze** nach Gl. 6.35:

$$R_n^* = \frac{1}{2t_0} \cdot k_{1-a}^2 \cdot \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot R_0 \cdot t_0}{k_{1-a}^2} \left(1 + \frac{t_0}{t_b} \right)} \right) \,. \tag{6.35}$$

Die *Nachweisgrenze* ergibt sich nach Gl. 6.36, wobei bei der Berechnung der wahre Wert r_0 der Untergrundzählrate durch R_o angenähert wird:

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \left(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\right) \cdot \sqrt{\mathbf{r}_{0} \cdot \left(\frac{1}{t_{0}} + \frac{1}{t_{b}}\right) + \frac{1}{4} \cdot \left(k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\right)^{2} \cdot \left(\frac{1}{t_{0}} + \frac{1}{t_{b}}\right)} \cdot (6.36)$$

Die *Vertrauensgrenzen*, r_l und r_u , sind nach Gl. 6.37 zu berechnen:

$$\mathbf{r}_{l} = R_{n} - k_{1} - \mathbf{g}/2 \cdot \sqrt{\frac{R_{0}}{t_{0}} + \frac{R_{b}}{t_{b}}} ; \mathbf{r}_{u} = R_{n} + k_{1} - \mathbf{g}/2 \cdot \sqrt{\frac{R_{0}}{t_{0}} + \frac{R_{b}}{t_{b}}} .$$
 (6.37)

DIN 25482-1 bietet auch Formeln für die **Berechnung charakteristischer Grenzen bei zäh**lenden Messungen mit Impulsvorwahl an. Eine Vorwahl der Impulse N_0 und N_b als Kriterium zur Beendigung der Messungen wird vielfach dann gewählt, wenn eine bestimmte statistische Unsicherheit der Meßergebnisse hinreichend ist und gleichzeitig eine optimale Nutzung der verfügbaren Meßzeit eines Detektors erreicht werden soll. Die Nettozählrate r_n wird dann nach dem Modell

$$\mathbf{r}_n = \frac{n_b}{\mathbf{t}_b} - \frac{n_0}{\mathbf{t}_0} = \frac{1}{\mathbf{t}_b} \cdot \left(n_b - q \cdot n_0 \right) \quad \text{mit} \quad q = \mathbf{t}_b / \mathbf{t}_0 \tag{6.38}$$

berechnet und erhält mit den Meßergebnissen t_b und t_0 den Meßwert der Nettozählrate R_n nach Gl. 6.39:

$$R_n = \frac{n_b}{t_b} - \frac{n_0}{t_0} = \frac{1}{t_b} \cdot \left(n_b - q \cdot n_0 \right) \quad mit \quad q = t_b/t_0 \quad . \tag{6.39}$$

 t_b und t_0 sind die wahren Werte der Meßdauern, die erforderlich sind, um bei Impulsvorwahl die bei der Brutto- bzw. Nulleffektmessung die vorgewählten Anzahlen n_b und n_0 der Zählereignisse zu erreichen. Durch die Messungen erhält man die Schätzwerte t_b und t_0 dieser wahren Werte t_b bzw. t_0 .

In DIN 25482-1 werden die charakteristischen Grenzen für den Quotienten q angegeben und damit entschieden, welche Meßdauern t_b und t_0 sich signifikant unterscheiden bzw. welcher Bereich dieser Quotienten den wahren Wert des Quotienten mit einem vorgewählten Konfidenzniveau enthält.

Das führt zur Berechnung der *Erkennungsgrenze* $\left(\frac{t_b}{t_0}\right)^*$ nach Gl. 6.40:

$$\left(\frac{t_b}{t_0}\right)^* = \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{1}{F(n_b, n_0, 1 - \boldsymbol{a})} \quad . \tag{6.40}$$

Die *Nachweisgrenze* berechnet man in diesem Fall mit $\frac{\mathbf{r}_b}{\mathbf{r}_0} = \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{\mathbf{t}_0}{\mathbf{t}_b}$ nach Gl. 6.41:

$$\left(\frac{\boldsymbol{r}_b}{\boldsymbol{r}_0}\right)^* = F(n_0, n_b, 1 - \boldsymbol{b}) \cdot F(n_b, n_0, 1 - \boldsymbol{a}) \quad .$$
(6.41)

Die Vertrauensgrenzen $\left(\frac{r_b}{r_0}\right)_l$ und $\left(\frac{r_b}{r_0}\right)_u$ werden nach Gl. 6.42 und 6.43 berechnet.

$$\left(\frac{\boldsymbol{r}_b}{\boldsymbol{r}_0}\right)_l = \frac{1}{F(n_b, n_0, 1 - \boldsymbol{g}/2)} \cdot \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{t_0}{t_b}$$
(6.42)

$$\left(\frac{\mathbf{r}_b}{\mathbf{r}_0}\right)_{\mathcal{U}} = F(n_0, n_b, 1 - \mathbf{g}/2) \cdot \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{t_0}{t_b}$$
(6.43)

In Gl. 6.40 – 6.43 sind die $F(n_b, n_0, 1-a)$, $F(n_0, n_b, 1-b)$, $F(n_0, n_b, 1-g'2)$ und $F(n_b, n_0, 1-g'2)$ die Quantile der *F*-Verteilung, die in DIN 25482-1 in den Tabellen 3 und 4 angegeben sind. Auf einfachere Näherungsformeln für die charakteristischen Grenzen und eine umfangreiche Diskussion der Anwendungsbereiche soll hier nicht näher eingegangen werden. Es wird dazu ebenfalls auf DIN 25482-1 verwiesen.

Abschließend soll noch auf praktische Aspekte bei der Wahl der Irrtumswahrscheinlichkeiten a und b bei Radioaktivitätsmessungen eingegangen werden. Kleine Werte von a bedeuten eine geringe Wahrscheinlichkeit für die Fehlentscheidung, daß Aktivität in einer Probe festgestellt wird, obwohl sie nicht vorhanden ist. Kleine Werte von b bedeuten eine geringe Wahrscheinlichkeit für die Fehlentscheidung, daß keine Aktivität in einer Probe festgestellt wird, obwohl sie vorhanden ist. a und b sind daher so zu wählen, daß bei einer Meßaufgabe im Strahlenschutz die dem Schutzziel oder dem Zweck der Messung entgegenstehenden Fehlentscheidung unerläßlich, da kleine Irrtumswahrscheinlichkeiten auch größeren Meßaufwand, z.B. Meßdauern, erfordern, wenn ein Meßverfahren dem Meßzweck im Sinne vorgegebener Richtwerte, mit denen die Nachweisgrenze zu vergleichen ist, genügen soll.

6.3 Beispiel: Dichtheitsprüfung mittels Wischtest

Als Beispiel für die Anwendung von DIN 25482-1 auf eine zählende Kernstrahlungsmessung mit Zeitvorwahl und ohne Berücksichtigung des Einflusses von Probenbehandlungsverfahren wird hier die Dichtheitsprüfung einer umschlossenen Radionuklid-Strahlungsquelle mittels eines Wischtestes beschrieben. Dazu wird von der Strahlenquelle eine Wischprobe genommen und diese mit einem kalibrierten Meßgerät gemessen. Das Ergebnis dieser Bruttomessung wird mit dem einer unabhängigen Nulleffektmessung verglichen.

Vor Beginn des Tests wurden die Wahrscheinlichkeiten für die Fehler 1. und 2. Art sowie das Vertrauensniveau festgelegt. Mit den gewählten Wahrscheinlichkeiten $\alpha = \beta = 5$ % und $\gamma = 95$ % ergeben sich nach Tab. A.1 im Anhang die Quantile der Standardnormalverteilung k_{1- α}, k_{1- β} = 1.645 und k_{1- $\gamma/2} = 1.96$. Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Meßgeräts *e* sei vorab bestimmt worden zu *e* = 0.47. Für die Beurteilung des Meßverfahrens wird ein Richtwert von 200 Bq angenommen.</sub>

Anmerkung 1: Bei Anwendung von DIN 25482-1 kann die Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit, die aus der Unsicherheit des Kalibrierstrahlers herrührt, nicht berücksichtigt werden, da sie durch mehrfach wiederholte Messungen mittels konventioneller Statistik nicht erfaßt werden kann. Daher wird hier angenommen, daß die Nachweiswahrscheinlichkeit mit hinreichend hoher statistischer Genauigkeit bestimmt wurde, so daß die aus der Statistik der Zählung herrührende Unsicherheit vernachlässigbar ist. Eine exakte Behandlung dieses Problems unter Einschluß aller Quellen der Meßunsicherheit wird erst mit DIN 25482-10 auf der Grundlage der Bayes-Statistik möglich sein (Kapitel 11).

Die Messung des Nulleffekts mit einer Meßdauer von $t_o = 1800$ s ergab $n_o = 1652$ gezählte Impulse. Damit ergibt sich eine Nulleffektzählrate $R_o = 0.92$ s⁻¹, die als Schätzung des wahren Wertes der Nulleffektzählrate \mathbf{r}_o herangezogen wird.

Zur Verdeutlichung des Einflusses der gewählten Meßdauer auf die charakteristischen Grenzen werden hier drei Messungen des Bruttoeffekts behandelt. Mit Meßdauern $t_b = 60, 600$ und 1800 s ergaben sich jeweils $n_b = 2861, 28612$ und 85863 gezählte Impulse.

Für die Meßdauer $t_b = 600$ s berechnet man eine Bruttoeffektzählrate $R_b = 47.7$ s⁻¹ und eine Nettoeffektzählrate $R_n = R_b - R_o = 46.78$ s⁻¹.

Anmerkung 2: In den Beispielen werden teilweise Zahlenwerte mit größerer Stellenzahl angegeben als ihrer Unsicherheit entspricht oder als es im Kontext der Aufgabe sinnvoll ist. Dies soll lediglich das Nachrechnen von Beispielen durch das Vermeiden von Rundungsfehlern erleichtern.

Mit Gl. 6.35 berechnet man die Erkennungsgrenze für die Aktivität der Wischprobe A_n^* mit diesen Daten nach Gl. 6.44 zu:

$$A_n^* = \frac{R_n^*}{e} = \frac{1}{0.47} \cdot \frac{1.645^2}{2 \cdot 1800} \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot 0.92 \cdot 1800}{1.645^2} \cdot \left(1 + \frac{1800}{600}\right)} \right) = 0.160 \quad \text{Bq} \quad (6.44)$$

Mit Gl. 6.36 ergibt sich die Nachweisgrenze für die Aktivitätsbestimmung der Wischprobe a_n^* nach Gl. 6.45 zu:

$$\mathbf{a}_{n}^{*} = \frac{\mathbf{r}_{n}^{*}}{\mathbf{e}} = \frac{1}{0.47} \cdot \left(3.29 \cdot \sqrt{0.92 \cdot \left(\frac{1}{1800} + \frac{1}{600}\right)} + \frac{3.29^{2}}{4} \cdot \left(\frac{1}{1800} + \frac{1}{600}\right) \right) = 0.330 \quad \text{Bq} \quad (6.45)$$

Da die Anzahl der gezählten Impulse größer als 100 ist, kann man nach DIN 25482-1 auch die Näherungsformeln nach Gl. 6.46 und 6.47 benutzen. Damit erhält man

für die Erkennungsgrenze

$$A_n^* = \frac{1.645}{0.47} \cdot \sqrt{0.92 \cdot \left(\frac{1}{1800} + \frac{1}{600}\right)} = 0.160 \text{ Bq}$$
(6.46)

und für die Nachweisgrenze

$$a_n^* = \frac{3.29}{0.47} \cdot \sqrt{0.92 \cdot \left(\frac{1}{1800} + \frac{1}{600}\right)} = 0.320 \text{ Bq}.$$
 (6.47)

Die *Vertrauensgrenzen* berechnet man mit Gl. 6.36 nach Gl. 6.48 und erhält so für $t_0 = 1800$ s, $t_b = 600$ s

$$\mathbf{a}_{l}, \mathbf{a}_{u} = \frac{1}{0.47} \cdot \left(46.78 \pm 1.96 \cdot \sqrt{\frac{0.92}{1800} + \frac{47.7}{600}} \right) \text{ Bq} = (99.6 \pm 1.2) \text{ Bq}.$$
 (6.48)

Diesen Vertrauensgrenzen definieren einen Vertrauensbereich 98.4 Bq $\leq A(\mathbf{r}_n) \leq 100.8$ Bq, so daß das vollständige Ergebnis der Messung der Nettoaktivität der Wischprobe mit einer erweiterten Meßunsicherheit (Erweiterungsfaktor 1.96) A_n = (99.6 ± 1.2) Bq lautet.

Wird auch die Wischprobe 1800 s gemessen, erhält man mit $t_b = t_o = 1800$ s für die *Erken-nungsgrenze*

$$A_n^* = \frac{1.645}{0.47} \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot 0.92}{1800}} = 0.112 \text{ Bq},$$
 (6.49)

für die Nachweisgrenze

$$a_n^* = \frac{3.29}{0.47} \cdot \sqrt{\frac{2 \cdot 0.92}{1800}} = 0.224$$
 Bq (6.50)

und für die Vertrauensgrenzen

$$\mathbf{a}_{l}, \mathbf{a}_{u} = \frac{1}{0.47} \cdot \left(46.78 \pm 1.96 \cdot \sqrt{\frac{0.92}{1800} + \frac{47.7}{1800}} \right) \text{ Bq} = (99.6 \pm 0.7) \text{ Bq}.$$
 (6.51)

Tab. 6.1: Ergebnisse der	Dichtheitsprüfung mittel	s Wischtest für $\alpha =$	$\beta = 5 \%$ und ⁻	y = 95 %.
U	1 0			

Kenngröße	Meßbedingungen		
Meßdauern	$t_{o} = 1800 \text{ s}$ $t_{b} = 60 \text{ s}$	$t_{o} = 1800 s$ $t_{b} = 600 s$	$t_{o} = 1800 \text{ s}$ $t_{b} = 1800 \text{ s}$
Meßwerte	$n_0 = 1652$ $n_b = 2861$	$n_0 = 1652$ $n_b = 28612$	$n_0 = 1652$ $n_b = 85863$
Zählraten	$\begin{array}{rl} R_0 = & 0.92 \ \text{s}^{-1} \\ R_b = 47.68 \ \text{s}^{-1} \\ R_n = 46.77 \ \text{s}^{-1} \end{array}$	$\begin{aligned} R_0 &= 0.92 \text{ s}^{-1} \\ R_b &= 47.69 \text{ s}^{-1} \\ R_n &= 46.78 \text{ s}^{-1} \end{aligned}$	$\begin{array}{rl} R_0 = & 0.92 \ \text{s}^{-1} \\ R_b = 47.70 \ \text{s}^{-1} \\ R_n = 46.78 \ \text{s}^{-1} \end{array}$
Erkennungsgrenze	0.442 Bq	0.160 Bq	0.112 Bq
Nachweisgrenze	0.824 Bq	0.330 Bq	0.224 Bq
Ergebnis und zugehörige erweiterte Standardunsi- cherheit ($k = 1.96$)	(99.6 ± 1.9) Bq	(99.6 ± 1.2) Bq	(99.6 ± 0.7) Bq
Vertrauensgrenzen	97.7 Bq, 101.5 Bq	98.4 Bq, 100.8 Bq	98.9 Bq, 100.3 Bq

Tab. 6.1 gibt eine Zusammenfassung der Ergebnisse für das Beispiel Dichtheitsprüfung mit Wischprobe für alle drei unterschiedlichen Meßbedingungen. In allen drei Fällen ist die Nachweisgrenze kleiner als der Richtwert, so daß das Meßverfahren immer dem Meßzweck genügt. Klar ersichtlich ist der Einfluß der Meßdauer der Bruttomessung auf alle charakteristischen Grenzen und die Standardmeßunsicherheit. Es zeigt sich die prinzipielle Möglichkeit, in Fällen, in denen die Nachweisgrenze höher ist als der Richtwert und das Meßverfahren demnach dem Meßzweck nicht genügt, durch eine Vergrößerung der Meßdauer zu einer erfolgreichen Messung zu kommen.

6.4 Beispiel: Messung einer Abfallprobe

Als zweites Beispiel für die Anwendung von DIN 25482-1 wird die Messung einer Abfallprobe ohne Berücksichtigung der Probenbehandlungs- und der Probennahmeeinflüsse behandelt. Es handelt sich dabei um ein Beispiel, das im Beiblatt zu DIN 25482-6 und in Kapitel 9.3 als Beispiel für gerade diese hier vernachlässigten Einflüsse genutzt wird. Es wird hier nach DIN 25482-1 behandelt, um damit Vergleichsdaten für die spätere vollständige Behandlung des Problems in Kapitel 9.3 zu gewinnen.

Aus einem Abfallgebinde des Beispiels in Kapitel 9.3, wird eine einzelne Probe möglicherweise radioaktiven Abfalls entnommen und zählend mit Zeitvorwahl gemessen, um zu überprüfen, ob das Abfallgebinde aus dem Atomrecht entlassen und als nicht radioaktiver Abfall angesehen werden kann.

Zu Beginn der Untersuchung wurden die Wahrscheinlichkeiten für die Fehler 1. und 2. Art sowie das Vertrauensniveau festgelegt. In diesem Fall werden andere Wahrscheinlichkeiten als im vorangehenden Beispiel gewählt. Während **a** wie oben mit 5 % angenommen wird, wird für **b** nur eine Wahrscheinlichkeit von 0.1 % und für **g** das hohe Konfidenzniveau von 99.8 % gewählt. Dies soll sicherstellen, daß eine ungerechtfertigte Entlassung des Abfalls auf die Deponie mit hoher Wahrscheinlichkeit vermieden wird. Mit den gewählten Wahrscheinlichkeiten sich nach Tab. A.1 im Anhang die Quantile der Standardnormalverteilung $k_{1-\alpha} = 1.645$, $k_{1-\beta} = 3.090$ und $k_{1-\gamma/2} = 3.090$.

Der Kalibrierfaktor des benutzten Meßgeräts e wurde vorab zu e = 0.018 bestimmt. Für die Beurteilung des Meßverfahrens wird ein Richtwert von 50 Bq/kg angenommen.

Der Nulleffekt der Meßeinrichtung wurde mit einer Meßdauer $t_o = 7200$ s gemessen und ergab $n_o = 256$ Impulse. Dies entspricht einer Nulleffektzählrate $R_o = 0.036$ s⁻¹, die als Schätzwert für den wahren Wert der Nulleffektzählrate \mathbf{r}_o benutzt wird.

Bei der Messung des Bruttoeffekt wurde bei einer Probenmasse von m = 750 g und einer Meßdauer $t_b = 3600$ s eine Impulsanzahl $n_b = 779$ gemessen. Dies entspricht einer Bruttoffektzählrate $R_b = 0.22$ s⁻¹ und man erhält als Nettoeffektzählrate $R_n = R_b - R_0 = 0.184$ s⁻¹.

Mit Gl. 6.35 berechnet man die *Erkennungsgrenze* für die massenbezogene Nettoaktivität A_n^* der Abfallprobe nach Gl. 6.52 zu

$$A_n^* = \frac{R_n^*}{\boldsymbol{e} \cdot \boldsymbol{m}} = \frac{1}{0.018 \cdot 750} \cdot \frac{1.645^2}{2 \cdot 7200} \cdot \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot 0.036 \cdot 7200}{1,645^2} \cdot \left(1 + \frac{7200}{3600}\right)}\right) = 0.5 \text{ mBq/g}.$$
(6.52)

Mit Gl. 6.36 berechnet man die *Nachweisgrenze* a_n^* nach Gl. 6.53

$$\mathbf{a}_{n}^{*} = \frac{\mathbf{r}_{n}^{*}}{\mathbf{e} \cdot m} = \frac{1}{0.018 \cdot 750} \cdot \left(\frac{(1.645 + 3.09) \cdot \sqrt{0.036 \cdot \left(\frac{1}{7200} + \frac{1}{3600}\right)}}{4 \cdot \left(\frac{1}{7200} + \frac{1}{3600}\right)} \right) = 1.5 \text{ mBq/g.} \quad (6.53)$$

Die Vertrauensgrenzen werden mit Gl. 6.37 nach Gl. 6.54 berechnet zu

$$\boldsymbol{a}_{l}, \boldsymbol{a}_{u} = \frac{1}{0.018 \cdot 750} \cdot \left(0.184 \pm \sqrt{\frac{0.036}{7200} + \frac{0.22}{3600}} \right) \text{ mBq/g} .$$
 (6.54)

Damit erhält man einen Vertrauensbereich 12 mBq/g $\leq A(\mathbf{r}_n) \leq 16$ mBq/g und ein vollständiges Ergebnis der Messung der Nettoaktivität der Abfallprobe mit einer erweiterten Meßunsicherheit $A_n = (14 \pm 2)$ mBq/g (Erweiterungsfaktor = 1.96). Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet. Es wurde eine massenbezogene Aktivität oberhalb der Erkennungsgrenze festgestellt. Die Ergebnisse werden erst später in Kapitel 9.3 diskutiert und weiter benutzt.

6.5 Beispiel: Zählende Messung einer Wischprobe mit Impulsvorwahl

Für eine effektivere Nutzung der Gesamtmeßzeit wird vielfach Impulsvorwahl bei der Messung genutzt, die damit den statistischen Fehler der interessierenden Impulsanzahlen festlegt. Auch für diesen Fall gibt DIN 25482-1 Anleitung zur Bestimmung der charakteristischen Grenzen.

Als Beispiel für die Anwendung von DIN 25482-1 auf eine zählende Kernstrahlungsmessung mit Impulsvorwahl ohne Berücksichtigung des Einflusses von Probenbehandlungsverfahren wird hier wie in Kapitel 6.3 die Dichtheitsprüfung einer umschlossenen Radionuklid-Strahlungsquelle mittels eines Wischtestes beschrieben. Dazu wird von der Strahlenquelle eine Wischprobe genommen und diese mit einem kalibrierten Meßgerät gemessen. Das Ergebnis dieser Bruttomessung wird mit dem einer unabhängigen Nulleffektmessung verglichen.

Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Meßgeräts e sei vorab bestimmt worden zu e = 0.47. Für die Beurteilung des Meßverfahrens wird ein Richtwert von 200 Bq angenommen.

Vor Beginn des Tests wurden die Wahrscheinlichkeiten für die Fehler 1. und 2. Art und das Vertrauensniveau mit a = b = 5 % und g = 95 % festgelegt und die maximalen Impulsanzah-

len der Nulleffektmessung n_o und der Bruttoeffektmessung n_b vorgewählt. In diesem Beispiel sei $n_0 = 10000$. Es werden drei Varianten der Impulsvorwahl für die Bruttoeffektmessung behandelt: $n_b = 1000$, 5000 und 10000.

Mit diesen Festlegungen kann man die benötigten Quantile der *F*-Verteilung den Tabellen 3 und 4 aus DIN 25482-1 entnehmen. Die Zahlenwerte der Quantile $F(n_b, n_0, 1-a)$, $F(n_0, n_b, 1-b)$, $F(n_0, n_b, 1-g'2)$ und $F(n_b, n_0, 1-g'2)$ sind für dieses Beispiel in Tab. 6.2 zusammengestellt. Tab. 6.3 faßt die bei den Messungen erhaltenen Meßdauern und die abgeleiteten Impulsraten zusammen.

F- Faktor	$n_b = 1000$	$n_b = 5000$	$n_b = 10000$
	$n_0 = 10000$	$n_0 = 10000$	$n_0 = 10000$
$F(n_b, n_0, 1 - a)$	1.0561	1.0290	1.0235
$F(n_0, n_b, 1 - b)$	1.0553	1.0288	1.0235
$F(n_b, n_0, 1 - g'2)$	1.0681	1.0346	1.0281
$F(n_0, n_b, 1 - g/2)$	1.0662	1.0344	1.0281

Tab. 6.2: Quantile der *F*-Verteilung zu den Wahrscheinlichkeiten 1- **a**, 1- **b** und 1-**g**/2 und den vorgewählten maximalen Impulsanzahlen n_0 und n_b : $F(n_b, n_0, 1-\mathbf{g}/2)$ $F(n_b, n_0, 1-\mathbf{a})$, $F(n_0, n_b, 1-\mathbf{b})$, $F(n_0, n_b, 1-\mathbf{g}/2)$ und $F(n_b, n_0, 1-\mathbf{g}/2)$

Tab. 6.3: Meßdauern und abgeleitete Impulsraten, die bei einer Messung des Nulleffekts mit Impulsvorwahl von 10000 Impulsen und bei drei Messungen des Bruttoeffekts mit vorgewählten Impulsanzahlen von 1000, 5000 und 10000 ermittelt wurden.

Größe	Vorwahl	Ermittelte	Abgeleitete
	Impulse	Meßdauer	Impulsrate
Nulleffekt	$n_0 = 10000$	$t_0 = 10896 \text{ s}$	$R_0 = 0.92 \text{ s}^{-1}$
Bruttoeffekt	$n_b = 1000$	$t_b = 21 \text{ s}$	$R_b = 47.6 \text{ s}^{-1}$
Bruttoeffekt	$n_b = 5000$	$t_b = 105 \text{ s}$	$R_b = 47.6 \text{ s}^{-1}$
Bruttoeffekt	$n_b = 10000$	$t_b = 211 \text{ s}$	$R_b = 47.4 \text{ s}^{-1}$

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen wird exemplarisch für den Fall $n_b = 1000$ durchgeführt. Die Ergebnisse für die anderen Fälle sind in Tab. 6.4 zusammengestellt.

Mit Gleichung 6.40 erhält man
$$\left(\frac{t_b}{t_0}\right)^* = \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{1}{F(n_b, n_0, 1 - \boldsymbol{a})} = \frac{1000}{10000 \cdot 1.0561} = 0.0947$$
(6.55)

und daraus mit $t_0 = 10896$ s als Erkennungsgrenze für die Meßzeit des Bruttoeffekts

$$t_b^* = 1031.85 \text{ s.}$$
 (6.56)

Als Erkennungsgrenze für den Quotienten der Brutto- und Nettozählraten erhält man

$$\left(\frac{R_b}{R_0}\right)^* = \frac{n_b}{n_0} \left/ \left(\frac{t_b}{t_0}\right)^* = F(n_b, n_0, 1 - \boldsymbol{a}) = 1.0561 \quad .$$
(6.57)

Mit der vorgewählten Impulsanzahl der Bruttoeffektmessung $n_b = 1000$ erhält man als Erkennungsgrenze der Bruttoeffektzählrate

$$R_b^* = n_b / t_b^* = 1000/1031.85 \text{ s}^{-1} = 0.972 \text{ s}^{-1}$$
 (6.57)

und als *Erkennungsgrenze der Nettozählrate* mit R₀ aus Tab. 6.3

$$R_n^* = R_b^* - R_0 = (0.972 - 0.92) \text{ s}^{-1} = 0.052 \text{ s}^{-1}$$
(6.58)

und daraus die Erkennungsgrenze für die Nettoaktivität

$$A_n^* = \frac{R_n^*}{e} = 0.052/0.47 \text{ Bq} = 0.11 \text{ Bq}$$
 (6.59)

Mit den Daten aus Tabelle 6.3 erhält man

$$R_n = R_b - R_0 = (47.6 - 0.92) \text{ s}^{-1} = 46.68 \text{ s}^{-1} \text{ und } A_n = R_n/\epsilon = 99.3 \text{ Bq}.$$
 (6.60)

Da die Nettoaktivität größer ist als die Erkennungsgrenze, wurde ein Aktivität der Wischprobe über dem Untergrund erkannt.

Die Nachweisgrenze für den Quotienten der Brutto- und Nettozählraten berechnet man in nach Gl. 6.41 zu

$$\left(\frac{\boldsymbol{r}_b}{\boldsymbol{r}_0}\right)^* = F(n_0, n_b, 1 - \boldsymbol{b}) \cdot F(n_b, n_0, 1 - \boldsymbol{a}) = 1.0561 \cdot 1.0553 = 1.115 \quad . \tag{6.61}$$

Mit der Nulleffektzählrate aus Tab. 6.3 als Schätzer für \mathbf{r}_0 erhält man die Nachweisgrenze der Bruttozählrate

$$r_b^* = 1.0258 \, \mathrm{s}^{-1}$$
 , (6.62)

die Nachweisgrenze der Nettozählrate

$$\boldsymbol{r}_n^* = 0.105 \, \mathrm{s}^{-1} \tag{6.63}$$

und schließlich die Nachweisgrenze der Nettoaktivität

$$a_n^* = r_n^* / e = (0.105/0.47) \text{ Bq} = 0.225 \text{ Bq}$$
 (6.64)

Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet.

In diesem Fall berechnet man die Vertrauensgrenzen $\left(\frac{r_b}{r_0}\right)_l$ und $\left(\frac{r_b}{r_0}\right)_u$ nach Gl. 6.42 und 6.42 is

6.43 :

$$\left(\frac{\mathbf{r}_b}{\mathbf{r}_0}\right)_l = \frac{1}{F(n_b, n_0, 1 - \mathbf{g}/2)} \cdot \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{t_0}{t_b} = \frac{1000 \cdot 10896}{1.0681 \cdot 10000 \cdot 21} = 48.578$$
(6.65)

und

$$\left(\frac{\mathbf{r}_b}{\mathbf{r}_0}\right)_{u} = F(n_0, n_b, 1 - \mathbf{g}/2) \cdot \frac{n_b}{n_0} \cdot \frac{t_0}{t_b} = \frac{1.0662 \cdot 1000 \cdot 10896}{10000 \cdot 21} = 55.321 .$$
(6.66)

Daraus erhält man mit der Zählrate des Nulleffekts aus Tab. 6.3 als Schätzer des wahren Wertes der Nulleffektzählrate r_0 die Vertrauensgrenzen für die Bruttozählrate

$$\mathbf{r}_{b,l} = R_0 \cdot \left(\frac{\mathbf{r}_b}{\mathbf{r}_0}\right)_l = 0.92 \cdot 48.578 \,\mathrm{s}^{-1} = 44.7 \,\mathrm{s}^{-1}$$
 (6.67)

und

$$\mathbf{r}_{b,u} = R_0 \cdot \left(\frac{\mathbf{r}_b}{\mathbf{r}_0}\right)_u = 0.92 \cdot 55.321 \,\mathrm{s}^{-1} = 50.9 \,\mathrm{s}^{-1}$$
(6.68)

und daraus die Vertrauensgrenzen der Nettozählrate

$$\mathbf{r}_{n,l} = \mathbf{r}_{b,l} - R_0 = 43.78 \,\mathrm{s}^{-1} \,\mathrm{und} \,\mathbf{r}_{n,u} = \mathbf{r}_{b,u} - R_0 = 49.98 \,\mathrm{s}^{-1}$$
 (6.69)

und schließlich die Vertrauensgrenzen für die Nettoaktivität

$$a_{n,l} = r_{n,l} / e = 93 \text{ Bq und } a_{u,l} = r_{u,l} / e = 106 \text{ Bq}$$
 (6.70)

Das Endergebnis lautet für die Nettoaktivität mit der erweiterten Standardmeßunsicherheit (Erweiterungsfaktor 1.96)

$$A_n = (99 \pm 7) Bq$$
 . (6.71)

Tab. 6.4: Zusammenfassung der Ergebnisse für drei verschiedene Kombinationen von n_0 und n_b bei der Dichtheitsprüfung mit zählender Messung mit Impulsvorwahl.

Kenngröße	$n_b = 1000$	$N_b = 5000$	$n_b = 10000$
	$n_0 = 10000$	$N_0 = 10000$	$n_0 = 10000$
Erkennungsgrenze	0.11 Bq	0.058 Bq	0.047 Bq
Nachweisgrenze	0.22 Bq	0.115 Bq	0.094 Bq
Untere Grenze des Vertrauensbereichs	92 Bq	95 Bq	96 Bq
Obere Grenze des Vertrauensbereichs	106 Bq	103 Bq	102 Bq
Ergebnis und erwei- terte Meßunsicherheit	(99±7) Bq	(99±4) Bq	(99±3) Bq

7. Charakteristische Grenzen bei Messungen mit linearen, analog arbeitenden Ratemetern

7.1 Grundlagen

Die für die Berechnung der charakteristischen Grenzen benötigte Varianz der Verteilung der Meßwerte der Zählraten ergibt sich beim linearen, analog arbeitenden Ratemeter nach Campbell und Francis [Cam46] als $s^2(r) = r/(2t)$, wobei t die Zeitkonstante des Ratemeters ist.

Beim linearen, analog arbeitenden Ratemeter wird jeder Impuls des Detektors in eine standardisierte Ladung q umgewandelt, die zur Ladung Q eines Kondensators mit der Kapazität Chinzugefügt wird. Der Kondensator ist über einen Arbeitswiderstand R kurzgeschlossen. Die Ladung des Kondensators kann kontinuierlich ausgelesen werden entweder durch Messung der Potentialdifferenz V zwischen den Platten des Kondensators mit einem Voltmeter

$$V = \frac{Q}{C} \tag{7.1}$$

oder durch eine Strommessung des Stroms i durch den Arbeitswiderstand R

$$i = \frac{V}{R} = \frac{Q}{R \cdot C} \quad . \tag{7.2}$$

Die statistische Interpretation der Ablesungen des Ratemeters als Folge zufällig verteilter Impulse im Detektor erfordert eine spezielle Theorie, da das integrierende und mittelnde RC-Glied eine exponentielle Abhängigkeit aufeinander folgender Ablesungen von allen vorhergehenden Impulsen erzeugt [Sch36, Kip46].

Angenommen, die Ladung Q des Kondensators sei null zur Zeit t = 0, bei der eine Strahlenquelle beginnt, zufällig verteilte Impulse mit einer konstante Impulsrate \mathbf{r} zu erzeugen. Die mittlere Anzahl von Impulsen im Zeitintervall [t, t+dt] ist dann $\mathbf{r} \times dt$ und der erwartete Ladungszuwachs in diesem Zeitintervall ist $q \times \mathbf{r} \times dt$. Wenn dieses Inkrement zu einem späteren Zeitpunkt t_0 ausgelesen wird, wird dieses Ladungsinkrement wegen des Abflusses der Ladung über den Widerstand mit der Zeitkonstante $\mathbf{t} = R \times C$ des Stromkreises auf den Wert $q \cdot \mathbf{r} \cdot \exp(-(t_0 - t)/R \cdot C) dt$ abgefallen sein. Damit erhält man als Erwartungswert der mittleren Ladung Q_m für jede Zeit t_0

$$Q_m(t_0) = \int_0^{t_0} q \cdot \mathbf{r} \cdot \exp(-(t_0 - t)/t) dt = q \cdot \mathbf{r} \cdot \mathbf{t} \cdot (1 - \exp(-t_0/t)) .$$
(7.3)

Für Zeiten $t_0 >> t$ erreicht die mittlere Ladung Q_m eine Gleichgewichtsladung mit dem Wert

$$Q_m = q \cdot \mathbf{r} \cdot \mathbf{t} \quad . \tag{7.4}$$

Diese mittlere Gleichgewichtsladung Q_m ist also gleich der spezifischen Ladung pro Impuls mal der mittleren Anzahl der Impulse, die während einer Zeitkonstante t vom Detektor erfaßt wird.

Zur Berechnung der charakteristischen Grenzen benötigt man die Varianz $s^2(Q)$ der Ladung auf dem Kondensator bei einmaliger Ablesung des Ratemeters im Gleichgewicht ($t_0 >> t$). Zwar ist die mittlere Ladung Q_m nach Gl. 7.4 gegeben, die tatsächliche Ladung Q, die beobachtet wird bei einer einzelnen Ablesung, wird aber mit einer Standardabweichung s(Q) um diesen Wert Q_m variieren. Da r eine Zufallsvariable ist, die einen Poisson-Prozess beschreibt, wird die Zahl der Impulse rxdt, die in einem Zeitintervall dt zwischen t und t+dt beobachtet wird, ebenfalls Poisson-verteilt sein mit der Standardabweichung $(rxdt)^{1/2}$. Dann ist die Standardabweichung des Ladungsinkrements $q \cdot (rxdt)^{1/2}$. Wenn dies Inkrement zu einem späteren Zeitpunkt t_0 beobachtet wird, wird diese Abweichung einen Beitrag zur Abweichung von Qvon Q_m von $q \cdot (r \cdot dt)^{1/2} \cdot \exp(-(t_0 - t)/t)$ leisten. Alle solche Beiträge zur Variation sind statistisch unabhängig. Daher kann die gesamte dadurch verursachte Unsicherheit aus den individuellen Unsicherheiten nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz berechnet werden. Man erhält so die Varianz $s^2(Q)$ der Ladung Q auf dem Kondensator des Ratemeters, das zum Zeitpunkt t_0 ausgelesen wird als

$$\boldsymbol{s}^{2}(\boldsymbol{Q}) = \int_{0}^{t_{0}} q^{2} \cdot \boldsymbol{r} \cdot \boldsymbol{t} \cdot \exp(-2(t_{0}-t)/t) = \frac{1}{2} \cdot q^{2} \cdot \boldsymbol{r} \cdot \boldsymbol{t} \quad .$$
(7.5)

Da nach Gl. 7.3 im Gleichgewicht die Zählrate $\mathbf{r} = Q_m / q \cdot \mathbf{t}$ nach Gl. 7.1 oder Gl. 7.2 gemessen wird, erhält man die Campbell'sche Gleichung für die Varianz der Zählratenanzeige des Ratemeters

$$\mathbf{s}^{2}(\mathbf{r}) = \mathbf{s}^{2}(Q)/(q \cdot \mathbf{t})^{2} = \frac{1}{2} \cdot q^{2} \cdot \mathbf{r} \cdot \mathbf{t} / (q \cdot \mathbf{t})^{2} = \frac{\mathbf{r}}{2\mathbf{t}} \quad .$$
(7.6)

Eine ausführlichere Darstellung der statistischen Probleme bei Ratemetermessungen, insbesonders in Bezug auf hier nicht behandelte Anwendungen, kann dem klassischen Lehrbuch von Evans [Eva55] entnommen werden.

7.2 Berechnung der charakteristischen Grenzen

Bei der Berechnung von charakteristischen Grenzen für lineare, analog arbeitende Ratemeter geht man in DIN 25482-3 davon aus, daß die Untergrundzählrate r_0 mit einer mindestens zehnmal längeren Zeitkonstante t_0 gemessen wird als die Bruttozählrate, die mit der kleineren Zeitkonstanten t gemessen wird. Daher kann der Beitrag der Nulleffektzählrate zur Varianz der Bruttozählrate vernachlässigt werden. Dann berechnet man die *Erkennungsgrenze* nach Gleichung 7.7:

$$R_n^* = k_{1-\boldsymbol{a}} \cdot \sqrt{\frac{\boldsymbol{r}_0}{2 \cdot \boldsymbol{t}} + \frac{\boldsymbol{r}_0}{2t_0}} \approx k_{1-\boldsymbol{a}} \cdot \sqrt{\frac{\boldsymbol{r}_0}{2 \cdot \boldsymbol{t}}} \approx k_{1-\boldsymbol{a}} \cdot \sqrt{\frac{R_0}{2 \cdot \boldsymbol{t}}} \quad .$$
(7.7)

Die *Nachweisgrenze* ergibt sich nach Gl 7.8, wobei bei der Berechnung der wahre Wert \mathbf{r}_0 der Untergrundzählrate durch R_o angenähert wird.

