

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

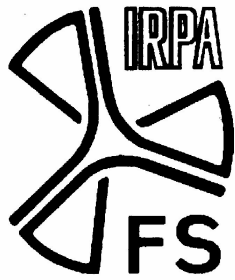
NACHWEISGRENZE UND ERKENNUNGSGRENZE BEI KERNSTRAHLUNGS- MESSUNGEN: SPEZIELLE ANWENDUNGEN

Vorschlag für eine Norm

K. Weise
K. Hübel
R. Michel
E. Rose
M. Schläger
D. Schrammel
M. Täschner

NACHWEISGRENZE UND ERKENNUNGSGRENZE BEI KERNSTRAHLUNGS- MESSUNGEN: SPEZIELLE ANWENDUNGEN

Vorschlag für eine Norm



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

NACHWEISGRENZE UND ERKENNUNGSGRENZE BEI KERNSTRAHLUNGS- MESSUNGEN: SPEZIELLE ANWENDUNGEN

Vorschlag für eine Norm

K. Weise
K. Hübel
R. Michel
E. Rose
M. Schläger
D. Schrammel
M. Täschner

Bibliografische Information Der Deutschen Bibliothek

Die Deutsche Bibliothek verzeichnet diese Publikation in der Deutschen Nationalbibliografie; detaillierte bibliografische Daten sind im Internet über <http://dnb.ddb.de> abrufbar.

Die Inhalte dieses Werkes werden von Verlag, Herausgebern und Autoren nach bestem Wissen und Gewissen erarbeitet und zusammengestellt. Eine rechtliche Gewähr für die Richtigkeit der einzelnen Angaben kann jedoch nicht übernommen werden. Gleiches gilt auch für die Websites, auf die über Hyperlink verwiesen wird. Es wird betont, dass wir keinerlei Einfluss auf die Inhalte und Formulierungen dieser Seiten haben und auch keine Verantwortung für sie übernehmen. Grundsätzlich gelten die Wortlaute der Gesetzestexte und Richtlinien sowie die einschlägige Rechtsprechung.

Gedruckt auf chlorfrei gebleichtem Papier.

ISSN 1013-4506

ISBN 3-8249-0904-9

© by TÜV-Verlag GmbH, Köln

TÜV Rheinland Group, Köln 2004

Gesamtherstellung: TÜV-Verlag GmbH, Köln

Printed in Germany 2004

Prolog

Erkennung und Nachweis ionisierender Strahlung sind unverzichtbare Grundvoraussetzungen des Strahlenschutzes. Zu diesem Zweck legt die Normenreihe DIN 25482 Erkennungsgrenzen, Nachweisgrenzen und Vertrauensgrenzen für unterschiedliche Anwendungsfelder fest. Die Erkennungsgrenze erlaubt bei einer Messung die Entscheidung darüber, ob z.B. Strahlung einer möglicherweise radioaktiven Probe vorliegt oder nicht. Die Nachweisgrenze erlaubt eine Entscheidung darüber, ob das für die Messung vorgesehene Messverfahren gestellten Anforderungen genügt und damit für den Messzweck geeignet ist. Vertrauensgrenzen umfassen mit vorgegebener Wahrscheinlichkeit den zu messenden Wert der Messgröße.

Wegen neuerer Entwicklungen im Messwesen hinsichtlich der Messunsicherheit (DIN 1319 und ISO Guide to the expression of uncertainty in measurement) bedürfen die älteren Teile 1 bis 7 (außer Teil 4) von DIN 25482 dringend einer Überarbeitung auf dem gemeinsamen, bereits gelegten statistischen Fundament von Teil 10, worauf die aktuellen Teile 11 bis 13 schon beruhen. Weil jedoch der zuständige Arbeitsausschuss DIN NMP 722 vom DIN erst ausgesetzt und dann schließlich aufgelöst wurde, haben die Autoren aus ihrer Verantwortung für den Strahlenschutz heraus im Arbeitskreis „Nachweisgrenzen“ (AK SIGMA) des Fachverbandes für Strahlenschutz den vorliegenden Normvorschlag erarbeitet. Dieser stellt eine Neufassung der genannten älteren Teile dar und vereinigt diese auf der Grundlage des allgemeinen Teils 10 für eine Reihe spezieller Anwendungen bei Messungen ionisierender Strahlung.

Der Normvorschlag ist schon so gestaltet, dass er mit nur geringfügigen Änderungen als DIN-Normentwurf publiziert werden könnte, wenn der zuständige Ausschuss wieder belebt wird. Er sollte dann unter der neuen Bezeichnung DIN 25482-1 vorgesehen werden als Ersatz für die derzeit noch gültigen sechs Normen DIN 25482-1:1989-04, DIN 25482-2:1992-09, DIN 25482-3:1993-02, DIN 25482-5:1993-06, DIN 25482-6:1993-02 und DIN 25482-7:1997-12.

Inhalt	Seite
Vorwort	2
1 Anwendungsbereich	2
2 Normative Verweisungen	3
3 Begriffe	4
4 Größen und Formelzeichen	4
5 Grundlagen	5
5.1 Allgemeines zur Messgröße	5
5.2 Modell	5
5.3 Berechnung der Standardunsicherheit als Funktion der Messgröße	6
6 Festlegung der charakteristischen Grenzen und Beurteilungen	8
6.1 Vorgaben	8
6.2 Festlegung der Erkennungsgrenze	8
6.3 Festlegung der Nachweisgrenze	8
6.4 Festlegung der Vertrauensgrenzen	10
6.5 Beurteilung eines Messergebnisses	11
6.6 Beurteilung eines Messverfahrens	11
7 Prüfbericht	11
Anhang A (normativ) Übersicht zum allgemeinen Verfahren	12
Anhang B (normativ) Einzelne Anwendungen	13
Anhang C (normativ) Anwendung bei zählenden spektrometrischen Messungen	17
Anhang D (informativ) Anwendungsbeispiele	22
Anhang E (informativ) Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung	29
Anhang F (informativ) Weitere Begriffe	31
Anhang G (informativ) Erläuterungen	31

Vorwort

Dieser Normvorschlag wurde vom Arbeitskreis "Nachweisgrenzen" (AK SIGMA) im Fachverband für Strahlenschutz e.V. erarbeitet.

Anhänge A bis C sind normativ, Anhänge D bis G sind informativ. DIN 25482 "Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen" sollte aufgrund dieses Normvorschlags künftig bestehen aus:

- Teil 1: Spezielle Anwendungen
- Teil 10: Allgemeine Anwendungen
- Teil 11: Messungen mit Albedodosimetern
- Teil 12: Entfaltung von Spektren
- Teil 13: Zählende Messungen an bewegten Objekten

Die nach diesem Normvorschlag mittels statistischer Tests und vorgegebener Wahrscheinlichkeiten festzulegenden Grenzen gestatten es, Nachweismöglichkeiten für eine Messgröße und den durch diese Messgröße quantifizierten physikalischen Effekt wie folgt zu beurteilen:

- Die *Erkennungsgrenze* erlaubt eine Entscheidung darüber, ob der durch die Messgröße quantifizierte physikalische Effekt vorliegt oder nicht.
- Die *Nachweisgrenze* gibt an, welcher kleinste wahre Wert der Messgröße mit einem anzuwendenden Messverfahren noch nachgewiesen werden kann. Sie erlaubt damit eine Entscheidung darüber, ob das Messverfahren gestellten Anforderungen genügt und damit für den vorgesehenen Messzweck geeignet ist.
- Die *Vertrauensgrenzen* schließen im Fall, dass das Vorliegen des physikalischen Effektes erkannt wird, einen Vertrauensbereich ein, der mit einer vorgegebenen Wahrscheinlichkeit den wahren Wert der Messgröße enthält.

Die genannten Grenzen werden im Folgenden zusammenfassend *charakteristische Grenzen* genannt.

Dieser Normvorschlag basiert auf der Grundlage von DIN 25482-10 und damit auf Verfahren der Bayes-Statistik (siehe [3], [4], [5], [6], [7]), damit bei ihrer Anwendung auch unsichere Größen und Einflüsse berücksichtigt werden können, die sich bei mehrmals wiederholten oder bei zählenden Messungen nicht zufällig verhalten. Weil der Messunsicherheit in diesem Normvorschlag eine wichtige Rolle zukommt, werden die Auswertung von Messungen und die Behandlung von Messunsicherheiten nach den allgemeinen Verfahren in DIN 1319-3, DIN 1319-4, DIN V ENV 13005, [1] oder [3] durchgeführt. Dies ermöglicht die strikte Trennung der Messungen einerseits (Abschnitt 5) und der Festlegung und Berechnung der charakteristischen Grenzen andererseits (Abschnitt 6).

Es werden Gleichungen für die Berechnung der charakteristischen Grenzen für eine Kernstrahlungs-Messgröße über die *Standardmessunsicherheit* der Messgröße (im Folgenden *Standardunsicherheit* genannt) angegeben. Dabei werden sowohl Standardunsicherheiten der Messung als auch solche der Probenbehandlung, der Kalibrierung der Messeinrichtung und anderer Einflüsse berücksichtigt. Letztere Standardunsicherheiten werden aber als aus Voruntersuchungen bekannt angenommen.

Änderungen

DIN 25482-1, DIN 25482-2, DIN 25482-3, DIN 25482-5, DIN 25482-6 und DIN 25482-7 wurden auf der Grundlage der Bayes-Statistik und von DIN 25482-10 vereinigt und neu verfasst.

Frühere Ausgaben

DIN 25482-1: 1989-04, DIN 25482-2: 1992-09, DIN 25482-3: 1993-02, DIN 25482-5: 1993-06, DIN 25482-6: 1993-02, DIN 25482-7: 1997-12. Die hier fehlende Norm DIN 25482-4: 1995-12 ist in DIN 25482-12: 2003-02 aufgegangen.

1 Anwendungsbereich

Dieser Normvorschlag gilt im Bereich der Kernstrahlungs-Messtechnik für die Festlegung der *Erkennungsgrenze*, der *Nachweisgrenze* und der *Vertrauensgrenzen* für eine nichtnegative Kernstrahlungs-Messgröße bei zählenden Messungen mit Zeit- oder Impulsvorwahl, wobei sich die Messgröße aus einer Bruttozählrate und einer Nulleffektzählrate sowie weiteren Größen aufgrund eines Modells der Auswertung ergibt. Speziell kann die Messgröße die Nettozählrate als Differenz der Bruttozählrate und der Nulleffektzählrate oder die Nettoaktivität einer Probe sein. Sie kann auch durch Kalibrierung der Messeinrichtung, Probenbehandlung und andere Faktoren beeinflusst sein.

Dieser Normvorschlag gilt auf gleiche Weise auch bei

- zählenden Messungen an bewegten Objekten (DIN 25482-13, siehe B.2),
- Messungen mit linearen, analog arbeitenden Zählratenmessgeräten (im Folgenden Ratemeter genannt, siehe B.3),
- wiederholten zählenden Messungen mit zufälligen Einflüssen (siehe B.4),
- zählenden Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe (siehe B.5),
- zählenden spektrometrischen Vielkanal-Messungen, wenn einzelne Linien im Spektrum zu betrachten sind und keine Ausgleichsrechnung, z.B. Entfaltung (DIN 25482-12), durchzuführen ist (siehe Anhang C).

Sinngemäß gilt dieser Normvorschlag auch bei anderen Messungen gleich welcher Art, wenn dasselbe Modell der Auswertung anzuwenden ist.

2 Normative Verweisungen

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

DIN 1313	Größen
DIN 1319-1	Grundlagen der Messtechnik – Teil 1: Grundbegriffe
DIN 1319-3	Grundlagen der Messtechnik – Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit
DIN 1319-4	Grundlagen der Messtechnik – Teil 4: Auswertung von Messungen, Messunsicherheit
DIN 13303-1	Stochastik – Wahrscheinlichkeitstheorie, Gemeinsame Grundbegriffe der mathematischen und der beschreibenden Statistik, Begriffe und Zeichen
DIN 13303-2	Stochastik – Mathematische Statistik, Begriffe und Zeichen
DIN 25482-10	Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Teil 10: Allgemeine Anwendungen
DIN 25482-12	Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Teil 12: Entfaltung von Spektren
DIN 25482-13	Nachweisgrenze und Erkennungsgrenze bei Kernstrahlungsmessungen – Teil 13: Zählende Messungen an bewegten Objekten
DIN 53804-1	Statistische Auswertungen – Messbare (kontinuierliche) Merkmale
DIN 55350-12	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Merkmalsbezogene Begriffe
DIN 55350-21	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Zufallsgrößen und Wahrscheinlichkeitsverteilungen
DIN 55350-22	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Spezielle Wahrscheinlichkeitsverteilungen
DIN 55350-23	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Beschreibende Statistik
DIN 55350-24	Begriffe der Qualitätssicherung und Statistik – Begriffe der Statistik, Schließende Statistik
DIN V ENV 13005	Leitfaden zur Angabe der Unsicherheit beim Messen – Deutsche Fassung ENV 13005
ISO 3534-1	Statistics – Vocabulary and symbols – Part 1: Probability and general statistical terms

- [1] Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement. ISO International Organization for Standardization (Genf) 1993, korrigierter Neudruck 1995, auch als ENV 13005:1999
- [2] Internationales Wörterbuch der Metrologie – International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. DIN Deutsches Institut für Normung (Herausgeber), Beuth Verlag (Berlin, Köln) 1994; International Vocabulary of Basic and General Terms in Metrology. ISO International Organization for Standardization (Genf) 1993
- [3] K. Weise, W. Wöger: Messunsicherheit und Messdatenauswertung. Wiley-VCH (Weinheim) 1999
- [4] P.M. Lee: Bayesian Statistics: An Introduction. Oxford University Press (New York) 1989
- [5] D. Wickmann: Bayes-Statistik. Mathematische Texte, Band 4, Herausgeber: N. Knocke, H. Scheid, BI Wissenschaftsverlag, Bibliographisches Institut und F.A. Brockhaus (Mannheim, Wien, Zürich) 1990
- [6] K. Weise, W. Wöger: Eine Bayessche Theorie der Messunsicherheit. PTB-Bericht N-11, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Braunschweig) 1992; A Bayesian theory of measurement uncertainty. Meas. Sci. Technol. 4; 1–11; 1993
- [7] K. Weise: Bayesian-statistical decision threshold, detection limit and confidence interval in nuclear radiation measurement. Kerntechnik 63; 214–224; 1998
- [8] F. Kohlrausch: Praktische Physik. 24. Auflage, Band 3, S. 613. B.G. Teubner (Stuttgart) 1996
- [9] M. Abramowitz, I. Stegun: Handbook of Mathematical Functions. 5. Auflage, Kap. 26, Dover Publications (New York) 1968
- [10] K. Weise: The Bayesian count rate probability distribution in measurement of ionizing radiation by use of a ratemeter. PTB-Bericht Ra-44, Physikalisch-Technische Bundesanstalt (Braunschweig) 2004

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Normvorschlags gelten die Definitionen nach DIN 1319-1, DIN 1319-3, DIN 1319-4, DIN 13303-1, DIN 13303-2, DIN 25482-10, DIN 53804-1, den in Abschnitt 2 aufgeführten Normen der Reihe DIN 55350, DIN V ENV 13005, ISO 3534-1 und [2]. Außerdem werden die in Anhang F informativ aufgeführten Begriffe verwendet.

4 Größen und Formelzeichen

Die Formelzeichen für Hilfsgrößen sowie die nur in den Anhängen benutzten Formelzeichen sind nicht aufgeführt.

m	Anzahl der Eingangsgrößen
X_i	Eingangsgröße ($i = 1, \dots, m$)
x_i	Schätzwert der Eingangsgröße X_i
$u(x_i)$	Standardunsicherheit der Eingangsgröße X_i zum Schätzwert x_i
$h_1(x_1)$	Standardunsicherheit $u(x_1)$ als Funktion des Schätzwertes x_1
Δx_i	Breite des Bereichs der möglichen Werte der Eingangsgröße X_i
$u_{\text{rel}}(w)$	relative Standardunsicherheit einer Größe W zum Schätzwert w
G	Modellfunktion
Y	Zufallsvariable als Schätzer für die Messgröße; auch als Symbol für die nichtnegative Messgröße selbst verwendet, die den betrachteten physikalischen Effekt quantifiziert
η	wahrer Wert der Messgröße. Liegt der betrachtete physikalische Effekt nicht vor, so ist $\eta = 0$, anderenfalls ist $\eta > 0$.
y	ermittelter Wert des Schätzers Y ; primäres Messergebnis für die Messgröße
y_j	Werte y aus unterschiedlichen Messungen ($j = 0, 1, 2$)
$u(y)$	Standardunsicherheit der Messgröße zum primären Messergebnis y
$\tilde{u}(\eta)$	Standardunsicherheit des Schätzers Y als Funktion des wahren Wertes η der Messgröße
z	bester Schätzwert der Messgröße
$u(z)$	Standardunsicherheit der Messgröße zum besten Schätzwert z
y^*	Erkennungsgrenze für die Messgröße
η^*	Nachweisgrenze für die Messgröße
η_i	Näherungen der Nachweisgrenze η^*
η_r	Richtwert für die Messgröße
η_u, η_o	untere bzw. obere Vertrauensgrenze für die Messgröße
ϱ_i	Zählrate als Eingangsgröße X_i
ϱ_n	Zählrate des Nettoeffektes (Nettozählrate)
ϱ_b, ϱ_0	Zählrate des Bruttoeffektes (Bruttozählrate) bzw. Nulleffektes
n_i	Anzahl der gezählten Impulse bei der Messung der Zählrate ϱ_i
n_b, n_0	Anzahl der gezählten Impulse des Bruttoeffektes bzw. Nulleffektes
t_i	Messdauer der Zählrate ϱ_i
t_b, t_0	Messdauer des Bruttoeffektes bzw. Nulleffektes
r_i	Schätzwert der Zählrate ϱ_i
r_b, r_0	Schätzwert der Zählrate des Bruttoeffektes bzw. Nulleffektes
τ_b, τ_0	Dämpfungszeitkonstante eines Ratemeters bei der Messung des Bruttoeffektes bzw. Nulleffektes
α, β	Wahrscheinlichkeit des Fehlers erster bzw. zweiter Art
$1-\gamma$	Wahrscheinlichkeit zum Vertrauensbereich für die Messgröße
k_p, k_q	Quantile der standardisierten Normalverteilung zur Wahrscheinlichkeit p bzw. q (z.B. $p = 1-\alpha$, $1-\beta$ oder $1-\gamma/2$)
$\Phi(t)$	Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung. Es gilt $\Phi(k_p) = p$.