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \left[k_{1-\mathbf{a}} + k_{1-\mathbf{b}}\sqrt{1 + k_{1-\mathbf{a}} \cdot \sqrt{\frac{1}{2 \cdot \mathbf{r}_{0} \cdot \mathbf{t}}} + \frac{k_{1-\mathbf{b}}^{2}}{8 \cdot \mathbf{r}_{0} \cdot \mathbf{t}}}\right] \cdot \sqrt{\frac{\mathbf{r}_{0}}{2 \cdot \mathbf{t}}} + \frac{k_{1-\mathbf{b}}^{2}}{4 \cdot \mathbf{t}}$$
(7.8)

Für große Werte von $r_0 \cdot t$ kann Gl. 7.8 durch folgende grobe Näherung vereinfacht werden (Gl. 7.9).

$$\boldsymbol{r}_{n}^{*} = \left(k_{1-\boldsymbol{a}} + k_{1-\boldsymbol{b}}\right) \cdot \sqrt{\frac{\boldsymbol{r}_{0}}{2\boldsymbol{t}}} \approx \left(k_{1-\boldsymbol{a}} + k_{1-\boldsymbol{b}}\right) \cdot \sqrt{\frac{\boldsymbol{R}_{0}}{2\boldsymbol{t}}}$$
(7.9)

Die Vertrauensgrenzen, r_l und r_u , sind nach Gl. 7.10 zu berechnen.

$$\mathbf{r}_{l} = R_{n} - k_{1} - \mathbf{g}/2 \sqrt{\frac{R_{b}}{2t}} ; \quad \mathbf{r}_{u} = R_{n} + k_{1} - \mathbf{g}/2 \sqrt{\frac{R_{b}}{2t}}$$
(7.10)

7.3 Beispiel: Kontaminationsmessung

Als Beispiel für die Berechnung der charakteristischen Grenzen wird eine Kontaminationskontrolle mit einem linearen, analog arbeitenden Ratemeter gewählt. Vor Durchführung der Kontaminationsmessung wurden die Wahrscheinlichkeiten $\alpha = \beta = 5$ % und $\gamma = 95$ % festgelegt. Damit ergeben sich nach Tab. A.1 im Anhang die Quantile der Standardnormalverteilung k_{1- $\alpha}$} = k_{1- β} = 1,645 und k_{1- $\gamma/2$} = 1.96. Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Kontaminationsmonitors wurde durch eine separate Messung zu e = 0.29 s⁻¹/Bq bestimmt. Wie in Kap. 6.3 wird die Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit nicht berücksichtigt, da sie nicht aus mehrfach wiederholten Messungen bestimmt werden kann. Die Fläche des aktiven Fensters des Kontaminationsmonitors betrage F = 150 cm², und die Zeitkonstante der Bruttoeffektzählrate sei $\tau = 3$ s. Als Richtwert wird 4 Bq/ cm² angenommen.

Bei einer Messung der Nulleffektzählrate, die mit einer Zeitkonstante von 60 s vorgenommen wurde, wurde eine Nulleffektzählrate $R_o = 10 \text{ s}^{-1}$ ermittelt, die als Schätzung des wahren Wertes der Nulleffektzählrate r_o herangezogen wird. Bei der Bruttomessung wurde eine Bruttoeffektzählrate $R_b = 25 \text{ s}^{-1}$ ermittelt. Damit ergibt sich eine Nettozählrate

$$R_n = R_b - R_o = 15 \text{ s}^{-1}. \tag{7.11}$$

Damit ergibt sich eine flächenbezogene Aktivität als Ergebnis der Kontaminationsmessung von

$$A_F = \frac{R_n}{\boldsymbol{e} \cdot F} = \frac{15 \text{ s}^{-1}}{0.29 \text{ s}^{-1} / \text{Bq} \cdot 150 \text{ cm}^2} = 0.345 \text{ Bq} / \text{cm}^2 \quad .$$
(7.12)

Die *Erkennungsgrenze der flächenbezogenen Aktivität* A_F^* berechnet man nach Gl. 7.13 zu

$$A_F^* = \frac{R_n^*}{\mathbf{e} \cdot F} = \frac{1.645}{0.29 \cdot 150} \cdot \sqrt{\frac{10}{2 \cdot 3}} = 0.05 \text{ Bq/ cm}^2$$
(7.13)

Die Nachweisgrenze der flächenbezogenen Aktivität \mathbf{a}_{F}^{*} berechnet man nach Gl. 7.14 zu

$$\mathbf{a}_{F}^{*} = \frac{\mathbf{r}_{n}^{*}}{\mathbf{e} \cdot F}$$

$$= \frac{1}{0.29 \cdot 150} \cdot \left(3.29 \cdot \sqrt{1 + 1.645 \cdot \sqrt{\frac{1}{2 \cdot 10 \cdot 3}} + \frac{1.645^{2}}{8 \cdot 10 \cdot 3}} \cdot \sqrt{\frac{10}{2 \cdot 3}} + \frac{1.645^{2}}{4 \cdot 3} \right) = 0.1 \,\mathrm{Bq/\,cm^{2}}.$$
(7.14)

Berechnet man die Nachweisgrenze mit der Näherungsformel in Gl. 7.9 erhält man in diesem Fall das gleiche Ergebnis

$$\mathbf{a}_{F}^{*} = \frac{3.29}{0.29 \cdot 150} \cdot \sqrt{\frac{10}{2 \cdot 3}} = 0.1 \text{ Bq/cm}^{2}$$
 (7.15)

Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, genügt das Meßverfahren dem Meßzweck. Da die Nettozählrate größer ist als die Erkennungsgrenze wurde eine Kontamination festgestellt. *Vertrauensgrenzen der flächenbezogenen Aktivität* $\mathbf{a}_{F,l}, \mathbf{a}_{F,u}$ berechnet man mit Gl. 7.16 zu

$$\mathbf{a}_{F,l}, \mathbf{a}_{F,u} = \frac{1}{0.29 \cdot 150} \cdot \left(15 \pm 1.96 \cdot \sqrt{\frac{25}{2 \cdot 3}} \right) = 0.345 \pm 0.253 \quad \text{Bq/cm}^2$$
(7.16)

und erhält damit einen Vertrauensbereich für die flächenbezogene Aktivität

$$0.09 \text{ Bq/cm}^2 \leq A_F(\mathbf{r}_n) \leq 0.60 \text{ Bq/cm}^2$$

und als Meßergebnis für die flächenbezogene Aktivität mit erweiterter Meßunsicherheit (Erweiterungsfaktor 1.96)

$$A_F = (0.35 \pm 0.25) \text{ Bq/cm}^2$$

8 Charakteristische Grenzen bei hochauflösenden, **g**spektrometrischen Messungen

In DIN 25482-5 werden für hochauflösende γ -spektrometrische Messungen die charakteristischen Grenzen für die Netto-Linienfläche einer γ -Linie bei Auswertung mit linearem Untergrundabzug nach dem Trapezverfahren berechnet.

Dabei werden in einem Spektrum mit den Ereigniszahlen n_i im Kanal *i*, das mit der Meßdauer *t* gemessen wurde, drei Kanalbereiche definiert (Abb. 8.1). Ein Bereich *B* der Länge *b* wird möglichst symmetrisch um die betrachtete Spektrallinie gelegt. Die Summe der Ereigniszahlen in diesem Bereich entspricht denen der Bruttomessung und es gilt

$$R_b = \sum_{i \in B} n_i / t \quad . \tag{8.1}$$

Der Untergrund unter der Linie wird aus den Ereigniszahlen in zwei benachbarten Bereichen A_1 und A_2 der jeweiligen Länge *l* berechnet. Man erhält so

$$R_0 = \left(\sum_{i \in A_1} n_i + \sum_{i \in A_2} n_i\right) \cdot \frac{b}{2 \cdot l} \cdot \frac{1}{t}$$
(8.2)

und man erhält die Zählrate R_n der Nettolinienfläche n_n

$$R_n = n_n / t = R_b - R_0 \quad . \tag{8.3}$$

8.1 Berechnung der charakteristischen Grenzen

Nach DIN 25482-5 ergibt sich die *Erkennungsgrenze* dann nach Gl. 8.4.

$$R_n^* = \frac{k_{1-a}^2}{2 \cdot t} \cdot \frac{b}{2 \cdot l} \cdot \left[1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot R_0 \cdot t}{k_{1-a}^2} \cdot \frac{2l}{b} \cdot \left(1 + \frac{2 \cdot l}{b}\right)} \right]$$
(8.4)

Die *Nachweisgrenze* ergibt sich nach Gl 8.5, wobei der wahre Wert \mathbf{r}_0 der Untergrundzählrate durch R_o geschätzt wird.

$$\boldsymbol{r}_{n}^{*} = \left(k_{1-\boldsymbol{a}} + k_{1-\boldsymbol{b}}\right) \cdot \sqrt{\frac{\boldsymbol{r}_{0}}{t}} \cdot \left(1 + \frac{b}{2 \cdot l}\right) + \frac{1}{4 \cdot t} \cdot \left(k_{1-\boldsymbol{a}} + k_{1-\boldsymbol{b}}\right)^{2} \cdot \left(1 + \frac{b}{2 \cdot l}\right)$$
(8.5)

Die *Vertrauensgrenzen*, r_l und r_u , sind nach Gl. 8.6 zu berechnen.

$$\mathbf{r}_{l} = R_{n} - k_{1} - \mathbf{g}/2 \cdot \sqrt{\frac{R_{b}}{t} + \frac{R_{0}}{t} \cdot \frac{b}{2 \cdot l}} \quad ; \quad \mathbf{r}_{u} = R_{n} + k_{1} - \mathbf{g}/2 \cdot \sqrt{\frac{R_{b}}{t} + \frac{R_{0}}{t} \cdot \frac{b}{2 \cdot l}} \tag{8.6}$$

Zur Wahl der Bereichslängen und anderen Anforderungen, die an die Anwendung von DIN 25482-5 gestellt werden, sei auf die Norm selbst und ein ausführliches Beiblatt verwiesen, in dem auch die Grenzen dieses Verfahrens der Spektrumsauswertung aufgezeigt werden.



Kanalnummer i



8.2 Beispiel: ⁷Be im **g**Spektrum eines Luftfilters

Hier soll zur Verdeutlichung nur ein einfaches Beispiel der γ -spektrometrischen Messung eines Luftfilters nach DIN 25482-5 behandelt werden. Dabei gelten folgende Vorgaben: Es wurde das γ -Spektrum eines Luftfilters mit einer Meßdauer t = 50000 s gemessen. Es soll untersucht werden, ob das kosmogene Radionuklid ⁷Be in diesem Spektrum über seine γ -Linie bei 478 keV erkannt werden kann und ob dieses Meßverfahren unter den gegebenen experimentellen Bedingungen für den Nachweis von ⁷Be in Luft geeignet ist.

Vor der Auswertung werden die Irrtumswahrscheinlichkeiten a = b = 2.5 % und g = 95 % festgelegt. Mit den Daten aus Tabelle A.1 ergeben sich damit die Quantile der Standardnor-

malverteilung zu $k_{1-a} = k_{1-b} = 1,96$ und $k_{1-g'^2} = 1.96$. Die Nachweiswahrscheinlichkeit $e(E_g)$ des Detektors wurde vorab für die betrachtete Linie bei 478 keV bestimmt. Unter Berücksichtigung der γ -Emissionswahrscheinlichkeit $p(E_g)$ für ⁷Be erhielt man $p(E_g) \cdot e(E_g) = 0.01315$. Der Detektor hat bei 478 keV eine Halbwertsbreite h = 1 keV, das entspricht 2.7 Kanälen bei der vorliegenden Energiekalibrierung von 0.370 keV pro Kanal.

In Tab. 8.1 sind die Kanalinhalte des relevanten Spektrumsausschnittes angegeben. Abb. 8.2 zeigt eine graphische Darstellung dieses Ausschnitts und die gewählten Bereiche A1, A2 und B. Die 478 keV γ -Linie des ⁷Be wird nach der Energiekalibrierung des Spektrometers bei Kanal 387 erwartet. (Anmerkung: Um unhandlich lange Kanalzahlen zu vermeiden, wurde ein digitaler Offset von 1024 Kanälen angenommen.)

Kanal	Anzahl	Kanal	Anzahl	Kanal	Anzahl	Kanal	Anzahl
Nummer	der Im-	Nummer	der Im-	Nummer	der Im-	Nummer	der
	pulse		pulse		pulse		Impulse
378	22	383	11	388	25	393	23
379	19	384	11	389	36	394	13
380	21	385	11	390	20	395	18
381	12	386	20	391	20	396	18
382	15	387	25	392	14	397	19

Tabelle 8.1: Kanalzahlen und -inhalte des γ -Spektrums im Beispiel zu DIN25482-5. Die 478 keV γ -Linie des ⁷Be wird bei Kanal Nummer 387 erwartet.

Entsprechend den Empfehlungen von DIN 25482-5 wird die Bereichslänge mit b = 2.5 $h = 6.75 \approx 7$ Kanäle gewählt. Der Bereich *B* wird symmetrisch um Kanal 387 von Kanal 384 bis Kanal 390 gelegt. Wegen der Empfehlung l = b/2 = 3.5 wird l = 4 Kanäle gewählt. Damit ergeben sich Summen der Kanalinhalte $n_1 = 59$ in *A1* (Kanal 380 - 383) und $n_2 = 70$ in *A2* (Kanal 391 - 394). Im Bereich *B* (Kanal 384 - 390) ist die Summe der Kanalinhalte $n_b = n_1 + n_2 = 148$ und man erhält nach Gl. 8.1 - 8.3

$$R_b = \sum_{i \in B} n_i / t = n_b / t = 0.00296 \, s^{-1} \tag{8.7}$$

$$R_0 = (n_1 + n_2) \cdot \frac{b}{2 \cdot l} \cdot \frac{1}{t} = (59 + 70) \cdot \frac{7}{8} \cdot \frac{1}{50000} = 0.00226 \ s^{-1}$$
(8.8)

$$R_n = R_b - R_0 = 0.00070 \ s^{-1} \ . \tag{8.9}$$

Die Nettolinienfläche beträgt $n_n = n_b - n_o = 35$.



Abb. 8.2: Ausschnitt aus dem Spektrum eines Luftfilters mit der Festlegung der Bereiche

Damit ergibt sich die *Erkennungsgrenze* nach Gl. 8.4 zu

$$A_n^* = \frac{R_n^*}{p(E_g) \cdot e(E_g)}$$

$$= \frac{1}{0.01315} \cdot \frac{1.96^2 \cdot 8}{2 \cdot 50000 \cdot 2 \cdot 4} \cdot \left(1 + \sqrt{1 + \frac{4 \cdot 0.00205 \cdot 50000}{1.96^2 \cdot 8} \cdot \left(1 + \frac{2 \cdot 4}{8}\right)}\right) = 43.9 \text{ mBq.}$$
(8.10)

Mit der Näherungsformel aus DIN 25482-5 würde man für die Erkennungsgrenze das Ergebnis nach Gl. 8.11 erhalten:

$$A_n^* = \frac{\boldsymbol{r}_n^*}{p(\boldsymbol{E}_{\boldsymbol{g}}) \cdot \boldsymbol{e}(\boldsymbol{E}_{\boldsymbol{g}})} = \frac{1.96}{0.01315} \cdot \sqrt{\frac{0.00205}{50000} \cdot \left(1 + \frac{2 \cdot 4}{8}\right)} = 42.7 \text{ mBq} . \quad (8.11)$$

Mit Gl. 8.5 erhält man für die Nachweisgrenze nach Gl. 8.12

$$\boldsymbol{a}_{n}^{*} = \frac{1}{0.01315} \cdot \left(3.92 \cdot \sqrt{\frac{0.00205}{50000} \cdot \frac{8}{2 \cdot 4}} + \frac{3.92^{2}}{4 \cdot 50000} \cdot \left(1 + \frac{8}{2 \cdot 4} \right) \right) = 93.5 \text{ mBq} . \quad (8.12)$$

Hier ergibt die Näherungsformel aus DIN 25482-5

$$a_n^* = \frac{3.92}{0.01315} \cdot \sqrt{\frac{0.00205}{50000}} \cdot \left(1 + \frac{2 \cdot 4}{8}\right) = 85.3 \text{ mBq} .$$
 (8.13)

Da die Erkennungsgrenze niedriger ist als der Meßwert, wurde eine ⁷Be-Aktivität auf dem Luftfilter erkannt. Die *Vertrauensgrenzen* für die erkannte Aktivität werden mit Gl. 8.6 nach Gl. 8.14 berechnet zu

$$\boldsymbol{a}_{n,l}, \boldsymbol{a}_{n,u} = \frac{1}{0.01315} \cdot \left(0.00109 \pm 1.96 \cdot \sqrt{\frac{0.00314}{50000} + \frac{0.00314 \cdot 8}{50000 \cdot 2 \cdot 4}} \right) Bq$$
(8.14)

und man erhält als Vertrauensbereich

$$36 \text{ mBq} \le A_n(\boldsymbol{r}_n) \le 130 \text{ mBq} \tag{8.15}$$

und als vollständiges Meßergebnis mit zugehöriger erweiterter Standardunsicherheit (Erweiterungsfaktor 1.96)

$$A = (83 \pm 47) \text{ mBq}$$
 (8.16)

In diesem Beispiel wurde kein Richtwert festgelegt, da es sich lediglich um die wissenschaftliche Fragestellung handelt, ob das Meßverfahren im Stande ist, die Spektrallinie des ⁷Be im Spektrum zu erkennen. Dies ist der Fall. Falls es sich jedoch bei der Filterprobe um ein typisches Beispiel eines Probenmaterials handelt, daß mit dem Verfahren untersucht werden soll, muß es aus wissenschaftlichen Gründen als nicht geeignet betrachtet werden, da die Nachweisgrenze größer ist als der als typisch angenommene Meßwert. Die Wahrscheinlichkeit für Fehler 2. Art wäre trotz der in diesem speziellen Filter erkannten Aktivität zur Untersuchung von ⁷Be auf Luftfiltern zu hoch.

9 Charakteristische Grenzen bei zählenden Messungen mit Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses

9.1 Grundlagen

In allen Teile der Norm DIN 25482, unabhängig davon, ob sie auf der Grundlage der konventionellen Statistik oder der Bayes-Statistik charakteristische Grenzen festlegen, spielt die Varianz der Meßgröße bzw. die empirische Varianz der gemessenen Werte eine entscheidende Rolle. Bei zählenden Messungen ohne Berücksichtigung des Einflusses von Probenbehandlungsverfahren konnte diese Varianz aus der Poisson-Verteilung der Ereigniszahlen als gegeben vorausgesetzt werden. Wenn Einflüsse des Probenbehandlungsverfahrens oder von Geräteinstabilitäten nicht vernachlässigt werden können, enthalten die Varianzen s^2 neben Anteilen, die von der Poisson-Statistik des radioaktiven Zerfalls herrühren, auch solche, die von diesen Einflüssen der Probenbehandlung verursacht werden [Bar89, Bar91c, Kir93, Men93].

Um auf der Grundlage der konventionellen Statistik charakteristische Grenzen bei Messungen festzulegen, bei denen Geräteinstabilitäten und die Einflüsse von Probenbehandlungsverfahren nicht vernachlässigbar sind, muß zuerst Klarheit über die anzunehmenden Wahrscheinlichkeitsverteilungen von Meßwerten erlangt werden. Dazu wurden im Rahmen von BMU geförderten Forschungsarbeiten systematische Tests der statistischen Meßwertverteilungen bei Kernstrahlunsgmessungen durchgeführt, die die Grundlage von DIN 25482-6 bilden.

Dazu wurden mehr als 100 Serien von je n Wiederholungsmessungen mit $10 \le m \le 100$ durchgeführt. Messungen von α -, β - und γ -Strahlung wurden mit verschiedenen Detektortypen durchgeführt. Es wurden 4 Gruppen von Messungen unterschieden, die unterschiedlich von Probenbehandlungsverfahren beeinflußt waren:

- Zählende Messungen des Nulleffekts
- Zählende Messungen ohne Probenbehandlung
- Zählende Messungen mit einfacher Probenbehandlung
- Zählende Messungen mit aufwendiger Probenbehandlung.

Unter einfacher Probenbehandlung ist jeweils erneute Positionierung der Probe vor dem Detektor oder jeweils erneute Wägung, Portionierung oder Aliquotierung von Proben zu verstehen, während aufwendigere Verfahren Pipettierungen, Eluation von Jonenaustauscherharzen und komplexe chemische Trennungen umfaßten. Für alle diese Meßserien wurde mit Hilfe von Verteilungstests geprüft (vgl. Kapitel 5.2), welche Wahrscheinlichkeitsverteilungen zur Beschreibung der Meßwertverteilungen angenommen werden dürfen.

Es wurden folgende statistischen Verteilungen (vgl. Kapitel 4.1) getestet:

- die Poisson-Verteilung
- die negative Binomialverteilung
- die Normalverteilung und
- die logarithmischer Normalverteilung.

Die Ergebnisse dieser Untersuchungen [Men90] sind in Tab. 6.1 zusammengefaßt, wobei auch die Bereiche der jeweiligen Mittelwerte der Ereigniszahlen der Messungen \overline{n} und die empirischen Variationskoeffizienten $s^2(n)/\overline{n}$ angegeben sind.

Sowohl bei Messungen des Nulleffektes als auch bei Messungen ohne oder mit einfachen Probenbehandlungen konnte generell die Hypothese der Poissonverteilung nicht abgelehnt werden. Bei aufwendigeren Probenbehandlungsverfahren mußte diese Hypothese jedoch vielfach abgelehnt werden. In diesen Fällen wichen die empirischen Variationskoeffizienten wesentlich von Eins ab. Die negative Binomialverteilung mußte nur in einigen Fällen von Nulleffektmessungen und von Messungen ohne Probenbehandlung abgelehnt werden. Bei Probenbehandlung konnte sie generell nicht abgelehnt werden. Sowohl die lineare als auch die logarithmische Normalverteilung zeigten jeweils sehr uneinheitliches Verhalten und mußten vielfach abgelehnt werden. Es wurde daher gefolgert, daß die negative Binomialverteilung als grundlegende Verteilung zur Beschreibung der Meßwertverteilungen bei zählenden Kernstrahlungsmessungen zur Festlegung charakteristischer Grenzen in DIN 25482-6 herangezogen werden sollte. Dies ist auch in Einklang mit den theoretischen Überlegungen in Kapitel 4.

Tab. 9.1: Ergebnisse der Anpassungstests mit $a = 0.05$ bei Serien von nicht-spektrometri-
schen, zählenden Kernstrahlungsmessungen. +: Hypothese kann nicht abgelehnt werde; -:
Hypothese ist zu verwerfen; (): eingeschränkte Gültigkeit. PV Poissonverteilung, NB Negati-
vo Rinomialvortailung, NV Normalvortailung, INL agarithmische Normalvortailung

Gruppe der Messungen	\overline{N}	$s^2(n)/\overline{n}$	Verteilung			
		5 ()/	PV	NB	NV	LN
Messungen des Nulleffektes	3 – 215	< 1.5	+	(+)	(-)	-
Messungen ohne Probenbe-	30 - 6100	< 1.4	+	(+)	+	(+)
handlungsverfahren						
Messungen mit einfachen	15 - 1600	< 1.3	+	+	+	(+)
Probenbehandlungsverfahren						
Messungen mit aufwendigen	40 - 30000	< 85.	(-)	+	-	+
Probenbehandlungsverfahren						

ve Binomialverteilung, NV Normalverteilung, LN Logarithmische Normalverteilung

Die Untersuchungen zur Meßwertverteilung bei zählenden Messungen umfaßten auch yspektrometrische Messungen mit Halbleiter- und NaI(Tl)-Detektoren, bei denen bei Wiederholungsmessungen kanalweise Hypothesentests auf Poissonverteilung durchgeführt wurden. Diese Untersuchungen zeigten besonders deutlich den Einfluß von Geräteinstabilitäten. In Abb. 9.1 sind die Ergebnisse für eine Serie von Wiederholungsmessungen dargestellt. Während in glatten Bereichen des Compton-Kontinuums die empirischen Werte von s^{2}/m ungefähr Eins sind, was anzeigt, daß eine kanalweise Poissonverteilung der Spektrumcounts nicht abgelehnt werden kann. In den Spektrallinien und in der Pulserlinie sind die Werte von s^{2}/m deutlich von Eins verschieden und erreichen Werte von bis zu 1000, so daß die Annahme kanalweise poissonverteilter Ereigniszahlen in den Spektrallinien abzulehnen ist. Dies hat seine Ursache in Instabilitäten der Verstärker und des Analog-Digital-Konverters. Bei Anwendung eines Spektrumstabilisators wird dieser Effekt deutlich geringer. In der Linie, die zur Stabilisierung benutzt wurde, verschwindet er ganz und ist bei den anderen Linien um mindestens einen Faktor 10 kleiner. Es zeigte sich aber, daß bei Zusammenfassung von Kanalinhalten in Spektrenbereiche, wie sie in DIN 25482-5 bei der hochauflösenden γ -Spektrometrie angesetzt werden (Kap. 8), die Annahme der Poissonverteilung der Impulsanzahlen in den Spektrumsbereichen nicht abgelehnt werden kann. Eine ausführliche Darstellung und Diskussion dieser Untersuchungen ist an anderer Stelle gegeben [Men90].



Kanalnummer

Abb. 9.1: Ergebnisse der statistischen Analysen von spektrometrischen Wiederholungsmessungen (m = 20). Dargestellt sind eines der untersuchten Spektren mit drei Linienbereichen (A), sowie die kanalweisen Quotienten von Varianz und Erwartungswerten s^2/m dieser Messungen (B) und die s^2/m -Werte, die bei analogen Messungen mit Anwendung eines Spektrumstabilisators erhalten wurden (C), bei denen die Spektren an der Linie des ⁶⁰Co stabilisiert wurden.

Zurückkommend auf die Meßwertverteilungen unter dem Einfluß von Probenbehandlungsverfahren und Geräteinstabilitäten ist es zum Verständnis hilfreich, eine wesentliche Eigenschaft der negativen Binomialverteilung f(r,p) mit den Parametern r und p zu diskutieren, nämlich, daß die Varianz der negativen Binomialverteilung eine quadratische Funktion ihres Erwartungswertes ist (Kap. 4.1, Gl. 4.12):

$$\operatorname{Var}(x) = \frac{r \cdot (1-p)}{p^2} = \operatorname{E}(x) + \frac{\operatorname{E}(x)^2}{r} \quad . \tag{9.1}$$

Bei zählenden Kernstrahlungsmessungen ohne Probenbehandlung können die Meßergebnisse N (= Anzahl der Zählereignisse) bei Wiederholungsmessungen durch eine Poissonverteilung beschreiben werden, für die die Varianz gleich dem Erwartungswert ist:

$$\operatorname{Var}(N) = u^{2}(N) = \operatorname{E}(N) = \mathbf{n}$$
 (9.2)

Dies hat zur Folge, daß nur eine einzige Messung notwendig ist, um Varianz und Erwartungswert zu schätzen.

Bei vielen anderen Meßverfahren beobachtet man aber, daß diese eine konstante relative Unsicherheit (d. h. einen konstanten Variationskoeffizienten) besitzen und die Varianz nicht mehr gleich dem Erwartungswert ist:

$$\frac{u(X)}{\mathrm{E}(X)} = \frac{\sqrt{\mathrm{Var}(X)}}{\mathrm{E}(X)} = \mathrm{const.} \Rightarrow \mathrm{Var}(X) = \mathrm{const.} \cdot \mathrm{E}(X)^2 \quad . \tag{9.3}$$

In diesen Fällen ist die Meßwertverteilung zwei-parametrisch und es genügt nicht mehr eine einzige Messung, um beide Parameter zu schätzen. Mehrfachmessungen sind unumgänglich.

Der in Tab. 9.1 dargestellte Befund lautet, daß unter dem Einfluß von Probenbehandlungsverfahren vielfach und mit der Komplexität der Probenbehandlung zunehmend die Varianz größer als der Erwartungswert wird:

$$\operatorname{Var}(N) > \operatorname{E}(N) = \boldsymbol{n} \quad . \tag{9.4}$$

Das heißt, die statistische Verteilung der Zählereignisse, die durch zählende Messungen an verschiedenen Teilproben des Probenmaterials durch vollständige Untersuchung erhalten werden, wird zwei-parametrisch und auch hier sind Mehrfachmessungen unumgänglich. Die Eigenschaft der negativen Binomialverteilung nach Gl. 4.11 beschreibt gerade diesen Effekt, der hier mit einem geeigneten Parameter J geschrieben werden kann als

$$\operatorname{Var}(N) = \operatorname{E}(N) + J^2 \cdot \operatorname{E}(N)^2 \quad . \tag{9.5}$$

Dies ergibt für die relative Unsicherheit der Messung

$$\frac{u(N)}{n} = \sqrt{\frac{1}{n} + J^2} \quad . \tag{9.6}$$

Für große Erwartungswerte n der Zählereignisse, bei denen man die statistische Unsicherheit des Poissonprozesses vernachlässigen kann, erhält man für die relative Unsicherheit

$$\frac{u(N)}{\mathbf{n}} = \mathbf{J} \quad . \tag{9.7}$$

Man kann damit J als die relative Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens interpretieren und es ergeben sich zwanglos zwei unterschiedliche Einflüsse auf die Meßwertverteilung, die statistische Unsicherheit des Poissonprozesses und die Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens. Unter Berücksichtigung beider Einflüsse lassen sich nun auf der Grundlage konventioneller Statistik mit Hilfe der negativen Binomialverteilung charakteristische Grenzen ableiten, die beide Einflüsse berücksichtigen.

Um den Einfluß der Probenbehandlung bei zählenden Kernstrahlungsmessungen zu berücksichtigen, wird in DIN 25482-6 daher das folgende Modell benutzt. Es wird angenommen, daß es sich bei den Ereignissen, die bei einer Proben- oder Blindproben-Messung mit den jeweiligen Meßdauern t_b bzw. t_0 registriert werden, um eine Superposition handelt von Ereignissen der Hintergrundstrahlung des Detektors, die einer Poisson-Verteilung gehorchen und die Erwartungswerte (= Varianzen) $\mathbf{r}_u t_0$ und $\mathbf{r}_u t_b$ besitzen, mit solchen Ereignissen, die von der Probe- oder Blindprobe herrühren. Es seien $\mathbf{r}_0 t_0$ und $\mathbf{r}_b t_b$ die Anteile der Ereigniszahlen, die von der Blindprobe bzw. einer Probe herrühren. Dann kann angenommen werden [Bar89, Bar91c], daß die Ereigniszahlen, die bei wiederholten Messungen von Proben und Blindproben jeweils gemessen werden, *negativ binomial* verteilt sind

- mit den Erwartungswerten $r_0 t_0 r_u t_0$ und $r_b t_b r_u t_b$ und
- den Varianzen $(\mathbf{r}_0 t_0 \mathbf{r}_u t_0) + \mathbf{J}^2 (\mathbf{r}_0 t_0 \mathbf{r}_u t_0)^2$ und $(\mathbf{r}_b t_b \mathbf{r}_u t_b) + \mathbf{J}^2 (\mathbf{r}_b t_b \mathbf{r}_u t_b)^2$.

Unter wiederholten Messungen wird hier die Messung verschiedener Proben des Probenbzw. Blindprobenmaterials verstanden, die jeweils dem Probenbehandlungsverfahren unterworfen wurden, und dann je einmal gemessen wurden.

Die Anzahl der Zählereignisse bei der Messung einer Blindprobe oder einer Probe mit den Meßdauern t_b und t_0 haben die Erwartungswerte $\mathbf{r}_0 t_0$ bzw. $\mathbf{r}_b t_b$. Ihre Varianzen lauten

$$\boldsymbol{s}_0^2 = \boldsymbol{r}_0 \cdot \boldsymbol{t}_0 + \boldsymbol{J}^2 \cdot \left(\boldsymbol{r}_0 \cdot \boldsymbol{t}_0 - \boldsymbol{r}_u \cdot \boldsymbol{t}_0\right)^2 \text{ und } \boldsymbol{s}_b^2 = \boldsymbol{r}_b \cdot \boldsymbol{t}_b + \boldsymbol{J}^2 \cdot \left(\boldsymbol{r}_b \cdot \boldsymbol{t}_b - \boldsymbol{r}_u \cdot \boldsymbol{t}_b\right)^2.$$
(9.8)

Der Parameter $J \ge 0$, der den Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens beschreibt, ist gleich der relativen Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens, da bei vernachlässigbarem Anteil der Poisson-verteilten Hintergrundstrahlung gilt:

$$\frac{\mathbf{s}_b}{\mathbf{r}_b \cdot t_b} = \sqrt{\frac{1}{\mathbf{r}_b \cdot t_b} + \mathbf{J}^2} \quad . \tag{9.9}$$

Der Parameter J kann durch Voruntersuchungen oder in separaten Experimenten bestimmt werden. Dazu werden z.B. $m_m \ge 20$ radioaktiv markierte Proben aus Blindprobenmaterial oder andere Referenzproben herangezogen. Diese Proben werden jeweils dem Probenbehandlungsverfahren unterzogen und anschließend je einmal gemessen. Die radioaktive Markierung bzw. die Meßdauern t_m dieser Proben sind so zu wählen, daß die Meßunsicherheit, die aus der Zählstatistik herrührt, vernachlässigbar gegenüber der erwarteten Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens ist. Mit den Bruttozählraten dieser Proben ($R_{m,i}$, i = 1, ..., m_m) kann Jnach Gl. 9.10 berechnet werden.

$$J^{2} = \frac{\frac{1}{n_{m} - 5/8} \cdot \sum_{i=1}^{n_{m}} (R_{m,i} - \overline{R_{m}})^{2} - \frac{R_{m}}{t_{m}}}{(\overline{R_{m}} - r_{u})^{2}} \qquad .$$
(9.10)

Wenn der Parameter J nicht auf diese Weise bestimmt wurde oder bestimmt werden kann, ist es erforderlich, die charakteristischen Grenzen mit Hilfe von Wiederholungsmessungen sowohl für die Blindproben als auch für die Proben zu berücksichtigen. Es sind dann m_0 Blindproben- und m_b Probenmessungen mit jeweils gleichen Meßdauern t_0 bzw. t_b durchzuführen. Dabei müssen die verschiedenen Proben- bzw. Blindproben jeweils einzeln dem Probenbehandlungsverfahren unterzogen und dann gemessen werden. Man erhält für Proben- und Blindprobenmessungen dann jeweils die empirischen Varianzen der Zählraten

$$s_0^2 = \frac{1}{(m_0 - 1) \cdot t_0^2} \cdot \sum_{i=1}^{m_0} (n_{0,i} - \overline{n}_0) \quad und \quad s_b^2 = \frac{1}{(m_b - 1) \cdot t_b^2} \cdot \sum_{i=1}^{m_b} (n_{b,i} - \overline{n}_b) \quad .$$
(9.11)

9.2 Berechnung der charakteristischen Grenzen bei unbekanntem Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens

Mit den Werten nach Gl. 9.11 können dann im Fall unbekannten Einflusses des Probenbehandlungsverfahrens nach DIN 25482-6 die charakteristischen Grenzen berechnet werden.

Die *Erkennungsgrenze* wird mit dem Freiheitsgrad $f = m_o + m_b - 2$ nach Gl. 9.12 berechnet:

$$R_n^* = t_{1-a,f} \cdot \sqrt{\frac{1}{f} \cdot \left(\frac{1}{m_0} + \frac{1}{m_b}\right)} \cdot \left[(m_0 - 1) \cdot s_0^2 + (m_b - 1) \cdot s_b^2 \right] \quad . \tag{9.12}$$

Die *Nachweisgrenze* ergibt sich unter Benutzung der empirischen Varianzen s_o^2 und s_b^2 als Schätzern für \mathbf{s}_o^2 und \mathbf{s}_b^2 nach Gl. 9.13:

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \left[t_{1-\mathbf{a},f} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \sqrt{1 + \frac{t_{1-\mathbf{a},f}^{2}}{2f}} \right] \cdot \sqrt{\frac{\mathbf{s}_{0}^{2}}{m_{b}} + \frac{\mathbf{s}_{b}^{2}}{m_{0}}} \quad .$$
(9.13)

Die *Vertrauensgrenzen*, r_l und r_u , sind nach Gl. 9.14 zu berechnen:

$$\mathbf{r}_{l} = \overline{R_{n}} - a \ ; \ \mathbf{r}_{u} = \overline{R_{n}} + a \ \text{mit} \ a = t_{1} - \mathbf{g}/2, f \cdot \sqrt{\frac{1}{f} \cdot \left(\frac{1}{m_{o}} + \frac{1}{m_{b}}\right) \cdot \left[(m_{o} - 1) \cdot s_{0}^{2} + (m_{b} - 1) \cdot s_{b}^{2}\right]}.$$
(9.14)

9.3 Beispiel: ¹³⁷Cs in Proben radioaktiven Abfalls

Als Beispiel für die Bestimmung charakteristischer Grenzen nach DIN 25482-6 bei unbekanntem Beitrag des Probenbehandlungsverfahrens wird die Messung von ¹³⁷Cs in 20 Abfallproben behandelt. Eine Messung aus diesem Beispiel wurde bereits in Kap. 6.4 nach DIN 25482-1 behandelt. Hier soll gezeigt werden, daß man bei Anwendung von DIN 25482-1 in Fällen, in denen tatsächlich die Unsicherheiten des Probenbehandlungsverfahrens (hier des Probennahmeverfahrens) dominieren, zu falschen Schlußfolgerungen gelangt und nur die korrekte Behandlung auch dieser Unsicherheiten nach DIN 25482-6 zu einer angemessenen Behandlung solcher Meßprobleme kommt.

Die Proben, deren Messung und Auswertung hier behandelt werden soll, haben folgende Vorgeschichte. Bei der Sammlung radioaktiver Abfälle aus Medizin, Technik und Forschung werden diese einer Vorbehandlung durch Zerkleinern und Waschen unterzogen. Anschließend werden die Abfälle mechanisch homogenisiert und in Portionen von 2 m³ aufgeteilt und in Gebinden von 10 m³ verpackt. Die Abfallgebinde werden dann zum Abklingen kurzlebiger Radionuklide gelagert.

Die Meßaufgabe besteht nun in der Messung der massenbezogenen Aktivitäten eines der Abfallgebinde mit dem Ziel der Entlassung aus dem Atomrecht und der Entsorgung als konventioneller Abfall. Dazu werden insgesamt 20 Einzelproben von unterschiedlichen Stellen des Containers genommen und mit verschiedenen Meßverfahren untersucht. Die Frage ist nun, ob es hinreichend ist, nur eine Mischprobe der 20 einzelnen Proben durchzuführen oder ob eine Messung jeder der 20 Einzelproben erforderlich ist mit anschließender Auswertung der Einzelergebnisse.

Zur Verdeutlichung des Problems sind in Tab. 9.2 die Ergebnisse der Messung der massenbezogenen Aktivitäten von 10 verschiedenen Radionukliden in derartigen Proben dargestellt. Die ermittelten empirischen Standardabweichungen sind wesentlich größer als die mittleren Poisson-Standardabweichungen, die man aufgrund der Zählstatistik erwarten würde. Die Quotienten von Varianz zu Mittelwert liegen für die verschiedenen Nuklide zwischen 3 und nahezu 3000 und zeigen klar, daß die Annahme einer Poissonverteilung nicht gerechtfertigt ist. Die Inhomogenität der Radionuklidverteilung im Abfallgebinde wird durch die empirische Standardabweichung, nicht aber durch die Poisson-Standardabweichung beschrieben. Charkterisiert man diese Inhomogenitäten durch Werte des Parameters J des Probenbehandlungsverfahrens, dann erhält man im vorliegenden Fall relative Unsicherheiten des Probenahmeverfahrens zwischen 10 % und 60 %.

Nuklid	\overline{A}_{s}	Empirische Poisson-		Varianz	J
	in Ba/g	Standardabweichung	Standardabweichung	Mittelwert	
	m bq g	in %	in %		
H-3	0.90	80.7	1.5	2894.	0.42
C-14	0.45	11.2	1.5	56.	0.11
K-40	0.140	31.3	5.8	29.	0.29
Co-57	0.417	52.8	5.3	99.	0.46
Se-75	0.198	54.7	5.2	111.	0.47
I-125	0.363	73.9	5.1	210.	0.59
Cs-134	0.0022	29.7	9.8	9.2	0.26
Cs-137	0.012	47.0	6.0	61.	0.42
Pb-210	0.016	39.6	21.9	3.3	0.28
Ra-226	0.0063	82.8	12.8	42.	0.62

Tab. 9.2: Ergebnisse der Messung der massenbezogenen Aktivität \overline{A}_s verschiedener Radionuklide in 20 Proben eines Gebindes von radioaktivem Abfall.

Die Anwendung von DIN 25482-6 soll hier lediglich für die Bestimmung des ¹³⁷Cs explizit vorgeführt werden, wobei von einfachen Annahmen und nur 10 Einzelproben ausgegangen wird. Da jedes Abfallgebinde unterschiedlich inhomogen sein wird und auch die Inhomogenitäten sich von Radionuklid zu Radionuklid unterscheiden, muß vom Fall unbekannten Einflusses des Probenbehandlungsverfahrens ausgegangen werden.

Es wird vereinfachend davon ausgegangen, daß die Messung des ¹³⁷Cs durch Einkanalzählung erfolgt. Die Nachweiswahrscheinlichkeit $e(^{137}Cs)$ wurde durch separate Experimente zuvor zu $e(^{137}Cs) = 0.017$ bestimmt. Alle 10 Einzelproben hatten Probenmassen von je 800 g. Zur Messung des Nulleffekts werden ebenfalls 10 Proben konventionellen, nicht radioaktiv kontaminierten Abfalls gleicher Massen als Blindproben in gleicher Weise gemessen. Also ist $m_0 = m_b$ = 10 und die Zahl der Freiheitsgrade ist $f = (m_o + m_b - 2) = 18$. Als Richtwert wird ein Wert von 50 Bq/g angesetzt.

Als Irrtumswahrscheinlichkeiten wurden vorab a = 0.05, b = 0.001 und 1 - g = 0.998 gewählt. Um die Wahrscheinlichkeit einer ungerechtfertigten Entlassung des Abfalls gering zu halten wurde die Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art, nämlich auf Nichtvorliegen erhöhter massenbezogener ¹³⁷Cs Aktivität zu erkennen, wenn eine solche doch vorliegt, klein zu halten. Mit den vorgewählten Irrtumswahrscheinlichkeiten erhält man aus Tab. A.4 und A.1 die benötigten Quantile der *t*-Verteilung bzw. der Standardnormalverteilung $t_{1-a;f} = t_{0.95;18} =$ 1.73, $k_{1-b} = k_{0.999} = 3.090$ und $t_{1-g/2,f} = t_{0.998;18} = 3.58$.

Wegen geringerer Zählraten werden die Blindproben jeweils 7200 s gemessen ($t_0 = 7200$ s), die Proben werden jeweils 3600 s gemessen ($t_b = 3600$ s).

Bei den Messungen der 10 Blindproben als Vergleichsproben für die Ermittlung des Nulleffektes werden folgende Impulsanzahlen erhalten:

$$n_{0,i} = 271, 236, 273, 253, 230, 255, 264, 278, 259, 242$$

Bei der Messung der 10 Abfallproben zur Ermittlung des Bruttoeffektes werden folgende Impulsanzahlen erhalten :

$$n_{b,i} = 523, 636, 1102, 778, 847, 672, 720, 867, 756, 881$$

Damit ergibt sich eine mittlere Nulleffektzählrate \overline{R}_0 mit einer empirischen Varianz s_0^2 nach Gl. 9.15:

$$\overline{R}_{0} = \frac{1}{m_{0}} \sum_{i=1}^{m_{0}} R_{0,i} = 0.0356 \mathrm{s}^{-1} \quad ; \quad s_{0}^{2} = \frac{1}{m_{0}-1} \sum_{i=1}^{m_{0}} (R_{0,i}-\overline{R}_{0})^{2} = 5.04 \cdot 10^{-6} \mathrm{s}^{-2} \quad . \quad (9.15)$$

Für den Bruttoeffekt erhält man die mittlere Brutteffektzählrate \overline{R}_b mit ihrer empirischen Varianz s_b^2 nach Gl. 9.16:

$$\overline{R}_{b} = \frac{1}{m_{b}} \sum_{1=1}^{m_{b}} R_{b,i} = 0.216 \mathrm{s}^{-1} \quad ; \quad s_{b}^{2} = \frac{1}{m_{b}-1} \sum_{i=1}^{m_{b}} (R_{b,i}-\overline{R}_{b})^{2} = 5.58 \cdot 10^{-3} \mathrm{s}^{-1} \quad . \tag{9.16}$$

Nach Gl. 9.12 berechnet man dann die *Erkennungsgrenze* für die Nettozählrate bzw. die massenbezogene Nettoaktivität zu

$$R_n^* = 0.0409 \,\mathrm{s}^{-1}$$
; $A_n^* = R_n^* / \left(e^{(137} \,\mathrm{Cs}) \cdot m \right) = 3.01 \,\mathrm{Bq/kg}$. (9.17)

Nach Gl. 9.13 berechnet man dann die *Nachweisgrenze* für die Nettozählrate bzw. die massenbezogene Nettoaktivität zu

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = 0.119 \,\mathrm{s}^{-1}$$
; $\mathbf{A}_{n}^{*} = \mathbf{r}_{n}^{*} / \left(\mathbf{e} (^{137} \,\mathrm{Cs}) \cdot m \right) = 8.75 \,\mathrm{Bq/kg}$. (9.18)

Als Nettoeffekt der Zählrate bzw. der massenbezogene Aktivität erhält man

$$\overline{R}_n = 0.181 \,\mathrm{s}^{-1}$$
; $\overline{A}_n = \mathbf{r}_n^* / \left(\mathbf{e} (^{137} \,\mathrm{Cs}) \cdot m \right) = 13.3 \,\mathrm{Bq/kg}$. (9.19)

Da die massenbezogene Aktivität größer als die Erkennungsgrenze ist, ist von einer gegenüber dem Blindprobenmaterial erhöhten massenbezogenen ¹³⁷Cs Aktivität im Abfall auszugehen. Da die Nachweisgrenze geringer ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet. Die dann anzugebenden *Vertrauensgrenzen* berechnet man nach Gl. 9.14 für die Nettozählrate bzw. für die massenbezogene Aktivität zu

$$\mathbf{r}_{n,l}; \mathbf{r}_{n,u} = (0.181 \pm 0.085) \,\mathrm{s}^{-1} = (0.095; 0.266) \,\mathrm{s}^{-1} A_{n,l}; A_{n,u} = (13.3 \pm 6.3) \,\mathrm{Bq/kg} = (7.0; 19.6) \,\mathrm{Bq/kg}$$
(9.20)

Im Gegensatz zu DIN 25482-6 hätte die Anwendung von DIN 25482-1 mit a = 0.05; b = 0.001; 1 - g = 0.998; $m_0 = m_b = 1$; $t_0 = 72000$ s; $t_b = 3600$ s; $n_0 = 2561$; $n_b = 523$ für die erste Abfallprobe geliefert:

Anmerkung: Hier wurde davon ausgegangen, daß der Nulleffekt bei der Einzelmessung i. A. wesentlich besser bekannt ist als der Bruttoeffekt, d. h. der Nulleffekt länger gemessen wird als die Probe.

Man erhält dann mit den Gl. 6.35, 6.36 und 6.37 aus Kap. 6.2 wesentlich geringere Werte für die Erkennungs- und Nachweisgrenze, zufällig hier auch einen wesentlich geringeren Wert für den Nettoeffekt und einen systematisch schmaleren Vertrauensbereich. Die Ergebnisse würden im einzelnen lauten:

Erkennungsgrenze
$$R_n^* = 0.00532 \text{ s}^{-1}$$
; $A_n^* = R_n^* / \left(e^{(137} \text{ Cs}) \cdot m \right) = 0.391 \text{ Bq/kg}$

Nachweisgrenze

Nettoeffekt

$$\mathbf{r}_n^* = 0.0169 \,\mathrm{s}^{-1}$$
; $A_n^* = \mathbf{r}_n^* / \left(\mathbf{e}^{(137} \,\mathrm{Cs}) \cdot m \right) = 1.24 \,\mathrm{Bq/kg}$

$$R_n = 0.110 \text{ s}^{-1}$$
; $A_n = r_n^* / (e^{(137} \text{ Cs}) \cdot m) = 8.09 \text{ Bq/kg}$

Vertrauensgrenzen

$$\mathbf{r}_{n,l}; \mathbf{r}_{n,u} = (0.110 \pm 0.0197) \,\mathrm{s}^{-1} = (0.0903; \, 0.130) \,\mathrm{s}^{-1}$$

$$A_{n,l}; A_{n,u} = (8.09 \pm 1.45) \,\mathrm{Bq/kg} = (6.64; 9.54) \,\mathrm{Bq/kg}$$

Im vorliegenden Fall sind diese Unterschiede für die Entlassung der Proben aus dem Atomrecht und zur Behandlung als normaler Abfall nicht relevant. Es gehört aber wenig Phantasie dazu, sich entsprechende Abfallgebinde vorzustellen, bei denen die fälschliche Anwendung von DIN 25482-1 die Entlassung zuließe, die korrekte Behandlung nach DIN 25482-6 dies jedoch verbieten würde.

Tatsächlich handelt es sich bei der Entscheidung zwischen DIN 25482-1 und DIN 25482-6 um eine Entscheidung zwischen zwei unterschiedlichen Meßgrößen. Bei der Behandlung nach DIN 25482-1 bestimmt man die charakteristischen Grenzen und die massenbezogene Nettoaktivität A_n der einen gemessen Probe, während man bei der Behandlung nach DIN 25482-6 als Meßgröße die mittlere massenbezogene Nettoaktivität \overline{A}_n des Abfalls bestimmt und für diese die charakteristischen Grenzen. Dieses Beispiel macht die Gefahr deutlich, die in einer nur intuitiven Definition der Meßgröße und des zugrundeliegenden Modells der Messung liegt.

9.4 Berechnung der charakteristischen Grenzen bei bekanntem Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens

Wenn der Parameter J, d.h. die relative Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens, aus Voruntersuchungen oder Erfahrung bekannt ist, können die charakteristischen Größen mit höherer Zuverlässigkeit wie folgt berechnet werden. Die folgenden Gleichungen 9.21 – 9.26 sind für je m_b und m_0 Proben bzw. Blindproben ausgelegt. Es muß aber darauf hingewiesen werden, daß bei bekanntem Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens $m_b = m_0 = 1$ zulässig ist, wobei die Mittelwerte der gemessenen Zählraten durch die jeweils gemessene Zählrate zu ersetzen sind.

Die *Erkennungsgrenze* ergibt sich nach Gl. 9.4 (Abkürzungen siehe Gl. 9.26):

$$R_{n}^{*} = \frac{k_{1-a}^{2} \cdot c_{5} \left[c_{1} + 2 c_{2} \cdot J^{2} | \overline{R_{0}} - \mathbf{r}_{u} \right]}{2 \cdot \left[1 - k_{1-a}^{2} \cdot J^{2} \cdot c_{2} \cdot c_{5}^{2}\right]} \cdot \left[1 + \sqrt{1 + \frac{4 \left[1 - k_{1-a}^{2} \cdot J^{2} \cdot c_{2} \cdot c_{5}^{2} \left[c_{1} \cdot \overline{R_{0}} + c_{2} \cdot J^{2} \left(\overline{R_{0}} - \mathbf{r}_{u}\right)^{2}\right]}{k_{1-a}^{2} \cdot c_{5}^{2} \cdot \left[c_{1} + 2 c_{2} \cdot J^{2} \cdot \left|\overline{R_{0}} - \mathbf{r}_{u}\right|^{2}}\right]}\right]$$

$$(9.21)$$

Die *Nachweisgrenze* ergibt sich nach Gl. 9.22, wobei der wahre Wert \mathbf{r}_0 der Untergrundzählrate durch \overline{R}_0 geschätzt wird.

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \frac{c_{4}^{2} \cdot \left[c_{3} + \frac{J^{2}}{n_{b}} \cdot \left(2 \cdot \mathbf{r}_{0}^{2} - c_{3} \cdot c_{4}^{2}\right)\right]}{\mathbf{r}_{0} \cdot \left[c_{4}^{2} \cdot \frac{J^{2}}{n_{b}} - 1\right]} \left[1 + \sqrt{1 + \frac{\left[c_{4}^{2} \cdot \frac{J^{2}}{n_{b}} - 1\right]^{2} \cdot \left[4 \cdot c_{3} \cdot \mathbf{r}_{0}^{2} - c_{3}^{2} \cdot c_{4}^{2}\right]}}{c_{4}^{2} \cdot \left[c_{3} + \frac{J^{2}}{n_{b}} \cdot \left(2 \cdot \mathbf{r}_{0}^{2} - c_{3} \cdot c_{4}^{2}\right)\right]^{2}}\right]} \quad .$$
(9.22)

Für große Werte von $r_0 \cdot m_b \cdot t_b$ und bei kleiner relativer Unsicherheit J des Probenbehandlungsverfahrens kann Gl. 9.22 durch Gl. 9.23 genähert werden:

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = \left(k_{k1-a} + k_{1-b}\right) \cdot \sqrt{\mathbf{r}_{0} \cdot \left(\frac{1}{m_{0} \cdot t_{0}} + \frac{1}{m_{b} \cdot t_{b}}\right) + \mathbf{J}^{2} \cdot \left(\mathbf{r}_{0} - \mathbf{r}_{u}\right)^{2} \cdot \left(\frac{1}{m_{0}} + \frac{1}{m_{b}}\right)} \quad .$$
(9.23)

Die *Vertrauensgrenzen*, r_l und r_u , sind dann nach Gl. 9.24 und Gl. 9.25 zu berechnen.

$$\mathbf{r}_l = \overline{\mathbf{R}_n} - a \quad ; \quad \mathbf{r}_u = \overline{\mathbf{R}_n} + a \tag{9.24}$$

mit

$$a = k_{1-\boldsymbol{g}/2} \cdot \sqrt{\frac{\overline{R_0}}{m_0 \cdot t_0} + \frac{\overline{R_b}}{m_b \cdot t_b}} + J^2 \cdot \left(\frac{\left(\overline{R_o} - \boldsymbol{r}_u\right)^2}{m_0} + \frac{\left(\overline{R_b} - \boldsymbol{r}_u\right)^2}{m_b}\right) \quad . \tag{9.25}$$

In den Gl. 9.21 und Gl. 9.22 werden die folgenden Abkürzungen benutzt:

$$q = \frac{m_b \cdot t_b}{m_0 \cdot t_0} ; c_1 = \frac{1}{m_0 \cdot t_0} + \frac{1}{m_b \cdot t_b} ; c_2 = \frac{1}{m_0} + \frac{1}{m_b} ; c_4 = \frac{1}{2} \cdot \left(k_{1-a} + k_{1-b}\right);$$

$$c_3 = \mathbf{r}_0 \cdot \left(\frac{1}{m_0 \cdot t_0} + \frac{1}{m_b \cdot t_b}\right) + \mathbf{J}^2 \cdot \left(\mathbf{r}_0 - \mathbf{r}_u\right)^2 \cdot \left(\frac{1}{m_0} + \frac{1}{m_b}\right); c_5 = \frac{q}{q+1} .$$
(9.26)

 $t_{1-\alpha,f}$, $t_{1-\gamma/2,f}$ sind die Quantile der *t*-Verteilung für *f* Freiheitsgrade und die Wahrscheinlichkeiten 1 - α und 1 - γ [DIN93c].

9.5 Beispiel: Bestimmung von ⁹⁰Sr in Bodenproben

Als Beispiel für die Anwendung von DIN 25482-6 bei bekanntem Beitrag J des Probenbehandlungsverfahrens wird hier die Bestimmung der massenbezogenen Aktivität von ⁹⁰Sr in Bodenproben nach chemischer Abtrennung und Zählung mit Liquid-Szintillation-Counting (LSC) gewählt.

Das benutzte Verfahren wurde im Rahmen der Qualitätssicherung vorab eingehend untersucht und der relative Fehler des Probenbehandlungsverfahrens J bestimmt. Dazu wurden $m_m = 20$ radioaktiv markierte Proben aus Blindprobenmaterial hergestellt und dem Probenbehandlungsverfahren unterworfen. Anschließend wurden damit zählende Messungen mit einer Meßdauer von jeweils $t_m = 30\ 000$ s durchgeführt. Bei den Messungen wurden Impulsanzahlen zwischen 55 000 und 100 000 gezählt. Die Auswertung nach DIN 25482-6 Gleichung 1 (Gl. 9.10) ergab $J^2 = 0.01897$, d.h. J = 0.1377. Bei diesen hohen Impulsanzahlen ist die zählstatistische Unsicherheit sehr gering, so daß die Gesamtunsicherheit überwiegend durch das Probenbehandlungsverfahren bestimmt wird.

Da der relative Fehler des Probenbehandlungsverfahrens bekannt sind, wird in der aktuellen Messung nur je eine Messung des Brutto- und Nulleffektes vorgenommen ($n_0 = n_b = 1$). Dazu werden je eine Bodenprobe der Masse $m_p = 0.1$ kg und eine Blindprobe gleicher Masse aus bekanntermaßen ⁹⁰Sr-freiem Boden dem chemischen Trennverfahren unterzogen und die so erhaltenen Meßpräparate nach Aufbau der ⁹⁰Y-Aktivitäten bis zum radioaktiven Gleichgewicht zählend im Flüssigszintillationszähler mit gleichen Meßdauern $t_0 = t_b = 30\ 000$ s gemessen. Die mittels ⁸⁹Sr-Tracer bestimmte chemische Ausbeute sei für beide Meßpräparate gleich $w(^{90}Sr) = 0.57$. Die Nachweiswahrscheinlichkeit der Meßanordnung wurde vorab zu $e(^{90}Sr) = 0.51$ bestimmt. Als Richtwert wird ein Wert von 0.5 Bq/kg gewählt.

Mit den vorab gewählten Irrtumswahrscheinlichkeiten $\mathbf{a} = \mathbf{b} = 0.05$ und 1 - $\mathbf{g} = 0.95$ erhält man aus Tab. A.1 die benötigten Quantile der Standardnormalverteilung $k_{1-a} = k_{1-b} = k_{0.95} = 1.645$ und $k_{1-g/2} = k_{0.975} = 1.960$.

Bei den Messungen werden für den Nulleffekt $n_0 = 866$ Impulse gezählt, entsprechend einer Nulleffektzählrate $R_0 = 0.02887 \text{ s}^{-1}$. Für den Bruttoeffekt erhielt man $n_b = 1943$ Impulse, entsprechend einer Bruttoeffektzählrate $R_b = 0.06477 \text{ s}^{-1}$. Damit erhält man eine Nettoeffektzählrate rate bzw. eine massenbezogene Nettoaktivität der Bodenprobe von

$$R_{n} = R_{b} - R_{0} = (0.06477 - 0.02887) = 0.0359 \ s^{-1},$$

$$A_{n} \binom{90}{\text{Sr}} = \frac{R_{n}}{\boldsymbol{e}(\text{Sr} - 90) \cdot \boldsymbol{w}(\text{Sr} - 90) \cdot m_{p}} = 1.23 \text{ Bq/kg}.$$
(9.27)

Mit Gl. 9.21 erhält man die *Erkennungsgrenze* für die Nettozählrate bzw. die massenbezogene Nettoaktivität

$$R_n^* = 0.003002 \text{ s}^{-1}$$
; $A_n^* = \frac{R_n^*}{\boldsymbol{e}(Sr - 90) \cdot \boldsymbol{w}(Sr - 90) \cdot \boldsymbol{m}_p} = 0.103 \text{ Bq/kg}$. (9.28)

Mit Gl. 9.22 erhält man die *Nachweisgrenze* für die Nettozählrate bzw. die massenbezogene Nettoaktivität

$$\mathbf{r}_{n}^{*} = 0.01022 \,\mathrm{s}^{-1}$$
; $\mathbf{A}_{n}^{*} = \frac{\mathbf{r}_{n}^{*}}{\mathbf{e}(Sr.90) \cdot \mathbf{w}(Sr-90) \cdot m_{p}} = 0.351 \,\mathrm{Bq/kg}$. (9.29)

Da die Erkennungsgrenze kleiner ist als der Nettoeffekt, muß man von einer gegenüber dem Blindprobenmaterial erhöhten ⁹⁰Sr-Aktivität ausgehen. Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet. Die in diesem Fall anzugebenden *Vertrauensgrenzen* für die Nettozählrate bzw. die massenbezogene Nettoaktivität berechnet man nach Gl. 9.24 zu

4

$$\mathbf{r}_{n,l}$$
; $\mathbf{r}_{n,u} = (0.0359 \pm 0.0115) \,\mathrm{s}^{-1}$; $A_{n,l}$; $A_{n,u} = (1.23 \pm 0.39) \,\mathrm{Bq/kg}$. (9.30)

Im Gegensatz zu DIN 25482-6 würde die Bestimmung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-1 unter Vernachlässigung der Unsicherheiten des Probenbehandlungsverfahrens die wesentlich niedrigeren Erkennungs- und Nachweisgrenzen und einen wesentlich schmaleren Vertrauensbereich ergeben:

Erkennungsgrenze
$$R_n^* = 0.00233 \text{ s}^{-1}$$
; $A_n^* = \frac{R_n^*}{e(Sr - 90) \cdot w(Sr - 90) \cdot m_p} = 0.0802 \text{ Bq/kg}$,

Nachweisgrenze
$$\mathbf{r}_{n}^{*} = 0.00474 \,\mathrm{s}^{-1}$$
; $A_{n}^{*} = \frac{\mathbf{r}_{n}}{\mathbf{e}(Sr - 90) \cdot \mathbf{w}(Sr -) \cdot m_{p}} = 0.163 \,\mathrm{Bq/kg}$,

Vertrauensgrenzen $\mathbf{r}_{n,l}$; $\mathbf{r}_{n,u} = (0.0359 \pm 0.035) \text{ s}^{-1}$; $A_{n,l}$; $A_{n,u} = (1.23 \pm 0.12) \text{ Bq/kg}$.

IV Charakteristische Grenzen auf der Grundlage der Bayes Statistik

Festlegung charakteristischer Grenzen mittels Bayes-Statistik Charakteristische Grenzen auf der Grundlage von DIN 25482-10

Wie bereits in Kap. 2 angekündigt, wird in Teil 10 von DIN 25482 ein anderer, wesentlich allgemeinerer Ansatz zur Berechnung der charakteristischen Grenzen gewählt. Auf der Grundlage der Bayes-Statistik, z.B. [Lee89], werden mit Hilfe der Bayes-Theorie Meßunsicherheiten [Wei92] neu definiert [Wei98a, Wei98b]. An dieser Stelle sollen nur einige Aspekte dieses neuen Ansatzes angesprochen werden.

DIN 25482-10 ist auch als alternativer Ansatz für die Meßprobleme zu verstehen, die in den Teilen 1 - 7 von DIN 25482 behandelt wurden. Die jeweils sich ergebenden Formeln zur Berechnung der charakteristischen Grenzen dürfen jedoch nicht vermischt werden. Vielmehr muß jeweils konsequent nach dem gewählten Normteil vorgegangen werden.

DIN 25482-10 hat die Behandlung komplexerer Probleme möglich gemacht. So wird in ISO 11929-7 bzw. DIN 25482-12 das Problem der Ausgleichsrechnung zur Spektrumsentfaltung auf der Grundlage der Bayes-Theorie der Meßunsicherheiten [Wei92] und DIN 25482-10 behandelt; siehe [Wei95a] bzgl. einer ausführlichen Darstellung. Auch die Norm DIN 25482-13, in der Messungen an bewegten Objekten behandelt werden, wird auf der Grundlage von DIN 25482-10 entwickelt.

Der Ansatz auf der Grundlage der Bayes-Statistik, d.h. nach DIN 25482-10, ist gegenüber dem konventionell statistischen Ansatz wesentlich leichter einsichtig [Wei98b], seine Ableitung jedoch auch sehr aufwendig [Wei98a]. In Kapitel 4 wurden der allgemeine Ansatz der Bayes-Theorie der Meßunsicherheiten und einige Ergebnisse vorgestellt. Hier soll nun der generelle Weg zur Definition charakteristischer Grenzen auf der Grundlage der Bayes-Statistik dargestellt werden. Für eine detailierte Behandlung sei jedoch auch hier auf die Originalpublikationen [Wei98a, Wei98b] und DIN 25482-10 verwiesen.

Es wird grundsätzlich so vorgegangen, daß dem (mittels Kernstrahlungsmessungen) zu untersuchenden physikalischen Effekt eine *nichtnegative Meßgröße* zuzuordnen ist, die den Effekt quantifiziert und den Wert Null annimmt, wenn der Effekt im aktuellen Fall nicht vorliegt.

Der Meßgröße ist dann eine *Erkennungsgröße X* zuzuordnen. Es handelt sich dabei um 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 der Meßgröße x übereinstimmt (EX = x). 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 Standardunsicherheit* u(x) der Meßgröße als *primäres vollständiges Meßergebnis* für die Meßgröße nach DIN 1319-3, DIN 1319-4 oder [ISO95] durch Auswertung von Meßdaten und anderen Informationen mittels eines Modells der Auswertung zu berechnen. Das Modell verknüpft alle in der Auswertung beteiligten Größen (Eingangsgrößen) mit den Ergebnisgrößen (Ausgangsgrößen), von denen eine die Erkennungsgröße ist. Es wird bei dieser Auswertung nicht explizit benutzt, daß die Meßgröße nichtnegativ ist. Daher darf x nega-

tiv sein, zumal wenn die Meßgröße nahezu den Wert Null hat. Bzgl. der hier benutzten Begriffe der Metrologie siehe Kap. 3 und [ISO93, ISO95].

Für die Festlegung der Nachweis- und Erkennungsgrenze ist außerdem die *Standardunsicherheit der Erkennungsgröße* X als Funktion $\tilde{u}(\mathbf{x})$ des wahren Wertes der Meßgröße zumindest näherungsweise zu berechnen. \mathbf{x} ist der Wert eines anderen, nichtnegativen Schätzers $\hat{\mathbf{x}}$ der Meßgröße; d.h. \mathbf{x} berücksichtigt im Gegensatz zu X, daß die Meßgröße nichtnegativ ist.

Während sich die Nachweis- und Erkennungsgrenze auf den Schätzer X der Meßgröße beziehen, beziehen sich die Vertrauensgrenzen auf \hat{x} . Es wird außerdem der Erwartungswert E \hat{x} als *bester Schätzwert* z mit der zugehörigen Standardunsicherheit u(z) der Meßgröße berechnet.

Auf der Grundlage der Bayes-Statistik können dann nach dem Prinzip der Maximalen Entropie die Wahrscheinlichkeitsverteilungen $f(\mathbf{x}|\mathbf{x}; \mathbf{y})$ nach Gl. 4.21 berechnet werden und die charakteristischen Grenzen als geeignete Quantile dieser Verteilungen für $\mathbf{x} = 0$, $\mathbf{x} = \mathbf{x}^*$, $\mathbf{x} = x$ wie folgt definiert und bestimmt werden. Die Quantile werden aus den Quantilen k_p zur Wahrscheinlichkeit p der Standardnormalverteilung und der Standardunsicherheit von $\tilde{u}(\mathbf{x})$ des wahren Wertes der Meßgröße berechnet.

In DIN 25482-10 wird grundsätzlich die Auswertung der Messung nach DIN 1319-3/4 von der Festlegung der charakteristischen Grenzen getrennt, basiert aber auf dieser Auswertung. Daher steht am Anfang die Auswertung der Messung nach DIN 1319 oder dem ISO Guide, die als Ergebnis ein (primäres) Meßergebnis *x* für die Meßgröße **x** und die dem Meßergebnis x zugeordnete Standardunsicherheit u_x liefert. Damit ist $f(\mathbf{x}|x; y)$ nach Gl. 4.23 eine (mit dem Modellprior gefaltete) Normalverteilung und bekannt.

Ein solchermaßen ermitteltes primäres Meßergebnis x weist nur dann signifikant darauf hin, daß der wahre Wert der Meßgröße größer Null ist, wenn er unter der Hypothese H₀: $\mathbf{x} = 0$ genügend unwahrscheinlich ist. Das Meßergebnis x muß dazu zu einer vorzuwählenden Irrtumswahrscheinlichkeit \mathbf{a} des Fehlers 1. Art größer sein als die *Erkennungsgrenze*

$$x^* = k_{1-\boldsymbol{a}} \cdot \tilde{u}(0) \ . \tag{10.1}$$

Genügt die Näherung $\tilde{u}(0) = u(0)$, so gilt $x^* = k_{1-a} \cdot u(0)$ (vgl. hierzu Kapitel 10.2).

Die Nachweisgrenze ist der kleinste wahre Wert der Meßgröße x^* , der mit dem Meßverfahren noch zuverlässig nachgewiesen werden kann. Die *Nachweisgrenze* wird so festgelegt, daß die Wahrscheinlichkeit für den Fehler 2. Art gleich **b** ist (Gl. 10.2):

$$\boldsymbol{x}^* = \boldsymbol{x}^* + k_{1-\boldsymbol{b}} \cdot \widetilde{\boldsymbol{u}} \left(\boldsymbol{x}^* \right) \quad . \tag{10.2}$$

Gleichung 10.2 ist eine implizite Gleichung, da ihre rechte Seite selbst von \mathbf{x}^* abhängt. Die Nachweisgrenze läßt sich daraus zweckmäßiger Weise durch Iteration mit der Anfangsnäherung $\mathbf{x}^* = 2x^*$ berechnen. Diese Iteration konvergiert meist.

Genügt die Näherung $\tilde{u}(\mathbf{x}) = u(x)$, so gilt $\mathbf{x}^* = (k_{1-a} + k_{1-b}) \cdot u(x)$ (vgl. hierzu Kapitel 10.2).

Zur *Beurteilung des Meßverfahrens* und zur Entscheidung, ob das Meßverfahren dem Meßzweck genügt, wird die Nachweisgrenze \mathbf{x}^* mit dem Richtwert \mathbf{x}_r , d. h. mit Anforderungen aus gesetzlichen, technischen oder anderen Quellen verglichen. Das Meßverfahren gilt als ungeeignet für den Meßzweck, wenn $\mathbf{x}^* > \mathbf{x}_r$ ist.

Der Vertrauensbereich für die Meßgröße zur Wahrscheinlichkeit $1 - \gamma$ wird bei vorliegendem primären Meßergebnis x und der diesem zugeordneten Standardmeßunsicherheit u(x) der Meßgröße durch die untere und obere Vertrauensgrenze \mathbf{x}_l (l für lower) und \mathbf{x}_u (u für upper) eingeschlossen. Die Vertrauensgrenzen ergeben sich als die Quantile $\mathbf{x}_{g/2}$ und $\mathbf{x}_{1-g/2}$ von

 $f(\mathbf{x}|x; y)$ nach Gl. 4.43 zu

$$\boldsymbol{x}_{l} = \boldsymbol{x}_{\boldsymbol{g}/2} = \boldsymbol{x} - \boldsymbol{k}_{p} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}) \text{ mit } \boldsymbol{p} = \boldsymbol{h} \cdot (1 - \boldsymbol{g}/2)$$
(10.3)

und

$$\boldsymbol{x}_{u} = \boldsymbol{x}_{1-\boldsymbol{g}/2} = \boldsymbol{x} + \boldsymbol{k}_{q} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}) \text{ mit } q = 1 - \boldsymbol{h} \cdot \boldsymbol{g}/2 \quad , \tag{10.4}$$

wobei

$$\boldsymbol{h} = \frac{1}{\sqrt{2\boldsymbol{p}}} \int_{-\infty}^{x/u(x)} \exp\left(-\frac{z^2}{2}\right) dz = \Phi(x/u(x)) \quad . \tag{10.5}$$

Die Funktion F(t) liegt in tabellierter Form z. B. in [Koh96] und als Tab. A.2 im Anhang vor. Die Vertrauensgrenzen liegen nicht symmetrisch zum Erwartungswert $E\hat{x}$, jedoch sind die Wahrscheinlichkeiten für $\hat{x} < x_l$ und $\hat{x} > x_{u}$ beide gleich $\gamma/2$. Es gilt $0 < x_l < x_u$.

Für x >> u(x) gelten die Näherungen

$$\mathbf{x}_{l,u} = x \pm k_{1-\mathbf{g}/2} \cdot u(x) \,. \tag{10.6}$$

Die Näherung gilt als hinreichend, wenn $x \gg 2 \cdot k_{1-g/2} \cdot u(x)$ ist.

Zur *Beurteilung des Meßergebnisses* ist das ermittelte primäre Meßergebnis x mit der Erkennungsgrenze zu vergleichen. Der durch die Meßgröße quantifizierte Effekt gilt als erkannt, wenn $x > x^*$ ist. Wenn das der Fall ist, ergibt sich mit Gl. 10.7 als *bester Schätzer z für die Meßgröße*

$$z = \mathbf{E}\hat{\mathbf{x}} = x + \frac{u(x) \cdot \exp\left(-\frac{x^2}{2u^2(x)}\right)}{h\sqrt{2p}}$$
(10.7)

mit der zugehörigen Standardunsicherheit

$$u(z) = \sqrt{\operatorname{Var}(\hat{\mathbf{x}})} = \sqrt{u^2(x) - (z - x) \cdot z}$$
(10.8)

Es gelten die Beziehungen $z \ge x$ und $z \ge 0$ sowie $u(z) \le u(x)$, sowie für x >> u(x) die Näherungen

$$z = x ; u(z) = u(x)$$
. (10.9)

Mit der vollständigen Auswertung einer Messung nach DIN 1319 bzw. dem ISO Guide können die Vertrauensgrenzen nach Gl. 10.3 und 10.4 vollständig berechnet werden. Das Problem der Berechnung der Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze hängt allerdings noch von der Kenntnis der Funktion $\tilde{u}(\mathbf{x})$ ab, auf deren Berechnung im nächsten Abschnitt eingegangen wird.

10.2 Die Berechnung von $\tilde{u}(x)$

Mit den Definitionen von Erkennungs- und Nachweisgrenze nach Gl. 10.1 und Gl. 10.2 reduziert sich das Problem der Berechnung dieser charakteristischen Grenzen auf die Bestimmung der Standardunsicherheit $\tilde{u}(\mathbf{x})$ als Funktion des wahren Wertes der Meßgröße \mathbf{x} . Diese Funktion muß vom Anwender unter Anwendung von DIN 1319 oder des ISO Guides im Rahmen der Auswertung berechnet werden. Sie kann auch experimentell ermittelt werden (vgl. Kap. 14).

Die Funktion $\tilde{u}(\mathbf{x})$ erweist sich oft als langsam steigend. Darum genügt vielfach die Näherung $\tilde{u}(\mathbf{x}) = u(x)$. Dies gilt vor allem, wenn der primäre Schätzwert der Meßgröße nicht wesentlich größer ist als die ihm zugeordnete Standardunsicherheit u(x). Ergibt sich der Wert xfür $\mathbf{x} = 0$ als Differenz (Nettoeffekt) von zwei ungefähr gleich großen Anteilen y_1 und y_0 , d.h. gilt

$$x = y_1 - y_0 , \qquad (10.10)$$

so kann

$$\tilde{u}^{2}(0) = u^{2}(y_{1}) + u^{2}(y_{0})$$
(10.11)

angesetzt werden, wobei $u(y_1)$ und $u(y_0)$ die den Größen y_1 und y_0 zugeordneten Standardunsicherheiten sind.

Im Beispiel einer zählenden Kernstrahlungsmessung, bei der die Nettozählrate $\mathbf{r}_n = \mathbf{r}_b - \mathbf{r}_0$ die Meßgröße ist, ergibt sich so

$$\tilde{u}^{2}(0) = u^{2}(R_{b} = R_{0}) + u^{2}(R_{0}) = \frac{R_{0}}{t_{b}} + \frac{R_{0}}{t_{0}} = R_{0} \cdot \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}}\right)$$
(10.12)

und mit $t_0 = t_b = t$

$$\tilde{u}^{2}(0) = 2 \cdot u^{2}(R_{0}) = 2 \cdot n_{0}/t^{2} = 2 \cdot \frac{R_{0}}{t} .$$
(10.13)

Sind lediglich $\tilde{u}(0)$ und u(x) bekannt, so reicht für x > 0 oft die lineare Interpolation aus:

$$\widetilde{u}^2(\mathbf{x}) = \widetilde{u}^2(0) \cdot (1 - \mathbf{x} / x) + u^2(x) \cdot \mathbf{x} / x \quad . \tag{10.14}$$

Zu einem bekannten Wert *x* und der zugehörigen Standardunsicherheit u(x) erhält man durch Einsetzen von $\mathbf{x} = \mathbf{x}^*$ in Gl. 10.14 eine Gleichung für $\tilde{u}(\mathbf{x}^*)$. Durch Einsetzen von $\tilde{u}(\mathbf{x}^*)$ in Gl. 10.2 erhält man eine implizite Bestimmungsgleichung für \mathbf{x}^* , die iterativ gelöst werden kann mit dem Anfangswert $\mathbf{x}^* = 2 \cdot x^*$.

Mit der Interpolationsformel nach Gl. 10.14 ergibt sich für die Nachweisgrenze auch die Näherung

$$\mathbf{x}^{*} = a + \sqrt{a^{2} + \left(k_{1-a}^{2} - k_{1-b}^{2}\right) \cdot \tilde{u}^{2}(0)} \quad \text{mit}$$

$$a = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(0) + \frac{1}{2} \left(k_{1-b}^{2} / x\right) \cdot \left(u^{2}(x) - \tilde{u}^{2}(0)\right) \quad .$$
(10.15)

Wenn $\boldsymbol{a} = \boldsymbol{b}$ ist, folgt $\boldsymbol{x}^* = 2a$.

Im Falle, daß $\tilde{u}(\mathbf{x})$ nur wenig von \mathbf{x} abhängt, kann man die Näherung $\tilde{u}(\mathbf{x}) = u(x) = \text{const}$ benutzen, wenn $\mathbf{x} \le 4 \cdot u(x)$ ist. Dann gelten die bekannten Näherungen

$$x^* = k_{1-a} \cdot u(x)$$
, (10.16)

$$\boldsymbol{x}^* = \begin{pmatrix} k_{1-\boldsymbol{a}} + k_{1-\boldsymbol{b}} \end{pmatrix} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{x}) \tag{10.17}$$

und für a = b ist

$$\boldsymbol{x}^* = 2 \cdot \boldsymbol{x}^*. \tag{10.18}$$

Als Beispiele für die Berechnung von $\tilde{u}(\mathbf{x})$ soll hier der Fall Poisson-verteilter Zählereignisse: behandelt werden. Sei die Meßgröße eine Nettozählrate $\mathbf{r}_n = \mathbf{r}_b - \mathbf{r}_0$, dann werden die

Meßwerte x aus den in Nulleffekt- und Bruttomessung während der Meßdauern t_0 und t_b erhaltenen Impulsanzahlen n_0 und n_b berechnet und man erhält als primäres Meßergebnis x und die ihm zugeordnete Standardmeßunsicherheit u(x)

$$x = \frac{n_b}{t_b} - \frac{n_0}{t_0} \quad , \tag{10.19}$$

$$u_x^2 = \frac{n_b}{t_b^2} + \frac{n_0}{t_0^2} \quad . \tag{10.18}$$

Für den Bruttoeffekt **x** der Zählrate erwartet man die Impulsanzahl

$$n_b = \mathbf{x} \cdot t_b + n_0 \cdot t_b / t_0 \tag{10.20}$$

mit der zugehörigen Standardunsicherheit $\tilde{u}(\mathbf{x})$

$$\tilde{u}^{2}(\mathbf{x}) = \frac{\mathbf{x}}{t_{b}} + \frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right) \,. \tag{10.21}$$

Man beachte, daß es sich hier nicht um eine Näherung handelt. Es wurde nur die Information E(N) = Var(N)über die Poisson-Verteilung benutzt.

Diese sehr allgemeine Darstellung, die erst zusammen mit den detaillierten Vorschriften in DIN 25482-10 anwendbar wird, sollen in den folgenden Kapiteln 11 - 14 mit der einfachen Anwendung auf zählende Kernstrahlungsmessungen mit Zeitvorwahl mit und ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses sowie auf das allgemeinere Problem der Dosismessung mit Thermolumineszenz-Dosimetern erläutert werden.



Abb. 10.1: Zur Festlegung der Vertrauensgrenzen $r_{n,l}$ und $r_{n,u}$ und des besten Schätzers *z* des wahren Wertes der Meßgröße r_n bei der Bestimmung einer Nettozählrate R_n bei zählenden Kernstrahlungsmessungen; siehe [Wei98a] bzgl. näherer Erläuterungen. Der Modellprior ist die mathematische Darstellung der Vorinformation, daß die Meßgröße nichtnegativ ist.

11 Charakteristische Grenzen für zählende Messungen ohne Berücksichtigung der Probenbehandlung nach DIN 25482-10

Die Meßgröße ist im Fall zählender Messungen ohne die Berücksichtigung der Probenbehandlung die Nettozählrate r_n einer Probe radioaktiven Materials, die durch Messungen des Nulleffektes und des Bruttoeffektes zu bestimmen ist.

Das Modell und gleichzeitig der Ansatz für die Erkennungsgröße lautet

$$X = \mathbf{r}_b - \mathbf{r}_0 \tag{11.1}$$

Daraus folgen für die Nettozählrate das primäre Meßergebnis x und die zugehörige Standardabweichung u(x) mit

$$x = EX = n_b / t_b - n_0 / t_0 \quad ; \quad u^2(x) = Var(X) = n_b / t_b^2 + n_0 / t_0^2 , \quad (11.2)$$

wobei t_b die Dauer der Probenmessung, t_0 die Dauer der Nulleffektmessung und n_b bzw. n_0 die Anzahl der dabei jeweils gezählten Ereignisse ist.