5 Grundlagen

5.1 Allgemeines zur Messgröße

Dem zu untersuchenden physikalischen Effekt einer gestellten Messaufgabe ist eine nichtnegative Messgröße zuzuweisen, die den Effekt quantifiziert und den wahren Wert $\eta = 0$ annimmt, wenn der Effekt in einem aktuellen Fall nicht vorliegt.

Der Messgröße ist dann eine Zufallsvariable Y , ein Schätzer, zuzuordnen. Das Formelzeichen Y wird im Folgenden auch für die Messgröße selbst verwendet. Ein aus Messungen ermittelter Wert y des Schätzers Y ist ein Schätzwert der Messgröße. Er ist als primäres Messergebnis zusammen mit der ihm zugehörenden primären Standardunsicherheit $u(y)$ der Messgröße als primäres vollständiges Messergebnis für die Messgröße nach DIN 1319-3, DIN 1319-4, DIN V ENV 13005, [1] oder [3] zu berechnen, und zwar durch Auswertung von Messdaten und anderer Information mittels eines Modells (der Auswertung) (siehe 5.2), das alle beteiligten Größen mathematisch miteinander verknüpft. Im Allgemeinen wird bei dieser Auswertung nicht explizit berücksichtigt, dass die Messgröße nichtnegativ ist. Deshalb darf y negativ sein, zumal wenn die Messgröße nahezu den wahren Wert $\eta = 0$ hat. Das primäre Messergebnis y unterscheidet sich von dem in 6.5 berechneten besten Schätzwert z der Messgröße. Bei diesem ist die Kenntnis berücksichtigt, dass die Messgröße nichtnegativ ist. Die zu z gehörende Standardunsicherheit $u(z)$ ist kleiner als $u(y)$.

ANMERKUNG: Zum besten Schätzwert unter allen möglichen Schätzwerten der Messgröße bei gegebener Information gehört die kleinste Standardunsicherheit.

5.2 Modell

5.2.1 Allgemeines Modell

In vielen Fällen ist die Messgröße Y eine Funktion mehrerer Eingangsgrößen X_i in der Form

$$Y = G(X_1, \dots, X_m) . \quad (1)$$

Gleichung (1) ist das Modell der Auswertung. Durch Einsetzen gegebener Schätzwerte x_i der Eingangsgrößen X_i in die Modellfunktion G von Gleichung (1) ergibt sich das primäre Messergebnis y der Messgröße:

$$y = G(x_1, \dots, x_m) . \quad (2)$$

Die Standardunsicherheit $u(y)$ der Messgröße zum primären Messergebnis y folgt bei unabhängig gemessenen Eingangsgrößen X_i und gegebenen Standardunsicherheiten $u(x_i)$ zu den Schätzwerten x_i aus der Beziehung

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial G}{\partial X_i} \right)^2 u^2(x_i) . \quad (3)$$

In die partiellen Ableitungen von G in Gleichung (3) sind anstelle der Eingangsgrößen X_i deren Schätzwerte x_i einzusetzen. Zur Ermittlung der Schätzwerte x_i und der zugehörigen Standardunsicherheiten $u(x_i)$ sowie zur numerischen oder experimentellen Ermittlung der partiellen Ableitungen siehe DIN 1319-3, DIN 1319-4, DIN V ENV 13005, DIN 25482-10, [1] oder [3]. Für eine Zählrate $X_i = \rho_i$ sind bei vorliegendem Zählergebnis n_i während der Messdauer t_i anzusetzen: $x_i = r_i = n_i/t_i$ und $u^2(x_i) = n_i/t_i^2 = r_i/t_i$ (siehe auch G.1).

Im Folgenden wird die Eingangsgröße X_1 als diejenige Größe aufgefasst, deren Wert x_1 bei Vorgabe eines wahren Wertes η der Messgröße Y im Rahmen der Berechnung der Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze nicht vorliegt, z.B. als Zählrate des Bruttoeffektes. Entsprechend wird die Eingangsgröße X_2 dem Nulleffekt auf geeignete Weise zugeordnet. Die Daten zu den übrigen Eingangsgrößen seien aus unabhängigen Voruntersuchungen gegeben.

5.2.2 Modell bei Kernstrahlungsmessungen

In diesem Normvorschlag bezieht sich die Messgröße Y mit dem wahren Wert η auf eine Probe radioaktiven Materials und ist aus Zählungen des Bruttoeffektes und des Nulleffektes bei Zeit- oder Impulsvorwahl zu ermitteln. Y kann speziell die Nettozählrate ρ_n oder die Nettoaktivität A der Probe sein. Die Formelzeichen zu den Zählungen des Bruttoeffektes und des Nulleffektes werden im Folgenden durch den Index b bzw. 0 gekennzeichnet.

In diesem Normvorschlag wird das Modell wie folgt angesetzt:

$$Y = G(X_1, \dots, X_m) = (X_1 - X_2 X_3) \cdot \frac{X_4 X_6 \dots}{X_5 X_7 \dots} = (X_1 - X_2 X_3) \cdot W \quad (4)$$

mit der Abkürzung

$$W = \frac{X_4 X_6 \dots}{X_5 X_7 \dots} . \quad (5)$$

Hierbei sind $X_1 = \varrho_b$ die Zählrate des Bruttoeffektes und $X_2 = \varrho_0$ die Zählrate des Nulleffektes. Die übrigen Eingangsgrößen X_i sind Kalibrier-, Korrektions- oder Einflussgrößen oder Umrechnungsfaktoren, z.B. die Emissions- oder Ansprechwahrscheinlichkeit, speziell X_3 z.B. ein Abschirmfaktor. Falls einige dieser Eingangsgrößen nicht vorkommen, sind für diese $x_i = 1$ und $u(x_i) = 0$ zu setzen. Für die Zählraten sind $x_1 = r_b = n_b/t_b$ und $u^2(x_1) = n_b/t_b^2 = r_b/t_b$ sowie $x_2 = r_0 = n_0/t_0$ und $u^2(x_2) = n_0/t_0^2 = r_0/t_0$.

Aus Gleichung (4) ergibt sich durch Einsetzen der Schätzwerte x_i der primäre Schätzwert y der Messgröße Y :

$$y = G(x_1, \dots, x_m) = (x_1 - x_2 x_3) \cdot w = (r_b - r_0 x_3) \cdot w = \left(\frac{n_b}{t_b} - \frac{n_0}{t_0} x_3 \right) \cdot w \quad (6)$$

mit der Abkürzung

$$w = \frac{x_4 x_6 \dots}{x_5 x_7 \dots} \quad (7)$$

Mit den partiellen Ableitungen

$$\frac{\partial G}{\partial X_1} = W ; \quad \frac{\partial G}{\partial X_2} = -X_3 W ; \quad \frac{\partial G}{\partial X_3} = -X_2 W ; \quad \frac{\partial G}{\partial X_i} = \pm \frac{Y}{X_i} \quad (i \geq 4) \quad (8)$$

entsteht aus Gleichung (3) durch Einsetzen der Schätzwerte x_i , w und y die zu y gehörende Standardunsicherheit $u(y)$ der Messgröße:

$$\begin{aligned} u(y) &= \sqrt{w^2 \cdot (u^2(x_1) + x_3^2 u^2(x_2) + x_2^2 u^2(x_3)) + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \\ &= \sqrt{w^2 \cdot (r_b/t_b + x_3^2 r_0/t_0 + r_0^2 u^2(x_3)) + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \quad (9) \end{aligned}$$

Hierbei ist

$$u_{\text{rel}}^2(w) = \sum_{i=4}^m \frac{u^2(x_i)}{x_i^2} \quad (10)$$

die Summe der quadrierten relativen Standardunsicherheiten der Größen X_4 bis X_m . Für $m < 4$ sind $w = 1$ und $u_{\text{rel}}^2(w) = 0$.