Mit der im vorangehenden Kapitel gegebenen Ableitung für die Berechnung von $\tilde{u}(\mathbf{x})$ im Fall Poisson-verteilter Ereignisse (Gl. 10.21) erhält man mit $\mathbf{x} = 0$ bei Zeitvorwahl für die *Erkennungsgrenze*

$$x^* = k_{1-a} \cdot \sqrt{\frac{n_0}{t_0} \cdot \left(\frac{1}{t_b} + \frac{1}{t_0}\right)}$$
 (11.3)

und mit $\mathbf{x} = \mathbf{x}^*$ in Gl. 10.21 für die *Nachweisgrenze*

$$\mathbf{x}^* = {}_x^* + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \sqrt{\frac{\mathbf{x}^*}{t_b} + \frac{n_0}{t_0}} \cdot \left(\frac{1}{t_b} + \frac{1}{t_0}\right) .$$
(11.4)

Bzgl. eingehender Darstellung siehe [Wei98a]. Die sich ergebenden Nachweis- und Erkennungsgrenzen stimmen mit denen nach DIN 25482-1 für hinreichend große Ereigniszahlen n_b und n_0 überein [Wei98a]. Analoge Formeln für zählende Messungen bei Impulsvorwahl können Anhang A.2 von DIN 25482-10 entnommen werden.

Die *Vertrauensgrenzen* ergeben sich mit der Standardmeßunsicherheit nach Gl. 10.3 und Gl. 10.4 und den Werten von *h* nach Gl. 10.5 und Tabelle A.2 im Anhang zu

$$\mathbf{x}_{l} = \mathbf{x}_{g/2} = \frac{n_{b}}{t_{b}} - \frac{n_{0}}{t_{0}} - k_{p} \cdot \sqrt{\frac{n_{b}}{t_{b}^{2}} + \frac{n_{0}}{t_{0}^{2}}} \text{ mit } p = \mathbf{h} \cdot (1 - \mathbf{g}/2)$$
(11.5)

und

$$\mathbf{x}_{u} = \mathbf{x}_{1-\mathbf{g}/2} = \frac{n_{b}}{t_{b}} - \frac{n_{0}}{t_{0}} + k_{q} \cdot \sqrt{\frac{n_{b}}{t_{b}^{2}} + \frac{n_{0}}{t_{0}^{2}}} \text{ mit } q = 1 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g}/2 \quad .$$
(11.6)

Der beste Schätzers z der Meßgröße wird nach Gl. 10.7 berechnet.

$$z = E\hat{\boldsymbol{x}} = \frac{n_b}{t_b} - \frac{n_0}{t_0} + \frac{1}{\boldsymbol{h}\sqrt{2\boldsymbol{p}}} \sqrt{\frac{n_b}{t_b^2} + \frac{n_0}{t_0^2}} \cdot \exp\left(-\frac{\left(n_b/t_b - n_0/t_0\right)^2}{2\cdot\left(n_b/t_b^2 + n_0/t_0^2\right)}\right)$$
(11.7)

mit

$$\boldsymbol{h} = \Phi \left(\frac{n_b/t_b - n_0/t_0}{\sqrt{n_b/t_b^2 + n_0/t_b^2}} \right) = \Phi (R_n/u(R_n)) \quad .$$
(11.8)

Die zugehörige Standardunsicherheit des besten Schätzers der Meßgröße berechnet man nach Gl. 10.8 zu

$$u(z) = \sqrt{\operatorname{Var}(\hat{\mathbf{x}})} = \sqrt{n_b/t_b^2 + n_0/t_0^2 - (z - n_b/t_b + n_0/t_0) \cdot z} \quad . \tag{11.9}$$

DIN 25482-10 erlaubt im Gegensatz zu DIN 25482-1 auch die Berücksichtigung der Unsicherheit von Kalibrierfaktoren und Nachweiswahrscheinlichkeiten. Es sei z.B. die Aktivität A aus der Nettozählrate R_n nach dem Modell

$$A = \mathbf{r}_n / \mathbf{e} \tag{11.10}$$

zu bestimmen. Dann kann auch die aus anderen Quellen bekannt Standardunsicherheit u(e) oder die relative Standardunsicherheit

$$u_{rel}(\boldsymbol{e}) = u(\boldsymbol{e})/\boldsymbol{e} \quad , \tag{11.11}$$

der Nachweiswahrscheinlichkeit *e* berücksichtigt werden. (In diesem einfachen Beispiel wird die Emissionswahrscheinlichkeit ohne Einschränkung der Allgemeinheit gleich Eins gesetzt.) Wegen der Fortpflanzung der Unsicherheiten (Kapitel 3.2) gilt

$$\tilde{u}^2(A) = \tilde{u}^2(\mathbf{r}_n) \cdot \left(\frac{1}{\mathbf{e}}\right)^2 + u^2(\mathbf{e}) \cdot \left(\frac{\mathbf{r}_n}{\mathbf{e}^2}\right)^2 = \tilde{u}^2(\mathbf{e} \cdot A) / \mathbf{e}^2 + u_{rel}^2(\mathbf{e}) \cdot A^2 \quad , \qquad (11.12)$$

womit sich die charakteristischen Grenzen für die Nettoaktivität berechnen lassen. Die Er-kennungsgrenze A^*

$$\boldsymbol{A}^* = \boldsymbol{k}_{1-\boldsymbol{a}} \cdot \widetilde{\boldsymbol{u}}(0) \tag{11.13}$$

und die *Nachweisgrenze* a^{*}

$$\boldsymbol{a}^* = \boldsymbol{A}^* + \boldsymbol{k}_{1-\boldsymbol{b}} \cdot \widetilde{\boldsymbol{u}} \left(\boldsymbol{a}^* \right) \ . \tag{11.14}$$

Dieses einfache Problem zeigt bereits, wie die Anwendung von DIN 25482-10 es im Gegensatz zu DIN 25482-1 ermöglicht, neben den Unsicherheiten, die aus mehrfach wiederholten und zählenden Messungen erfaßt werden können, auch solche Unsicherheiten, über die Informationen nur aus anderen Quellen zur Verfügung stehen, bei der Festlegung der charakteristischen Grenzen zu berücksichtigen. Ein zusätzlicher besonderer Vorteil ist die Vermeidung negativer Meßergebnisse, wenn als Meßergebnis der beste Schätzwert nach Gl. 10.7 angegeben wird (Abb. 10.1).

11.1 Anwendung von DIN 25482-10 auf zählende Messungen

Wir zeigen hier die Anwendung von DIN 25482-10 auf zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungsverfahrens am Beispiel der Messung einer Wischprobe zur Kontaminationsprüfung. Dabei wird einmal in vollständiger Analogie zu DIN 25482-1 vorgegangen (Abschnitt 11.2). Dann wird in Abschnitt 11.3 zusätzlich die Unsicherheit Nachweiswahrscheinlichkeit e bei der Berechnung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-10 berücksichtigt. Im Kapitel 12 wird dann die Unsicherheit des Entnahmefaktors f bei Wischtests als Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens zusätzlich berücksichtigt, einmal durch Mehrfachmessung bei unbekanntem Einfluß des Probenahmeverfahrens (Abschnitt 12.1) und einmal für durch vor der Kontaminationsprüfung durchgeführte Testexperimente bekannte Unsicherheit des Probenahmeverfahrens (Abschnitt 12.2). Dabei werden alle Einzelschritte vorgeführt und auf Näherungen zum Zweck vollständigen und besseren Verständnisses verzichtet, auch wenn sie für das gegebene Meßproblem sinnvoll wären.

Das Problem ist jeweils dasselbe. Im Rahmen von Freimessungen von Geräteteilen werden zur Überprüfung auf Kontamination mit ¹³⁷Cs Wischtests durchgeführt. Dazu wird von jedem Geräteteil eine Wischprobe einer zugänglichen Fläche $F = 100 \text{ cm}^2$ mit einem Entnahmefaktor *f* genommen und die Wischprobe mit einem kalibrierten Meßgerät mit der Nachweiswahrscheinlichkeit *e* gemessen. Das Ergebnis dieser Bruttomessung wird mit dem einer unabhängigen Nulleffektmessung verglichen.

Die Meßgröße ist also die Oberflächenkontamination a_F mit dem Modell der Auswertung

$$\boldsymbol{a}_F = \frac{\boldsymbol{r}_n}{\boldsymbol{e}(\text{Cs}-137) \cdot f \cdot F} \tag{11.15}$$

mit den Meßwerten A_F und den zugehörigen Meßunsicherheiten $u(A_F)$

$$u(A_F) = \frac{u(R_n)}{\boldsymbol{e}(\text{Cs}-137) \cdot f \cdot F} \quad . \tag{11.16}$$
Die Standardmeßunsicherheit der Nettozählrate ist gegeben durch

$$u(R_n) = \sqrt{n_b/n_b^2 + n_0/t_0^2} = \sqrt{R_b/t_b + R_0/t_0} \quad . \tag{11.17}$$

Vor Beginn der Messung werden die Wahrscheinlichkeiten für die Fehler 1. und 2. Art sowie das Vertrauensniveau festgelegt mit a = b = 5 % und g = 95 %. Mit den gewählten Wahrscheinlichkeiten ergeben sich nach Tab. A.2 im Anhang die Quantile der Standardnormalverteilung $k_{1-\alpha}$, $k_{1-\beta} = 1.645$. Als Richtwert wird ein Grenzwert für eine Freimessung von 0.5 Bq/cm² gewählt.

11.2 Beispiel: Vorgehen nach DIN 25482-10 in Analogie zu DIN 25482-1

Im Sinne von DIN 25482-1 wird lediglich die Unsicherheit $u(R_n)$ der Nettozählrate berücksichtigt, d. h. das vorab bestimmte Ansprechvermögen e(Cs-137) = 0.0031 und der Entnahmefaktor f = 0.1 werden als konstant angenommen, da über die tatsächliche Entnahmeeffektivität keine weitere Information vorliegt.

In diesem Beispiel wird das Ansprechvermögen aus didaktischen Gründen relativ niedrig angesetzt. Ein solches Ansprechvermögen würde man nur bei einer γ -spektrometrischen Einkanal-Messung mit einem schlechten Halbleiterdetektor erzielen.

Obwohl in diesem Beispiel zählende, nicht-spektrometrische Messungen behandelt werden, ist dies für die Behandlung des Problems nach DIN 25482-10 unerheblich. Das Beispiel kann ohne Probleme auf spektrometrische Messungen übertragen werden, wenn die entsprechenden Meßunsicherheiten $u(R_b)$ und $u(R_0)$ nach DIN 1319 oder dem *ISO Guide* korrekt bestimmt und entsprechend verwandt werden.

Da die Unsicherheiten von f und F in diesem Beispiel vernachlässigt werden, gilt mit dem Modell nach Gl. 11.15 für die Standardunsicherheit $u(A_F)$:

$$u(A_F) = \frac{u(R_n)}{\boldsymbol{e}(Cs - 137) \cdot f \cdot F} \quad . \tag{11.18}$$

Der Nulleffekt des Meßgerätes wurde mit einer Meßdauer $t_0 = 72000$ s einmal gemessen ($m_0 = 1$). Bei der Messung wurde eine Impulsanzahl des Nulleffektes $n_0 = 4178$ erhalten, entsprechend einer Nulleffektzählrate $R_0 = 0.05803$ s⁻¹ und einer zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(R_0) = 0.0008977$ s⁻¹. Bei der einmaligen Messung des Bruttoeffektes der Wischprobe ($m_b = 1$) mit der Meßdauer $t_b = 3600$ s wurden $n_b = 259$ Impulse gezählt. Daraus ergibt sich eine Bruttoeffektzählrate $R_b = 0.07194 \text{ s}^{-1}$ mit einer zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(R_b) = 0.004470 \text{ s}^{-1}$.

Damit ergibt sich eine Nettozählrate $R_n = 0.01391 \text{ s}^{-1}$ mit der Standardmeßunsicherheit nach Gl. 10.18 $u(R_n) = 0.004560 \text{ s}^{-1}$. Nach Gl. 11.18 erhält man eine flächenbezogene Aktivität des Wischtestes

$$A_F = \frac{R_n}{\boldsymbol{e}(\text{Cs}-137) \cdot f \cdot F} = \frac{0.01391 \,\text{s}^{-1}}{0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100 \,\text{cm}^2} = 0.4487 \,\text{Bq/cm}^2 \tag{11.19}$$

mit der zugehörigen Meßunsicherheit bei ausschließlicher Berücksichtigung der Unsicherheit von R_n

$$u(A_F) = \frac{u(R_n)}{e(\text{Cs}-137) \cdot f \cdot F} = \frac{0.004560 \text{ s}^{-1}}{0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100 \text{ cm}^2} = 0.1471 Bq/\text{cm}^2 \qquad (11.20)$$

Zur Berechnung von Erkennungs- und Nachweisgrenze wird die Unsicherheit der Meßgröße $\tilde{u}(a_F)$ als Funktion ihres Wertes benötigt. Sie kann in diesem Beispiel mit dem Modell nach Gl. 11.15 berechnet werden nach

$$\widetilde{u}^{2}(\mathbf{a}_{F}) = \left(\frac{\partial \mathbf{a}_{F}}{\partial \mathbf{r}_{n}}\right)^{2} \cdot \widetilde{u}^{2}(\mathbf{r}_{n}) \quad .$$
(11.21)

Man erhält

$$\widetilde{u}(\mathbf{a}_F) = \frac{\widetilde{u}(\mathbf{r}_n)}{\mathbf{e}(Cs - 137) \cdot f \cdot F} \quad . \tag{11.22}$$

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt nach Gl. 10.1 – 10.2. Man erhält für die *Erkennungsgrenze*, wenn r_0 durch R_0 geschätzt wird,

$$A_{F}^{*} = k_{1-a} \cdot \tilde{u} \left(\mathbf{a}_{F} = 0 \right) = \frac{k_{1-a} \cdot \tilde{u} \left(\mathbf{r}_{n} = 0 \right)}{\mathbf{e} (Cs - 137) \cdot f \cdot F} = \frac{k_{1-a}}{\mathbf{e} (Cs - 137) \cdot f \cdot F} \cdot \sqrt{\frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right)}$$
(11.23)
$$= \frac{1.645}{0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100} \cdot \sqrt{\frac{4178}{72000} \cdot \left(\frac{1}{72000} + \frac{1}{3600} \right)} Bq/cm^{2} = 0.2183 Bq/cm^{2} .$$

Für die *Nachweisgrenze* erhält man mit Gl. 11.4, 11.15 und 11.22 die implizite Bestimmungsgleichung

$$\mathbf{a}_{F}^{*} = A_{F}^{*} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \widetilde{u}\left(\mathbf{a}_{F}^{*}\right) = A_{F}^{*} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \frac{\widetilde{u}\left(\mathbf{r}_{n}^{*}\right)}{\mathbf{e}(Cs - 137) \cdot f \cdot F}$$
$$= A_{F}^{*} + \frac{k_{1-\mathbf{b}}}{\mathbf{e}(Cs - 137) \cdot f \cdot F} \sqrt{\frac{\mathbf{r}_{n}^{*} + \frac{n_{0}}{t_{b}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}}\right)}{t_{b}}}$$
$$= A_{F}^{*} + \frac{k_{1-\mathbf{b}} \cdot \frac{k_{1-\mathbf{b}} \cdot \frac{1}{t_{b}}}{\mathbf{e}(Cs - 137) \cdot f \cdot F} \sqrt{\frac{\mathbf{a}_{F}^{*} \cdot \mathbf{e}(Cs - 137) \cdot f \cdot F}{t_{b}} + \frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}}\right)}$$

$$= 0.2183 \,\mathrm{Bq/cm^2} +$$

$$+\frac{1.645}{0.0031\cdot0.1\cdot100}\cdot\sqrt{\frac{\boldsymbol{a}_{F}^{*}\cdot0.0031\cdot0.1\cdot100}{3600}}+\frac{4178}{72000}\cdot\left(\frac{1}{3600}+\frac{1}{72000}\right)}\mathrm{Bq/cm^{2}}$$

$$= 0.2183 \,\mathrm{Bq/cm^{2}} + \frac{1.645}{0.031} \cdot \sqrt{\boldsymbol{a}_{F}^{*} \cdot 8.611 \cdot 10^{-6} + 1.6925 \cdot 10^{-5}} \,\mathrm{Bq/cm^{2}} \quad .$$
(11.24)

Mit dem Anfangswert $\mathbf{a}_F^* = 2 \cdot A_F^* = 0.4366 \text{ Bq/cm}^2$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Nach drei Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der Genauigkeit der angegebenen Ziffern konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$\mathbf{a}_F^* = 0.46085 \,\mathrm{Bq/cm^2}$$
 (11.25)

Da der Nettoeffekt größer ist als die Erkennungsgrenze, liegt eine flächenbezogene Aktivität A_F größer Null vor. Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet. Die in diesem Falle anzugebenden *Vertrauensgrenzen* ergeben sich nach Gl. 10.3 und 10.4 mit **h** nach Gl. 10.5

$$\mathbf{h} = \Phi(A_F / u(A_F)) = \Phi(0.4487 / 0.1471) = \Phi(3.050) = 0.9988$$
(11.26)

und mit

$$p = \mathbf{h} \cdot (1 - \mathbf{g}/2) = 0.9988 \cdot 0.975 = 0.9738 \tag{11.27}$$

und

$$q = 1 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g}/2 = 1 - 0.988 \cdot 0.025 = 0.9753 \tag{11.28}$$

zu

$$\mathbf{a}_{l} = A_{F} - k_{p} \cdot u(A_{F})$$

$$= (0.4487 - k_{0.9738} \cdot 0.1471) \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

$$\approx (0.4487 - k_{0.975} \cdot 0.1471) \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

$$= (0.4487 - 1.96 \cdot 0.1471) \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.1604 \operatorname{Bq/cm^{2}}$$
(11.29)

und

$$\mathbf{a}_{u} = A_{F} + k_{q} \cdot u(A_{F})$$

= (0.4487 + k_{0.9753} \cdot 0.1471) Bq/cm²
\approx (0.4487 + k_{0.975} \cdot 0.1471) Bq/cm²
= (0.4487 + 1.96 \cdot 0.1471) Bq/cm² = 0.7370 Bq/cm² (11.30)

Der beste Schätzer z der flächenbezogenen Aktivität wird nach Gl. 10.7 berechnet.

$$z = A_F + \frac{u(A_F) \cdot \exp\left(-\frac{A_F^2}{2} \cdot \left(2 u^2(A_F)\right)\right)}{h\sqrt{2p}}$$

= $\left\{ 0.4487 + \frac{0.1471 \cdot \exp\left(-\frac{0.4487^2}{2} \cdot \left(2 \cdot 0.1471^2\right)\right)}{0.9988 \cdot \sqrt{2p}} \right\} Bq/cm^2$ (11.31)
= $\left(0.4487 + 0.005739\right) Bq/cm^2 = 0.4544 Bq/cm^2$

mit der zugehörigen Standardunsicherheit nach Gl. 10.8.

$$u(z) = \sqrt{u^2(A_F) - (z - A_F) \cdot z}$$

= $\sqrt{0.1471^2 - (0.4544 - 0.4487) \cdot 0.4544}$ Bq/cm² = 0.1380 Bq/cm² (11.32)

Die gemessene flächenbezogene Aktivität liegt zwar unter dem Grenzwert für Flächenkontamination bei einer Freimessung, dennoch ist das Meßergebnis im Hinblick auf die Freigabe des überprüften Geräteteils problematisch, da die obere Vertrauensgrenze den Grenzwert überschreitet. Da der Ansatz zur Bestimmung der Meßunsicherheiten und charakteristischen Grenzen nach der Bayes-Statistik von der Bestimmung der Wahrscheinlichkeitsverteilung des wahren Wertes der Meßgröße bei gegebenen experimentellen Daten und bei Berücksichtigung aller Vorkenntnisse ausgeht, kann die Wahrscheinlichkeit dafür, daß der wahre Wert der flächenbezogenen Aktivität den Grenzwert für Oberflächenkontaminationen überschreitet, quantitativ angegeben werden. Dies ist jedoch für die Entscheidung der Freigabe des Geräteteils nur von akademischem Interesse. Daher wird im nächsten Abschnitt, die Messung der Wischprobe unter anderen experimentellen Bedingungen durchgeführt, um zu einem im Sinne der Freimessung eindeutigen Ergebnis zu kommen.

11.3 Beispiel: Berücksichtigung der Unsicherheit des Ansprechvermögens

In diesem Beispiel werden gegenüber dem vorangehenden zwei Änderungen der Versuchsbzw. Auswertebedingungen vorgenommen. Erstens wird die Meßdauer der Bruttomessung um den Faktor 10 auf 36000 s erhöht, um einen kleineren Vertrauensbereich zu erzielen, zweitens wird die Unsicherheit des Ansprechvermögens des Detektors berücksichtigt.

Das Ansprechvermögen des Meßgerätes wurde vorab mit einem ¹³⁷Cs Eichpräparat mit der zertifizierten relativen Unsicherheit der Aktivität $u_{rel}(A) = 5$ % bestimmt. Diese Messung ergab ein Ansprechvermögen des Meßplatzes e(Cs-137) = 0.0031 mit einer relativen statistischen Meßunsicherheit von 3 %. (Anmerkung: Im Folgenden wird statt $\varepsilon(Cs-137)$ nur das Symbol e benutzt.) Damit ergibt sich die kombinierte relative Meßunsicherheit $u_{rel}(e) = u(e)/e$ des Ansprechvermögens e nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz zu $u_{rel}(e) = 5.83$ %. Der Entnahmefaktor f = 0.1 wird wieder als konstant angenommen, da über die tatsächliche Entnahmeeffektivität keine weitere Information vorliegt.

Die Meßgröße ist wieder die Oberflächenkontamination a_F mit den Meßwerten A_F nach Gl. 11.15 und 11.16 und den zugehörigen Meßunsicherheiten $u(A_F)$. Da die Unsicherheiten des Entnahmefaktors f und der geprüften Fläche F in diesem Beispiel vernachlässigt werden, gilt mit Berücksichtigung der zählstatistischen Unsicherheit von Brutto- und Nulleffektmessung und der relativen Unsicherheit des Ansprechvermögens

$$u^{2}(A_{F}) = \left(\frac{\partial A_{F}}{\partial R_{n}}\right)^{2} \cdot u^{2}(R_{n}) + \left(\frac{\partial A_{F}}{\partial e}\right)^{2} \cdot u^{2}(e)$$

$$= \frac{u^{2}(R_{n})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{A_{F}^{2} \cdot u^{2}(e)}{e^{2}} = \frac{u^{2}(R_{n})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + u_{rel}^{2}(e) \cdot A_{F}^{2} \quad .$$

$$(11.33)$$

Der Nulleffekt des Meßgerätes wurde wie im vorangehenden Beispiel mit einer Meßdauer t_0 = 72000 s einmal gemessen ($n_0 = 1$). Bei der Messung wurde eine Impulsanzahl des Nulleffektes $N_0 = 4178$ erhalten, entsprechend einer Nulleffektzählrate $R_0 = 0.05803$ s⁻¹ und einer zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(R_0) = 0.0008977$ s⁻¹.

Die Zahlenwerte der Größen, die im Beispiel nicht geändert wurden, werden bewußt gleich angenommen, um den jeweiligen Einfluß der geänderten Größen bzw. der geänderten Versuchsbedingungen deutlich zu machen.

Bei der einmaligen Messung des Bruttoeffektes der Wischprobe ($m_b = 1$), die jetzt mit der Meßdauer $t_b = 36000$ s durchgeführt wurde, wurden $n_b = 2471$ Impulse gezählt. Daraus ergibt sich eine Bruttoeffektzählrate $R_b = 0.06864$ s⁻¹ mit einer zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(R_b) = 0.001381$ s⁻¹.

Damit ergibt sich eine Nettozählrate $R_n = 0.01061 \text{ s}^{-1}$ mit der Standardmeßunsicherheit nach Gl. 10.18 $u(R_n) = 0.001647 \text{ s}^{-1}$. Nach Gl. 11.16 erhält man eine flächenbezogene Aktivität des Wischtestes

$$A_F = \frac{R_n}{\boldsymbol{e}(\text{Cs}-137) \cdot f \cdot F} = \frac{0.01061 \,\text{s}^{-1}}{0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100 \,\text{cm}^2} = 0.3423 \,\text{Bq/cm}^2 \qquad (11.34)$$

mit der zugehörigen Meßunsicherheit nach Gl. 11.33.

$$u(A_F) = \sqrt{\frac{u^2(R_n)}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^2} + u_{rel}^2(\mathbf{e}) \cdot A_F^2}$$
(11.35)
$$= \sqrt{\frac{0.001647^2}{(0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100)^2} + 0.0583^2 \cdot 0.3423^2} Bq/cm^2 = 0.05675 Bq/cm^2 .$$

Zur Berechnung von Erkennungs- und Nachweisgrenze wird die Unsicherheit der Meßgröße $\tilde{u}(\mathbf{a}_F)$ als Funktion ihres Wertes benötigt. Sie kann in diesem Beispiel berechnet werden nach

$$\widetilde{u}^{2}(\boldsymbol{a}_{F}) = \left(\frac{\partial \boldsymbol{a}_{F}}{\partial \boldsymbol{r}_{n}}\right)^{2} \cdot \widetilde{u}^{2}(\boldsymbol{r}_{n}) + u_{rel}^{2}(\boldsymbol{e}) \cdot \boldsymbol{a}_{F}^{2} \quad .$$
(11.36)

Man erhält

$$\widetilde{u}^{2}(\boldsymbol{a}_{F}) = \frac{\widetilde{u}^{2}(\boldsymbol{r}_{n})}{(\boldsymbol{e} \cdot f \cdot F)^{2}} + u_{rel}^{2}(\boldsymbol{e}) \cdot \boldsymbol{a}_{F}^{2} \quad .$$
(11.37)

Die Berechnung der charakteristischen Grenzen erfolgt nach Gl. 10.1 – 10.4. Man erhält für die *Erkennungsgrenze*, wenn \mathbf{r}_0 durch R_0 geschätzt wird, da aus Gl. 11.37 für $\mathbf{a}_F = 0$

$$\widetilde{u}(\mathbf{a}_F = 0) = \frac{\widetilde{u}(\mathbf{r}_n = 0)}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F}$$
(11.38)

folgt,

$$A_{F}^{*} = k_{1-a} \cdot \tilde{u} \left(a_{F} = 0 \right) = \frac{k_{1-a} \cdot \tilde{u} \left(\mathbf{r}_{n} = 0 \right)}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{k_{1-a}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} \cdot \sqrt{\frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right)}$$
(11.39)
$$= \frac{1.645}{0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100} \cdot \sqrt{\frac{4178}{72000} \cdot \left(\frac{1}{72000} + \frac{1}{36000} \right)} \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.08251 \operatorname{Bq/cm^{2}} .$$

Man beachte, daß wegen Gl. 11.38 die Erkennungsgrenze nicht von der Unsicherheit des Ansprechvermögens beeinflußt wird.

Für die Nachweisgrenze erhält man mit

$$\widetilde{u}^{2}(\mathbf{a}_{F}^{*}) = \frac{\widetilde{u}^{2}(\mathbf{a}_{F}^{*} \cdot \mathbf{e} \cdot f \cdot F + \mathbf{r}_{0})}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2}} + u_{rel}^{2}(\mathbf{e}) \cdot \mathbf{a}_{F}^{*2}$$
(11.40)

und zu Gl. 11.24 analoger Ableitung die implizite Bestimmungsgleichung

$$\mathbf{a}_{F}^{*} = A_{F}^{*} + k_{1-b} \cdot \widetilde{u} \left(\mathbf{a}_{F}^{*} \right)$$

$$= A_{F}^{*} + k_{1-b} \cdot \sqrt{\frac{1}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2}} \cdot \left(\frac{\mathbf{a}_{F}^{*} \cdot \mathbf{e} \cdot f \cdot F}{t_{b}} + \frac{n_{0}}{t_{0}} \cdot \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right) \right)} + u_{rel}^{2} \cdot \mathbf{a}_{F}^{*2} \quad (11.41)$$

$$= A_{F}^{*} + k_{1-b} \cdot \sqrt{\frac{\mathbf{a}_{F}^{*}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F \cdot t_{b}}} + \frac{n_{0}}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2} \cdot t_{0}} \cdot \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right) + u_{rel}^{2} \cdot \mathbf{a}_{F}^{*2} \quad .$$

Mit $\mathbf{e} \cdot f \cdot F = 0.031$ erhält man die Zahlenwertgleichung

$$\mathbf{a}_{F}^{*} = A_{F}^{*} + k_{1} - \mathbf{b} \cdot \widetilde{u} \left(\mathbf{a}_{F}^{*} \right)$$

$$= 0.08251 \,\mathrm{Bq/cm^{2}}$$

$$+ 1.645 \cdot \sqrt{\frac{\mathbf{a}_{F}^{*}}{0.031 \cdot 36000}} + 0.0583^{2} \cdot \mathbf{a}_{F}^{*2} + \frac{4178}{0.031^{2} \cdot 72000} \cdot \left(\frac{1}{36000} + \frac{1}{72000} \right) \mathrm{Bq/cm^{2}}$$

$$= 0.08251 \,\mathrm{Bq/cm^{2}} + 1.645 \cdot \sqrt{0.003399 \cdot \mathbf{a}_{F}^{*2}} + 0.0008961 \cdot \mathbf{a}_{F}^{*} + 2.516 \cdot 10^{-3} \,\mathrm{Bq/cm^{2}} .$$
(11.42)

Mit dem Anfangswert $\mathbf{a}_F^* = 2 \cdot A_F^* = 0.16502 \text{ Bq/cm}^2$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Nach drei Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der Genauigkeit der angegebenen Ziffern konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$\mathbf{a}_F^* = 0.1690 \,\mathrm{Bq/cm^2}$$
 (11.43)

Da der Nettoeffekt größer ist als die Erkennungsgrenze, liegt eine flächenbezogene Aktivität A_F größer Null vor. Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet. Die in diesem Fall anzugebenden *Vertrauensgrenzen* ergeben sich nach Gl. 10.3 und Gl. 10.4, da **h** nach Gl. 10.5

$$\mathbf{h} = \Phi(A_F / u(A_F)) = \Phi(0.3423/0.05675) = \Phi(6.032) = 1.0000$$
(11.44)

ist, mit $k_p = k_q = k_{1-g/2} = 1.96$ zu

$$a_l = A_F - k_p \cdot u(A_F) = (0.3423 - 1.96 \cdot 0.05675) Bq/cm^2 = 0.2311 Bq/cm^2$$
 (11.45)

und

$$\boldsymbol{a}_{u} = A_{F} + k_{q} \cdot u(A_{F}) = (0.3423 + 1.96 \cdot 0.05675) Bq/cm^{2} = 0.4535 Bq/cm^{2} \quad .(11.46)$$

Eine Berechnung des besten Schätzers z der Meßgröße erübrigt sich, da wegen der geringen Standardmeßunsicherheit von A_F der Korrekturterm in Gl. 10.7 verschwindet.

Unter den gegebenen experimentellen Bedingungen liegt keine Oberflächenkontamination oberhalb des Grenzwertes vor und das geprüfte Geräteteil kann aus dem Atomrecht entlassen werden.

12 Zählende Messung mit Probenbehandlung nach DIN 25482-10

Die Ermittlung charakteristischer Grenzen mit Hilfe der Bayes-Statistik nach DIN 25482-10 erlaubt auch die Berücksichtigung der Unsicherheiten, die durch Probenbehandlungsverfahren hervorgerufen werden. DIN 25482-10 bietet damit eine Alternative zu DIN 2548-6.

Da die Probenbehandlung bei verschiedenen Proben unterschiedliche Meßabweichungen verursachen kann, müssen die Zählergebnisse n_i , die durch zählende Meßabweichungen an mehreren Proben, Blindproben oder Referenzproben (radioaktiv markiertes Blindprobenmaterial oder Standardreferenzmaterial) eines zu untersuchenden radioaktiven Materials bestimmt werden, jeweils gemittelt werden. Die Meßgröße X mit dem wahren Wert **x** wird dann als die mittlere Zählrate der Proben geschätzt. Für m > 1 Zählungen, über die zu mitteln ist, die unter Zeitvorwahl der gleichen Meßdauer *t* durchgeführt werden, erhält man die empirische Varianz s^2 der Meßwerte n_i/t der Zählrate mit dem arithmetischen Mittel \overline{n} nach Gl. 12.1.

$$s^{2} = \frac{1}{(m-1) \cdot t^{2}} \cdot \sum_{i=1}^{m} (n_{i} - \overline{n})^{2} \quad .$$
(12.1)

In diesem Fall kann als Ansatz für die Erkennungsgröße

$$X = \overline{r}_b - \overline{r}_0 \tag{12.2}$$

benutzt werden und man erhält für $\overline{n}/t >> s/\sqrt{m}$ als primäres Meßergebnis *x* und die zugehörige Standardmeßunsicherheit u(x) der Nettozählrate

$$x = E(X) = \bar{n}_b / t_b - \bar{n}_0 / t_0$$
(12.3)

$$u^{2}(x) = \operatorname{Var}(X) = \frac{s_{b}^{2}}{m_{b}} + \frac{s_{0}^{2}}{m_{0}}$$
 (12.4)

Die für die Bestimmung der charakteristischen Grenzen benötigte Funktion $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ kann durch Interpolation nach Gl. 10.12 bestimmt werden, wobei $\tilde{u}^2(0)$ für $\mathbf{x} = 0$ aus Gl. 12.4 durch Ersetzen von s_b^2 durch s_0^2 erhalten wird. Auch hier sind Mehrfachmessungen erforderlich, da s_b^2 für $m_b = 1$ nicht nach Gl. 12.1 bestimmt werden kann. (Der Fall $m_0 = 1$ kann sinnvoll sein, wie in Abschnitt 12.2 am Beispiel gezeigt wird.) Die Schätzung des Einflusses des Probenbehandlungsverfahrens auf die Meßunsicherheit wird jedoch um so besser, je größer die Zahl der Wiederholungsmessungen ist.

Daher kann es wie bei der Behandlung dieses Problems nach DIN 25482-6 (Kap. 9) sinnvoll sein, das Probenbehandlungsverfahren durch separate Experimente so gut zu charakterisieren, daß der Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens auf die Meßunsicherheit als bekannt angenommen werden kann. Dies erreicht man, indem man für die Berechnung von $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ die empirische Varianz s_b^2 aus einer größeren Anzahl von zählenden Messungen an Referenzproben durch Interpolation bestimmt nach

$$s_b^2 = s_0^2 + \left(s_r^2 - s_0^2\right) \cdot \frac{\overline{n}_b/t_b - \overline{n}_0/t_0}{\overline{n}_r/t_r - \overline{n}_0/t_0} = s_0^2 + \cdot \frac{\left(s_r^2 - s_0^2\right) \cdot x}{\overline{n}_r/t_r - \overline{n}_0/t_0}$$
(12.5)

mit der empirischen Varianz der Meßwerte der Referenzproben

$$s_r^2 = \frac{1}{(m_r - 1) \cdot t_r^2} \cdot \sum_{i=1}^{m_r} (n_{r,i} - \overline{n}_r)^2 \quad . \tag{12.6}$$

Für einen vorgegebenen wahren Wert x der mittleren Nettozählrate wird x durch x ersetzt und man erhält

$$\tilde{u}^{2}(\mathbf{x}) = s_{0}^{2} \cdot \left(\frac{1}{m_{b}} + \frac{1}{m_{0}}\right) + \frac{\left(s_{r}^{2} - s_{0}^{2}\right) \cdot \mathbf{x} / m_{b}}{\overline{n}_{r} / t_{r} - \overline{n}_{0} / t_{0}} \quad .$$
(12.7)

Bei geringem Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens kann nach DIN 25482-10 ein formal analoger Ansatz wie in DIN 25482-6 (Kap. 9) angewandt werden, in dem man die relative Standardabweichung J der Meßabweichungen aufgrund des Probenbehandlungsverfahrens benutzt. Man beschreibt die empirische Varianz durch den Ansatz

.

$$s^{2} = \left(\overline{n} + J^{2} \cdot \overline{n}^{2}\right) / t^{2} \quad . \tag{12.8}$$

Die Größe J läßt sich mit den Ergebnissen der Messungen von Referenzproben nach Gl. 12.9 berechnen und man erhält

$$\boldsymbol{J}^2 = \left(\boldsymbol{s}_r^2 \cdot \boldsymbol{t}_r^2 - \overline{\boldsymbol{n}}_r\right) / \,\overline{\boldsymbol{n}}_r^2 \quad . \tag{12.9}$$

Ergibt sich im aktuellen Fall $J^2 < 0$, so ist der Ansatz mit den Daten nicht verträglich. Dann ist entweder J gleich Null zusetzen, d. h. kein Beitrag des Probenbehandlungsverfahrens auf die Meßabweichungen anzunehmen, oder die Ermittlung dieses Beitrages mit einer größeren Anzahl von Referenzproben zu wiederholen. Bei Benutzung des Ansatzes nach Gl. 12.9 sollte J den Wert 0.2 nicht überschreiten. Anderenfalls sollte nach Gl. 12.7 vorgegangen werden.

Mit der Größe J erhält man statt Gl. 12.4

$$u^{2}(x) = \operatorname{Var}(X) = \left(\overline{n}_{b} + J^{2} \cdot \overline{n}_{b}^{2}\right) / \left(m_{b} \cdot t_{b}^{2}\right) + \left(\overline{n}_{0} + J^{2} \cdot \overline{n}_{0}^{2}\right) / \left(m_{0} \cdot t_{0}^{2}\right)$$
(12.10)

und berechnet $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$, indem man *x* durch **x** ersetzt und nach Gl. 12.3 $\bar{n}_b = (\mathbf{x} + \bar{n}_0/t_0) \cdot t_b$ in Gl. 12.10 einsetzt, gemäß Gl. 12.11:

$$\widetilde{u}^{2}(\mathbf{x}) = \left((\mathbf{x} + \overline{n}_{0}/t_{0}) \cdot t_{b} + \mathbf{J}^{2} \cdot ((\mathbf{x} + \overline{n}_{0}/t_{0}) \cdot t_{b})^{2} \right) / (m_{b} \cdot t_{b}^{2}) + (\overline{n}_{0} + \mathbf{J}^{2} \cdot \overline{n}_{0}^{2}) / (m_{0} \cdot t_{0}^{2})$$

$$= \frac{(\mathbf{x} + \overline{R}_{0})/t_{b} + \mathbf{J}^{2} \cdot (\mathbf{x} + \overline{R}_{0})^{2}}{m_{b}} + \frac{\overline{R}_{0}/t_{0} + \mathbf{J}^{2} \cdot \overline{R}_{0}^{2}}{m_{0}}$$

$$(12.11)$$

Beim Ansatz nach Gl. 12.8 sind die Fälle $m_b = 1$ und $m_0 = 1$ ausdrücklich zugelassen. Zur näheren Begründung und bzgl. Warnvermerken siehe DIN 25482-10.

12.1 Beispiel: Unbekannter Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens

Zur Erläuterung der praktischen Bestimmung charakteristischer Grenzen nach DIN 25482-10 bei zählenden Messungen unter Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses wandeln wir das Beispiel aus Kap. 11 folgendermaßen um. Anstatt der Freimessung eines Geräteteils wird die Freimessung einer größeren Anzahl gleichartiger, aufgrund des Gebrauchs wahrscheinlich gleichmäßig kontaminierter Geräteteile behandelt. Es soll über die Messung einer Stichprobe entschieden werden, ob die Gesamtheit der Geräteteile freigegeben werden kann.

Dazu werden Wischproben von m_b Teilen jeweils von einer Fläche $F = 100 \text{ cm}^2$ genommen und einzeln zählend gemessen. Diese Messungen des Bruttoeffektes werden mit dem Nulleffekt verglichen, der für das benutzte Meßgerät nur einmal ($m_0 = 1$) gemessen wird. Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Meßgerätes wurde vorab mit einer ¹³⁷Cs Kalibrierquelle mit der zertifizierten relativen Unsicherheit der Aktivität $u_{rel}(A) = u(A)/A = 5$ % bestimmt. Diese Messung ergab eine Nachweiswahrscheinlichkeit des Meßplatzes e(Cs-137) = 0.0031 mit einer relativen statistischen Meßunsicherheit von 3 %. (Anmerkung: Im Folgenden wird statt $\varepsilon(Cs-137)$ nur das Symbol e benutzt.) Damit ergibt sich die kombinierte relative Meßunsicherheit $u_{rel}(e) = u(e)/e$ der Nachweiswahrscheinlichkeit ε nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz zu $u_{rel}(e) = 5.83$ %.

Der Entnahmefaktor f = 0.1 wird wieder als konstant angenommen, da über die tatsächliche Entnahmeeffektivität keine weitere Information vorliegt. Bei der in diesem Beispiel angenommenen gleichmäßigen Kontamination der Geräteteile werden die Meßabweichungen aufgrund des Probenbehandlungsverfahrens durch Unsicherheiten des Entnahmefaktors bestimmt. Einfluß der Probenbehandlung bedeutet in diesem Beispiel also Einfluß der Probenahme.

Die Meßgröße ist nun die mittlere Oberflächenkontamination \overline{a}_F nach dem Modell aus Gl. 11.15 mit den Meßwerten \overline{A}_F nach Gl. 12.16 und den zugehörigen Meßunsicherheiten $u(\overline{A}_F)$:

$$\overline{\boldsymbol{a}}_{F} = \frac{\overline{\boldsymbol{r}}_{b} - \boldsymbol{r}_{0}}{\boldsymbol{e} \cdot \boldsymbol{f} \cdot \boldsymbol{F}} \quad . \tag{12.12}$$

$$\overline{A}_{F} = \frac{\overline{R}_{b} - R_{0}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{\frac{1}{m_{b}} \cdot \sum_{i=1}^{m_{b}} R_{b,i} - R_{0}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F}$$
(12.13)

Die Unsicherheiten des Entnahmefaktors f und der geprüften Fläche F werden nicht berücksichtigt. Dann erhält man $u(\overline{A}_F)$ mit Berücksichtigung der zählstatistischen Unsicherheit von Brutto- und Nulleffektmessung und der relativen Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit gemäß Gl. 12.14:

$$u^{2}(\overline{A}_{F}) = \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial \overline{R}_{b}}\right)^{2} \cdot u^{2}(\overline{R}_{b}) + \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial R_{0}}\right)^{2} \cdot u^{2}(R_{0}) + \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial e}\right)^{2} \cdot u^{2}(e)$$

$$= \frac{u^{2}(\overline{R}_{b})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{u^{2}(R_{0})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{A_{F}^{2} \cdot u^{2}(e)}{e^{2}}$$

$$= \frac{u^{2}(\overline{R}_{b})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{u^{2}(R_{0})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + u_{rel}^{2}(e) \cdot A_{F}^{2} \quad .$$

$$(12.14)$$

Der Nulleffekt des Meßgerätes wurde wie in den Beispielen in Kap. 11 mit einer Meßdauer t_0 = 72000 s einmal gemessen ($m_0 = 1$). Bei der Messung wurde eine Impulsanzahl des Nulleffektes $n_0 = 4178$ erhalten wurde, entsprechend einer Nulleffektzählrate $R_0 = 0.05803$ s⁻¹ und einer zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(R_0) = 0.0008977$ s⁻¹.

Auch hier wurden die Zahlenwerte der Größen im Beispiel nicht geändert. Sie werden bewußt gleich angenommen, um den jeweiligen Einfluß der geänderten Größen bzw. der geänderten Versuchsbedingungen deutlich zu machen.

Bei der Messung des Bruttoeffektes, bei der jede der ($m_b = 10$) Wischproben einmal mit jeweils der Meßdauer $t_b = 36000$ s zählend gemessen wurde, wurden $n_{b,i} = 2471$, 1979, 2213, 2785, 2197, 2798, 2501, 2959, 2106 und 3175 Impulse gezählt. Daraus ergibt sich eine mittlere Bruttoeffektzählrate

$$\overline{R}_b = \frac{1}{m_b} \cdot \sum_{i=1}^{m_b} n_{b,i} / t_b = 0.06996 \ s^{-1}$$
(12.15)

mit einer zugeordneten empirischen Standardmeßunsicherheit

$$u(\overline{R}_b) = \sqrt{\frac{1}{m_b - 1} \cdot \sum_{i=1}^{m_b} (R_{b,i}/t_b - \overline{R}_b/t_b)^2} = 0.01109 \ s^{-1} \ . \tag{12.16}$$

Damit ergibt sich eine Nettozählrate $\overline{R}_n = 0.01193 \text{ s}^{-1}$ mit der Standardmeßunsicherheit $u(\overline{R}_n) = 0.01113 \text{ s}^{-1}$ wegen $u^2(\overline{R}_n) = u^2(\overline{R}_b) + u^2(R_0)$. Nach Gl. 12.13 erhält man eine mittlere flächenbezogene Aktivität des Wischtestes \overline{A}_F gemäß Gl. 12.17:

$$\overline{A}_F = \frac{\overline{R}_b - R_0}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{0.01193 \,\mathrm{s}^{-1}}{0.0031 \cdot 0.1 \cdot 100 \,\mathrm{cm}^2} = 0.3848 \,\mathrm{Bq/cm^2} \quad . \tag{12.17}$$

mit der zugehörigen Meßunsicherheit $u(\overline{A}_F)$, abgekürzt wird $\mathbf{e} \cdot f \cdot F = 0.031 \text{ cm}^2$ geschrieben,

$$u(\overline{A}_{F}) = \sqrt{\frac{u^{2}(\overline{R}_{b})}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{u^{2}(R_{0})}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2}} + u_{rel}^{2}(\mathbf{e}) \cdot A_{F}^{2}}$$

$$= \sqrt{\frac{0.01109^{2}}{0.031^{2}} + \frac{0.0008977^{2}}{0.031^{2}} + 0.0583^{2} \cdot 0.3848^{2}} Bq/cm^{2} = 0.3596 Bq/cm^{2}}$$
(12.18)

Zur Berechnung von Erkennungs- und Nachweisgrenze wird die Unsicherheit der Meßgröße $\tilde{u}(\mathbf{a}_F)$ als Funktion ihres Wertes benötigt. Sie kann in diesem Beispiel berechnet werden nach

$$\tilde{u}^{2}(\overline{\boldsymbol{a}}_{F}) = \left(\frac{\partial \,\overline{\boldsymbol{a}}_{F}}{\partial \,\overline{\boldsymbol{r}}_{b}}\right)^{2} \cdot \tilde{u}^{2}(\overline{\boldsymbol{r}}_{b}) + \left(\frac{\partial \,\overline{\boldsymbol{a}}_{F}}{\partial \,\boldsymbol{r}_{0}}\right)^{2} \cdot \tilde{u}^{2}(\boldsymbol{r}_{0}) + u_{rel}^{2}(\boldsymbol{e}) \cdot \overline{\boldsymbol{a}}_{F}^{2} \quad .$$
(12.19)

Mit der Interpolationsformel (Gl. 1 aus DIN 25482-10, bzw. Gl. 10.12) erhält man

$$\widetilde{u}^{2}(\overline{a}_{F}) = \widetilde{u}^{2}(\overline{a}_{F} = 0) \cdot (1 - \overline{a}_{F}/\overline{A}_{F}) + u^{2}(\overline{A}_{F}) \cdot \overline{a}_{F}/\overline{A}_{F} \quad .$$
(12.20)

Da für $\overline{a}_F = 0$ die Varianz $u^2(\overline{R}_b)$ durch $u^2(R_0)$ ersetzt werden kann, erhält man, wenn r_0 durch R_0 geschätzt wird,

$$\widetilde{u}(\mathbf{a}_{F}=0) = \frac{\widetilde{u}(\overline{\mathbf{r}}_{n}=0)}{\mathbf{e}\cdot f\cdot F} = \frac{1}{\mathbf{e}\cdot f\cdot F} \cdot \sqrt{\frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}}\right)}$$
(12.21)
$$= \frac{1}{0.031} \cdot \sqrt{\frac{4178}{72000} \cdot \left(\frac{1}{72000} + \frac{1}{36000}\right)} \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.05016 \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

und mit Gl. 10.12

$$\widetilde{u}^{2}\left(\overline{\boldsymbol{a}}_{F}\right) = \left(0.05016 \cdot \left(1 - \frac{\overline{\boldsymbol{a}}_{F}}{0.3848}\right) + 0.3596^{2} \cdot \frac{\overline{\boldsymbol{a}}_{F}}{0.3848}\right) Bq/cm^{2} \quad .$$
(12.22)

Mit Gl. 10.1 erhält man für die Erkennungsgrenze

$$A_{F}^{*} = k_{1-a} \cdot \tilde{u} \left(\mathbf{a}_{F} = 0 \right) = \frac{k_{1-a} \cdot \tilde{u} \left(\mathbf{r}_{n} = 0 \right)}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{k_{1-a}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} \cdot \sqrt{\frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right)}$$
(12.23)
$$= \frac{1.645}{0.031} \cdot \sqrt{\frac{4178}{72000} \cdot \left(\frac{1}{72000} + \frac{1}{36000} \right)} Bq/cm^{2} = 0.08251 Bq/cm^{2} \quad .$$

Man beachte, daß wegen Gl. 12.21 die Erkennungsgrenze nicht von der Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit und nicht von der Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens beeinflußt wird.

Für die Nachweisgrenze erhält man mit Gl. 12.22 die implizite Bestimmungsgleichung

$$\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*} = A_{F}^{*} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \widetilde{u}(\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*})$$

$$= 0.08251 \operatorname{Bq/cm}^{2} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \sqrt{0.05016 \cdot \left(1 - \frac{\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*}}{0.3848}\right) + 0.3596^{2} \cdot \frac{\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*}}{0.3848}} \operatorname{Bq/cm}^{2}.$$

$$(12.24)$$

Mit dem Anfangswert $\overline{a}_F^* = 2 \cdot \overline{A}_F^* = 0.16502 \text{ Bq/cm}^2$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Wegen der schlechten Anfangsschätzung konvergiert das verfahren nur langsam. Erst nach elf Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der angegebenen Genauigkeit konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$\overline{a}_F^* = 0.8698 \,\mathrm{Bq/cm^2}$$
 (12.25)

Da der Nettoeffekt \overline{A}_F größer ist als die Erkennungsgrenze ist, liegt eine mittlere Oberflächenkontamination größer Null vor. Da die Nachweisgrenze jedoch größer ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck *nicht* geeignet.

Ohne den Modellprior einer nicht-negativen Meßgröße würde sich in diesem Beispiel für das Vertrauensnivau 1 - g = 0.95 eine negative untere Vertrauensgrenze von -0.32 Bq/cm² ergeben. Nach DIN 25482-10 ist dies nicht der Fall und man erhält einen Vertrauensbereich der nicht symmetrisch zum Meßwert liegt. Die Berechnung der *Vertrauensgrenzen* erfolgt mit DIN 25482-10 nach Gl. 10.3 und 10.4. Mit **h** nach Gl. 10.5

$$\mathbf{h} = \Phi(\overline{A}_F / u(\overline{A}_F)) = \Phi(0.3848 / 0.3596) = \Phi(1.070) = 0.85765$$
(12.26)

und mit

$$p = \mathbf{h} \cdot (1 - \mathbf{g}/2) = 0.85765 \cdot 0.975 = 0.8362$$
(12.27)

und

$$q = 1 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g} / 2 = 1 - 0.85765 \cdot 0.025 = 0.97856 \tag{12.28}$$

erhält man

$$\overline{a}_{l} = \overline{A}_{F} - k_{p} \cdot u(\overline{A}_{F})$$

$$= (0.3848 - k_{0.8362} \cdot 0.3596) \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

$$= (0.3848 - 0.979 \cdot 0.3596) \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.0328 \operatorname{Bq/cm^{2}}$$
(12.29)

und

$$\overline{a}_{u} = \overline{A}_{F} + k_{q} \cdot u(\overline{A}_{F})$$

$$= (0.3848 + k_{0.97856} \cdot 0.3596) \operatorname{Bq/cm^{2}}$$
(12.30)
$$= (0.3848 + 2.025 \cdot 0.3596) \operatorname{Bq/cm^{2}} = 1.113 \operatorname{Bq/cm^{2}} .$$

Der beste Schätzers z der mittleren flächenbezogenen Aktivität wird nach Gl. 10.7 berechnet:

$$z = \overline{A}_{F} + \frac{u(\overline{A}_{F}) \cdot \exp\left(-\overline{A}_{F}^{2} / \left(2 \cdot u^{2}(\overline{A}_{F})\right)\right)}{\mathbf{h} \cdot \sqrt{2\mathbf{p}}}$$

$$= \left\{ 0.3848 + \frac{0.3596 \cdot \exp\left(-0.3848^{2} / \left(2 \cdot 0.3596^{2}\right)\right)}{0.85765 \cdot \sqrt{2\mathbf{p}}} \right\} Bq/cm^{2}$$

$$= (0.3848 + 0.0944) Bq/cm^{2} = 0.4792 Bq/cm^{2}$$
(12.31)

mit der zugehörigen Standardunsicherheit nach Gl. 10. 8

$$u(z) = \sqrt{u^2(\overline{A}_F) - (z - \overline{A}_F) \cdot z}$$

$$= \sqrt{0.3596^2 - (0.4792 - 0.3848) \cdot 0.4792} \text{ Bq/cm}^2 = 0.2900 \text{ Bq/cm}^2 .$$
(12.32)

Dieses Beispiel erlaubte es zwar, die Berücksichtigung der Unsicherheiten des Probenbehandlungsverfahrens bei der Berechnung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-10 in allen Einzelheiten vorzuführen, es blieb aber im Hinblick auf die Erfüllung der Meßaufgabe unbefriedigend. Im nächsten Abschnitt wird es dahingehend modifiziert, daß aufgrund separater Experimente die Einflüsse des Probenbehandlungsverfahrens als bekannt angenommen werden können und mit dieser zusätzlichen Information die Meßaufgabe gelöst werden kann.

12.2 Beispiel: Bekannter Einfluß des Probenbehandlungsverfahrens

Wie in Kapitel 12.1 wird die Freimessung einer größeren Anzahl gleichartiger Geräteteile behandelt. Die früher angenommene gleichmäßige Kontamination ist nicht mehr vorausgesetzt. Es soll über die Untersuchung einer Stichprobe mittels Wischtests entschieden werden, ob die Gesamtheit der Geräteteile freigegeben werden kann.

Die Nachweiswahrscheinlichkeit des Meßgerätes wurde vorab mit einer ¹³⁷Cs Kalibrierquelle mit der zertifizierten relativen Unsicherheit der Aktivität $u_{rel}(A) = u(A)/A = 5$ % bestimmt. Diese Messung ergab eine Nachweiswahrscheinlichkeit des Meßplatzes e(Cs-137) = 0.0031 mit einer relativen statistischen Meßunsicherheit von 3 %. (Anmerkung: Im Folgenden wird statt $\varepsilon(Cs-137)$ nur das Symbol e benutzt.) Damit ergibt sich die kombinierte relative Meßunsicherheit $u_{rel}(e) = u(e)/e$ der Nachweiswahrscheinlichkeit e nach dem Fehlerfortpflanzungsgesetz zu $u_{rel}(e) = 5.83$ %.

Diesmal wird aber der Entnahmefaktor f und damit die Unsicherheit des Wischtestes durch unabhängige Experimente vorab bestimmt, indem die Dekontaminierbarkeit der Geräteteile untersucht wird. Dazu werden $m_r = 20$ Geräteteile gleichmäßig mit bekannter flächenbezogener Aktivität $A_{F,r} = 717$ Bq/cm² kontaminiert. Dann wird jeweils von einer Fläche von 100 cm² eine Wischprobe genommen und mit der gleichen Meßdauer $t_r = 1000$ s zählend gemessen. Dabei wurden die in Tab. 12.1 dargestellten Impulsanzahlen $n_{r,i}$ erhalten.

Tab. 12.1: Impulsanzahlen $n_{r,i}$, die bei der Messung der $m_r = 20$ Referenzproben mit einer Meßdauer t_r von jeweils 1000 s gezählt wurden.

76593	91726	92068	85812
61353	86335	61037	72529
68605	68101	71666	81147
98401	86745	57421	80765
65289	77529	64176	63987

Man erhält mit den Daten in Tab. 12.1 einen arithmetischen Mittelwert der Impulsanzahlen der Referenzproben $\overline{n}_r = 75564.25$ entsprechend $\overline{R}_r = 75.56425 \text{ s}^{-1}$ mit der empirischen Varianz

$$s_r^2 = \frac{1}{(m_r - 1) \cdot t_r^2} \cdot \sum_{i=1}^{m_r} (n_{r,i} - \overline{n}_r)^2 = 142.33 \ s^{-2} \quad . \tag{12.33}$$

Den Entnahmefaktor f und die ihm zugeordnete Standardmeßunsicherheit u(f) erhält man unter Vernachlässigung einer etwaigen Unsicherheit von $A_{F,r}$ nach

$$f = \frac{\overline{R}_r}{\boldsymbol{e} \cdot F \cdot A_{F,r}} = \frac{75.56425 \ s^{-1}}{0.0031 \cdot 100 \ \text{cm}^2 \cdot 717 \ \text{Bq/cm}^2} = 0.3400$$
(12.34)

und

$$u(f) = \frac{s_r}{\mathbf{e} \cdot F \cdot A_{F,r}} = \frac{11.926}{0.0031 \cdot 100 \cdot 717} = 0.05366 \quad ; \quad u_{rel}(f) = \frac{u(f)}{f} = 0.1578 \quad . \quad (12.35)$$

Dann werden Wischproben von $m_b = 10$ Geräteteilen jeweils von einer Fläche F = 100 cm² genommen und einzeln zählend gemessen. Diese Messungen des Bruttoeffektes werden mit dem Nulleffekt verglichen.

Die Meßgröße ist die mittlere Oberflächenkontamination \overline{a}_F nach dem Modell aus Gl. 11.15 mit den Meßwerten \overline{A}_F nach Gl. 11.16 und den zugehörigen Meßunsicherheiten $u(\overline{A}_F)$:

$$\overline{\boldsymbol{a}}_{F} = \frac{\overline{\boldsymbol{r}}_{b} - \boldsymbol{r}_{0}}{\boldsymbol{e} \cdot \boldsymbol{f} \cdot \boldsymbol{F}}$$
(12.36)

$$\overline{A}_{F} = \frac{\overline{R}_{b} - R_{0}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{\frac{1}{m_{b}} \cdot \sum_{i=1}^{m_{b}} R_{b,i} - R_{0}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} \quad .$$
(12.37)

Die Unsicherheit der Größe der geprüften Fläche F wird nicht berücksichtigt, da man annehmen kann, daß sie in der Unsicherheit der Bestimmung des Entnahmefaktors enthalten ist. Dann erhält man $u(\overline{A}_F)$ mit Berücksichtigung der zählstatistischen Unsicherheit von Bruttound Nulleffektmessung und der relativen Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit

$$u^{2}(\overline{A}_{F}) = \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial \overline{R}_{b}}\right)^{2} \cdot u^{2}(\overline{R}_{b}) + \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial R_{0}}\right)^{2} \cdot u^{2}(R_{0}) + \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial f}\right)^{2} \cdot u^{2}(f) + \left(\frac{\partial \overline{A}_{F}}{\partial e}\right)^{2} \cdot u^{2}(e)$$

$$= \frac{u^{2}(\overline{R}_{b})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{u^{2}(R_{0})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{\overline{A}_{F}^{2} \cdot u^{2}(f)}{f^{2}} + \frac{\overline{A}_{F}^{2} \cdot u^{2}(e)}{e^{2}}$$

$$= \frac{u^{2}(\overline{R}_{b})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{u^{2}(R_{0})}{(e \cdot f \cdot F)^{2}} + u^{2}_{rel}(f) \cdot \overline{A}_{F}^{2} + u^{2}_{rel}(e) \cdot \overline{A}_{F}^{2} \quad .$$

$$(12.38)$$

Der Nulleffekt des Meßgerätes wurde wie in den Beispielen in Kap. 11 mit einer Meßdauer t_0 = 72000 s einmal gemessen ($m_0 = 1$). Bei der Messung wurde eine Impulsanzahl des Nulleffektes $n_0 = 4178$ erhalten, entsprechend einer Nulleffektzählrate $R_0 = 0.05803$ s⁻¹ und einer zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(R_0) = 0.0008977$ s⁻¹.

Bei der Messung des Bruttoeffektes, bei der jede der ($m_b = 10$) Wischproben einmal mit jeweils der Meßdauer $t_b = 36000$ s zählend gemessen wurde, wurden $n_{b,i} = 2471$, 1979, 2213, 2785, 2197, 2798, 2501, 2959, 2106 und 3175 Impulse gezählt. Daraus ergibt sich eine mittlere Bruttoeffektzählrate

$$\overline{R}_b = \frac{1}{m_b} \cdot \sum_{i=1}^{m_b} n_{b,i} / t_b = 0.06996 \ s^{-1}$$
(12.39)

mit einer zugeordneten empirischen Standardmeßunsicherheit

$$u(\overline{R}_b) = \sqrt{\frac{1}{m_b - 1} \cdot \sum_{i=1}^{m_b} (R_{b,i}/t_b - \overline{R}_b/t_b)^2} = 0.01109 \ s^{-1} \ . \tag{12.40}$$

Damit ergibt sich eine Nettozählrate $\overline{R}_n = 0.01193 \text{ s}^{-1}$ mit der Standardmeßunsicherheit $u(\overline{R}_n) = 0.01113 \text{ s}^{-1}$ wegen $u^2(\overline{R}_n) = u^2(\overline{R}_b) + u^2(R_0)$. Nach Gl. 11.16 erhält man eine mittlere flächenbezogene Aktivität des Wischtestes \overline{A}_F

$$\overline{A}_F = \frac{\overline{R}_b - R_0}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{0.01193 \,\mathrm{s}^{-1}}{0.0031 \cdot 0.34 \cdot 100 \,\mathrm{cm}^2} = 0.11319 \,\mathrm{Bq/cm^2}$$
(12.41)

mit der zugehörigen Meßunsicherheit $u(\overline{A}_F)$, abgekürzt wird $\mathbf{e} \cdot f \cdot F = 0.0031 \cdot 0.34 \cdot 100 \text{ cm}^2$ = 0.1054 cm² geschrieben,

$$u(\overline{A}_{F}) = \sqrt{\frac{u^{2}(\overline{R}_{b})}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2}} + \frac{u^{2}(R_{0})}{(\mathbf{e} \cdot f \cdot F)^{2}} + u_{rel}^{2}(f) \cdot \overline{A}_{F}^{2} + u_{rel}^{2}(\mathbf{e}) \cdot \overline{A}_{F}^{2}}}$$
$$= \sqrt{\frac{0.01109^{2}}{0.1054^{2}} + \frac{0.0008977^{2}}{0.1054^{2}} + (0.1578^{2} + 0.0583^{2}) \cdot 0.11319^{2}} \text{ Bq/cm}^{2}} \quad (12.42)$$
$$= 0.1073 \,\text{Bq/cm}^{2}$$

Zur Berechnung von Erkennungs- und Nachweisgrenze wird die Unsicherheit der Meßgröße $\tilde{u}(\mathbf{a}_F)$ als Funktion ihres Wertes benötigt. Sie kann in diesem Beispiel berechnet werden nach

$$\tilde{u}^{2}(\overline{\boldsymbol{a}}_{F}) = \left(\frac{\partial \overline{\boldsymbol{a}}_{F}}{\partial \overline{\boldsymbol{r}}_{b}}\right)^{2} \cdot \tilde{u}^{2}(\overline{\boldsymbol{r}}_{b}) + \left(\frac{\partial \overline{\boldsymbol{a}}_{F}}{\partial \boldsymbol{r}_{0}}\right)^{2} \cdot \tilde{u}^{2}(\boldsymbol{r}_{0}) + u_{rel}^{2}(f) \cdot \overline{\boldsymbol{a}}_{F}^{2} + u_{rel}^{2}(\boldsymbol{e}) \cdot \overline{\boldsymbol{a}}_{F}^{2} \quad . \quad (12.43)$$

Mit der Interpolationsformel (Gl. 1 aus DIN 25482-10, bzw. Gl. 10.12) erhält man

$$\widetilde{u}^{2}(\overline{a}_{F}) = \widetilde{u}^{2}(\overline{a}_{F} = 0) \cdot (1 - \overline{a}_{F}/\overline{A}_{F}) + u^{2}(\overline{A}_{F}) \cdot \overline{a}_{F}/\overline{A}_{F} \quad .$$
(12.44)

Da für $\overline{a}_F = 0$ die Varianz $u^2(\overline{R}_b)$ durch $u^2(R_0)$ ersetzt werden kann, erhält man, wenn r_0 durch R_0 geschätzt wird,

$$\widetilde{u}(\mathbf{a}_{F}=0) = \frac{\widetilde{u}(\overline{\mathbf{r}}_{n}=0)}{\mathbf{e}\cdot f\cdot F} = \frac{1}{\mathbf{e}\cdot f\cdot F} \cdot \sqrt{\frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}}\right)}$$
(12.45)
$$= \frac{1}{0.1054} \cdot \sqrt{\frac{4178}{72000} \cdot \left(\frac{1}{72000} + \frac{1}{36000}\right)} \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.01475 \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

und mit Gl. 10.12

$$\tilde{u}^{2}(\bar{\boldsymbol{a}}_{F}) = \left(0.01475 \cdot \left(1 - \frac{\bar{\boldsymbol{a}}_{F}}{0.11319}\right) + 0.1073^{2} \cdot \frac{\bar{\boldsymbol{a}}_{F}}{0.11319}\right) Bq/cm^{2} \quad (12.46)$$

Mit Gl. 10.1 erhält man für die Erkennungsgrenze

$$A_{F}^{*} = k_{1-a} \cdot \widetilde{u} \left(\mathbf{a}_{F} = 0 \right) = \frac{k_{1-a} \cdot \widetilde{u} \left(\mathbf{r}_{n} = 0 \right)}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} = \frac{k_{1-a}}{\mathbf{e} \cdot f \cdot F} \cdot \sqrt{\frac{n_{0}}{t_{0}} \left(\frac{1}{t_{b}} + \frac{1}{t_{0}} \right)}$$
(12.47)
$$= \frac{1.645}{0.1054} \cdot \sqrt{\frac{4178}{72000} \cdot \left(\frac{1}{72000} + \frac{1}{36000} \right)} \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.02426 \operatorname{Bq/cm^{2}} .$$

Man beachte, daß wegen Gl. 12.45 die Erkennungsgrenze nicht von der Unsicherheit der Nachweiswahrscheinlichkeit und ebenfalls nicht von der Unsicherheit des Probenbehandlungsverfahrens beeinflußt wird.

Für die Nachweisgrenze erhält man mit Gl. 10.2 die implizite Bestimmungsgleichung

$$\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*} = A_{F}^{*} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \widetilde{u}(\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*})$$

$$= 0.02426 \operatorname{Bq/cm^{2}} + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \sqrt{0.01475 \cdot \left(1 - \frac{\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*}}{0.11319}\right) + 0.1073^{2} \cdot \frac{\overline{\mathbf{a}}_{F}^{*}}{0.11319}} \operatorname{Bq/cm^{2}} .$$
(12.48)

Mit dem Anfangswert $\overline{a}_F^* = 2 \cdot \overline{A}_F^* = 0.16502 \text{ Bq/cm}^2$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Das Verfahren konvergiert nur langsam. Nach sieben Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der angegebenen Genauigkeit konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$\bar{a}_F^* = 0.1844 \text{ Bq/cm}^2$$
 (12.49)

Da der Nettoeffekt \overline{A}_F größer ist als die Erkennungsgrenze, liegt eine mittlere Oberflächenkontamination größer Null vor. Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet.

Die in diesem Fall anzugebenden *Vertrauensgrenzen* werden mit DIN 25482-10 nach Gl. 10.4 und 10.5 mit **h** nach Gl. 10.6

$$\mathbf{h} = \Phi(\overline{A}_F / u(\overline{A}_F)) = \Phi(0.11319 / 0.1073) = \Phi(1.055) = 0.85425$$
(12.50)

und mit

$$p = \mathbf{h} \cdot (1 - \mathbf{g}/2) = 0.85425 \cdot 0.975 = 0.8329$$
(12.51)

und

$$q = 1 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g}/2 = 1 - 0.85425 \cdot 0.025 = 0.0213 \tag{12.52}$$

erhält man

$$\overline{a}_{l} = \overline{A}_{F} - k_{p} \cdot u(\overline{A}_{F})$$

$$= (0.11319 - k_{0.8329} \cdot 0.1073) \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

$$= (0.11310 - 0.9856 \cdot 0.1073) \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.007345 \operatorname{Bq/cm^{2}}$$
(12.53)

und

$$\overline{a}_{u} = \overline{A}_{F} + k_{q} \cdot u(\overline{A}_{F})$$

$$= (0.11319 + k_{0.0213} \cdot 0.1073) \operatorname{Bq/cm^{2}}$$

$$= (0.11319 + 2.048 \cdot 0.1073) \operatorname{Bq/cm^{2}} = 0.3329 \operatorname{Bq/cm^{2}} .$$
(12.54)

Der beste Schätzer z der mittleren flächenbezogenen Aktivität wird nach Gl. 10.7 berechnet.

$$z = \overline{A}_{F} + \frac{u(\overline{A}_{F}) \cdot \exp(-\overline{A}_{F}^{2}/(2u^{2}(\overline{A}_{F}))))}{\mathbf{h} \cdot \sqrt{2\mathbf{p}}}$$
$$= \left\{ 0.11319 + \frac{0.1073 \cdot \exp(-0.11319^{2}/(2 \cdot 0.1073^{2})))}{0.85425 \cdot \sqrt{2\mathbf{p}}} \right\} Bq/cm^{2}$$
(12.55)
$$= (0.11319 + 0.028726) Bq/cm^{2} = 0.1419 Bq/cm^{2}$$

mit der zugehörigen Standardunsicherheit nach Gl. 10.8:

$$u(z) = \sqrt{u^2(\overline{A}_F) - (z - \overline{A}_F) \cdot z}$$

$$= \sqrt{0.1073^2 - (0.1419 - 0.11319) \cdot 0.1419} \text{ Bq/cm}^2 = 0.08625 \text{ Bq/cm}^2 .$$
(12.56)

Da die mittlere Kontamination der Geräteteile unter dem Grenzwert von 0.5 Bq/cm² liegt, können die Teile freigegeben werden.

13 Entfaltung von Vielkanalspektren

Bei der Auswertung spektrometrischer Kernstrahlungsmessungen werden heute meist automatisierte Methoden der Entfaltung von Spektren benutzt. Die Berechnung charakteristischer Grenzen bei derartigen Auswertungen kann ebenfalls auf der Grundlage von DIN 25482-10 durchgeführt werden [Wei95a, Wei95c, Wei98a]. Spezielle Normen, die dies explizit darstellen, sind mit DIN 25482-12 und ISO 11929-8 in Vorbereitung.

Entfaltungen von Spektren sind Spezialfälle von Ausgleichsrechnungen, die in DIN 1319-4 ausführlich behandelt sind. Hier betrachten wir dazu ein Meßproblem nach dem bekannten Modell aus Kap. 3, das die Eingangsgrößen X_i mit den Ausgangsgrößen Y_k gemäß Gl. 13.1 verbindet:

$$Y_k = G_k (X_i, ..., X_m)$$
; $(k = 1, ..., n)$. (13.1)

Bei einer Ausgleichsrechnung werden zur Bestimmung der Y_k gemäß Gl. 13.2 Funktionen M_i an Schätzwerte x_i der Eingangsgrößen X_i ($i = 1, ..., m' \le m$) angepaßt. Die Eingangsgrößen X_i mit i > m' sind nicht auszugleichende (anzupassende), aber unsichere Eingangsgrößen (z. B. Parameter der Spektrallinienform, der Ansprechfunktion des Detektors oder der Kanal-Energie-Zuordnung).

$$X_{i} = M_{i} (Y_{1}, ..., Y_{n}, X_{m'}, ..., X_{m}) \quad ; \quad (i = 1, ..., m')$$
(13.2)

Zur Anpassung verwendet man Lösungsalgorithmen wie z. B. die *Methode der kleinsten Quadrate* (engl. least squares adjustment) nach DIN 1319-4. Derartige Lösungsalgorithmen liegen im Allgemeinen nur als Rechenprogramme vor. Man erhält durch die Ausgleichsrechnung zu den x_i angepaßte Werte

$$z_i = M_i (y_1, \dots, y_n, x_{m'}, \dots, x_m) \quad ; \quad (i = 1, \dots, m') \quad . \tag{13.3}$$

Bei der Methode der kleinsten Quadrate erfolgt die Anpassung für den Fall, daß die Eingangsgrößen nicht korreliert und Kovarianzen somit zu vernachlässigen sind, mit der Bedingung

$$\boldsymbol{c}^{2} = \sum_{i, j=1}^{m'} \left(\frac{x_{i} - z_{i}}{u(x_{i})} \right)^{2} = \min .$$
(13.4)

Eine ausführliche mathematische Darstellung der Grundlagen und einer analytischen Methode zur Entfaltung von Spektren mittels Bayes-Statistik unter Benutzung von Monte Carlo Techniken ist an anderer Stelle gegeben [Wei95c].

Bei der Entfaltung von Spektren bei Kernstrahlungsmessungen sind die Kanalinhalte n_i eines Spektrums die Schätzwerte der Eingangsgrößen $\mathbf{r}_i \times t_i$, die den einzelnen Kanälen *i* zugeordnet sind, wobei t_i die – nicht notwendigerweise gleichen – Meßdauern der einzelnen Kanäle sind. Für die Unsicherheiten der Schätzwerte der spektralen Dichte, d. h. hier der Zählraten in den

einzelnen Kanälen, $x'_i = n_i/t_i$, gilt $u^2(x'_i) = x'_i/t_i$. Für $i \neq j$ sind die Kovarianzen $u(x'_i, x'_j) = 0$ [Wei98a].

Dabei wird angenommen, daß Totzeit- und Pile-up-Effekte sowie instrumentelle Instabilitäten während der gesamten Messung vernachlässigbar sind und daß die gezählten Impulse von unterschiedlichen Kernstrahlungsereignissen stammen, so daß sie statistisch voneinander unabhängig sind. Sollte dies nicht der Fall sein, weil z. B. nicht zufällige Koinzidenzen das Spektrum beeinflussen, sind die $u(x'_{i,x'_{j}})$ nicht alle Null und die Kovarianzen müssen vollständig nach DIN 1319 berücksichtigt werden.

Ein besonderes Problem besteht dann, wenn Kanalinhalte den Wert Null n = 0 haben und man folglich die Unsicherheit u(n/t) = 0 erhält. Dies ist unrealistisch, da man bei keiner Messung mit endlicher Meßdauer sicher sein kann, daß die Zählrate den wahren Wert $\mathbf{r} = 0$ besitzt. Außerdem führt dieser Fall bei der Benutzung der Methode der kleinsten Quadrate nach DIN 1319-4 zu einer Division durch Null, wenn durch $u^2(n/t)$ dividiert werden muß. Diese Schwierigkeit kann dadurch behoben werden, daß man bei zählenden Messungen alle Zählergebnisse n durch n + 1 oder durch eine passende Zusammenfassung von Kanälen ersetzt. Bei Vielkanalspektren bedeutet dies, daß im Falle, daß einzelne Kanalinhalte den Wert Null zeigen, *alle* Kanalinhalte n_i durch $n_i + 1$ zu ersetzen sind. Dabei wird angenommen, daß die Meßbedingungen so gewählt worden sind, daß zumindest einige Zählereignisse im Fall $\mathbf{r} > 0$ erwartet werden können.

Die Auswertung einer spektrometrischen Kernstrahlungsmessung ist im allgemeinen die Entfaltung eines gemessenen Vielkanalspektrum. Sie kann auch die Entfaltung mehrerer anderer gemessener Spektren und die Berücksichtigung von Daten aus anderen Experimenten oder Quellen umfassen. Die Gesamtheit dieser Auswertung soll hier als Entfaltung eines Spektrums verstanden werden.

Die Eingangsgrößen X_i einer Entfaltung eines Spektrums sind alle mit Unsicherheiten behaftete Größen, von denen gemessene oder andere Daten bei der Entfaltung benutzt werden. Dazu gehören alle die Größen X_i , für die gemessene oder geschätzte Werte x_i existieren und die im Rahmen der Ausgleichsrechnung angepaßt werden sollen. Eine derartige Eingangsgröße X_i ist jedem Kanal *i* des Vielkanalspektrums zuzuordnen. Während der Meßdauer t_i wird im Kanal *i* die Anzahl der Ereignisse n_i gezählt. Außerdem muß jedem Parameter, für den ein gemessener Wert oder ein Schätzwert vor der Auswertung gegeben ist, eine Eingangsgröße X_i zugeordnet werden. Solche Parameter können z. B. die Halbwertsbreiten von Linien oder Parameter der Ansprechmatrix des Spektrometers sein.

Daneben gibt es Eingangsgrößen t_j für die Schätzwerte existieren, die aber nicht angepaßt werden. Solche sind z. B. Stützstellen, Kalibrierparameter, Korrektions- oder Einflußgrößen oder auch Parameter, die schon vorher erwähnt wurden. Auch die oben genannten Meßdauern t_i der einzelnen Kanäle *i* sind solche Größen.

Im Prinzip sollten alle Größen, für die Schätzwerte vorliegen, angepaßt werden. In vielen Fällen ist dies jedoch technisch nicht handhabbar oder die Werte solcher Größen sind aus anderen Experimenten gewonnen, so daß es nicht sinnvoll ist, auch diese anzupassen. Außerdem gibt es Größen, die hinreichend gut bekannt sind, so daß ihre Unsicherheiten vernachlässigbar sind. Solche Größen werden nicht als Eingangsgrößen, sondern als Konstanten betrachtet. Im einfachen Fall der Auswertung eines einzigen Spektrums, bei der nur die Poisson-Unsicherheit der Kanalinhalte berücksichtigt werden soll, sind nur die Kanalinhalte Eingangsgrößen. Alle anderen werden dann als Konstanten behandelt.

Bei gleicher Meßdauer für alle Kanäle werden die Eingangsgrößen geschätzt durch $x_i = n_i/t$, wobei n_i die voneinander unabhängigen Kanalinhalte in (i = 1,...,m) Kanälen eines Vielkanalspektrums sind. Die n_i gehorchen der Poisson-Statistik und man erhält folglich

$$u^{2}(x_{i}) = n_{i} / t^{2} = x_{i} / t \text{ und } u(x_{i}, x_{j}) = 0 .$$
(13.5)

Die Ergebnisgrößen Y_i sind die Parameter, die durch die Entfaltung eines Spektrums ermittelt werden sollen. Die Meßgröße, für den die charakteristischen Grenzen ermittelt werden sollen, ist eine dieser Ergebnisgrößen. Die Ergebnisgrößen können auch Parameter wie die Nettofläche einer Spektrallinie, die Anzahl der Untergrundereignisse unter einer Spektrallinie oder in einem bestimmten Kanal oder ein unbekannter Parameter der Ansprechmatrix sein. Die Anzahl der Ergebnisgrößen sollte so klein wie möglich gehalten werden.

Bei Entfaltungen ist es sinnvoll, eine Matrix-Schreibweise zu benutzen. Dabei werden all solchen Größen, Werten und Funktionen, die durch dasselbe Symbol bezeichnet werden, als Spaltenmatrix geschrieben, für die dasselbe Symbol, allerdings in Fettdruck, benutzt wird. Dies bedeutet für die Eingangsgrößen z. B. $\mathbf{x} = (x_1, x_2, ...)^T$ und $\mathbf{t} = (t_1, t_2, ...)^T$, für die Ergebnisgrößen $\mathbf{y} = (y_1, y_2, ...)^T$ und für die besten Schätzwerte der Eingangsgrößen $\mathbf{z} = (z_1, z_2, ...)^T$. Zur leichteren Darstellung werden Spaltenmatrizen als transponierte Zeilenmatrizen geschrieben. Im Folgenden ist es außerdem sinnvoll, die Vektoren \mathbf{x} und \mathbf{t} als kombinierten Vektor $\mathbf{v} = (x_1, x_2, ...)^T$ zu schreiben.

Für die Entfaltung benötigt man die Schätzwerte x and t der Eingangsgrößen und die ihnen zugeordnete Unsicherheitsmatrix $U_{\nu} = U(x,t)$. Diese Unsicherheitsmatrix muß als Kovarianzmatrix entsprechend DIN 1319-4 oder dem ISO Guide berechnet werden.