Schätzwert x_i und Standardunsicherheit $u(x_i)$ von X_i ($i = 3, \dots, m$) werden in Vorversuchen experimentell ermittelt oder nach anderen Informationen als Erfahrungswerte übernommen. Bei Vorversuchen kann x_i als Mittelwert und $u^2(x_i)$ als empirische Varianz ermittelt werden (siehe B.4.1). $u^2(x_i)$ kann erforderlichenfalls auch als Varianz einer Rechteckverteilung über den Bereich der möglichen Werte von X_i mit der Breite Δx_i zu $u^2(x_i) = (\Delta x_i)^2/12$ berechnet werden.

Zur Anwendung des Verfahrens bei speziellen, auch spektrometrischen Messungen siehe die normativen Anhänge B und C.

5.3 Berechnung der Standardunsicherheit als Funktion der Messgröße

5.3.1 Allgemeines

Für die Festlegung und numerische Berechnung der Erkennungsgrenze in 6.2 und der Nachweisgrenze in 6.3 wird die Standardunsicherheit der Messgröße als Funktion $\tilde{u}(\eta)$ des wahren Wertes $\eta \geq 0$ der Messgröße benötigt. Diese Funktion ist im Rahmen der Auswertung der Messungen auf ähnliche Weise wie $u(y)$ unter Anwendung von DIN 1319-3, DIN 1319-4, DIN V ENV 13005, [1] oder [3] zu ermitteln. Meist ist $\tilde{u}(\eta)$ als positive Quadratwurzel aus einer vorher zu berechnenden Varianz $\tilde{u}^2(\eta)$ zu bilden. Diese Funktion muss für alle $\eta \geq 0$ erklärt, eindeutig und stetig sein und darf keine negativen Werte annehmen.

In manchen Fällen kann $\tilde{u}(\eta)$ explizit angegeben werden. Voraussetzung dafür ist, dass $u(x_1)$ als Funktion $h_1(x_1)$ von x_1 vorliegt. Dann sind y durch η zu ersetzen und Gleichung (2) nach x_1 aufzulösen. Bei Vorgabe von η kann x_1 auch numerisch, z.B. mittels eines Iterationsverfahrens, aus Gleichung (2) berechnet werden. Das ergibt x_1 als Funktion von η und x_2, \dots, x_m . Damit ist x_1 in Gleichung (3) und in $u(x_1) = h_1(x_1)$ zu ersetzen, was schließlich $\tilde{u}(\eta)$ statt $u(y)$ erbringt. Auf diese Weise ist im Fall des Modells nach Gleichung (6) nach 5.3.2 vorzugehen. Anderenfalls ist 5.3.3 anzuwenden, wobei $\tilde{u}(\eta)$ als Näherung durch Interpolation aus den Daten y_j und $u(y_j)$ mehrerer Messungen folgt.

5.3.2 Explizite Berechnung

Ist im Fall des Modells nach Gleichung (6) die Standardunsicherheit $u(x_1)$ der Zählrate $X_1 = \varrho_b$ des Bruttoeffektes als Funktion $h_1(x_1)$ des Schätzwertes $x_1 = r_b$ gegeben, gelten $h_1(x_1) = \sqrt{x_1/t_b}$ bei Vorwahl der Messdauer t_b (Zeitvorwahl) und $h_1(x_1) = x_1/\sqrt{n_b}$ bei Vorwahl der Impulsanzahl n_b (Impulsvorwahl).

Es wird y durch η ersetzt. Dadurch können in Gleichung (9) mittels Gleichung (4) allgemein x_1 und speziell n_b bei Zeitvorwahl und t_b bei Impulsvorwahl eliminiert werden, die bei Vorgabe von η nicht vorliegen. Das ergibt allgemein nach Gleichung (6)

$$x_1 = \eta/w + x_2x_3 \quad . \quad (11)$$

Durch Einsetzen von x_1 nach Gleichung (11) in die gegebene Funktion $h_1(x_1)$, d.h. mit $u^2(x_1) = h_1^2(\eta/w + x_2x_3)$, folgt dann aus Gleichung (9)

$$\tilde{u}(\eta) = \sqrt{w^2 \cdot (h_1^2(\eta/w + x_2x_3) + x_3^2u^2(x_2) + x_2^2u^2(x_3)) + \eta^2u_{\text{rel}}^2(w)} \quad . \quad (12)$$

Bei Zeitvorwahl gilt wegen $x_1 = n_b/t_b$ und $x_2 = r_0$

$$n_b = t_b \cdot (\eta/w + r_0x_3) \quad (13)$$

und es ergibt sich aus Gleichung (12) mit $h_1^2(x_1) = x_1/t_b = n_b/t_b^2$ durch Einsetzen von n_b nach Gleichung (13) sowie mit $u^2(x_2) = r_0/t_0$

$$\tilde{u}(\eta) = \sqrt{w^2 \cdot ((\eta/w + r_0x_3)/t_b + x_3^2r_0/t_0 + r_0^2u^2(x_3)) + \eta^2u_{\text{rel}}^2(w)} \quad . \quad (14)$$

Bei Impulsvorwahl ist entsprechend

$$t_b = \frac{n_b}{\eta/w + r_0x_3} \quad (15)$$

und es entsteht aus Gleichung (12) mit $h_1^2(x_1) = x_1^2/n_b = n_b/t_b^2$ durch Einsetzen von t_b nach Gleichung (15)

$$\tilde{u}(\eta) = \sqrt{w^2 \cdot ((\eta/w + r_0x_3)^2/n_b + x_3^2r_0/t_0 + r_0^2u^2(x_3)) + \eta^2u_{\text{rel}}^2(w)} \quad . \quad (16)$$

Gleichung (22) besitzt eine Lösung als Nachweisgrenze η^* , wenn bei Zeitvorwahl die Bedingung

$$k_{1-\beta} u_{\text{rel}}(w) < 1 \quad (17)$$

und bei Impulsvorwahl die Bedingung

$$k_{1-\beta} \cdot \sqrt{\frac{1}{n_b} + u_{\text{rel}}^2(w)} < 1 \quad (18)$$

erfüllt ist. Anderenfalls kann es vorkommen, dass aufgrund zu großer Unsicherheit der Größen X_4 bis X_m , die summarisch durch $u_{\text{rel}}(w)$ ausgedrückt wird, eine Nachweisgrenze nicht existiert. Die Bedingung nach Gleichung (17) gilt auch für den Fall von Gleichung (12), wenn $h_1(x_1)$ für große x_1 schwächer ansteigt als x_1 , d.h. wenn $h_1(x_1)/x_1 \rightarrow 0$ für $x_1 \rightarrow \infty$.

5.3.3 Näherungen

Häufig genügen die folgenden Näherungen für die Funktion $\tilde{u}(\eta)$, insbesondere wenn die Standardunsicherheit $u(x_1)$ nicht als Funktion $h_1(x_1)$ bekannt ist. Voraussetzung dafür ist, dass nach 5.1 und 5.2 berechnete Messergebnisse y_j und zugehörige Standardunsicherheiten $u(y_j)$ von einigen vorausgegangenen gleichartigen Messungen bereits vorliegen ($j = 0,1,2,\dots$). Die Messungen müssen an verschiedenen Proben mit unterschiedlichen Aktivitäten, aber sonst unter möglichst ähnlichen Bedingungen ausgeführt worden sein. Eine der Messungen kann eine Nulleffekt- oder Blindprobenmessung mit $\eta = 0$ und z.B. $j = 0$ sein. Dann ist $y_0 = 0$ zu setzen und es ist $\tilde{u}(0) = u(y_0)$. Die aktuell erfolgte Messung kann als weitere Messung mit $j = 1$ herangezogen werden.

Die Funktion $\tilde{u}(\eta)$ erweist sich oft als nur langsam steigend. Deshalb genügt in manchen solcher Fälle die Näherung $\tilde{u}(\eta) = u(y_1)$, vor allem wenn das primäre Messergebnis y_1 für die Messgröße nicht wesentlich größer als die zugehörige Standardunsicherheit $u(y_1)$ ist.

Sind lediglich $\tilde{u}(0) = u(y_0)$ und $y_1 > 0$ mit $u(y_1)$ bekannt, so reicht oft die folgende lineare Interpolation aus:

$$\tilde{u}^2(\eta) = \tilde{u}^2(0) (1 - \eta/y_1) + u^2(y_1) \eta/y_1 . \quad (19)$$

Liegen die Ergebnisse y_0 , y_1 und y_2 sowie die zugehörigen Standardunsicherheiten $u(y_0)$, $u(y_1)$ und $u(y_2)$ aus drei Messungen vor, so kann die folgende quadratische Interpolation verwendet werden:

$$\tilde{u}^2(\eta) = u^2(y_0) \cdot \frac{(\eta - y_1)(\eta - y_2)}{(y_0 - y_1)(y_0 - y_2)} + u^2(y_1) \cdot \frac{(\eta - y_0)(\eta - y_2)}{(y_1 - y_0)(y_1 - y_2)} + u^2(y_2) \cdot \frac{(\eta - y_0)(\eta - y_1)}{(y_2 - y_0)(y_2 - y_1)} . \quad (20)$$

Sind Ergebnisse aus vielen ähnlichen Messungen gegeben, kann der parabelförmige Verlauf der Funktion $\tilde{u}^2(\eta)$ auch durch eine Ausgleichsrechnung ermittelt werden.

6 Festlegung der charakteristischen Grenzen und Beurteilungen

6.1 Vorgaben

Die Wahrscheinlichkeit α des Fehlers erster Art, die Wahrscheinlichkeit β des Fehlers zweiter Art und die Wahrscheinlichkeit $1-\gamma$ zum Vertrauensbereich müssen vorgegeben werden. Es sollte $\alpha = \beta$ gesetzt und für α , β und γ der Wert 0,05 gewählt werden. Dann gelten $k_{1-\alpha} = k_{1-\beta} = 1,65$ und $k_{1-\gamma/2} = 1,96$ (siehe Anhang E).

Wenn beurteilt werden soll, ob ein Messverfahren für die Messgröße aus wissenschaftlichen, gesetzlichen oder anderen Gründen gestellten Anforderungen genügt (siehe 6.6), muss auch ein Richtwert η_r als Wert der Messgröße, z.B. als Aktivität, vorgegeben werden.

6.2 Festlegung der Erkennungsgrenze

Die Erkennungsgrenze y^* für die nichtnegative Messgröße nach 5.1, die einen betrachteten physikalischen Effekt quantifiziert, ist derjenige Wert des Schätzers Y , bei dessen Überschreitung durch einen ermittelten Wert von Y , das primäre Messergebnis y , gefolgert wird, dass der physikalische Effekt vorliegt. Anderenfalls wird angenommen, dass dieser Effekt nicht vorliegt. Liegt der physikalische Effekt in Wirklichkeit nicht vor, führt diese Entscheidungsregel höchstens mit der vorzuziehenden Wahrscheinlichkeit α zu der dann falschen Entscheidung, der Effekt liege vor (Fehler erster Art; siehe 6.1 und 6.5).

Ein ermitteltes primäres Messergebnis y für die nichtnegative Messgröße weist nur dann signifikant darauf hin, dass der wahre Wert der Messgröße von null verschieden ist ($\eta > 0$), wenn es unter der Hypothese $\eta = 0$ genügend unwahrscheinlich ist. Das primäre Messergebnis y muss dazu größer sein als die Erkennungsgrenze

$$y^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) . \quad (21)$$

Mit der Näherung $\tilde{u}(\eta) = u(y)$ (siehe 5.3.3) gilt $y^* = k_{1-\alpha} u(y)$.

6.3 Festlegung der Nachweisgrenze

Die Nachweisgrenze η^* ist der kleinste wahre Wert der Messgröße, für den bei Anwendung der Entscheidungsregel nach 6.2 die Wahrscheinlichkeit dafür, fälschlich anzunehmen, dass der physikalische Effekt nicht vorliegt (Fehler zweiter Art), höchstens gleich der vorzuziehenden Wahrscheinlichkeit β ist (siehe 6.1).

Zur Prüfung, ob ein Messverfahren für den Messzweck geeignet ist, wird die Nachweisgrenze η^* mit dem vorzuziehenden Richtwert η_r für die Messgröße verglichen (siehe 6.1 und 6.6). Die Nachweisgrenze η^* ist der kleinste wahre Wert der Messgröße, der mit dem anzuwendenden Messverfahren noch nachgewiesen werden kann. Sie liegt so hoch über der Erkennungsgrenze y^* , dass die Wahrscheinlichkeit des Fehlers zweiter Art höchstens gleich β ist. Sie wird als die kleinste Lösung der Gleichung

$$\eta^* = y^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(\eta^*) \quad (22)$$

festgelegt. Es gilt immer $\eta^* \geq y^*$. Gleichung (22) ist eine implizite Gleichung, ihre rechte Seite hängt selbst von η^* ab. Die Nachweisgrenze lässt sich durch Auflösen von Gleichung (22) nach η^* berechnen, einfacher jedoch durch Iteration, wobei durch wiederholtes Einsetzen einer Näherung η_i für η^* in die rechte Seite von Gleichung (22) eine verbesserte Näherung η_{i+1} erzeugt wird (siehe Bild 1):

$$\eta_{i+1} = y^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(\eta_i) . \quad (23)$$

Als Anfangsnäherung kann z.B. $\eta_0 = 2y^*$ gewählt werden. Die Iteration konvergiert meistens, nicht aber, wenn Gleichung (22) keine Lösung η^* besitzt. Im letzteren Fall, oder wenn sich $\eta^* < y^*$ ergibt, existiert die Nachweisgrenze nicht (siehe 6.6).

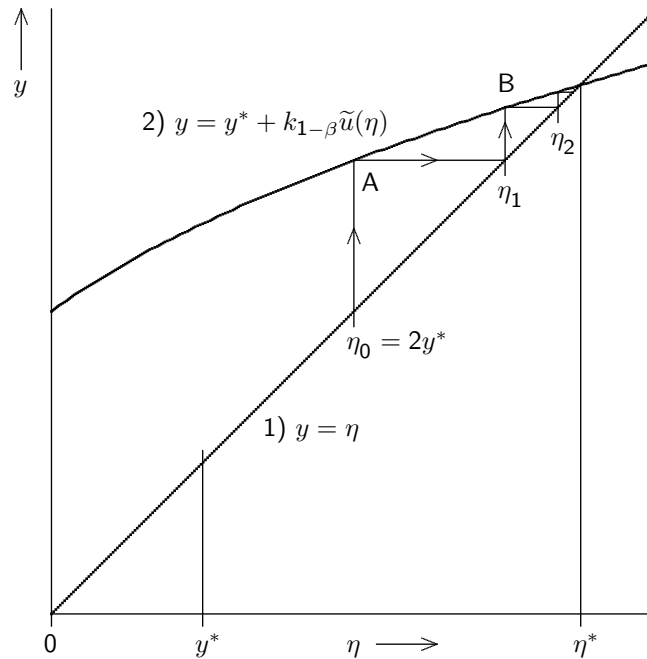


Bild 1: Iterative Berechnung der Nachweisgrenze

Beginnend mit einer Anfangsnäherung η_0 , z.B. $\eta_0 = 2y^*$ wie dargestellt, konvergieren bei der Iteration nach den Gleichungen (23) oder (24) die Folgen der verbesserten Näherungen η_i ($i = 1, 2, \dots$) gegen die Nachweisgrenze η^* als Abszisse des Schnittpunktes von Gerade 1 und Kurve 2. y^* ist die Erkennungsgrenze. Bei alternativer Anwendung der Regula falsi nach Gleichung (24) wird die Folge η_i mittels Sekanten von Kurve 2, z.B. durch die Punkte A und B, erzeugt. Der dargestellte hyperbolische Verlauf von Kurve 2 ist typisch für viele Anwendungen, z.B. solchen mit Gleichung (14) oder (16). Die Nachweisgrenze existiert nicht, wenn Kurve 2 die Gerade 1 an keiner Stelle $\eta \geq y^*$ schneidet.

Nach Berechnung von η_1 oder z.B. mit der Wahl $\eta_1 = 3y^*$ lässt sich für $i \geq 1$ vorteilhafter die im Allgemeinen rascher konvergierende Regula falsi anwenden. Dafür ist Gleichung (23) mit $j < i$ zu ersetzen durch

$$\eta_{i+1} = \frac{y^* + k_{1-\beta} \cdot (\eta_i \tilde{u}(\eta_j) - \eta_j \tilde{u}(\eta_i)) / (\eta_i - \eta_j)}{1 - k_{1-\beta} \cdot (\tilde{u}(\eta_i) - \tilde{u}(\eta_j)) / (\eta_i - \eta_j)} . \quad (24)$$

Es sollte $j = 0$ gesetzt oder j nach einigen Iterationsschritten festgelegt werden.

Jede Iteration ist abzubrechen, wenn eine vorzugebende Genauigkeit von ν Stellen erreicht ist, also in der Folge der Näherungen die ν ersten Stellen sich nicht mehr ändern. Wird aber zu hohe Genauigkeit verlangt, so fluktuiert auch bei einer im Prinzip konvergierenden Iteration die Folge der Näherungen in der Regel ständig dicht um die exakte Lösung herum, ohne diese je zu erreichen. Dann ist ν zu verkleinern.

Mit der Näherung $\tilde{u}(\eta) = u(y)$ (siehe 5.3.3) gilt $\eta^* = (k_{1-\alpha} + k_{1-\beta}) u(y)$.

Mit der linearen Interpolation nach Gleichung (19) ergibt sich die Näherung

$$\eta^* = a + \sqrt{a^2 + (k_{1-\beta}^2 - k_{1-\alpha}^2) \tilde{u}^2(0)} ; \quad a = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) + \frac{1}{2} (k_{1-\beta}^2 / y_1) (u^2(y_1) - \tilde{u}^2(0)) . \quad (25)$$

Wenn $\alpha = \beta$, folgt $\eta^* = 2a$.