Die Komponenten der Meßunsicherheit werden in Unsicherheitsmatrizen vereinigt

$$U_x = (u(x_i, x_j)) \text{ und } U_y = (u(y_k, y_l)).$$
 (13.6)

Werden lediglich Poisson-Unsicherheiten berücksichtigt, ist U_x eine Diagonalmatrix mit den Diagonalelementen $u^2(x_i) = n_i / t^2$ und daher $U_x = \text{diag}(x_i/t)$.

Die Unsicherheitsmatrix U(x,t) wird als Funktion von x benötigt, da x zur Berechnung von Erkennungs- und Nachweisgrenze unterschiedliche Werte annehmen muß, während t konstant bleibt. Die Unsicherheitsmatrizen U_x und U_t , die x und t zugeordnet sind, sind Teilmatrizen von U_v . Der Rang von U_x darf nicht kleiner sein als die Anzahl der Modell Gleichungen. Wenn die Werte für x und t aus unterschiedlichen, von einander unabhängigen Experimenten stammen, besteht keine Korrelation zwischen x und t und solche Elemente der Unsicherheitsmatrix U_v , die Paaren x_i and t_k zugeordnet sind, sind Null. In dieser Schreibweise wird ein Diagonalelement der Unsicherheitsmatrix U_v , das einer Größe q zugeordnet ist, mit $u^2(q)$ bezeichnet. u(q) ist die dem Wert q zugeordnete Standardunsicherheit. Das Modell der Entfaltung nach Gl. 13.2 besteht nun aus m Beziehungen zwischen den Eingangs- und den Ergebnisgrößen. Diese Beziehungen können formal und sehr allgemein als eine Spaltenmatrix M der Modellfunktionen M_i geschrieben werden und Gl. 13.7 wird zu

$$M(x,y,t) = M(v,y) = 0.$$
 (13.7)

wobei 0 den Nullvektor bezeichnet.

Ein Modelle einer linearen Entfaltung kann in dieser Darstellung dann mit einer Ansprechmatrix *A* geschrieben werden als

$$M(x,y,t) = A(t)y - x = 0$$
. (13.8)

Modelle nicht-linearer Entfaltung sind häufig von der Form

$$M(x,y,t) = J(t,y) - x = 0$$
. (13.9)

Wenn eine Ergebnisgröße Y_i gleichzeitig eine Eingangsgröße X_i ist, für die ein Schätzwert x_i existiert, ist die Gleichung $y_i - x_i = 0$ den Modellgleichungen hinzuzufügen. Wenn Ereignisgröße, wie z. B. eine Aktivität, eine Teilchenfluenz oder eine Äquivalentdosis von anderen Ergebnisgrößen abhängt, muß diese funktionale Abhängigkeit ebenfalls den Modellgleichungen hinzugefügt werden. Die Modellfunktionen müssen nicht explizit als mathematische Gleichungen vorliegen. Es kann sich auch um Algorithmen handeln, die z. B. in Form eines Rechenprogramms der Auswertung vorliegen.

Für die Entfaltung eines gemessenen Vielkanalspektrums paßt man Funktionen M(Y) nach Gl. 13.2 an die Schätzwerte der *m* Eingangsgrößen an, z. B. an die gemessenen Werte $x_i = n_i/t_i$ der spektralen Dichte, die aus den Kanalinhalten n_i berechnet wird.

Die Berechnung der Ausgangs- oder Ergebnisgrößen y, der Unsicherheitsmatrix U_y , die y zugeordnet ist, und des besten Schätzers z der Eingangsdaten x mit den gegebenen gemessenen oder geschätzten Daten ist generell eine nicht-lineare Ausgleichsrechnung, die i. allg. nach der Methode der kleinsten Quadrate durchgeführt wird (DIN 1319-4). Formal ist es allerdings hinreichend für die Entfaltung, daß gegebene Funktionen F und G oder Algorithmen existieren, so daß gilt:

$$y = F(x,t) = F(v)$$
 (13.10)

$$z = G(x, y, t) = H(v)$$
 (13.11)

mit H(v) = G(x, F(x, t), t).

Im speziellen Fall einer Entfaltung, die linear in den Parametern Y ist, kann die spektrale Dichte H(ϑ) als Spaltenmatrix $X = (H(J_i))$ geschrieben werden, wobei die J_i als exakte Stützstellen angenommen werden. Die spektrale Dichte wird durch ein System von Funktionen $Y_k(J)$ beschrieben mit

$$X_{i} = H(J_{i}) = \sum_{k=1}^{n} \Psi_{k}(J_{i}) \cdot Y_{k} \quad ; (i = 1,...,m) \quad \text{oder } X = M(Y) = AY \quad .$$
(13.12)

Die konstante Ansprechmatrix A hat die Elemente $A_{ik} = Y_k(J_i)$. Die Funktionen $Y_k(J)$ beschreiben die Form der individuellen Spektrallinien und der Untergrundbeiträge. Beispiele für solche Funktionen $Y_k(J_i)$ bei der Entfaltung von α - und γ -Spektren werden in den Abschnitten 13.1 und 13.2 gegeben. Die Ergebnisgrößen sind z. B. die Nettoflächen der Spektrallinien.

Mit der Methode der kleinsten Quadrate erhält man

$$y = G(x) = U_y A^T U_x^{-1} x ; z = M(y) = Ay;$$
 (13.13)

mit der zugeordneten Standardunsicherheitsmatrix

$$U_{y} = (A^{T} U_{x}^{-1} A)^{-1} . (13.14)$$

Wenn zum Beispiel Y_1 die Erkennungsgröße X Kap. 10 ist, so muß zur Berechnung der charakteristischen Grenzen nach Gl. 10.1 und Gl. 10.2 $\tilde{u}(\mathbf{x})$ als Funktion von \mathbf{x} berechnet werden. Dazu wird y_1 durch \mathbf{x} ersetzt. Damit erhält man

$$y' = (x, y_2, ...)^T$$
 und $x' = M(y') = A y'$. (13.15)

Die Unsicherheitsmatrizen U_y und U_z , die den Ausgangs- oder Ergebnisdaten y und den besten Schätzern z zugeordnet sind, sowie die besten Schätzer der Eingangsgrößen x müssen nach DIN 1319-4 oder dem ISO Guide berechnet werden.

Damit erhält man

$$\boldsymbol{U}_{\boldsymbol{v}} = \boldsymbol{F}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{U}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{F}_{\boldsymbol{v}}^{\mathrm{T}}; \ \boldsymbol{U}_{\boldsymbol{z}} = \boldsymbol{H}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{U}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{H}_{\boldsymbol{v}}^{\mathrm{T}}$$
(13.16)

wobei F_v und H_v die Matrizen der partiellen Ableitungen

$$F_{v} \circ (\P F_{i} / \P x_{k}) \text{ und } H_{v} \circ (\P H_{i} / \P x_{k})$$
 (13.17)

nach den Eingangsgrößen n bezeichnen.

Sei z. B. Y_1 die Entscheidungsgröße X. Um $\tilde{u}(\mathbf{x})$ zu berechnen, muß y_1 durch \mathbf{x} substituiert werden und man erhält

$$y' = (x, y_2,..., y_n)^{\mathrm{T}} \text{ und } x' = D(y')$$
 (13.18)

mit einem geeigneten Satz von Funktionen **D**. Damit bildet man die geänderte Unsicherheitsmatrix $U_{x'} = \text{diag}(x_i'/t)$ und ersetzt U_x durch $U_{x'}$ in Gleichung (13.16). Das (1,1)-Element der so geänderten Unsicherheitsmatrix U_y ergibt dann $\tilde{u}^2(x)$. Und man gelangt zur Festlegung der charakteristischen Grenzen nach Gl. 10.1 und Gl. 10.2.

13.1 Einfache Beispiele linearer Entfaltung bei spektrometrischen Messungen

Die klassischen Methoden des Untergrundabzugs mittels Geraden oder Polynomen dritten Grades zur Bestimmung der Nettofläche einer Spektrallinie, die in DIN 25482-5 bzw. DIN 25482-2 angewandt werden, sind bereits einfache Beispiele der Entfaltung von Spektren. Dies soll im Folgenden näher erläutert werden.

Unabhängige, Poisson-verteilte Zufallsvariablen N_i (i = 1,...,m und i = b) werden ausgewählten Kanälen eines Vielkanalspektrums mit den Kanalinhalten n_i . zugeordnet. Falls nötig, können verschiedene Kanäle zu einem Kanal zusammengefaßt werden. Im Folgenden ist J_i die untere Grenze und J_i^{ι} die obere Grenze des Kanals *i*. J ist z. B. Energie oder Zeit; $t_i = J_i^{\iota} - J_i$ ist die Kanalbreite. Die Anzahl n_b bezeichne die vereinigten Brutto-Kanalinhalte der betrachteten Spektrallinie im Spektrum. Die Netto-Linienfläche ist die Meßgröße mit dem wahren Wert \mathbf{x} , d. h. die Netto-Anzahl der Ereignisse im Kanal i = b. Eine Funktion $H(J, y_i,...,y_m)$ mit Parametern y_k , die geeignet ist, die Form der Spektrallinie zu beschreiben, wird so angepaßt, daß

$$n_{i} = \int_{J_{i}}^{J_{i}} H(J, y_{1}, ..., y_{m}) \, \mathrm{d}J \; ; \; (i = 1, ..., m).$$
(13.19)

Daraus werden die y_k als Funktion der n_i berechnet. Der Untergrundbeitrag zur Brutto-Linienfläche ist dann

$$J_{b} = \int_{J_{b}}^{J_{b}} H(J, y_{1}, ..., y_{m}) \, \mathrm{d}J \,.$$
(13.20)

Mit einer Zufallsvariablen Z_0 für z_0 erhält man den Ansatz für die Erkennungsgröße:

$$X = \mathbf{r}_b \mathbf{x}_b - Z_0 \quad . \tag{13.21}$$

Damit erhält man

$$x = n_b - z_0 \quad ; \quad u^2(x) = n_b + u^2(z_0) \quad ; \quad u^2(z_0) = \sum_{i=1}^m \left(\sum_{k=1}^m \frac{\P z_0}{\P y_k} \cdot \frac{\P y_k}{\P n_i} \right)^2 \cdot n_i \quad . \quad (13.22)$$

In dieser Gleichung ist der Ausdruck in Klammern gleich $\prod z_0 / \prod n_i$. Er kann mittels Gl. 13.1 und 13.23 berechnet werden. Für einen gegebenen wahren Wert **x** der Netto-Linienfläche im Kanal *b* muß *x* in Gl. 13.22 durch **x** ersetzt werden. Dadurch kann man die im Falle eines gegebenen wahren Wertes unbekannte Größe n_b eliminieren und man erhält mit $n_b = \mathbf{x} + z_0$

$$\tilde{u}^{2}(\mathbf{x}) = \mathbf{x} + z_{0} + u^{2}(z_{0}).$$
(13.23)

Verschiedene Methoden können benutzt werden, um Netto-Linienflächen in Vielkanalspektren zu bestimmen. Wenn dies wie in ISO 11929-3 und DIN 25482-5 durch linearen Untergrundabzug geschieht, führt das oben beschriebene Verfahren mit m = 2 zu einer linearen Funktion H(J). Wenn wie in DIN 25482-5 ein Polynom dritten Grades als die den Untergrund darstellende Funktion angenommen wird, ist m = 4 und H(J) ein Polynom dritten Grades.

Ein allgemeinerer, in den y_k linearer Ansatz ist $H(J) = \sum_{k=1}^m y_k \cdot \Psi_k(J)$ mit gegebenen Funktionen $y_k(J)$, die die individuelle Linienform der Spektrallinien beschreiben. In diesem Fall wird Gl. 13.19 zu einem linearen Gleichungssystem zur Berechnung der y_k . In diesem Falle hängen die y_k linear von den Kanalinhalten n_i ab, aber die partiellen Ableitungen in Gl. 13.22 sind unabhängig von den Kanalinhalten n_i . Dieses letztgenannte Verfahren wird z. B. in DIN 25482-4 für den Fall α -spektrometrischer Messungen angewandt, dessen Grundlagen im nächsten Abschnitt kurz beschrieben werden.

13.2 Lineare Entfaltung in der a-Spektrometrie

In einfachen Fällen der α -Spektrometrie, wenn ein α -Spektrum mit einem Halbleiterdetektor oder einer Gitter-Ionisationskammer gemessen wird, kann das Spektrum als Superposition einzelner Spektrallinien ohne Untergrundbeiträge beschrieben werden. In diesem Fall genügt ein lineares Modell der Art A(t)y = x. Der folgende Ansatz nach Gl. 13.24 – 13.27, der auch in DIN 25482-4 zugrunde gelegt wird, kann für die Form der Spektrallinie *j* benutzt werden [Wes84, Wes86, Bor87]:

$$L_{j}(E) = \int_{-\infty}^{\infty} R_{j}(E') \cdot \exp\left(-\frac{(E'-E)^{2}}{2\boldsymbol{s}_{j}^{2}}\right) / \sqrt{2\boldsymbol{p}\,\boldsymbol{s}_{j}^{2}}\,dE'$$
(13.24)

mit

$$R_{j}(E) = a_{0j} \cdot \boldsymbol{d} \left(E - E_{0j} \right) + \sum_{k=1}^{3} \left(a_{0j} / \boldsymbol{t}_{kj} \right) \cdot \exp\left(\left(E - E_{0j} \right) / \boldsymbol{t}_{kj} \right) \text{für} \left(E \le E_{0j} \right)$$
(13.25)

und

$$R_{i}(E) = 0 \text{ für } \left(E > E_{0j} \right)$$
 (13.26)

und

$$a_{0\,i} + a_{1\,i} + a_{2\,i} + a_{3\,i} = 1. \tag{13.27}$$

E ist die Energie der α -Teilchen. Alle anderen Größen sind gegebene Parameter der Spektrallinie. Diese Parameter sowie die Parameter der Energie-Kalibrierung, die Kanalnummer *i* und die Energie *E* sind Eingangsgrößen *t*, die als bekannte Konstanten angenommen werden. Die Elemente der Ansprechmatrix sind dann $A_{ij} = L_j(E_i)$, wobei E_i die dem Kanal *i* zugeordnete Energie ist. Die Spektrallinie zur α -Energie E_{0j} ist physikalisch durch den ersten Term von $R_j(E)$, die *d*-Funktion, in Gl. 13.25 beschrieben. Die drei folgenden Terme beschreiben den Energieverlust, den das α -Teilchen auf seinem Weg zum Nachweis erleidet. Das Faltungsintegral in der Gl. 13.24 berücksichtigt die Auflösung *s* des Spektrometers, die von der Energie *E* abhängt.

Die Parameter y_j , die zu bestimmen sind, sind die Linienflächen. Sie bilden den Vektor y der Ergebnisgrößen. Eine von ihnen ist die betrachtete Größe Y. Für das Spektrum erhält man damit den funktionellen Ansatz $\sum_j L_j \cdot y_j$ oder, geschrieben als Vektor mit $E = (E_i)$ für die einzelnen Kanäle, A(t)y.

Wenn einige der Parameter t, z. B. die Lage einer Spektrallinie oder ein Parameter der Peakform nicht bekannt sind, dann müssen diese den Ergebnisgrößen y hinzugefügt werden und ebenfalls angepaßt werden. Dann hängt A auch von y ab und man erhält einen Fall eines nicht-linearen Modells nach Gl. 13.9 mit J(y,t) = A(y,t)y.

Die Funktionen $L_j(E)$ sind die Response-Funktionen des Spektrometers, das kann z. B. ein Halbleiterdetektor oder eine Gitter-Ionisationskammer in der α -Spektrometrie, aber auch ein Halbleiterdetektor in der γ -Spektrometrie oder eine Bonner Kugel in der Neutronen-Spektrometrie sein. Mathematisch können diese Funktionen nahezu beliebig gewählt werden und können daher angesetzt werden, wie es aus phänomenologischen oder physikalischen Gründen notwendig ist. Sie können auch gemessene oder berechnete Funktionen sein, die die beschriebenen physikalischen Prozesse widerspiegeln. Sie können durch analytische Ausdrücke oder lediglich numerisch gegeben sein. Mit diesen Response-Funktionen kann man nicht nur die Formen von Spektrallinien beschreiben, auch der Untergrund unter Spektrallinien kann durch beliebige Superposition derartiger Funktionen modelliert werden. Dies wird im nächsten Abschnitt am Beispiel der γ -Spektrometrie beschrieben.

13.3 Entfaltung von gSpektren

In der γ -Spektrometrie ist der Untergrund unter einer Spektrallinie grundsätzlich nicht vernachlässigbar. Dennoch kann ein lineares Modell der Art A(t)y = x zur Entfaltung benutzt werden. Der folgende Ansatz in Gl. 13.28 – 13.30 kann gemacht werden, um die Überlagerung der Beiträge von Spektrallinien und vom Untergrund in einem betrachteten Spektrumsabschnitt zu beschreiben

$$L_1(E) = \exp\left(-\left(E - E_0\right)^2 / \left(2s^2\right)\right) / \sqrt{2p s^2}$$
(13.28)

$$L_2(E) = \arctan(-(E - E_0)/a)$$
 (13.29)

$$L_j(E) = (E - E_0)^{j-3}; \quad (j = 3, 4, 5, 6)$$
 (13.30)

Die Funktion in Gl. 13.28 beschreibt die Form einer Spektrallinie als Gauß-Kurve mit der Auflösung s des Spektrometers. In der Praxis kann es notwendig sein, kompliziertere

Linienformen anzusetzen, die z. B. ein niederenergetisches exponentielles Tailing beinhalten, was die Zahl der Linienform-Parameter erhöht.

Die Gl. 13.29 stellt eine Stufenfunktion unter der Spektrallinie dar, die als Folge unvollständiger Ladungssammlung erwartet werden muß. *a* ist ein Parameter, der die Steilheit dieser Stufenfunktion charakterisiert und muß vorab bekannt sein. Die übrigen Funktionen in Gl. 13.30 dienen dazu, den Untergrund phenomenologisch durch ein Polynom dritten Grades zu modellieren. Statt der Energie *E* können auch die Kanalnummern *i* benutzt werden, um Gl. 13.28 – 13.30 aufzustellen.

E ist die im Detektor deponierte Energie. Alle anderen Größen sind Parameter der Spektrallinien oder des Untergrundes. Diese *s* und *a* aller Spektrallinien sowie die Energiekalibrierung sind Eingangsgrößen *t*, die als bekannte Konstanten behandelt werden. Die Elemente der Ansprechmatrix sind $A_{ii} = L_i(E_i)$, wobei E_i die Energie ist, die dem Kanal *i* zugeordnet ist.

Die zu bestimmenden Parameter y_j sind die Linienflächen und die jeweiligen Untergrundbeiträge. Sie bilden den Vektor y der Ergebnisgrößen. Eine dieser Linienflächen ist die betrachtet Meßgröße Y. Für das Spektrum erhält man also den Ansatz $\sum_j L_j \cdot y_j$ oder,

geschrieben als Vektor mit $E = E_i$ für die individuellen Kanäle, A(t)y.

Im Gegensatz zur α -Spektrometrie sind in der γ -Spektrometrie häufig einige der Parameter t nicht genau bekannt, so z. B. die Lage einer Spektrallinie oder Parameter der Linienform oder des Untergrundes. Sie werden ebenfalls ausgehend von Schätzwerten durch die Entfaltung bestimmt und müssen daher den Ergebnisgrößen y hinzugefügt werden. Dann hängt A auch von y ab und man erhält den in der komplexen γ -Spektrometrie üblichen Fall eines nicht-linearen Modells nach Gl. 13.9 mit J(y,t) = A(y,t)y.

Folglich muß das Modell M(x,y,t) = J(t,y) - x = 0 einer nicht-linearen Entfaltung benutzt werden. Der Algorithmus für ein solches Modell kann formal mit geeigneten Funktionen F and G in der Form von Gl. 13.31 geschrieben werden:

$$y = F(x,t) = F(v); \quad z = G(x,y,t) = H(v)$$
 (13.31)

mit H(v) = G(x, F(x,t), t).

Der erste Ausdruck in Gl. 13.31 stellt formal die Lösung der Modellgleichung 13.1 für y dar. Der zweite Ausdruck ergibt die angepaßten Daten z als aufgrund der Entfaltung beste Schätzwerte der Eingangsgrößen x.

Die gegebenen Funktionen und Algorithmen nach Gl. 13.31 sind formal hinreichend, die Ergebnisgrößen y und die Unsicherheitsmatrix U_y , die den Werten der Ergebnisgrößen y zugeordnet sind, und die besten Schätzwerte z der Eingangsgrößen x aus den gegebenen gemessenen und geschätzten Werten der Eingangsgrößen v und der Matrix der zugeordneten Unsicherheiten U_v durch nicht-lineare Entfaltung zu berechnen.

Die Unsicherheitsmatrizen U_y und U_z , die den Größen y and z zugeordnet sind, sind nach DIN 1319-4 oder dem ISO Guide zu berechnen.

$$\boldsymbol{U}_{\boldsymbol{y}} = \boldsymbol{F}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{U}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{F}_{\boldsymbol{v}}^{\mathrm{T}}; \quad \boldsymbol{U}_{\boldsymbol{z}} = \boldsymbol{H}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{U}_{\boldsymbol{v}} \boldsymbol{H}_{\boldsymbol{v}}^{\mathrm{T}}$$
(13.32)

wobei F_{ν} und H_{ν} die Matrizen der partiellen Ableitungen der Modellfunktionen bezeichnen:

$$F_{\nu} \equiv (\partial F_i / \partial x_k) \text{ and } H_{\nu} \equiv (\partial H_i / \partial x_k).$$
 (13.33)

Nach der dann meist benutzten Methode der kleinsten Quadrate nach DIN 1319-4 werden y und z so bestimmt, daß

$$c^{2} = (z - x)^{T} U_{x}^{-1} (z - x) = \min$$
 (13.34)

mit der Nebenbedingung

$$M(z,y,t) = 0$$
, (13.35)

die aus der Substitution von x durch z in Gl. 13.7 folgt. Nähere Einzelheiten zur rechnerischen Methodik und auch statistische Tests, ob das benutzte Modell, die Lösung der Entfaltung und die Eingangsdaten miteinander verträglich sind, sind in DIN 1319-4 und im *ISO Guide* gegeben.

14 Charakteristische Grenzen bei der Dosismessung mit Thermolumineszenz (TL)-Dosimetern

14.1 Grundlagen der Dosismessung mit TL-Dosimetern

Der Ansatz zur Berechnung charakteristischer Grenzen auf der Grundlage der Bayes-Statistik nach DIN 25482-10 ist nicht auf zählende Kernstrahlungsmessungen beschränkt. Er kann ganz allgemein bei Meßproblemen angewandt werden, bei denen eine Meßgröße als Differenz eines Bruttosignals und eines Untergrundsignals zu bestimmen ist. Voraussetzung ist die korrekte Bestimmung der Meßunsicherheiten nach DIN 1319 oder dem ISO Guide. Dies soll hier an einem Beispiel aus der Kernstrahlungs-Meßtechnik, in dem mit Thermolumineszenz-Dosimetern die Photonen- oder die Neutronendosis gemessen wird, dargestellt werden. In der Normenreihe DIN 25482 wird dieses Meßproblem in Teil 11 behandelt werden, der derzeit vorbereitet wird.

Das Meßverfahren ist die Anwendung eines Thermolumineszenz (TL)-Dosimetriesystems zur Ermittlung der Photonen- oder Neutronendosis und die Auswertung der Messung. Ein Thermolumineszenz-Dosimetriesystem besteht aus einem ganzen Satz gleichartiger TL-Dosimeter, möglichst aus der gleichen Charge, zusammen mit dem Auslesegerät und dem Auswerteverfahren und den Behandlungsvorschriften.

Bei der Messung der Neutronendosis muß es möglich sein, die Photonendosis abzutrennen, weil Neutronen im allgemeinen von Photonen begleitet sind. Dazu muß das TL-Dosimetriesystem zwei unterschiedliche Arten von Dosimetern verwenden, die zum einen empfindlich gegenüber Photonen und Neutronen und zum anderen ausschließlich empfindlich für Photonen sind. Abgesehen davon sind alle Detektoren gleichartig. Dosimeter, die empfindlich für Photonen und Neutronen sind, enthalten ⁶LiF, während lediglich Photonen-empfindliche Dosimeter ⁷LiF enthalten. Das Nuklid ⁶Li bewirkt über den ⁶Li(n, α)-Prozeß die zusätzliche Empfindlichkeit des Dosimeters für langsame Neutronen.

Dosismessungen mittels Thermolumineszenzdosimetern in der Personendosimetrie und in der Umgebungsüberwachung werden auf der Grundlage sehr unterschiedlicher Modelle durchgeführt und ausgewertet. Daher ist es sinnvoll, zuerst von einem sehr allgemeinen Modell auszugehen, das auf jede Meßaufgabe, bei der Thermolumineszenzdosimeter zur Ermittlung der Dosis eingesetzt werden, anwendbar ist. Spezielle Modelle werden dann explizit auf die Messung der Photonendosis, der Neutronendosis und der Personendosis bei der Personendosimetrie angewandt.

Bei der Messung der Ortsdosis mit Hilfe von TL-Dosimetriesystemen im Rahmen der Umgebungsüberwachung werden wesentlich kompliziertere Meßverfahren als das hier zugrunde gelegte Verfahren mit Meßserien einer großen Zahl von Dosimetern angewandt, vgl. DIN 25483. Das hier zur Bestimmung der statistischen Kenngrößen beschriebene allgemeine Verfahren ist jedoch auch auf derartige Messungen anwendbar, vorausgesetzt, daß die Berechnung der Unsicherheiten der Messung der Ortsdosis wie in DIN 25483 (Version 1997) unter Berücksichtigung aller Beiträge zur Meßunsicherheit nach DIN 1319 Teil 4 erfolgt.

Im Rahmen der Personendosimetrie wird davon ausgegangen, daß die Messung der Photonendosis durch ein einzelnes Dosimeter erfolgt. Die Anzeige dieses Dosimeters wird mit der Nulleffektanzeige verglichen, die als arithmetischer Mittelwert der Anzeigen einer Anzahl von Dosimetern bestimmt wird, die während der gleichen Meßzeit nur der Hintergrundstrahlung als Nulleffekt ausgesetzt waren. Zusätzlich wird die Nullanzeige unbestrahlter Thermolumineszenzdosimeter als Beitrag zum Nulleffekt berücksichtigt.

Bei der Messung der Neutronendosis werden in der Neutronendosimetrie je ein Dosimeter der beiden Dosimetertypen eingesetzt und jeweils mit der entsprechenden Nulleffektanzeige verglichen, die für beide Dosimetertypen unabhängig von einander in dieser Weise bestimmt wird.

Es wird weiterhin davon ausgegangen, daß das TL-Dosimetriesystem in Voruntersuchungen (z.B. im Rahmen der Bauartzulassung) kalibriert wurde und die Kalibrierung und die damit zusammenhängenden Standardunsicherheiten im Rahmen von Qualitätsicherungsmaßnahmen regelmäßig überprüft werden.

Die Meßgröße bei einem neutronen-unempfindlichen TL-Dosimeter ist die Photonendosis, bei einem neutronen-empfindlichen eine fiktive Photonendosis, die sich aus der Photonendosis und der Neutronendosis zusammensetzt. Die Bestimmung der statistischen Kenngrößen erfolgt hier allgemein in Abschnitt 14.2 für eine nicht näher spezifizierte Dosis *D*. In der speziellen Anwendung der Personendosimetrie erfolgt die Ermittlung der charakteristischen Grenzen für die *Photonendosis H*^g in Abschnitt 14.3, für die *Neutronendosis H*ⁿ. in Abschnitt 14.4 und für die *Personendosis H*^p

$$H_p = H_g + H_n \tag{14.1}$$

in Abschnitt 14.5. Alle betrachteten Meßgrößen sind nichtnegativ.

Bei der Messung der Photonen- und Neutronendosis mit TL-Dosimetern wird eine Anzahl von Dosimetern nicht dem zu messenden Strahlungsfeld ausgesetzt. Diese *nicht exponierten* Dosimeter erhalten aber während der Meßzeit eine Nulleffektdosis *B*. Die Anzeigen der zur Dosismessung im zu messenden Strahlungsfeld eingesetzten Dosimeter (Bruttomessung) werden mit den Nulleffektanzeigen der nicht exponierten Dosimeter verglichen und der Nulleffekt wird abgezogen.

Unter der Voraussetzung unabhängiger Einzelmessungen mit den Dosimetern eines TL-Dosimetriesystems sowie vernachlässigbarer Unsicherheiten der bei der Kalibrierung verwendeten Referenzdosen brauchen Korrelationen zwischen den Größen nicht berücksichtigt zu werden. Für die Berechnung der Unsicherheiten genügt das Fehlerfortpflanzungsgesetz.

Bei der rechnerischen Auswertung der Dosismessungen wird angenommen, daß die einzelnen Dosimeter im interessierenden Dosisbereich genügend linear anzeigen. Die Anzeige Z eines Dosimeters hängt also linear mit der jeweils aufgebrachten Dosis zusammen.

Das Modell der Auswertung für die Meßgröße Dosis D lautet:

$$D = G(X_1, \dots, X_n) \tag{14.2}$$

und die Bestimmung des Meßwertes d erfolgt nach Gl. 14.3:

$$d = G(x_1, \dots, x_n) \quad , \tag{14.3}$$

wobei die X_i die Eingangsgrößen zur Bestimmung der Dosis sind, deren Werte x_i als Meßwerte oder aus anderen Experimenten oder Quellen als beste Schätzer ihrer wahren Werte x_i herangezogen werden. Den Werten x_i sind die Standardmeßunsicherheiten $u(x_i)$ zugeordnet.

Die dem Meßwert der Dosis *d* zugeordnete Standardmeßunsicherheit u(d) bzw. die Varianz $u^2(d)$ der Dosis *D* wird durch Gleichung 14.4 beschrieben:

$$u^{2}(d) = \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{\P G}{\P x_{i}} \right)^{2} \cdot u^{2}(x_{i}) = \sum_{i=1}^{n} c_{i}^{2} \cdot u^{2}(x_{i}) = \sum_{i=1}^{n} u_{i}^{2}(d)$$
(14.4)

mit

$$u_i(d) = c_i \cdot u(x_i)$$
 (14.5)

Die Koeffizienten

$$c_i = \frac{\partial G}{\partial x_i} = \frac{\partial G}{\partial X_i} |_{X_1 = x_1, \dots, X_n = x_n}$$
(14.6)

werden auch Empfindlichkeits- oder Sensitivitätskoeffizienten genannt. Zur Bestimmung der Sensitivitätskoeffizienten müssen die partiellen Ableitungen nicht unbedingt explizit bestimmt werden. Sie können auch durch Differenzenquotienten angenähert werden (DIN 25482-10 Gl. A.24) oder experimentell ermittelt werden. Der Vorteil, bei vernachlässigbaren Kovarianzen mit Sensitivitätskoeffizienten arbeiten zu können, besteht darin, daß über die Ermittlung der $u_i(d)$ die Beiträge der verschiedenen Eingangsgrößen *i* zur Gesamtunsicherheit erfaßt und beurteilt werden können.

Zu den in Gl. 14.2 aufgeführten Eingangsgrößen X_i , die zur Ermittlung der Dosis D herangezogen werden, gehören bei immer noch sehr allgemeiner Formulierung des Modells z.B. die in Gl. 14.7 aufgeführten Größen.

,

$$D = G(M_{m,i}, M_{0,i}, \dot{M}_{nat,i}, t_{e,i}, k_j) \quad ; \quad i = 1, ..., n; \quad j = 1, ..., m \quad .$$
(14.7)

In Gl. 14.7 sind $M_{m,i}$ die Anzeige eines exponierten Dosimeters *i* ohne Abzug der Nullanzeige in Einheiten der Dosis, $M_{0,i}$ die Nullanzeige eines unbestrahlten Dosimeters *i* in Einheiten der Dosis, $\dot{M}_{nat,i}$ die Anzeige eines Dosimeters durch die Umgebungsstrahlung in Einheiten der Dosisrate, $t_{e,i}$ die Dauer der Exposition eines Detektors *i* und k_i Korrektionsfaktoren.

In der Personendosimetrie mittels Thermolumineszenzdosimetern kann Gleichung 14.7 vereinfacht werden. Für die Bestimmung der Photonendosis H_g genügt ein Modell nach Gleichung 14.8, für die der Neutronendosis H_n ein Modell nach Gl. 14.11. Die benutzten Modelle bei der Messung der Ortsdosis im Rahmen der Umgebungsüberwachung sind in DIN 25483 beschrieben.

Zur Beschreibung der Photonendosis Hg.

$$H_{g} = k_{g,E,\Phi} \cdot \left(k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \left(M_{m,7} - M_{0,7} \right) - \dot{M}_{nat} \cdot t_{e} \right)$$
(14.8)

sind $M_{m,7}$ die Anzeige eines exponierten ⁷Li-Dosimeters in Einheiten der Dosis, $M_{0,7}$ die Nullanzeige eines unbestrahlten ⁷Li-Dosimeters in Einheiten der Dosis, \dot{M}_{nat} die Anzeige eines ⁷Li-Dosimeters durch die Umgebungsstrahlung in Einheiten der Dosisrate und t_e die Dauer der Exposition des Dosimeters. Die Nichtlinearität der Anzeige wird durch einen Korrektionsfaktor des ⁷Li-Detektors für Nichtlinearität k_{glin} berücksichtigt. Der Korrektionsfaktor $k_{gE,F}$ berücksichtigt die Abhängigkeit der Anzeige des ⁷Li-Detektors von der Photonenenergie *E* und vom Strahleneinfallswinkel *F* und der Korrektionsfaktor $k_{f,7}$ korrigiert den strahleninduzierten Anzeigeteil von ⁷Li-Detektoren.

Alternativ zu Gl. 14.8 wird auch das Modell nach Gl. 14.9 benutzt, in dem M_7 die korrigierte Anzeige des ⁷Li-Dosimeters in Einheiten der Dosis ist:

$$H_{\mathbf{g}} = k_{\mathbf{g}, E, \Phi} \cdot \left(k_{\mathbf{g}, lin} \cdot M_7 - \dot{M}_{nat} \cdot t_e \right) \quad . \tag{14.9}$$

Mit Gleichung 14.8 ergibt sich dann die Standardunsicherheit $u(H_g)$ der Photonendosis H_g bzw. die Varianz der Photonendosis $u^2(H_g)$ mit den jeweiligen Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen zu

$$u^{2}(H_{g}) = u^{2}(k_{g,E,\Phi}) \cdot [k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7}) - \dot{M}_{nat} \cdot t_{e}]^{2} + u^{2}(k_{g,lin}) \cdot [k_{g,E,\Phi} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(k_{f,7}) \cdot [k_{g,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(M_{m,7}) \cdot [k_{g,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}]^{2} + u^{2}(M_{0,7}) \cdot [k_{g,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}]^{2} + u^{2}(\dot{M}_{nat}) \cdot [k_{g,E,\Phi} \cdot t_{e}]^{2} + u^{2}(t_{e}) \cdot [k_{g,E,\Phi} \cdot \dot{M}_{nat}]^{2} .$$
(14.10)

In Gl. 14.10 sind die Ausdrücke in eckigen Klammern die Sensitivitätskoeffizienten der jeweiligen Eingangsgröße.

Zur Messung einer Neutronendosis H_n in einem gemischten Feld aus Neutronen und Photonen sind sowohl neutronen-unempfindliche, als auch neutronen-empfindliche Thermolumineszenz-Dosimeter erforderlich. Mit ersteren wird die Photonendosis H_g mit letzteren nach Gleichung 14.11 die Neutronendosis H_n bestimmt:

$$H_n = k_{n,E,\Phi} \cdot \left(k_{n,lin} \cdot k_{f,6} \cdot \left(M_{m,6} - M_{0,6} \right) - k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \cdot \left(M_{m,7} - M_{0,7} \right) \right) \quad . \quad (14.11)$$

In Gl. 14.11 sind neben den bereits zu Gl. 14.8 erklärten Größen: $M_{m,6}$ der Meßwert eines ⁶Li-Dosimeters ohne Abzug der Nullanzeige in Einheiten der Dosis, $M_{0,6}$ die Nullanzeige eines unbestrahlten ⁶Li-Dosimeters in Einheiten der Dosis. Die Nichtlinearität des ⁶Li-Detektors wird durch den Korrektionsfaktor $k_{n,lin}$ berücksichtigt. $k_{n,E,F}$ ist der Korrektionsfaktor des ⁶Li-Detektors für die Neutronenenergie E und den Strahleneinfallswinkel F und $k_{f,6}$ der Korrektionsfaktor des strahleninduzierten Anzeigeteiles von ⁶Li-Detektoren.

Alternativ zu Gl. 14.11 wird auch das Modell nach Gl. 14.12 benutzt, in dem M_7 und M_6 die korrigierten Anzeigen des ⁷Li- bzw. ⁶Li-Dosimeters in Einheiten der Dosis sind:

$$H_n = k_{n,E,\Phi} \cdot \left(k_{n,lin} \cdot M_6 - k_{g,lin} \cdot M_7 \right) \quad . \tag{14.12}$$

Mit Gleichung 14.11 ergibt sich dann die Standardunsicherheit $u(H_n)$ der Neutronendosis H_n bzw. die Varianz der Neutronendosis $u^2(H_n)$ mit den jeweiligen Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen zu

$$u^{2}(H_{n}) = u^{2}(k_{n,E,\Phi}) \cdot [k_{n,lin} \cdot k_{f,6} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6}) - k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(k_{n,lin}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{f,6} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6})]^{2} + u^{2}(k_{f,6}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6})]^{2} + u^{2}(M_{m,6}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot k_{f,6}]^{2} + u^{2}(M_{0,6}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot k_{f,6}]^{2}$$
(14.13)
$$+ u^{2}(k_{g,lin}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(k_{f,7}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(M_{m,7}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}]^{2} + u^{2}(M_{0,7}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}]^{2}.$$

In Gl. 14.13 sind die Ausdrücke in eckigen Klammern die Sensitivitätskoeffizienten der jeweiligen Eingangsgröße.

Die Gleichungen 14.8, 14.9 und 14.12 stellen Modelle dar, die nur bei einer Dosismessung, nicht aber im Rahmen der Kalibrierung des TL-Dosimetriesystems zulässig sind. Bzgl. des im Rahmen der Kalibrierung eines TL-Dosimetriesystems anzuwendenden Formalismus siehe DIN 25483 und [Bau90, Pie84, Wey93]. Hier wird vorausgesetzt, daß im Rahmen der Kalibrierung des Dosimetriesystems die verschiedenen Korrektionsfaktoren k_j und die Anzeigen der Dosisleistungseinheiten durch die Umgebungsstrahlung \dot{M}_{nat} und die mit ihnen verbundenen Standardunsicherheiten hinreichend genau bestimmt wurden.

Beispielhafte Werte der Eingangsgrößen unter Laborbedingung (frei nach [Bur98]) sind in Tabelle 14.1 dargestellt. Diese Daten werden in den Abschnitten 14.3 - 14.5 für die praktische Berechnung benutzt werden.
Tab. 14.1: Exemplarische Werte und angenommene Standardunsicherheiten von Eingangsgrößen bei der Personendosimetrie mittels Thermolumineszenz-Dosimetern. Die Unsicherheiten sind entweder aus mehrfach wiederholten Messungen (Typ A Unsicherheiten) oder durch Annahme von Rechteckverteilungen im Wertebereich gewonnen worden.

Dosimeter	Größe	Wert	Unsicherheit	Einheit	Bemerkung
	X_i	x_i	$u(x_i)$		
	M nat	2	0.1	µSv/d	Typ A Unsicherheit
Li-7	$k_{g,E,F}$	1	0.12		Rechteckverteilung ± 20 %
	k _{g,lin}	1	0.058		Rechteckverteilung + 10 %
	$\tilde{k}_{f,7}$	1	0.02		Typ A Unsicherheit
	$M_{0,7}$	25	4	μSv	Typ A Unsicherheit
Li-6	$K_{n,E,F}$	1.2	0.35		Rechteckverteilung \pm 60 %
	k _{n,lin}	1	0.058		Rechteckverteilung + 10 %
	$k_{f,6}$	1	0.04		Typ A Unsicherheit
	$\overline{M}_{0,6}$	25	4	μSv	Typ A Unsicherheit

14.2 Festlegung der charakteristischen Grenzen

Auf der Grundlage von DIN 25482-10 können nun die charakteristischen Grenzen festgelegt werden. Bei der angenommenen Normalverteilung der Dosis mit dem wahren Wert d = 0 und der theoretischen Varianz $\tilde{u}^2(d=0)$ muß ein Schätzwert *d*, der auf eine Dosis größer Null hinweist, größer sein als die *Erkennungsgrenze* d^* *der Dosis* zur Wahrscheinlichkeit *a* für den Fehler 1. Art, festgelegt mit Gl. 10.1 durch

$$d^* = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(d=0) \quad . \tag{14.14}$$

Die *Nachweisgrenze* d^* *der Dosis* ergibt sich bei Überschreitung der Erkennungsgrenze nach Gl. 14.14 zur Wahrscheinlichkeit **b** für den Fehler 2. Art mit Gl. 10.2 aus der Festlegung

$$\boldsymbol{d}^* = \boldsymbol{d}^* + k_{1-\boldsymbol{b}} \cdot \widetilde{\boldsymbol{u}}(\boldsymbol{d}^*) \quad . \tag{14.15}$$

Gl. 14.15 ist eine implizite Gleichung. Mit dem Anfangswert $d^* = 2 \cdot d^*$ kann Gleichung 14.15 iterativ gelöst werden. Diese Iteration ist fast immer konvergent.

Dabei ersetzt $\tilde{u}(\boldsymbol{d}^*)$ hier als Schätzwert die theoretische Standardabweichung der zugrundegelegten Normalverteilung mit dem wahren Wert \boldsymbol{d}^* . $\tilde{u}(\boldsymbol{d})$ ist die Standardmessunsicherheit der Dosis, die hier nach DIN 25482-10 als Erkennungsgröße gewählt wird, als Funktion ihres wahren Wertes \boldsymbol{d} . Diese Funktion ist für Dosismessungen in der Umgebungsüberwachung explizit in DIN 25483 abgeleitet. Hier wird sie für Beispiele für die Personendosimetrie ermittelt. Dies wird in Abschnitt 14.3 - 14.5 beispielhaft durchgeführt. Die für die Ermittlung der Erkennungsgrenze und der Nachweisgrenze benötigten Varianzen lassen sich dann auf direktem Wege berechnen, wenn der Meßwert der Dosis als Schätzwert für den wahren Wert der Meßgröße benutzt wird.

Wenn dann $\tilde{u}(0)$ und u(d) bekannt sind, so reicht für d > 0 die lineare Interpolation aus:

$$\widetilde{u}^2(\boldsymbol{d}) = \widetilde{u}^2(0) \cdot (1 - \boldsymbol{d} / \boldsymbol{d}) + u^2(\boldsymbol{d}) \cdot \boldsymbol{d} / \boldsymbol{d} \quad .$$
(14.16)

Unter Benutzung von Gl. 14.16 kann $\tilde{u}(\boldsymbol{d})$ durch $\tilde{u}(\boldsymbol{d}) = u(d)$ genähert werden, wenn der primäre Schätzwert der Dosis nicht wesentlich größer ist als die ihm zugeordnete Standardunsicherheit u(d). Dann ergibt sich für die Nachweisgrenze die sehr grobe Näherung

$$\boldsymbol{d}^{*} = a + \sqrt{a^{2} + (k_{1-\boldsymbol{a}}^{2} - k_{1-\boldsymbol{b}}^{2}) \cdot \widetilde{u}^{2}(0)} \quad \text{mit}$$

$$a = k_{1-\boldsymbol{a}} \cdot \widetilde{u}(0) + \frac{1}{2} \left(k_{1-\boldsymbol{b}}^{2} / d \right) \cdot \left(u^{2}(d) - \widetilde{u}^{2}(0) \right) \quad .$$
(14.17)

Die Vertrauensgrenzen d_{u} und d_{u} der Dosis zur Wahrscheinlichkeit 1 - g werden bei einem erhaltenen Schätzwert $d (> d^*)$ und der ihm zugeordneten Meßunsicherheit u(d) bestimmt durch:

$$\boldsymbol{d}_{l} = \boldsymbol{d} - \boldsymbol{k}_{p} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{d}) \qquad ; \qquad \boldsymbol{p} = \boldsymbol{h} \cdot \left(1 - \boldsymbol{g} / 2\right) \tag{14.18}$$

$$\boldsymbol{d}_{u} = \boldsymbol{d} + \boldsymbol{k}_{q} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{d}) \quad ; \quad \boldsymbol{p} = 1 - \boldsymbol{h} \cdot \boldsymbol{g} / 2 \tag{14.19}$$

mit

$$\boldsymbol{h} = \frac{1}{\sqrt{2\boldsymbol{p}}} \int_{-\infty}^{d/u(d)} \exp\left(-\frac{z^2}{2}\right) dz = \Phi(d/u(d)) .$$
(14.20)

Die Funktion $\Phi(t)$ ist z.B. in Anhang A.2 tabelliert. Tab. A.2 liefert auch die Umkehrung $k_p = t$ für F(t) = p.

14.3 Beispiel: Ermittlung der Photonendosis in der Personendosimetrie

Zur Ermittlung der Photonendosis wird das Modell nach Gleichung 14.8 in Abschnitt 14.1 herangezogen werden:

$$H_{g} = k_{g,E,\Phi} \cdot \left(k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \left(M_{m,7} - M_{0,7} \right) - \dot{M}_{nat} \cdot t_{e} \right) \quad .$$
(14.21)

Dabei seien bis auf $M_{m,7}$ alle Eingangsgrößen mit ihren zugeordneten Unsicherheiten im Rahmen der Kalibrierung des Dosimetriesystems und sonstiger qualitätssichernder Maßnahmen vorab bestimmt oder festgelegt worden und somit bekannt. Die Zahlenwerte dieser Größen, sowie die aktuellen Werte der Dosimeteranzeige, der Expositionszeit und ihrer aufgrund von Transport- und Lagerzeiten angenommenen Unsicherheit sind in Tab. 14.2 angegeben. Vorab wurden die Wahrscheinlichkeiten 1 - a = 1 - b = 0.05 und g = 0.95 festgelegt. Als Richtwert wird eine Photonendosis von 100 µSv zugrunde gelegt.

Zur Berechnung von $\tilde{u}(H_g = 0)$ gilt wegen der Nullhypothese $M_{m,7} = M_{0,7}$. Damit erhält man zur Berechnung der Erkennungsgrenze nach Gleichung 14.10

$$\widetilde{u}^{2}(0) = 2 \cdot u^{2}(M_{0,7}) \cdot k_{g,E,\Phi}^{2} \cdot k_{g,lin}^{2} \cdot k_{f,7}^{2} + u^{2}(k_{g,E,\Phi}) \cdot \dot{M}_{nat}^{2} \cdot t_{e}^{2} + u^{2}(\dot{M}_{nat}) \cdot k_{g,E,\Phi}^{2} \cdot t_{e}^{2} + u^{2}(t_{e}) \cdot k_{g,E,\Phi}^{2} \cdot \dot{M}_{nat}^{2} .$$
(14.22)

Tab. 14.2: In diesem Beispiel angenommene Werte und Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen bei der Bestimmung von der Photonendosis H_g in der Personendosimetrie mittels Thermolumineszenz-Dosimetern.

Dosimeter	Größe	Wert	Unsicherheit	Einheit
	t_e	30	4	d
	М _{nat}	2	0.1	μSv/d
Li-7	$M_{m,7}$	165	13	μSv
	$M_{0,7}$	25	4	μSv
	$k_{g,E,F}$	1	0.12	
	$k_{g,lin}$	1	0.058	
	$k_{f,7}$	1	0.02	

Mit den Daten aus Tab. 14.2 ergibt das

$$\widetilde{u}^{2}(0) = \left(2 \cdot 4^{2} + 0.12^{2} \cdot 2^{2} \cdot 30^{2} + 0.1^{2} \cdot 30^{2} + 4^{2} \cdot 2^{2}\right) \mathbf{m} \mathbf{S} \mathbf{v}^{2}$$

$$= 156.84 \ \mathbf{m} \mathbf{S} \mathbf{v}^{2}$$
(14.23)

und man erhält die Erkennungsgrenze

$$H_{g}^{*} = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(0) = 1.645 \cdot 12.52 \text{ mSv} = 20.6 \text{ mSv} . \qquad (14.24)$$

Man beachte, daß die Erkennungsgrenze außer von den bei der Kalibrierung des Dosimetriesystems bestimmten Größen auch von der Dauer der Exposition und deren Unsicherheit abhängt.

Mit Gleichung 14.8 ergibt sich für $M_7 = 165 \,\mu\text{Sv}$ eine Photonendosis

$$H_{g} = k_{g,E,\Phi} \cdot \left(k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \left(M_{m,7} - M_{0,7} \right) - \dot{M}_{nat} \cdot t_{e} \right)$$

$$= 1 \cdot (1 \cdot 1 \cdot (165 - 25) - 2 \cdot 30) \, \mathbf{mSv} = 80 \, \mathbf{mSv}$$
(14.25)

und mit Gl. 14.10 die zugeordnete Standardmeßunsicherheit bzw. Varianz der Photonendosis

$$u^{2}(H_{g}) = \begin{pmatrix} 0.12^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot (165 - 25) - 2 \cdot 30]^{2} + 0.058^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} \\ + 0.02^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 13^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot 1]^{2} + 4^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot 1]^{2} \\ + 0.1^{2} \cdot [1 \cdot 30]^{2} + 4^{2} \cdot [1 \cdot 2]^{2} \end{pmatrix} \mathbf{n} \mathbf{S} v^{2}$$

$$= (92.16 + 65.9344 + 7.84 + 169 + 16 + 9 + 64) \mathbf{n} \mathbf{S} v^{2} = 423.9344 \mathbf{n} \mathbf{S} v^{2} .$$

$$u(H_{g}) = 20.6 \,\mu \mathrm{S} v \qquad (14.27)$$

Da H_g für das exponierte Dosimeter größer ist als die Erkennungsgrenze, ist eine Photonendosis größer Null erkannt worden.

Zur Berechnung der Nachweisgrenze d_g^* wird $\tilde{u}(d_g^*)$ benötigt. Mit der Interpolationsformel in Gl. 14.16 und den aktuellen Werten der Eingangsgrößen erhält man

$$\widetilde{u}^{2}(\mathbf{d}_{g}^{*}) = \widetilde{u}^{2}(0) \cdot (1 - \mathbf{d}_{g}^{*} / H_{g}) + u^{2}(H_{g}) \cdot \mathbf{d}_{g}^{*} / H_{g}$$

$$= 156.84 \text{ mSv}^{2} \cdot (1 - \mathbf{d}_{g}^{*} / 80 \text{ mSv}) + 423.93 \text{ mSv}^{2} \cdot \mathbf{d}_{g}^{*} / 80 \text{ mSv}$$
(14.28)

und damit für die Nachweisgrenze

$$d_{g}^{*} = H_{g}^{*} + k_{1-b} \cdot \tilde{u}(d_{g}^{*})$$

$$= 20.6 \text{ mSv} + 1.645 \cdot \sqrt{156.84 \text{ mSv}^{2} \cdot (1 - d_{g}^{*}/80 \text{ mSv}) + 423.93 \text{ mSv}^{2} \cdot d_{g}^{*}/80 \text{ mSv}}.$$
(14.29)

Mit dem Anfangswert $d_g^* = 2 \cdot H_g^* = 41.2 \text{ mSv}$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Das Verfahren konvergiert relativ langsam. Nach sieben Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der angegebenen Genauigkeit konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$d_g^* = 50.24 \text{ mSv}$$
 . (14.30)

Bei Anwendung der Näherungsformel für die Nachweisgrenze nach Gl. 14.17 erhält man mit

$$a = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(0) + \frac{1}{2} \left(k_{1-b}^2 / Hg \right) \cdot \left(u^2 (H_g) - \tilde{u}^2(0) \right)$$

$$= 1.645 \cdot 12.52 \text{ mSv} + 0.5 \cdot \frac{1.645^2}{80} \cdot \left(423.93 - 156.84 \right) \text{ mSv} = 25.11 \text{ mSv}$$
(14.31)

und damit

$$d^* = a + \sqrt{a^2 + (k_{1-a}^2 - k_{1-b}^2) \cdot \tilde{u}^2(0)}$$

$$= 25.11 \text{ mSv} + \sqrt{25.11^2 \text{ mSv}^2 + (1.645^2 + 1.645^2) \cdot 156.84 \text{ mSv}^2} = 63.57 \text{ mSv}.$$
(14.32)

Die beiden Werte nach Gl. 14.30 und Gl. 14.32 sind verschieden. Die Näherung ergibt eine deutlich höhere Nachweisgrenze. Daher ist die Interpolation nach Gl. 14.16 und die Berechnung der Nachweisgrenze nach Gl. 14.29 vorzuziehen. Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Verfahren zur Bestimmung der Photonendosis in der Personendosimetrie geeignet.

Die anzugebenden Vertrauensgrenzen **d** und **d**_u der Photonendosis werden zur Wahrscheinlichkeit 1 - γ bei einem erhaltenen Wert der Photonendosis $H_g = 80 \,\mu\text{Sv}$, der größer ist als die Erkennungsgrenze $H_g^* = 20.6 \,\mu\text{Sv}$, mit der zugeordneten Meßunsicherheit $u(H_g) = 20.6 \,\mu\text{Sv}$ mit

$$\boldsymbol{h} = \Phi(H_g/u(H_g)) = \Phi(80/20.6) = \Phi(3.88) = 1$$
(14.33)

und daher $k_p = k_q = k_{1-\gamma/2} = 1.96$ bestimmt durch

$$d_{l} = H_{g} - k_{p} \cdot u(H_{g})$$

$$= 80 \text{ nSv} - 1.96 \cdot 20.6 \text{ nSv} = 39.6 \text{ nSv}$$
(14.34)

und

$$d_{u} = H_{g} + k_{q} \cdot u(H_{g})$$

$$= 80.0 \text{ mSv} + 1.96 \cdot 20.6 \text{ mSv} = 120.4 \text{ mSv} \quad .$$
(14.35)

Die Berechnung des besten Schätzers der Meßgröße nach Gl. 10.7 erübrigt sich, da die Korrektur vernachlässigbar ist.

14.4 Ermittlung der Neutronendosis in der Personendosimetrie

Zur Ermittlung der Neutronendosis wird das Modell nach Gleichung 14.11 in Abschnitt 14.1 herangezogen:

$$H_n = k_{n,E,\Phi} \cdot \left(k_{n,lin} \cdot k_{f,6} \left(M_{m,6} - M_{0,6} \right) - k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \left(M_{m,7} - M_{0,7} \right) \right) .$$
(14.36)

Zur Messung einer photonenäquivalenten Neutronendosis H_n in einem gemischten Feld aus Neutronen und Photonen sind sowohl neutronen-unempfindliche, als auch neutronenempfindliche Thermolumineszenz-Dosimeter erforderlich. Mit ersteren wird die Photonendosis H_g mit letzteren nach Gleichung 14.36 die Neutronendosis H_n bestimmt. Für Neutronen hängt die Erkennungsgrenze H_n^* vom Meßwert Hg der Photonendosis ab, da H_n als Differenz von der Anzeigen eines ⁶Li- und eines ⁷Li-Thermolumineszenzdosimeters berechnet werden muß.

Für dieses Beispiel seien bis auf $M_{m,7}$ und $M_{m,6}$ alle Eingangsgrößen mit ihren zugeordneten Unsicherheiten im Rahmen der Kalibrierung des Dosimetriesystems und sonstiger qualitätssichernder Maßnahmen vorab bestimmt oder festgelegt worden und somit bekannt. Die Zahlenwerte dieser Größen, sowie die aktuellen Werte der Dosimeteranzeigen, der Expositionszeit und ihrer aufgrund von Transport- und Lagerzeiten angenommenen Unsicherheit sind in Tab. 14.3 angegeben. Dabei wurden vereinfachend für die Photonendosis die Werte des Beispiels in Abschnitt 14.2 wiederverwendet. Vorab wurden die Wahrscheinlichkeiten a = b = 0.05 und 1- g =0.95 festgelegt. Als Richtwert wird eine Neutronendosis von 100 µSv zugrunde gelegt.

Tab. 14.3: In diesem Beispiel angenommene Werte und Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen bei der Bestimmung von H_n in der Personendosimetrie mittels Thermolumineszenz-Dosimetern.

Dosimeter	Größe	Wert	Unsicherheit	Einheit
	t_e	30	4	d
	М nat	2	0.1	μSv/d
Li-7	$M_{m,7}$	165	13	μSv
	$k_{g,E,F}$	1	0.12	
	k _{g,lin}	1	0.058	
	$k_{f,7}$	1	0.02	
	$M_{0,7}$	25	4	μSv
Li-6	$M_{m,6}$	300	24	μSv
	$K_{n,E,F}$	1.2	0.35	
	K _{n,lin}	1	0.058	
	$k_{f,6}$	1	0.04	
	$M_{0,6}$	25	4	μSv

Zur Berechnung von $\tilde{u}(H_n = 0)$ gilt wegen der Nullhypothese $M_{m,6} = M_{0,6}$ und damit Gl. 14.13. So erhält man zur Berechnung der Erkennungsgrenze Gl. 14.37, wobei zu beachten ist,

daß die Erkennungsgrenze für die Neutronendosis von der Photonendosis abhängt. Im vorliegenden Beispiel ergab sich nach Gl. 14.25 und 14.27 in Abschnitt 14.3 für $M_7 = 165$ mSv eine Photonendosis $H_g = 80 \ \mu$ Sv mit der zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(H_g) = 20.6 \ \mu$ Sv. Für diese wird hier die Erkennungsgrenze der Neutronendosis berechnet.

$$\widetilde{u}^{2}(0) = u^{2}(k_{n,E,\Phi}) \cdot \left[k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})\right]^{2} + 2 \cdot u^{2}(M_{0,6}) \cdot \left[k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot k_{f,6}\right]^{2} + u^{2}(k_{g,lin}) \cdot \left[k_{n,E,\Phi} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})\right]^{2} + u^{2}(k_{f,7}) \cdot \left[k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})\right]^{2} + u^{2}(M_{m,7}) \cdot \left[k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}\right]^{2} + u^{2}(M_{0,7}) \cdot \left[k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}\right]^{2}$$
(14.37)

und mit den Zahlenwerten aus Tab. 14.3

$$\widetilde{u}^{2}(0) = (0.35^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 2 \cdot 4^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2} + 0.058^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 0.02^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 13^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2} + 4^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2}) \text{ mSv}^{2}$$

$$(14.38)$$

= (2401. + 46.08 + 94.94 + 11.29 + 243.36 + 23.04) **n**Sv² = 2819.7 **n**Sv²

und man erhält die Erkennungsgrenze

$$H_n^* (H_g = 80 \text{ mSv}) = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(0) = 1.645 \cdot 53.1 \text{ mSv} = 87.4 \text{ mSv}$$
 (14.39)

In einem reinen Neutronenfeld würde sich wegen $M_{m,7} = M_{0,7}$ mit $\tilde{u}^2(0) = 312.5 \text{ mSv}^2$ als Erkennungsgrenze

$$H_n^* (H_g = 0 \text{ mSv}) = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(0) = 1.645 \cdot 17.7 \text{ mSv} = 29.08 \text{ mSv}$$
(14.40)

ergeben.

Man beachte, daß die Erkennungsgrenze der Neutronendosis nicht explizit von der Dauer der Exposition des Thermolumineszenzdosimeters abhängt sondern nur implizit über die akkumulierte Photonendosis.

Mit Gleichung 14.36 ergibt sich für $M_{m,7} = 165 \,\mu\text{Sv}$ und $M_{m,6} = 300 \,\mu\text{Sv}$ eine Neutronendosis

$$H_n = k_{n,E,\Phi} \cdot \left(k_{n,lin} \cdot k_{f,6} \left(M_{m,6} - M_{0,6} \right) - k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \left(M_{m,7} - M_{0,7} \right) \right)$$

$$= 1.2 \cdot \left(1 \cdot 1 \cdot (300 - 25) - 1 \cdot 1 \cdot (165 - 25) \right) \mathbf{mSv} = 162 \mathbf{mSv}$$
(14.41)

und mit Gl. 14.13 die zugeordnete Standardmeßunsicherheit bzw. Varianz der Photonendosis

$$u^{2}(H_{n}) = u^{2}(k_{n,E,\Phi}) \cdot [k_{n,lin} \cdot k_{f,6} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6}) - k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(k_{n,lin}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{f,6} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6})]^{2} + u^{2}(k_{f,6}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6})]^{2} + u^{2}(M_{m,6}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot k_{f,6}]^{2} + u^{2}(M_{0,6}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot k_{f,6}]^{2} (14.42) + u^{2}(k_{g,lin}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(k_{f,7}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})]^{2} + u^{2}(M_{m,7}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}]^{2} + u^{2}(M_{0,7}) \cdot [k_{n,E,\Phi} \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7}]^{2} u^{2}(H_{n}) = (0.35^{2} \cdot [1 \cdot 1 \cdot (300 - 25) - 1 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 0.058^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot (300 - 25)]^{2} + 0.04^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot (300 - 25)]^{2} + 24^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2} + 4^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2} + 0.058^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 0.02^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot (165 - 25)]^{2} + 13^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2} + 4^{2} \cdot [1.2 \cdot 1 \cdot 1]^{2}) \mathbf{n}\delta\mathbf{v}^{2} = (2232.56 + 366.34 + 174.24 + 829.44 + 23.04 + 94.95 + 11.29 + 243.36 + 23.04) \mathbf{n}\delta\mathbf{v}^{2} = 3998.3 \mathbf{n}\delta\mathbf{v}^{2}$$

(14.43)

$$u(H_n) = 63.23 \,\mu \text{Sv}$$
 (14.44)

Da H_n für das exponierte Dosimeter größer ist als die Erkennungsgrenze ist eine Neutronendosis größer Null erkannt worden.

Zur Berechnung der Nachweisgrenze d_n^* wird $\tilde{u}(d_n^*)$ benötigt. Mit der Interpolationsformel in Gl. 14.16 und den aktuellen Werten der Eingangsgrößen erhält man

$$\widetilde{u}^{2}(\mathbf{d}_{n}^{*}) = \widetilde{u}^{2}(0) \cdot (1 - \mathbf{d}_{n}^{*} / H_{n}) + u^{2}(H_{n}) \cdot \mathbf{d}_{n}^{*} / H_{n}$$

$$= 2819.7 \text{ mSv}^{2} \cdot (1 - \mathbf{d}_{n}^{*} / 162 \text{ mSv}) + 3998.3 \text{ mSv}^{2} \cdot \mathbf{d}_{n}^{*} / 162 \text{ mSv}$$
(14.45)

und damit für die Nachweisgrenze

$$\boldsymbol{d}_{n}^{*} = H_{n}^{*} + k_{1-\boldsymbol{b}} \cdot \widetilde{\boldsymbol{u}}(\boldsymbol{d}_{n}^{*})$$

$$= 87.4 \,\boldsymbol{m}\boldsymbol{\delta}\boldsymbol{v} + 1.645 \cdot \sqrt{2819.7 \,\boldsymbol{m}\boldsymbol{\delta}\boldsymbol{v}^{2} \cdot \left(1 - \boldsymbol{d}_{n}^{*}/162 \,\boldsymbol{n}\boldsymbol{\delta}\boldsymbol{v}\right) + 3998.3 \,\boldsymbol{n}\boldsymbol{\delta}\boldsymbol{v}^{2} \cdot \boldsymbol{d}_{n}^{*}/162 \,\boldsymbol{n}\boldsymbol{\delta}\boldsymbol{v}}$$

$$(14.46)$$

Mit dem Anfangswert $d_n^* = 2 \cdot H_n^* = 174.8 \text{ mSv}$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Das Verfahren konvergiert relativ schnell. Nach 4 Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der angegebenen Genauigkeit konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$d_n^* = 194.4 \text{ mSv}$$
 (14.47)

Da die Nachweisgrenze größer ist als der Richtwert, ist das Verfahren für den durch den Richtwert definierten Meßzweck nicht geeignet, solange die Photonendosis so hoch ist. Da jedoch eine Neutronendosis größer Null erkannt wurde, wird auch die weitere Rechnung exemplarisch durchgeführt.

Die Vertrauensgrenzen **d** und **d**_u der Neutronendosis zur Wahrscheinlichkeit 1 - g werden bei einer erkannten Neutronendosis $H_n = 162 \ \mu Sv$ mit der zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(H_n)$ mit

$$\mathbf{h} = \Phi(H_n/u(H_n)) = \Phi(162/63.23) = \Phi(2.562) = 0.9949$$
(14.48)

$$p = \mathbf{h} \cdot (1 - \mathbf{g}/2) = 0.9949 \cdot 0.975 = 0.970$$
(14.49)

$$q = 1 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g} / 2 = 1 - 0.9949 \cdot 0.025 = 0.975 \tag{14.50}$$

und mit $k_p = k_{0.975} = 1.96$ und $k_q = k_{0.970} = 1.88$

$$\boldsymbol{d}_{l} = \boldsymbol{H}_{n} - \boldsymbol{k}_{p} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{H}_{n}) = (162. - 1.96 \cdot 63.23) \, \boldsymbol{n} Sv = 38.1 \, \boldsymbol{n} Sv \tag{14.51}$$

$$d_u = H_n + k_q \cdot u(H_n) = (162. + 1.88 \cdot 63.23) \text{ mSv} = 280.9 \text{ mSv}$$
 (14.52)

Man erhält als besten Schätzer für die Neutronendosis

$$z = E\hat{\mathbf{x}} = H_n + \frac{u(H_n) \cdot \exp\left(-H_n^2 / (2u^2(H_n))\right)}{h\sqrt{2p}}$$

$$= 162 \text{ mSv} + \frac{63.23 \text{ mSv} \cdot \exp\left(-162^2 / (2 \cdot 63.23^2)\right)}{0.9949 \cdot \sqrt{2p}} = 166.9 \text{ mSv}$$
(14.53)

mit der zugehörigen Standardunsicherheit

$$u(z) = \sqrt{\operatorname{Var}(\hat{\mathbf{x}})} = \sqrt{u^2(H_n) - (z - H_n)} \cdot z = \sqrt{3998.3 - (166.9 - 162) \cdot 166.9} \, \mathbf{mSv} = 56.4 \, \mathbf{mSv}$$
(14.54)

14.5 Beispiel: Ermittlung der Personendosis in gemischten Photonen- und Neutronenfeldern

Abschließend wird mit den Daten aus Abschnitt 14.4 die Personendosis ermittelt und für diese die charakteristischen Grenzen berechnet. Für die Ermittlung der Personendosis mit Hilfe eines ⁷Li- und eines ⁶Li-Dosimeters wird das Modell nach Gleichung 14.55 herangezogen:

$$H_{p} = H_{g} + H_{n}$$

= $(k_{g,E,\Phi} - k_{n,E,\Phi}) \cdot k_{g,lin} \cdot k_{f,7} \cdot (M_{m,7} - M_{0,7})$
+ $k_{n,E,\Phi} \cdot k_{n,lin} \cdot k_{f,6} \cdot (M_{m,6} - M_{0,6}) - k_{g,E,\Phi} \dot{M}_{nat} \cdot t_{e}$ (14.55)

mit der Varianz

$$u^{2}(H_{p}) = u^{2}(H_{g}) + u^{2}(H_{n}) \quad .$$
(14.56)

Für dieses Beispiel seien bis auf $M_{m,7}$ und $M_{m,6}$ alle Eingangsgrößen mit ihren zugeordneten Unsicherheiten im Rahmen der Kalibrierung des Dosimetriesystems und sonstiger qualitätssichernder Maßnahmen vorab bestimmt oder festgelegt worden und somit bekannt. Die Zahlenwerte dieser Größen, sowie die aktuellen Werte der Dosimeteranzeigen, der Expositionszeit und ihrer aufgrund von Transport- und Lagerzeiten angenommenen Unsicherheit sind in Tab. 14.4 angegeben. Dabei wurden vereinfachend für die Photonendosis die Werte des Beispieles in Abschnitt 14.3 wiederverwendet. Es handelt sich um dieselben Daten wie in Abschnitt 14.4. Vorab wurden die Wahrscheinlichkeiten 1 - a = 1 - b = 0.05 und g = 0.95 festgelegt. Als Richtwert wird bei einer angenommenen Expositionszeit von einem Monat ein Wert der Personendosis von 5 mSv/12 $\approx 400 \,\mu$ Sv zugrunde gelegt.

Zur Berechnung von $\tilde{u}(H_p = 0)$ erhält man wegen der Nullhypothese $M_{m,7} = M_{0,7}$ und $M_{m,6} = M_{0,6}$ und damit Gl. 14.27. So erhält man zur Berechnung der Erkennungsgrenze.

$$\tilde{u}^{2}(H_{p}=0) = \tilde{u}^{2}(H_{g}=0) + \tilde{u}^{2}(H_{n}=0)$$
(14.57)

und mit $\tilde{u}^2(H_g = 0)$ nach Gl. 14.23 und $\tilde{u}^2(H_n = 0)$ nach Gl. 14.38 mit $H_g = 0$

$$\tilde{u}^2(H_p = 0) = 156.84 \text{ mSv}^2 + 312.48 \text{ mSv}^2 = 469.32 \text{ mSv}^2$$
 (14.58)

und schließlich die Erkennungsgrenze:

$$H_{p}^{*} = k_{1-a} \cdot \tilde{u}(0) = 1.645 \cdot 21.7 \text{ mSv} = 35.6 \text{ mSv}$$
(14.59)

Man beachte, daß die Erkennungsgrenze der Personendosis nur die gemeinsame Auswertung beider Dosimeter mit dem Modell nach Gl. 14.55 behandelt. Die alleinige Auswertung des ⁷Li-Dosimeters für die Photonendosis hat im gegebenen Beispiel nach wie vor die niedrigere Erkennungsgrenze nach Gl. 14.24 von $H_g^* = k_{1-a} \cdot \tilde{u} (H_g = 0) = 20.6 \text{ mSv}$.

Dosimeter	Größe	Wert	Unsicherheit	Einheit
	t_e	30	4	d
	М _{nat}	2	0.1	μSv/d
Li-7	$M_{m,7}$	165	13	μSv
	$k_{g,E,F}$	1	0.12	
	k _{g,lin}	1	0.058	
	<i>k</i> _{<i>f</i>,7}	1	0.02	
	$M_{0,7}$	25	4	μSv
Li-6	$M_{m,6}$	300	24	μSv
	$k_{n,E,F}$	1.2	0.35	
	k _{n,lin}	1	0.058	
	$k_{f,6}$	1	0.04	
	$\overline{M}_{0,6}$	25	4	μSv

Tab. 14.4: In diesem Beispiel angenommene Werte und Standardunsicherheiten der Eingangsgrößen bei der Bestimmung der Personendosis H_p mittels Thermolumineszenz-Dosimetern.

Mit Gleichung 14.55 ergibt sich für $M_{m,7} = 165 \ \mu\text{Sv}$ und $M_{m,6} = 300 \ \mu\text{Sv}$ und mit den übrigen Daten aus Tab. 14.4 sowie Gl. 14.25 und Gl. 14.41 eine Personendosis

$$H_p = H_g + H_n = (80 + 162) \,\mathbf{mSv} = 242 \,\mathbf{mSv} \tag{14.60}$$

und mit Gl. 14.56 die zugeordnete Standardmeßunsicherheit bzw. Varianz der Personendosis

$$u^{2}(H_{p}) = u^{2}(H_{g}) + u^{2}(H_{n}) = (423.9 + 3998.3) \,\mathbf{mSv}^{2} = 4422.2 \,\mathbf{mSv}^{2}$$
(14.61)

$$u(H_p) = 66.50 \,\mu \text{Sv}$$
 (14.62)

Da H_p für das exponierte Dosimeter größer ist als die Erkennungsgrenze ist eine Personendosis größer Null erkannt worden.

Zur Berechnung der Nachweisgrenze \boldsymbol{d}_{p}^{*} wird $\tilde{u}(\boldsymbol{d}_{p}^{*})$ benötigt. Mit der Interpolationsformel in Gl. 14.16 und den aktuellen Werten der Eingangsgrößen erhält man

$$\widetilde{u}^{2}(\boldsymbol{d}_{p}^{*}) = \widetilde{u}^{2}(\boldsymbol{H}_{p} = 0) \cdot (1 - \boldsymbol{d}_{p}^{*} / \boldsymbol{H}_{p}) + u^{2}(\boldsymbol{H}_{p}) \cdot \boldsymbol{d}_{p}^{*} / \boldsymbol{H}_{p}$$

$$= 469.32 \, \mathbf{m} \mathbf{S} \mathbf{v}^{2} \cdot (1 - \boldsymbol{d}_{n}^{*} / 242 \, \mathbf{m} \mathbf{S} \mathbf{v}) + 4422.2 \, \mathbf{m} \mathbf{S} \mathbf{v}^{2} \cdot \boldsymbol{d}_{n}^{*} / 242 \, \mathbf{m} \mathbf{S} \mathbf{v}$$

$$(14.63)$$

und damit für die Nachweisgrenze

$$\boldsymbol{d}_{p}^{*} = \boldsymbol{H}_{p}^{*} + k_{1-\boldsymbol{b}} \cdot \tilde{\boldsymbol{u}} \left(\boldsymbol{d}_{p}^{*} \right)$$
$$= 35.6 \, \boldsymbol{n} \boldsymbol{\delta} \mathbf{v} + 1.645 \cdot \sqrt{469.32 \, \boldsymbol{n} \boldsymbol{\delta} \mathbf{v}^{2} \cdot \left(1 - \boldsymbol{d}_{n}^{*} / 242 \, \boldsymbol{n} \boldsymbol{\delta} \mathbf{v} \right) + 4422.2 \, \boldsymbol{n} \boldsymbol{\delta} \mathbf{v}^{2} \cdot \boldsymbol{d}_{n}^{*} / 242 \, \boldsymbol{n} \boldsymbol{\delta} \mathbf{v}}$$
(14.64)

Mit dem Anfangswert $d_p^* = 2 \cdot H_p^* = 133.0 \text{ mSv}$ erhält man die Lösung dieser impliziten Gleichung durch Iteration. Nach sieben Iterationsschritten bleibt das Ergebnis innerhalb der angegebenen Genauigkeit konstant und man erhält für die Nachweisgrenze den Wert

$$d_p^* = 115.4 \text{ mSv}$$
 (14.65)

Da die Nachweisgrenze kleiner ist als der Richtwert, ist das Verfahren für den Meßzweck geeignet. Da eine Personendosis größer Null ($H_p = 242 \ \mu$ Sv mit der zugeordneten Standardmeßunsicherheit $u(H_p) = 66.5 \ \mu$ Sv) erkannt wurde, werden die in diesem Falle anzugebenden *Vertrauensgrenzen d und d, der Personendosis* zur Wahrscheinlichkeit 1 - *g* mit

$$\boldsymbol{h} = \Phi(H_p/u(H_p)) = \Phi(242/66.5) = \Phi(3.64) = 0.9998 \approx 1.0$$
(14.66)

und mit der Näherung $k_p = k_q = k_{1-g'^2} = 1.96$

$$\boldsymbol{d}_{l} = \boldsymbol{H}_{p} - \boldsymbol{k}_{p} \cdot \boldsymbol{u}(\boldsymbol{H}_{p}) = (242. - 1.96 \cdot 66.5) \, \boldsymbol{n} Sv = 111.7 \, \boldsymbol{n} Sv \tag{14.67}$$

$$\boldsymbol{d}_{u} = H_{p} + k_{p} \cdot u(H_{p}) = (242. + 1.96 \cdot 66.5) \, \boldsymbol{mSv} = 372.3 \, \boldsymbol{mSv}$$
(14.68)

Die Berechnung des besten Schätzer für die Personendosis ist wegen $H_p >> u(H_p)$ nicht erforderlich.

V Zusammenfassung und Ausblick

15 Generelles Vorgehen zur Bestimmung der charakteristischen Grenzen15.1 Vorbereitung

In diesem Kapitel soll noch einmal die allgemeine Vorgehensweise zur Planung, Durchführung und Auswertung von Messungen und zur Bestimmung der charakteristischen Grenzen zusammenfassend dargestellt werden. Dabei sind zwei Teilaufgaben zu unterscheiden, die auch separat zu lösen sind:

- 1. die Vorbereitung und Durchführung der Messung(en) und ihre Auswertung und
- 2. die Berechnung der charakteristischen Grenzen.

Die erste Teilaufgabe ist unabhängig von der Berechnung charakteristischer Grenzen. Die zu ihrer Erfüllung notwendigen Schritte sind in Abb. 15.1 in Form eines Ablaufschemas dargestellt. Am Anfang eines Experimentes steht die Definition der Meßaufgabe mit der Definition der *Meßgröße*(*n*) Y_k (k = 1,...,n) und der Wahl der Meßmethode und des Meßverfahrens.

Der zweite Schritt besteht in der Aufstellung des Modells der Auswertung. Das *Modell der Auswertung* ist ein System mathematischer Beziehungen, das *m Eingangsgrößen* (gemessen oder aus anderen Quellen) X_i mit *n Ausgangs*- oder *Ergebnisgrößen* Y_k (Y_I sei die Meßgröße für die die charakteristischen Grenzen zu bestimmen sind) verbindet. Das Modell muß nicht explizit vorliegen. Es kann sich auch um ein Computerprogramm handeln.

Mit Durchführung der Messungen erhält man im dritten Schritt primäre Meßergebnisse x_i mit den ihnen zugeordneten Standardmeßunsicherheiten $u(x_i)$. Durch Einsetzen der x_i in die Modellgleichungen erhält man die Meßergebnisse y_i als Schätzwerte der wahren Werte der Ausgangs- oder Ergebnisgrößen Y_i . Die Auswertung und die Bestimmung der Standardunsicherheiten $u(y_i)$ hat grundsätzlich nach DIN 1319 Teil 3 und 4 oder dem *ISO Guide* zu erfolgen und man erhält vollständige Meßergebnisse $\{y_1, y_2, ..., y_n\}$ mit den ihnen zugeordneten Standardunsicherheiten $\{u(y_1), ..., u(y_n)\}$.

Es ist erforderlich, daß die ersten beiden Schritte der ersten Teilaufgabe sehr ernst genommen werden. Obwohl sie auf den ersten Blick trivial oder selbstverständlich erscheinen mögen, ist ihre Bedeutung für die Qualitätssicherung der Messungen und für die Bestimmung der charakteristischen Grenzen ganz wesentlich. Die exakte Definition der Meßgröße und die explizite, detailierte Aufstellung des Modells sind Grundvoraussetzungen, um sich über alle Eingangs- und Einflußgrößen und damit über die möglichen Quellen der Meßunsicherheiten klar zu werden, die Rückführbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten und realistische Meßunsicherheiten zu bestimmen. Es hat sich bei der Entwicklung der Normenreihe DIN 25482 immer wieder gezeigt, daß Schwierigkeiten bei der Berechnung der charakteristischen Grenzen dadurch auftraten, daß Meßgrößen und Quellen der Meßunsicherheiten nicht exakt genug definiert und das Modell nicht hinreichend genau formuliert wurde. Erst nach der vollständigen Lösung der ersten Teilaufgabe kann die zweite Teilaufgabe, die Bestimmung der charakteristischen Grenzen, angegangen werden.

Definition der Meßaufgabe

Definition der $Me\beta grö\beta e(n)$ Y_k (i = 1,...,n)Wahl der Meßmethode und des Meßverfahrens

↓

Aufstellung des Modells der Auswertung, das $n Eingangsgrößen X_i$ (gemessen oder aus anderen Quellen) mit $m Ausgangsgrößen Y_k$ verbindet.

$$(Y_1, Y_2, ..., Y_n) = G(X_1, ..., X_m)$$

 Y_1 sei die Meßgröße, für die die charakteristischen Grenzen bestimmt werden sollen.

Beispiel bei zählenden Kernstrahlungsmessungen

 $\boldsymbol{r}_n = \boldsymbol{r}_b - \boldsymbol{r}_0 = \boldsymbol{n}_b/t_b - \boldsymbol{n}_0/t_0$

∜

Mit Durchführung der Messungen erhält man primäre Meßergebnisse x_i mit den zugeordneten Meßunsicherheiten $u(x_i)$ Auswertung der Messung(en) nach DIN 1319 Teil 3 und 4 ergibt vollständige Meßergebnisse $\{y_1, y_2, ..., y_n\}, \{u(y_1), ..., u(y_n)\}$ mit $u(y_k) = \sqrt{\sum_{i=j} \sum_{j=1}^{n} \frac{nG_k}{n} \frac{nG_k}{x_i} u^2(x_i, x_j)}$ Beispiel n_b und n_0 mit den Unsicherheiten $u^2(n_b) = n_b$ und $u^2(n_0) = n_0$ $R_n = \frac{n_b}{t_b} - \frac{n_0}{t_0}$ mit $u_n^2(R_n) = \frac{n_b}{t_b^2} + \frac{n_0}{t_0^2}$

Abb. 15.1: Allgemeine Vorgehensweise bei Messungen und Auswertungen.