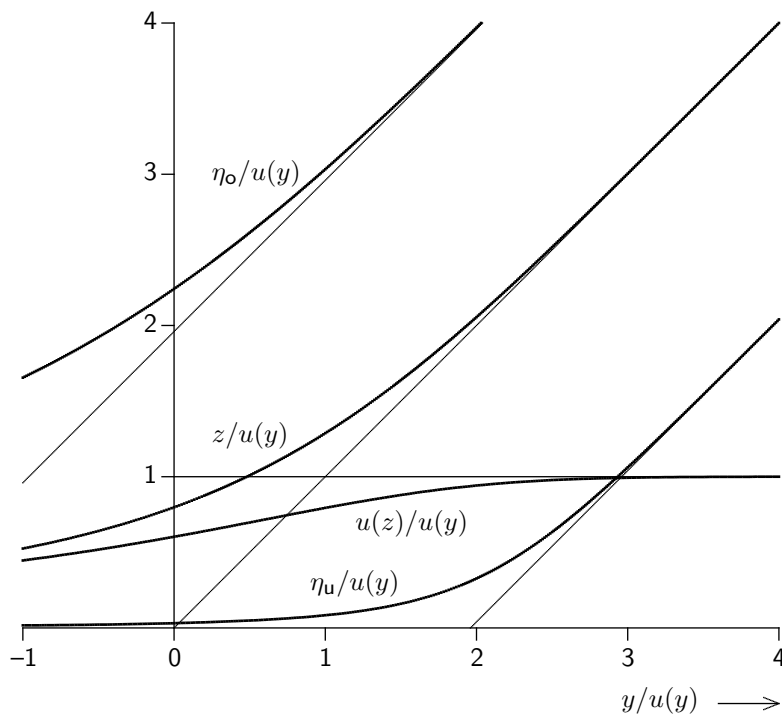


Bild 2: Bester Schätzwert und Vertrauensgrenzen

Bester Schätzwert z der Messgröße, zugehörige Standardunsicherheit $u(z)$, untere Vertrauensgrenze η_u und obere Vertrauensgrenze η_o als Funktionen des primären Messergebnisses y . Alle diese Werte sind mit der Standardunsicherheit $u(y)$ skaliert und es ist $\gamma = 0,05$ gesetzt. Die ansteigenden Geraden sowie die Horizontale mit der Ordinate 1 sind Asymptoten. Es gelten die Beziehungen $0 < \eta_u < z < \eta_o$ und $z > y$ sowie $u(z) < u(y)$ und $u(z) < z$, weiterhin $\eta_u > y - k_{1-\gamma/2} u(y)$ und $\eta_o > y + k_{1-\gamma/2} u(y)$.

6.4 Festlegung der Vertrauensgrenzen

Die Vertrauensgrenzen als Grenzen eines Vertrauensbereichs sind zu einem nach 6.2 erkannten physikalischen Effekt so angegeben, dass der Vertrauensbereich den wahren Wert der Messgröße mit der vorzugebenden Wahrscheinlichkeit $1-\gamma$ enthält (siehe 6.1). Die Vertrauensgrenzen berücksichtigen, dass die Messgröße nichtnegativ ist.

Bei vorliegendem primären Messergebnis y und der zu y gehörenden Standardunsicherheit $u(y)$ der Messgröße (siehe 5.2) sind die untere Vertrauensgrenze η_u und die obere Vertrauensgrenze η_o festgelegt durch

$$\eta_u = y - k_p u(y) ; \quad p = \omega \cdot (1 - \gamma/2) ; \quad (26)$$

$$\eta_o = y + k_q u(y) ; \quad q = 1 - \omega\gamma/2 , \quad (27)$$

wobei

$$\omega = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^{y/u(y)} \exp(-v^2/2) dv = \Phi(y/u(y)) . \quad (28)$$

Zur Verteilungsfunktion $\Phi(t)$ der standardisierten Normalverteilung und zu ihrer Umkehrung $k_p = t$ für $\Phi(t) = p$ siehe Tabelle E.1 und Methoden zu ihrer Berechnung in Anhang E sowie z.B. [8] oder [9].

Die Vertrauensgrenzen liegen in der Regel weder symmetrisch zu y noch zum besten Schätzwert z (siehe 6.5 und Bild 2), jedoch sind die Wahrscheinlichkeiten, dass die Messgröße kleiner η_u oder größer η_o ist, beide gleich $\gamma/2$. Es gelten die Beziehungen $0 < \eta_u < \eta_o$.

Es darf $\omega = 1$ gesetzt werden, wenn $y \geq 4u(y)$. In diesem Fall gelten die zu y symmetrischen Näherungen

$$\eta_{o,u} = y \pm k_{1-\gamma/2} u(y) . \quad (29)$$

6.5 Beurteilung eines Messergebnisses

Das ermittelte primäre Messergebnis y für die Messgröße ist mit der Erkennungsgrenze y^* zu vergleichen. Ist $y > y^*$, so gilt der durch die Messgröße quantifizierte physikalische Effekt als vorliegend erkannt. Anderenfalls kann die Hypothese, dass der Effekt nicht vorliegt, nicht abgelehnt werden.

Ist $y > y^*$, ergibt sich mit ω nach Gleichung (28) als bester Schätzwert z der Messgröße (siehe 5.1 Anmerkung sowie Bild 2)

$$z = y + \frac{u(y) \exp(-y^2/(2u^2(y)))}{\omega \sqrt{2\pi}} . \quad (30)$$

Die zu z gehörende Standardunsicherheit lautet

$$u(z) = \sqrt{u^2(y) - (z - y)z} . \quad (31)$$

Es gelten die Beziehungen $z > y$ und $z > 0$ und $\eta_u < z < \eta_o$ sowie $u(z) < u(y)$ und $u(z) < z$, weiterhin für $y \geq 4u(y)$ die Näherungen

$$z = y ; \quad u(z) = u(y) . \quad (32)$$

6.6 Beurteilung eines Messverfahrens

Die Entscheidung, ob ein anzuwendendes Messverfahren gestellten Anforderungen bezüglich des Nachweises des durch die Messgröße quantifizierten physikalischen Effektes genügt, wird durch Vergleich der Nachweisgrenze η^* mit dem vorgegebenen Richtwert η_r getroffen. Ist $\eta^* > \eta_r$ oder besitzt Gleichung (22) keine Lösung η^* , so ist das Messverfahren für den vorgesehenen Messzweck hinsichtlich der Anforderungen nicht geeignet.

Um im Fall $\eta^* > \eta_r$ Abhilfe zu schaffen, kann es oftmals genügen, im Messverfahren größere Messdauern bzw. Impulsanzahlen vorzuzählen, wodurch die Nachweisgrenze verkleinert wird.

7 Prüfbericht

Nach der Ermittlung der charakteristischen Grenzen ist ein Prüfbericht zu erstellen. Der Prüfbericht muss die folgenden Angaben enthalten:

- a) Prüflaboratorium;
- b) Hinweis auf die Ermittlung nach diesem Normvorschlag auf der Grundlage von DIN 25482-10;
- c) betrachteter physikalischer Effekt, Messgröße und Modell der Auswertung;
- d) Wahrscheinlichkeiten α und β der Fehler erster bzw. zweiter Art und ggf. Richtwert η_r ;
- e) primäres Messergebnis y und zu y gehörende Standardunsicherheit $u(y)$;
- f) Erkennungsgrenze y^* ;
- g) Nachweisgrenze η^* ;
- h) ggf. Feststellung, ob das Messverfahren für den vorgesehenen Messzweck geeignet ist oder nicht;
- i) Feststellung, ob der physikalische Effekt erkannt ist oder nicht;
- j) falls physikalischer Effekt erkannt, außerdem untere Vertrauensgrenze η_u und obere Vertrauensgrenze η_o mit der Wahrscheinlichkeit $1 - \gamma$ zum Vertrauensbereich, bester Schätzwert z der Messgröße und zu z gehörende Standardunsicherheit $u(z)$;
- k) ggf. Abweichungen von diesem Normvorschlag;
- l) Prüfer, Prüfort, Prüfdatum und Unterschrift.

Anhang A

(normativ)

Übersicht zum allgemeinen Verfahren

A.1 Aufstellung des Modells

Festlegung der nichtnegativen Messgröße Y und deren Darstellung als Funktion von Eingangsgrößen X_i (Modell; X_1 ist Bruttoeffekt; siehe 5.1 und 5.2.1):

$$Y = G(X_1, \dots, X_m) . \quad (\text{A.1})$$

A.2 Vorbereitung der Eingangsdaten sowie Vorgaben

Ermittlung der Schätzwerte x_i der Eingangsgrößen X_i mit den zugehörigen Standardunsicherheiten $u(x_i)$ nach DIN 1319-3, DIN 1319-4, DIN V ENV 13005, [1] oder [3] aus Messungen und Voruntersuchungen. Für eine Zählrate $X_i = \rho_i$ sind mit dem Zählergebnis n_i während der Messdauer t_i anzusetzen: $x_i = n_i/t_i$ und $u^2(x_i) = n_i/t_i^2$ (siehe 5.2.1). Speziell für den Bruttoeffekt X_1 gilt dann $u(x_1) = h_1(x_1) = \sqrt{x_1/t_1}$ (siehe 5.3.2 und A.4).