15.2 Wahl der Methode und Durchführung

Zur Bestimmung der charakteristischen Grenzen bei Kernstrahlungsmessungen ist nach DIN 25482 bzw. den entsprechenden Teilen von ISO 11929 vorzugehen. Die generelle Vorgehensweise ist in Abb. 15.2 dargestellt. Zuerst wird der Anwender sich entscheiden müssen, ob er die Normteile DIN 25482-1 bis DIN 25482-7 anwenden kann oder ob er auf der Grundlage von DIN 25482-10 vorgehen muß.

Die Normteile DIN 25482-1 bis DIN 25482-7 sind ungeachtet der Fortschritte, die mit DIN 25482-10 gemacht wurden, vollständig gerechtfertigt. Kann nach ihnen vorgegangen werden, sollte dies getan werden. Bei zukünftigen Revisionen dieser Normteile, werden diese zwar an den Ansatz von DIN 25482-10 angepaßt werden. Für die Praxis wird dies allerdings kaum Änderungen nach sich ziehen. DIN 25482-1 bis DIN 25482-7 sollten aber auch nur dann angewandt werden, wenn die spezielle Meßaufgabe durch eines der den Teilen 1 bis 7 zugrunde liegenden Modelle vollständig beschrieben wird.

Sollte Zweifel daran bestehen, ob für die aktuelle Meßaufgabe alle Quellen von Meßunsicherheiten bei Vorgehen nach den Teilen 1 bis 7 von DIN 25482 berücksichtigt werden können, sollte man auf DIN 25482-10 und Folgenormen zurückgreifen.



Abb. 15.2: Vorgehensweise zur Auswahl des Normteils von DIN 25482

DIN 25482-10 sollte so als eine Chance verstanden werden, auch für solche Meßprobleme, für die die Teile 1 - 7 von DIN 25482 keine Lösung anboten, eine DIN-gerechte Berechnung

der charakteristischen Grenzen durchführen zu können. Dabei kann im allgemeinen Fall der Berechnung charakteristischer Grenzen nach DIN 25482-10 nach den in Abb. 15.3 und 15.4 dargestellten Schemata vorgegangen werden.

Zur Vereinfachung der Schreibweise und um die Konsistenz mit der Darstellung von DIN 25482-10 in Kap. 10 zu bewahren, wird die Meß- oder Ergebnisgröße, für die charakteristische Grenzen bestimmt werden sollen, mit X bezeichnet. Für die Meßgröße X liegt nach erfolgter Messung und nach Auswertung nach DIN 1319 das vollständige Meßergebnis x mit der ihm zugeordneten Standardunsicherheit u(x) als Schätzer des wahren Wertes der x der Meßgröße vor.

Die einzelnen Schritte, die in Abb. 15.3 dargestellt sind, stellen nur eine, allerdings vielfach anwendbare Möglichkeit des Vorgehens nach DIN 25482-10 dar. Es ist immer dann möglich, wenn die Meßgröße einen Nettoeffekt beschreibt, der durch Differenz zweier in der Nähe der Erkennungsgrenze etwa gleich großer Eingangsgrößen ergibt.

Es ist darauf hinzuweisen, daß dieses Vorgehen nicht nur bei Kernstrahlungsmessungen möglich ist. Auch in der chemischen Analytik kann häufig analog vorgegangen werden, wenn der Nachweis einer zu bestimmenden Konzentration eines Elementes oder einer Verbindung durch Blindwerte oder interferierende Untergrundsignale nach unten hin begrenzt wird. Auch in diesem Fall ist der Wert der Meßgröße x und die ihm zugeordnete Standardunsicherheit u(x) nach DIN 1319 bestimmbar. Zur Berechnung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-10 sind dann $\tilde{u}^2(0)$ und $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ zu bestimmen. $\tilde{u}^2(0)$ kann mittels $\tilde{u}^2(0) = 2 \cdot u^2(0)$ aus der Standardmeßunsicherheit $u(\mathbf{x} = 0)$ der Ergebnisse von Blindwertanalysen experimentell bestimmt werden und erlaubt so die Berechnung der Erkennungsgrenze x^* .

Die Bestimmung von $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ erfolgt auch in diesem Fall, da *x* und *u(x)* bereits bekannt sind, zweckmäßiger Weise über die Interpolationsformel $\tilde{u}^2(\mathbf{x}) = \tilde{u}^2(0) \cdot (1 - \mathbf{x}/x) + u^2(x) \cdot \mathbf{x}/x$. Einsetzen von $\mathbf{x} = \mathbf{x}^*$ in diese Interpolationsformel ergibt eine Zahlenwertgleichung für $\tilde{u}^2(\mathbf{x}^*)$. Durch Einsetzen dieser Gleichung für $\tilde{u}(\mathbf{x}^*)$ in die Definitionsgleichung von \mathbf{x}^* erhält man eine implizite Zahlenwertgleichung für die Nachweisgrenze \mathbf{x}^* , die leicht und zweckmäßig iterativ mit dem Anfangswert $\mathbf{x}^* = 2 \cdot x^*$ gelöst werden kann. Alternativ kann $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ auch experimentell ermittelt werden, in dem man über einen geeigneten Wertebereich der *x* die Unsicherheiten *u(x)* bestimmt und dann $\tilde{u}^2(\mathbf{x})$ durch die empirische Standardunsicherheit $u^2(x)$ schätzt. Die Berechnung der Vertrauensgrenzen und gegebenenfalls des besten Schätzers *z* der Meßgröße und der ihm zugeordneten Standardunsicherheit *u(z)* ist bei bekanntem Wert *x* und der ihm zugeordneten Standardunsicherheit *u(x)* trivial.

Für einfache Modelle, wie sie in dieser Arbeit in Beispielen dargestellt wurden, ist die Berechnung der charakteristischen Grenzen nach DIN 25482-10 problemlos mit Taschenrechnern oder Tabellenkalulationsprogrammen möglich. Mathematisch aufwendiger sind lediglich die in Kapitel 13 vorgestellten Entfaltungsprobleme oder die Behandlung von Modellen mit korrelierten Eingangsgrößen, bei denen Nichtdiagonalelemente der Kovarianzmatrizen zu berücksichtigen sind. Dann müssen spezielle Computerprogramme zur Berechnung der charakteristischen Grenzen herangezogen werden. Auswertung des Experimentes nach DIN 1319 ergibt das primäre Meßergebnis x der Meßgröße X, für die die charakteristischen Grenzen bestimmt werden sollen, mit der zugeordneten Standardmeßunsicherheit u(x).

∜

Festlegung von \boldsymbol{a} , \boldsymbol{b} und \boldsymbol{g} z. B. $\boldsymbol{a} = \boldsymbol{b} = \boldsymbol{g} = 0.05$

↓

Bestimmung von $\tilde{u}(0)$ für einen Nettoeffekt z. B. über $\tilde{u}^2(0) = 2 \cdot u^2(0)$

↓

Erkennungsgrenze $x^* = k_{1-a} \cdot \widetilde{u}(0)$

 \downarrow Bestimmung von $\tilde{u}(\mathbf{x})$ z. B. über $\tilde{u}^2(\mathbf{x}) = \tilde{u}^2(0) \cdot (1 - \mathbf{x} / x) + u^2(x) \cdot \mathbf{x} / x$

Nachweisgrenze
$$\mathbf{x}^* = x^* + k_{1-\mathbf{b}} \cdot \widetilde{u}(\mathbf{x}^*)$$

 $\widetilde{u}^2(\mathbf{x}^*) = \widetilde{u}^2(0) \cdot (1 - \mathbf{x}^* / x) + u^2(x) \cdot \mathbf{x}^* / x$

↓

Vertrauensgrenzen
$$\mathbf{x}_l$$
 und \mathbf{x}_u

$$\begin{aligned} \mathbf{x}_l &= x - k_p \cdot u(x) \ ; \ p = \mathbf{h} \cdot (1 - \mathbf{g}/2) \\ \mathbf{x}_u &= x + k_p \cdot u(x) \ ; \ p = 1 - \mathbf{h} \cdot \mathbf{g}/2 \end{aligned}$$
mit $\mathbf{h} = \frac{1}{\sqrt{2\mathbf{p}}} \int_{-\infty}^{x/u(x)} \exp\left(-\frac{z^2}{2}\right) dz = \Phi(x/u(x))$
Für $x \gg 2 \cdot k_{1 - \mathbf{g}/2} \mathbf{x}(x)$ gelten die Näherungen $\mathbf{x}_{l,u} = x \pm k_{1 - \mathbf{g}/2} \cdot u(x)$.



Die Nachweisgrenze \mathbf{x}^* ist mit dem Richtwert *R* zu vergleichen.

Wenn $\mathbf{x}^* > R$ ist, ist das Meßverfahren für den Meßzweck *nicht* geeignet. Wenn $\mathbf{x}^* \le R$ ist, ist das Meßverfahren für den Meßzweck geeignet.

∜

Das ermittelte Meßergebnis x ist mit der Erkennungsgrenze x^* zu vergleichen.

Der durch die Meßgröße quantifizierte Effekt gilt als erkannt, wenn $x > x^*$ ist.

∜

Wenn $x > x^*$ ist, ergibt sich als bester Schätzer z für die Meßgröße

$$\mathbf{z} = \mathbf{E}\hat{\mathbf{x}} = x + \frac{u(x) \cdot \exp\left(-\frac{x^2}{2u^2(x)}\right)}{h\sqrt{2p}}$$

mit der zugehörigen Standardunsicherheit

$$u(z) = \sqrt{\operatorname{Var}(\hat{\mathbf{x}})} = \sqrt{u^2(x) - (z - x) \cdot z}$$

↓

die Irrtumswahrscheinlichkeiten: a, b, γ	Die vollständige Dokumentation enthält A	ngaben über
das vollstandige Meßergebnis: $x; u(x)$ die Erkennungsgrenze: x^* die Nachweisgrenze: x^* die Vertrauensgrenzen: x_l, x_u das vollständiges Ergebnis für den bestenSchätzer des wahren Wertes der Meßgröße: $z; u(z)$	die Irrtumswahrscheinlichkeiten: das vollständige Meßergebnis: die Erkennungsgrenze: die Nachweisgrenze: die Vertrauensgrenzen: das vollständiges Ergebnis für den besten Schätzer des wahren Wertes der Meßgröße:	a , b , γ x; $u(x)$ x* x * x * x _l , x _u z; $u(z)$

Abb. 15.4: Bewertung und Dokumentation

15.3 Schlußbemerkungen

Zusammenfassend kann man feststellen, daß DIN 25482-10 einen allgemeinen Ansatz zur Definition und Berechnung charakteristischer Grenzen bietet, der die Einbeziehung auch solcher Meßunsicherheiten erlaubt, die sich bei zählenden oder mehrfach wiederholten Messungen nicht zufällig verhalten.

Dabei ist das Konzept der charakteristischen Grenzen ein essentieller Teil der Qualitätskontrolle bei Kernstrahlungsmessungen und anderen Meßaufgaben, insbesonders dann, wenn rechtlich relevante Messungen durchgeführt werden.

Die standardisierte Bestimmung der charakteristischen Grenzen ist erforderlich, um Vergleichbarkeit und Rückführbarkeit der Ergebnisse zu gewährleisten.

Bei speziellen Kernstrahlungsmessungen ist sorgfältig darauf zu achten, ob neben den Unsicherheiten, die durch die Poisson-Statistik des radioaktiven Zerfalls verursacht werden, weitere Meßunsicherheiten zu berücksichtigen sind, die nur bei mehrfach wiederholten Experimenten erkennbar sind und sich dabei zufällig verhalten.

Zusätzlich sind solche Unsicherheiten zu berücksichtigen, die sich bei zählenden oder mehrfach wiederholten Messungen nicht zufällig verhalten. Letzteres ist nur im Rahmen des allgemeinen Ansatzes von DIN 25482-10 möglich. Die Auswertung von Messungen nach DIN 1319 ist die Grundlage für dieses Vorgehen und ganz allgemein für eine DIN- und ISOkonforme Bestimmung der Meßunsicherheiten.

Abkürzungsverzeichnis

BIPM	Bureau International des Poids et Mesures
IEC	International Electrotechnical Commission
IFCC	International Confederation of Clinical Chemistry
ISO	International Organization for Standardization
IUPAC	International Union of Pure and Applied Chemistry
IUPAP	International Union of Pure and Applied Physics
OIML	International Organization of Legal Metrology

Literaturnachweis

- [Alt63] B. Altschuler, B. Pasternack, Statistical measures of the lower limit of detection of a radioactivity, Health Physics 9 (1963) 293 298.
- [Bar88] L. Baringhaus, N. Henze, A consistent test for multivariate normality based on the empirical characteristic function, Metrika 35 (1988) 339.
- [Bar89] L. Baringhaus, O. Mende, R. Michel, C.D. Wüneke, H. Zimmermann, Untersuchung stochastischer Verfahren zur Festlegung von Nachweisgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen, Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben St.Sch. 1084 des Bundesministers für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit, Oktober 1989.
- [Bar91a] L. Baringhaus, O. Mende, R. Michel, C.D. Wüneke, H. Zimmermann, Nachweisund Erkennungsgrenzen bei spektroskopischen Kernstrahlungsmessungen, Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben St.Sch. 1106 des Bundesministers für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit, Oktober 1991, INIS-mf-14019, TIB Hannover: FR 5057.
- [Bar91b] L. Baringhaus, O. Mende, R. Michel, C.D. Wüneke, H. Zimmermann, Nachweisund Erkennungsgrenzen bei spektrometrischen Kernstrahlungsmessungen, in: H. Jacobs und H. Bonka (eds.) Strahlenschutz für Mensch und Umwelt, Verlag TÜV Rheinland, Köln (1991) 1070 - 1075.
- [Bar91c] L. Baringhaus, O. Mende, R. Michel, C.D. Wüneke, H. Zimmermann, Untersuchungen zur Festlegung von Nachweis- und Erkennungsgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen mit Berücksichtigung der Probenbehandlung, in: H. Jacobs und H. Bonka (eds.) Strahlenschutz für Mensch und Umwelt, Verlag TÜV Rheinland, Köln (1991) 1082 - 1087.
- [Bau90] B.W. Bauer, W.G. Alberts, M. Luszik-Bhadra, B.R.L. Siebert, Experimental investigation into the influence of neutron energy, angle of incidence, and phantom shape on the response of individual neutron dosemeters: detailed analysis of results for for the albedo neutron dosemeter in use at the PTB-Bericht, PTB-N-2, PTB, Braunschweig, 1990.
- [Bay63] T. Bayes, An essay towards solving a problem in the doctrine of chances. Phil.Trans. Roy. Soc. **53**, 370 – 418 (1763). Wiederabgedruckt und kommentiert von G.A. Barnard, in Biometrika **45**, 293 – 315 (1958).
- [Bor87] G. Bortels, P. Collaers, Analytical function for fitting peaks in alpha-particle spectra from Si-detectors, Int. J. Appl. Rad. Isot. 38 (1987) 831.

- [Bur99] B. Burgkhardt et al., Einsatz von Albedodosimetern zur Messung kleiner Dosen in gemischten Photonen-Neutronen-Strahlungsfeldern an Transportbehältern, Bericht FZKA 6217 (1999).
- [Cam46] N.R. Campbell, K.J. Francis, Proc. I.E.E.93, III 45 (1946).
- [Cur68] L.A. Currie, Limits for qualitative detection and quantitative determination, Anal. Chem. 40 (1968) 586 - 593.
- [DIN85] DIN 1319-4, Grundlagen der Meßtechnik Teil 4: Auswertung von Messungen, Meßunsicherheit; Neufassung Februar 1999, Beuth Verlag, Berlin, Köln, 1985.
- [DIN89] DIN 25482-1: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses, Beuth Verlag Berlin, 1989.
- [DIN92a] DIN 25482-2: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses, Beuth Verlag Berlin, 1992.
- [DIN92b] Beiblatt zu DIN 25482-1: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses - Beispiele und Erläuterungen, Beuth Verlag Berlin, 1992.
- [DIN93a] DIN 25482-3: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Messungen mit linearen analog arbeitenden Ratemetern, Beuth Verlag Berlin, 1993.
- [DIN93b] DIN 25482-5: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses, Beuth Verlag Berlin, 1993.
- [DIN93c] DIN 25482-6: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende Messungen mit Berücksichtigung der Probenbehandlung, Beuth Verlag Berlin, 1993.
- [DIN94] DIN, Internationales Wörterbuch der Metrologie, Beuth Verlag, Berlin, Köln, 1994.
- [DIN96a] DIN 1319-3, Grundlagen der Meßtechnik Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Meßgröße, Meßunsicherheit, Beuth Verlag, Berlin, Köln, 1996.
- [DIN96b] DIN 25482-4: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende alphaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses, Beuth Verlag Berlin, 1996.
- [DIN97a] Beiblatt zu DIN 25482-5: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende hochauflösende gammaspektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses - Beispiele und Erläuterungen, Beuth Verlag Berlin, 1997.
- [DIN97b] DIN 25482-7: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende Messungen bei Anreicherung auf Filtern, Beuth Verlag Berlin, 1997.
- [DIN98a] DIN 25482-10, Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Allgemeine Anwendungen, Entwurf 1998.
- [DIN98b] DIN 25482-11, Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Messungen mit Thermolumineszenz-Dosimetern, Entwurf 1998.

- [DIN98c] DIN 25482-13, Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende Messungen an bewegten Objekten, Entwurf 1998.
- [DIN98d] Beiblatt zu DIN 25482-6: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende Messungen mit Berücksichtigung der Probenbehandlung - Erläuterungen und Beispiele, Beuth Verlag Berlin, 1998.
- [DIN98e] DIN 25483 Verfahren zur Umgebungsüberwachung mit integrierenden Festkörperdosimetern, Beuth, Berlin, 1987, Überarbeitung Entwurf 1998.
- [DIN99] Beiblatt zu DIN 25482-2: Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen; Zählende spektrometrische Messungen ohne Berücksichtigung des Probenbehandlungseinflusses - Erläuterungen und Beispiele, 1999.
- [Eva55] R.D. Evans, The atomic nucleus, McGraw Hill, New York, 1955.
- [Gei71] Documenta Geigy, Wissenschaftliche Tabellen, 7. Auflage, 1971, Geigy Pharmazeutika, Wehr (Baden), p. 166.
- [Hec95] H. Hecht, K.O. Honikel, Assessment of data sets containing many values below the detection limits, in: Sec. Workshop on Reliable Evaluation of Low-Level Contamination of Food, May 26 – 27, 1995, Kulmbach, EUR/ICP/EHAZ.94.12/ WS04; FSR/ KULREP95 (1995).
- [ISO93] ISO International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. ISO International Organization for Standardization, Genf 1993; Internationales Wörterbuch der Metrologie, Beuth Verlag, Berlin, Köln, 1994.
- [ISO95] ISO Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. ISO International Organization for Standardization, Genf 1993, korrigierter Neudruck 1995; Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen, Beuth Verlag, Berlin, Köln, 1995.
- [Jah66] E. Jahnke, F. Emde, F. Lösch, Tafeln höherer Funktionen, 7. Aufl., Stuttgart, Teubner 1966.
- [Jay89] E.T. Jaynes, Papers on probability, statistics and statistical physics, Hrsg. R.D. Rosenkrantz, Kluwe Publ., Dordrecht, Boston, New York (1989).
- [Kip46] A.f. Kip, A.G. Bousquet, R.D. Evans, Rev. Sci. Instr. 17 (1946) 323 und 515.
- [Kir93] K. Kirchhoff, O. Mende, R. Michel, Statistische Aspekte bei der Probennahme, in: M. Winter, A. Wicke (Hrsg.): Umweltradioaktivität, Radioökologie, Strahlenwirkungen, Verlag TÜV Rheinland (1993) 461 - 465.
- [Kir95] K. Kirchhoff, R. Michel, S. Sackmann, K. Weise, Nachweisgrenzen bei speziellen Meßverfahren, 9. Fachgespräch zur Überwachung der Umweltradioaktivität, Neuherberg, 25. - 27.4.1995 (1995) 198 - 201.
- [Koh96] F. Kohlrausch, Praktische Physik, Band 3, 24th edition, p. 613, Teubner, Stuttgart (1996).
- [Lee89] O.M. Lee, Bayesian Statistics: An Introduction. Oxford University Press, New York, 1989.
- [MAL98] Meßanleitungen für die Überwachung der Radioaktivität in der Umwelt und zur Erfassung radioaktiver Emissionen aus kerntechnischen Anlagen, Kapitel IV.3-NWG, Der Bundesminister für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit (Hrsg.), Loseblattsammlung, Gustav Fischer Verlag, Stuttgart, Stand: 5. Lieferung, 1998.

- [Men90] O. Mende, Untersuchung stochastischer Verfahren zur Festlegung von Nachweisund Erkennungsgrenzen bei zählenden Kernstrahlungsmessungen, Diplomarbeit, Universität Hannover, 1990.
- [Men93] O. Mende, R. Michel, K. Kirchhoff, Untersuchungen zur Festlegung von Nachweis- und Erkennungsgrenzen sowie Vertrauensbereichen bei gammaspektrometrischen Messungen mit Berücksichtigung von Probenbehandlungseinflüssen, in: M. Winter, A. Wicke (Hrsg.): Umweltradioaktivität, Radioökologie, Strahlenwirkungen, Verlag TÜV Rheinland (1993) 466 - 471.
- [Men94a] O. Mende, R. Michel, Festlegung von Nachweis und Erkennungsgrenzen, Abschlußbericht zum Forschungsvorhaben St. Sch. 4064 des Bundesministers für Umwelt, Naturschutz und Reaktorsicherheit, Oktober 1994, also in: BfS, Strahlenschutzforschung - Programmreport 1994 -, BfS-ISH-167/94 (1994) 23 - 33.
- [Men94b] O. Mende, R. Michel, K. Kirchhoff, K. Weise, Untersuchungen zur Festlegung von Erkennungs- und Nachweis- sowie Vertrauensbereichen bei alphaspektrometrischen Kernstrahlungsmessungen, in: W. Koelzer, R. Maushardt (Hrsg.) "Strahlenschutz: Physik und Meßtechnik", Verlag TÜV Rheinland (1994) Bd. 1, 254 - 259.
- [Men95] O. Mende, R. Michel, Festlegung von Erkennungs- und Nachweisgrenzen bei spektrometrischen Kernstrahlungsmessungen unter Berücksichtigung interferierender Spektrallinien, 9. Fachgespräch zur Überwachung der Umweltradioaktivität, Neuherberg, 25.-27.4.1995 (1995) 192 - 197.
- [Nic63] W.L. Nicholson, Fixed time estimation of counting rates with background corrections, Hanford Laboratories, Richland (1963).
- [ÖNI95] Österreichisches Normungsinstitut (ÖN), ÖNORM S 5250-1, Zählstatistische Aspekte bei Radioaktivitätsmessungen, Wien, 1995.
- [ÖNI97a] Österreichisches Normungsinstitut (ÖN), , ÖNORM S 5250-2, Zählstatistische Aspekte bei Radioaktivitätsmessungen: Spektroskopische Messungen, Österreichisches Normungsinstitut (ÖN), Vorschlag, Sept. 1997
- [ÖNI97b] Österreichisches Normungsinstitut (ÖN), ÖNORM S 5250-1, Zählstatistische Aspekte bei Radioaktivitätsmessungen, Wien, 1995; Berichtigung, 1997.
- [Pie84] E. Piesch, B. Burgkhardt, Environmental monitoring: European Interlaboratory Test Programme for Integrating Dosemeter Systems, Radiological Protection 29, EUR 8932, CEC, Luxemburg, 1984.
- [Rue96] H. Rühle, Radioaktivität in verschiedenen Wasservorkommen, in: A. Siehl (Hrsg.) Umweltradioaktivität, Ernst und Sohn, Berlin (1996) 157 – 178.
- [Sac78] L. Sachs, Angewandte Statistik, Springer, Berlin (1978)
- [Sch36] L.I. Schiff, R.D. Evans, Rev. Sci. Instr. 7 (1936) 456.
- [Sch92] C.D. Schönwiese, Praktische Statistik, Gebr. Bornträger, Berlin (1992)
- [Str62] Strackee et al., Statistica Neerlandcia 16 No. 1 (1962) 17.
- [Wei92] 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).
- [Wei95a] K. Weise, R. Michel, Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensbereich in der allgemeinen Kernstrahlungs-Spektrometrie, Kerntechnik 60 No. 4 (1995) 189 - 196.

- [Wei95b] K. Weise, K. Kirchhoff, S. Sackmann, Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensbereich bei zählenden Messungen an strömenden Medien, Kerntechnik 60 (1995) 20 - 27.
- [Wei95c] K. Weise, Mathematical foundation of an analytical approach to Bayesian-statistical unfolding, PTB-N-24 (1995).
- [Wei98a] K. Weise, Bayesian-statistical decision threshold, detection limit and confidence interval in nuclear radiation measurement, Kerntechnik 63 (1998) 214 224.
- [Wei98b] K. Weise, Bayes-statistische Erkennungsgrenze, Nachweisgrenze und Vertrauensgrenzen bei Kernstrahlungsmessungen, Tagungsband, 30. Jahrestagung des Fachverbandes für Strahlenschutz e.V., Lindau 28.9. - 2.10.1998, Verlag TÜV Rheinland, Köln, 1998, 713-718.
- [Wes84] W. Westmeier, Computerized analysis of alpha-particle spectra, Int. J. Appl. Radiat. Isot. 35 (1984) 263.
- [Wes86] W. Westmeier, The fitting of solid state detector spectra, Nucl. Instr. Meth. Phys. Res. A242 (1986) 437.
- [Wey93] M. Weyrauch und K. Weise, Untersuchung der Unsicherheiten bei der Messung mit Thermolumineszenz-Dosimetern, PTB-Bericht, PTB-N-16, September 1993.
- [Wic90] D. Wickmann, Bayes-Statistik, Mathematische Texte, Bd. 4, Hrsg. N. Knoche, H. Scheid, BI Wissenschaftsverlag, Mannheim, Wien, Zürich, 1990.
- [Zim90] H. Zimmermann, Statistische Verfahren bei Binomialverteilungen, Poissonverteilungen und negativen Binomialverteilungen, Diplomarbeit, Universität Hannover, 1990.

Tabellenanhang

Wahrscheinlichkeit	k_{1-a} , k_{1-b}	Wahrscheinlichkeit	$k_{1-g/2}$
a oder b		1 – g	
0.1586	1.000	0.682	1.000
0.1000	1.282	0.800	1.282
0.0500	1.645	0.900	1.645
0.0250	1.960	0.950	1.960
0.0228	2.000	0.955	2.000
0.0100	2.326	0.980	2.326
0.0050	2.576	0.990	2.576
0.0014	3.000	0.997	3.000
0.0010	3.090	0.998	3.090

Tab. A.1: Werte der Quantile $k_{1-a}, k_{1-b}, k_{1-g/2}$ der Standardnormalverteilung für unterschiedliche Werte der Wahrscheinlichkeiten *a*, *b* und 1 - *g*.

Weitere Werte der Quantile der Standardnormalverteilung können Tab. A.2 entnommen werden, in der Werte der Fehlerfunktion (Abb. A.1) tabelliert sind.



Abb. A.1: Darstellung der Fehlerfunktion $\mathbf{f}(z) = \int_{-\infty}^{z} \mathbf{j}(x) dx$ (gestrichelte Fläche) und ihrer Ableitung $\mathbf{j}(x) = \left(\frac{1}{\sqrt{2\mathbf{p}}}\right) \cdot \exp\left(\frac{x^2}{2}\right)$

Tab. A.2: Werte der Fehlerfunktion F(z) und ihrer Ableitung j(z): Nachstehend sind Werte der Fehlerfunktion $f(z) = \int_{-\infty}^{z} j(x) dx$ und ihrer Ableitung $j(x) = (1/\sqrt{2p}) \cdot \exp(x^2/2)$ tabelliert [Jah66]. Es gilt $\Phi(-z) = 1 - \Phi(z)$. Für F(z) = p können Quantile der Standardnormalverteilung k_p der Tabelle entnommen werden, da $z = k_p$ ist.

z	F(z)	$\boldsymbol{j}(z)$
0.00	0.5000	0.3989
0.02	0.5080	0.3989
0.04	0.5160	0.3986
0.06	0.5239	0.3982
0.08	0.5319	0.3977
0.10	0.5398	0.3970
0.12	0.5478	0.3961
0.14	0.5557	0.3950
0.16	0.5636	0.3939
0.18	0.5714	0.3925
0.20	0.5793	0.3910
0.22	0.5871	0.3894
0.24	0.5948	0.3876
0.26	0.6026	0.3857
0.28	0.6103	0.3836
0.30	0.6179	0.3814
0.32	0.6255	0.3790
0.34	0.6331	0.3765
0.36	0.6406	0.3739
0.38	0.6480	0.3712
0.40	0.6554	0.3683
0.42	0.6628	0.3653
0.44	0.6700	0.3621
0.46	0.6772	0.3589
0.48	0.6844	0.3555
0.50	0.6915	0.3521
0.52	0.6985	0.3485
0.54	0.7054	0.3448
0.56	0.7123	0.3410
0.58	0.7190	0.3372
0.60	0.7258	0.3332
0.62	0.7324	0.3292
0.64	0.7389	0.3251
0.66	0.7454	0.3209
0.68	0.7518	0.3166
0.70	0.7580	0.3122
0.72	0.7642	0.3078
0.74	0.7704	0.3034
0.76	0.7764	0.2989
0.78	0.7823	0.2943
0.80	0.7881	0.2897
0.82	0.7939	0.2850
0.84	0.7996	0.2803
0.86	0.8051	0.2756

0.88 0.8106 0.2709 0.90 0.8159 0.2661 0.92 0.8212 0.2613 0.94 0.8264 0.2565 0.96 0.8315 0.2516 0.98 0.8365 0.2468 1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8848 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 <th>z</th> <th>F(z)</th> <th>$\boldsymbol{j}(z)$</th>	z	F(z)	$\boldsymbol{j}(z)$
0.90 0.8159 0.2661 0.92 0.8212 0.2613 0.94 0.8264 0.2565 0.96 0.8315 0.2516 0.98 0.8365 0.2468 1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 <td>0.88</td> <td>0.8106</td> <td>0.2709</td>	0.88	0.8106	0.2709
0.92 0.8212 0.2613 0.94 0.8264 0.2565 0.96 0.8315 0.2516 0.98 0.8365 0.2468 1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 <td>0.90</td> <td>0.8159</td> <td>0.2661</td>	0.90	0.8159	0.2661
0.94 0.8264 0.2565 0.96 0.8315 0.2516 0.98 0.8365 0.2468 1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2225 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8849 0.1942 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8848 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.25 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 <td>0.92</td> <td>0.8212</td> <td>0.2613</td>	0.92	0.8212	0.2613
0.96 0.8315 0.2516 0.98 0.8365 0.2468 1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 <td>0.94</td> <td>0.8264</td> <td>0.2565</td>	0.94	0.8264	0.2565
0.98 0.8365 0.2468 1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.25 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1257 <td>0.96</td> <td>0.8315</td> <td>0.2516</td>	0.96	0.8315	0.2516
1.00 0.8413 0.2420 1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.66 0.9515 0.1040 1.66 0.9515 0.1040 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	0.98	0.8365	0.2468
1.02 0.8461 0.2371 1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.60 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1040 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9574 0.0940	1.00	0.8413	0.2420
1.04 0.8508 0.2323 1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.02	0.8461	0.2371
1.06 0.8554 0.2275 1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8848 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.55 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1040 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1040 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940	1.04	0.8508	0.2323
1.08 0.8599 0.2226 1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1040 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1040 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.06	0.8554	0.2275
1.10 0.8643 0.2178 1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1040 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940	1.08	0.8599	0.2226
1.12 0.8686 0.2131 1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.60 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940	1.10	0.8643	0.2178
1.14 0.8729 0.2083 1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.12	0.8686	0.2131
1.16 0.8770 0.2036 1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8849 0.1942 1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.14	0.8729	0.2083
1.18 0.8810 0.1989 1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.42 0.9222 0.14456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1040 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.16	0.8770	0.2036
1.20 0.8849 0.1942 1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1374 1.46 0.9278 0.1374 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1040 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.18	0.8810	0.1989
1.22 0.8888 0.1895 1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1497 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.14456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1006 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.20	0.8849	0.1942
1.24 0.8925 0.1849 1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9278 0.1374 1.46 0.9278 0.1374 1.46 0.9278 0.1257 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.22	0.8888	0.1895
1.26 0.8961 0.1804 1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1400 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.24	0.8925	0.1849
1.28 0.8997 0.1758 1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1257 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1006 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.26	0.8961	0.1804
1.30 0.9032 0.1714 1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.28	0.8997	0.1758
1.32 0.9066 0.1669 1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.30	0.9032	0.1714
1.34 0.9099 0.1626 1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909	1.32	0.9066	0.1669
1.36 0.9131 0.1582 1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.34	0.9099	0.1626
1.38 0.9162 0.1540 1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.36	0.9131	0.1582
1.40 0.9192 0.1497 1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.38	0.9162	0.1540
1.42 0.9222 0.1456 1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1009 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.40	0.9192	0.1497
1.44 0.9251 0.1415 1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.42	0.9222	0.1456
1.46 0.9278 0.1374 1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.44	0.9251	0.1415
1.48 0.9306 0.1334 1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.46	0.9278	0.1374
1.50 0.9332 0.1295 1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0909 1.72 0.9573 0.0909	1.48	0.9306	0.1334
1.52 0.9357 0.1257 1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1 74 0.9591 0.0878	1.50	0.9332	0.1295
1.54 0.9382 0.1219 1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.52	0.9357	0.1257
1.56 0.9406 0.1182 1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.54	0.9382	0.1219
1.58 0.9430 0.1145 1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.56	0.9406	0.1182
1.60 0.9452 0.1109 1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.58	0.9430	0.1145
1.62 0.9474 0.1074 1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.60	0.9452	0.1109
1.64 0.9495 0.1040 1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.62	0.9474	0.1074
1.66 0.9515 0.1006 1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.64	0.9495	0.1040
1.68 0.9535 0.0973 1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.66	0.9515	0.1006
1.70 0.9554 0.0940 1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.68	0.9535	0.0973
1.72 0.9573 0.0909 1.74 0.9591 0.0878	1.70	0.9554	0.0940
174 09591 00878	1.72	0.9573	0.0909
1.71 0.9591 0.0070	1.74	0.9591	0.0878

	-	
Z	F(z)	$\boldsymbol{j}(z)$
1.76	0.9610	0.0848
1.78	0.9625	0.0818
1.80	0.9641	0.0790
1.82	0.9656	0.0761
1.84	0.9671	0.0734
1.86	0.9686	0.0707
1.88	0.9700	0.0681
1.90	0.9713	0.0656
1.92	0.9726	0.0632
1.94	0.9738	0.0608
1.96	0.9750	0.0584
1.98	0.9762	0.0562
2.00	0.9772	0.0540
2.02	0.9783	0.0519
2.04	0.9793	0.0498
2.06	0.9803	0.0478
2.08	0.9812	0.0459
2.10	0.9821	0.0440
2.12	0.9830	0.0422
2.14	0.9838	0.0404
2.16	0.9846	0.0387
2.18	0.9854	0.0371
2.20	0.9861	0.0355
2.22	0.9868	0.0339
2.24	0.9874	0.0325
2.26	0.9881	0.0310
2.28	0.9887	0.0296
2.30	0.9893	0.0283
2.32	0.9898	0.0270
2.34	0.9904	0.0258
2.36	0.9909	0.0246
2.38	0.9913	0.0235
2.40	0.9918	0.0224
2.42	0.9922	0.0213
2.44	0.9927	0.0203
2.46	0.9930	0.0194
2.48	0.9934	0.0184
2.50	0.9938	0.0175
2.52	0.9941	0.0167
2.54	0.9945	0.0158
2.56	0.9948	0.0151
2.58	0.9951	0.0143
2.60	0.9953	0.0136
2.62	0.9956	0.0129
2.32	0.7700	0.014/

z	F(z)	$\boldsymbol{j}(z)$	Z	F(z)	$\boldsymbol{j}(z)$	z	F(z)	$\mathbf{j}(z)$
2.64	0.9959	0.0122	2.76	0.9971	0.0088	3.20	0.9993	0.0024
2.66	0.9961	0.0116	2.78	0.9973	0.0084	3.30	0.9995	0.0017
2.68	0.9963	0.0110	2.80	0.9974	0.0079	3.40	0.9997	0.0012
2.70	0.9965	0.0104	2.90	0.9981	0.0060	3.50	0.9998	0.0009
2.72	0.9967	0.0099	3.00	0.9986	0.0044	3.60	0.9998	0.0006
2.74	0.9969	0.0094	3.10	0.9990	0.0033	3.80	0.9999	0.0004

Tab. A.3: Werte der c^2 -Verteilung als Funktion der Wahrscheinlichkeit p und der Anzahl der Freiheitsgrade f (nach [Jah66]; dort auch weitere Werte).

p	0.10	0.05	0.025	0.01	0.001
f					
1	2.71	3.84	5.02	6.63	10.8
2	4.61	5.99	7.38	9.21	13.8
3	6.25	7.81	9.35	11.3	16.3
4	7.78	9.49	11.1	13.3	18.5
5	9.24	11.1	12.8	15.1	20.5
6	10.6	12.6	14.4	16.8	22.5
7	12.0	14.1	16.0	18.5	24.3
8	13.4	15.5	17.5	20.1	26.1
9	14.7	16.9	19.0	21.7	27.9
10	16.0	18.3	20.5	23.2	29.6
12	18.5	21.0	23.3	26.2	32.0
14	21.1	23.7	26.1	29.1	36.1
16	23.5	26.3	28.8	32	39.3
18	26.0	28.9	31.5	34.8	42.3
20	28.4	31.4	34.2	37.6	45.3
22	30.8	33.9	36.8	40.3	48.3
24	33.2	36.4	39.4	43.0	51.2
26	35.6	38.9	41.9	45.6	54.1
28	37.9	41.3	44.5	48.3	56.9
30	40.3	43.8	47.0	50.9	59.7
40	51.8	55.8	59.3	63.7	73.4
50	63.7	67.5	71.4	76.2	86.7
60	74.4	79.1	83.3	88.4	99.6
70	85.5	90.5	95.0	100.4	112.3
80	96.6	101.9	106.6	112.3	124.8
90	107.6	113.1	118.1	124.1	137.2
100	118.5	124.3	129.6	135.8	149.4

р	0.10	0.05	0.025	0.01	0.001
f					
2	1.89	2.92	4.30	6.97	22.33
3	1.64	2.35	3.18	4.54	10.21
4	1.53	2.13	2.78	3.75	7.17
5	1.48	2.02	2.57	3.37	5.89
6	1.44	1.94	2.45	3.14	5.21
7	1.42	1.90	2.37	3.00	4.79
8	1.40	1.86	2.31	2.90	4.50
9	1.38	1.83	2.26	2.82	4.30
10	1.37	1.81	2.23	2.76	4.14
11	1.36	1.80	2.20	2.72	4.02
12	1.36	1.78	2.18	2.68	3.85
13	1.35	1.77	2.16	2.65	3.79
14	1.35	1.76	2.15	2.62	3.73
15	1.34	1.75	2.13	2.60	3.69
16	1.34	1.75	2.12	2.58	3.65
17	1.33	1.74	2.11	2.57	3.61
18	1.33	1.73	2.10	2.55	3.58
19	1.33	1.73	2.09	2.54	3.55
20	1.33	1.73	2.09	2.53	3.53
30	1.31	1.70	2.04	2.46	3.39
40	1.30	1.68	2.02	2.42	3.31
60	1.30	1.67	2.00	2.39	3.23
80	1.29	1.66	1.99	2.37	3.20
100	1.29	1.66	1.98	2.36	3.17

Tab. A.4: Quantile t_p der *t*-Verteilung mit Freiheitsgrad f in Abhängigkeit von der Wahrscheinlichkeit p (nach [Jah66]; dort auch weitere Werte).