Vorgaben: Wahrscheinlichkeiten α , β und γ sowie Richtwert η_r (siehe 6.1).

A.3 Berechnung des primären Messergebnisses y mit Standardunsicherheit $u(y)$

$$y = G(x_1, \dots, x_m) ; \quad (\text{A.2})$$

$$u^2(y) = \sum_{i=1}^m \left(\frac{\partial G}{\partial X_i} \right)^2 u^2(x_i) \quad (\text{A.3})$$

unter Voraussetzung unkorrelierter Eingangsgrößen X_i (siehe 5.2.1 und A.2). Anderenfalls siehe in A.2 zitierte Literatur. In $\partial G/\partial X_i$ sind die Schätzwerte x_1, \dots, x_m einzusetzen.

A.4 Berechnung der Standardunsicherheit $\tilde{u}(\eta)$

Falls $u(x_1)$ als Funktion $h_1(x_1)$ bekannt ist, werden y durch η ersetzt und Gleichung (A.2) nach x_1 aufgelöst. Bei Vorgabe von η kann x_1 auch numerisch, z.B. mittels eines Iterationsverfahrens, aus Gleichung (A.2) berechnet werden. Das ergibt x_1 als Funktion von η und x_2, \dots, x_m . Damit ist x_1 in Gleichung (A.3) und in $h_1(x_1)$ zu ersetzen, was $\tilde{u}(\eta)$ statt $u(y)$ erbringt (siehe 5.3.2). Anderenfalls folgt $\tilde{u}(\eta)$ als Näherung durch Interpolation aus den Daten y und $u(y)$ mehrerer Messungen (siehe 5.3.3).

A.5 Berechnung der Erkennungsgrenze y^*

$$y^* = k_{1-\alpha} \tilde{u}(0) \quad (\text{A.4})$$

(siehe 6.2). Beurteilung: Ein Effekt der Messgröße Y gilt als erkannt, wenn $y > y^*$ (siehe 6.5). Wenn nicht, entfallen A.7 und A.8.

A.6 Berechnung der Nachweisgrenze η^*

Die Nachweisgrenze η^* ist die kleinste Lösung der Gleichung

$$\eta^* = y^* + k_{1-\beta} \tilde{u}(\eta^*) . \quad (\text{A.5})$$

Sie kann durch Iteration mit der Anfangsnäherung $\eta^* = 2y^*$ berechnet werden (siehe 6.3). Beurteilung: Das Messverfahren ist für den Messzweck nicht geeignet, wenn $\eta^* > \eta_r$ oder wenn η^* nicht existiert (siehe 6.6).

A.7 Berechnung der Vertrauensgrenzen η_u und η_o

$$\eta_u = y - k_p u(y) \quad \text{mit } p = \omega \cdot (1 - \gamma/2) ; \quad \eta_o = y + k_q u(y) \quad \text{mit } q = 1 - \omega\gamma/2 , \quad (\text{A.6})$$

wobei $\omega = \Phi(y/u(y))$ (siehe 6.4; zur Berechnung von ω , k_p und k_q siehe Anhang E).

A.8 Berechnung des besten Schätzwertes z der Messgröße mit Standardunsicherheit $u(z)$

$$z = y + \frac{u(y) \exp(-y^2/(2u^2(y)))}{\omega \sqrt{2\pi}} ; \quad u(z) = \sqrt{u^2(y) - (z - y)z} \quad (\text{A.7})$$

(siehe 6.5).

A.9 Erstellung des Prüfberichtes

Protokollierung der Ergebnisse von A.1 bis A.8 (siehe Abschnitt 7).

Anhang B (normativ)

Einzelne Anwendungen

B.1 Allgemeines

Das im Hauptteil dieses Normvorschlages beschriebene Verfahren ist so allgemein, dass es eine Fülle von Anwendungen bei ähnlichen Messungen erlaubt, von denen einige wichtige im Folgenden behandelt werden. Diese Messungen unterscheiden sich von denen im Hauptteil nicht im Modell, sondern nur in der Interpretation der Eingangsgrößen X_1 und X_2 und den Ansätzen für deren Schätzwerte x_1 bzw. x_2 und Standardunsicherheiten $u(x_1)$ bzw. $u(x_2)$.

Bei jeder der folgenden Anwendungen in den Anhängen B und C besteht die jeweilige Hauptaufgabe darin, das primäre Messergebnis y der Messgröße und die zugehörige Standardunsicherheit $u(y)$ nach 5.2 oder A.3 sowie die Standardunsicherheit $\tilde{u}(\eta)$ als Funktion der Messgröße nach 5.3 oder A.4 zu ermitteln. Anschließend sind daraus bei allen Anwendungen auf gleiche Weise nach Abschnitt 6 oder A.5 bis A.8 die Erkennungsgrenze y^* , die Nachweisgrenze η^* , die Vertrauensgrenzen η_u und η_o sowie der beste Schätzwert z der Messgröße mit der zugehörigen Standardunsicherheit $u(z)$ zu berechnen. Darauf wird im Folgenden nicht mehr hingewiesen. Numerische Beispiele zu den Anwendungen werden in Anhang D behandelt.

B.2 Zählende Messungen an bewegten Objekten

Die Anwendung des Verfahrens dieses Normvorschlages auf zählende Messungen an bewegten Objekten wird auch in DIN 25482-13 behandelt. Bei einer solchen Messung wird ein Messobjekt entlang einer vorgegebenen Messstrecke an einem Kernstrahlungsdetektor vorbeigeführt (oder umgekehrt). Messdaten der Messung während dieser Fahrt sind einerseits die gezählten Anzahlen n_b oder n_0 der registrierten Impulse und andererseits die Messdauern t_b bzw. t_0 . Die Messdauern können im Allgemeinen mit einer Messunsicherheit ermittelt werden, die vernachlässigbar ist gegenüber allen anderen zu berücksichtigenden Messunsicherheiten. Daher können sie als Konstanten aufgefasst werden und die Messung als eine solche mit Zeitvorwahl.

Die Reduzierung der Nulleffektzählrate durch die Abschirmwirkung des Messobjektes lässt sich mit Hilfe des Abschirmfaktors f berücksichtigen, indem in Gleichung (4) $X_3 = f$ gesetzt wird. f kann als Mittelwert und die zu f gehörende Standardunsicherheit $u(f)$ als Standardabweichung des Mittelwertes aus Vorversuchen experimentell gewonnen werden oder auch aus einer Rechteckverteilung der Breite Δf über den Bereich der möglichen Werte von f als Erwartungswert bzw. als Standardabweichung $u(f) = \Delta f / \sqrt{12}$.

Im einfachsten Fall, dass das Modell in der Form $Y = X_1 - X_2 X_3 = \varrho_b - \varrho_0 f$ anzusetzen ist und die Messdauern t_b und t_0 vorgegeben werden, entstehen mit den Schätzwerten $x_1 = n_b / t_b = r_b$ und $x_2 = n_0 / t_0 = r_0$ sowie mit $u^2(x_1) = r_b / t_b$ und $u^2(x_2) = r_0 / t_0$

$$y = \frac{n_b}{t_b} - \frac{n_0}{t_0} f = r_b - r_0 f ; \quad u(y) = \sqrt{\frac{r_b}{t_b} + \frac{r_0}{t_0} f^2 + r_0^2 u^2(f)} . \quad (\text{B.1})$$

Durch Ersetzen von y durch η und Eliminieren von $r_b = \eta + r_0 f$ folgt wegen $u^2(x_1) = h_1^2(x_1) = x_1 / t_b = r_b / t_b$

$$\tilde{u}(\eta) = \sqrt{\frac{\eta + r_0 f}{t_b} + \frac{r_0}{t_0} f^2 + r_0^2 u^2(f)} . \quad (\text{B.2})$$

B.3 Messungen mit Ratemetern

Als Ratemeter wird hier ein lineares, analog arbeitendes Zählratenmessgerät verstanden, bei dem sich das Ausgangssignal beim Eintreffen eines Eingangsimpulses sprunghaft (mit vernachlässigbarer Anstiegszeitkonstante) erhöht und danach exponentiell mit einer Dämpfungszeitkonstante τ bis zum Eintreffen des nächsten Eingangsimpulses abnimmt. Dabei müssen der Signalzuwachs konstant und die Dämpfungszeitkonstante von der Zählrate unabhängig sein. Auch ein digital arbeitendes Zählratenmessgerät, das das eben beschriebene simuliert, wird als hier zu betrachtendes Ratemeter aufgefasst.

Jede einzelne Messung mit einem Ratemeter muss im stationären Zustand des Ratemeters erfolgen. Das setzt voraus, dass bei der Messung des Bruttoeffektes an jeder einzelnen Probe sowie des Nulleffektes jeweils zwischen Beginn der Messung und Ablesung der Anzeige mindestens eine hinreichend festzulegende Zeitspanne verstrichen ist. Dabei entspricht eine Zeitspanne von 3τ oder 7τ nach [10] einer Abweichung der Anzeige von 5 % bzw. 0,1 % des Betrages der Differenz zwischen der Anzeige zu Beginn der Messung und der nach Ablauf der Zeitspanne abgelesenen Anzeige. Falls noch weitere unsichere Einflüsse zu berücksichtigen sind, sollte möglichst 7τ als Zeitspanne gewählt werden.

Die Erwartungswerte ϱ_b und ϱ_0 der Ausgangssignale des Ratemeters bei der Messung des Bruttoeffektes bzw. Nulleffektes werden als Eingangsgrößen X_1 und X_2 für die Berechnung der charakteristischen Grenzen aufgefasst: $X_1 = \varrho_b$ und $X_2 = \varrho_0$. Mit den zum Zeitpunkt der Messung ermittelten Werten r_b und r_0 der Ausgangssignale ergeben sich die folgenden Ansätze für die Werte der Eingangsgrößen und deren Standardunsicherheiten:

$$x_1 = r_b ; \quad x_2 = r_0 ; \quad (B.3)$$

$$u^2(x_1) = \frac{r_b}{2\tau_b} ; \quad u^2(x_2) = \frac{r_0}{2\tau_0} . \quad (B.4)$$

In Gleichung (B.4) sind Näherungen mit einer maximalen relativen Abweichung von 5 % für $r_b\tau_b \geq 0,65$ und von 1 % für $r_b\tau_b \geq 1,32$ nach [10] angegeben. Dasselbe gilt für $r_0\tau_0$. Die Dämpfungszeitkonstanten τ_b und τ_0 sind dementsprechend einzustellen.

Die Ratemeter-Messung ist einer zählenden Messung mit Zeitvorwahl nach 5.3.2 mit den Messdauern $t_b = 2\tau_b$ und $t_0 = 2\tau_0$ äquivalent. Dabei sind die Quotienten n_b/t_b und n_0/t_0 durch die Zählraten-Messwerte r_b bzw. r_0 der Ratemeter-Messung zu ersetzen. Dies betrifft insbesondere Gleichung (13). Siehe hierzu auch das numerische Beispiel in D.2.2. Die Standardunsicherheiten der Dämpfungszeitkonstanten kommen in den Gleichungen nicht vor und werden deshalb nicht benötigt.

Im einfachsten Fall, dass das Modell in der Form $Y = X_1 - X_2 = \varrho_b - \varrho_0$ anzusetzen ist, ergeben sich mit den Gleichungen (B.3) und (B.4)

$$y = r_b - r_0 ; \quad u(y) = \sqrt{\frac{r_b}{2\tau_b} + \frac{r_0}{2\tau_0}} . \quad (B.5)$$

Durch Ersetzen von y durch η und Eliminieren von $r_b = \eta + r_0$ folgt wegen $u^2(x_1) = h_1^2(x_1) = x_1/(2\tau_b) = r_b/(2\tau_b)$

$$\tilde{u}(\eta) = \sqrt{\frac{\eta + r_0}{2\tau_b} + \frac{r_0}{2\tau_0}} . \quad (B.6)$$

B.4 Wiederholte zählende Messungen mit zufälligen Einflüssen

B.4.1 Allgemeines

Zufällige Einflüsse, z.B. durch Probenbehandlung und Geräte, verursachen Messabweichungen, die von Probe zu Probe unterschiedlich sein können. Deshalb werden in solchen Fällen die Zählergebnisse n_i der Zählungen an mehreren Proben eines zu untersuchenden radioaktiven Materials, an mehreren Blindproben und an mehreren Referenzproben aus radioaktiv markiertem Blindprobenmaterial oder Standardreferenzmaterial jeweils gemittelt, um daraus für die Eingangsgrößen X_1 und X_2 geeignete Schätzwerte x_1 bzw. x_2 sowie Standardunsicherheiten $u(x_1)$ bzw. $u(x_2)$ zu gewinnen. Dementsprechend ist X_1 als mittlere Bruttozählrate und X_2 als mittlere Nulleffektzählrate zu betrachten. Auch die Messgröße Y mit dem gesuchten wahren Wert η ist deshalb als gemittelte Größe aufzufassen, z.B. als mittlere Nettozählrate oder mittlere Aktivität der Proben. Die Formelzeichen zu den Zählungen an den Proben, den Blindproben und den Referenzproben werden im Folgenden durch den Index b bzw. 0 bzw. r gekennzeichnet, arithmetische Mittelung über jeweils m Zählungen, die unter Vorwahl der gleichen Messdauer t (Zeitvorwahl) durchgeführt werden, durch Überstreichen. Für $m > 1$ zu mittelnde Zählungen $n_{i,b}$, die jeweils unter Vorwahl der gleichen Messdauer t durchgeführt werden, sind der Mittelwert \bar{n} und die empirische Varianz s^2 der Werte n_i gegeben durch

$$\bar{n} = \frac{1}{m} \sum_{i=1}^m n_i ; \quad s^2 = \frac{1}{m-1} \sum_{i=1}^m (n_i - \bar{n})^2 . \quad (B.7)$$

Die folgenden Verfahren sind Näherungen für hinreichend große Zählergebnisse n_i und $\bar{n} \gg s/\sqrt{m}$, die es erlauben, die zufälligen Einflüsse neben denen der Poisson-Statistik zu erkennen (siehe auch unter Gleichung (B.12)).

Für die Berechnung der charakteristischen Grenzen muss nicht nur t_b , sondern auch m_b vorgegeben werden.

Ein numerisches Beispiel einer Messung mit zufälligen Einflüssen ist in D.3 beschrieben.

B.4.2 Verfahren bei unbekanntem Einflüssen

Bei unbekanntem Einflüssen sind für die mittlere Bruttozählrate X_1 und die mittlere Nulleffektzählrate X_2 anzusetzen:

$$x_1 = \bar{n}_b/t_b ; \quad x_2 = \bar{n}_0/t_0 ; \quad (B.8)$$

$$u^2(x_1) = s_b^2/(m_b t_b^2) ; \quad u^2(x_2) = s_0^2/(m_0 t_0^2) . \quad (B.9)$$

Mit den Ansätzen nach den Gleichungen (B.8) und (B.9) folgen aus den Gleichungen (6) und (9)

$$y = \left(\frac{\bar{n}_b}{t_b} - \frac{\bar{n}_0}{t_0} x_3 \right) \cdot w ; \quad (B.10)$$

$$u(y) = \sqrt{w^2 \cdot (s_b^2/(m_b t_b^2) + x_3^2 s_0^2/(m_0 t_0^2) + (\bar{n}_0/t_0) u^2(x_3)) + y^2 u_{rel}^2(w)} . \quad (B.11)$$

Hier liegt $u^2(x_1)$ nicht als Funktion $h_1^2(x_1)$ von x_1 vor. Deshalb muss $\tilde{u}^2(\eta)$ nach 5.3.3 durch Näherung ermittelt werden, z.B. nach Gleichung (19), wobei als y_1 das aktuelle Ergebnis y benutzt werden kann. Für diesen Zweck ist bei der Berechnung von $\tilde{u}^2(0)$, d.h. für $\eta = 0$, die Varianz s_b^2 durch s_0^2 zu ersetzen.

B.4.3 Verfahren bei bekannten Einflüssen

Ein anderes Vorgehen, das sich bei geringen zufälligen Einflüssen anbietet, beruht auf dem Ansatz

$$s^2 = \bar{n} + \vartheta^2 \bar{n}^2 . \quad (B.12)$$

Der in \bar{n} lineare Term in Gleichung (B.12) folgt aus den Poisson-Verteilungen der Impulsanzahlen N_i bei verschwindenden zufälligen Einflüssen. Diese Einflüsse beschreibt der in \bar{n} quadratische Term unter der Annahme einer für alle Proben und Zählungen konstanten relativen Standardabweichung ϑ der Messabweichungen aufgrund jener Einflüsse. Dieser Einflussparameter ϑ lässt sich durch Zählungen an Referenzproben aus Gleichung (B.12) durch Gleichsetzung mit Gleichung (B.7) berechnen:

$$\vartheta^2 = (s_r^2 - \bar{n}_r) / \bar{n}_r^2 . \quad (B.13)$$

Als Daten der Zählungen an Referenzproben können auch solche an anderen Proben herangezogen werden, die früher, nicht eigens für Referenzzwecke, aber unter ähnlichen Bedingungen wie Referenzproben untersucht worden sind.

Wenn sich $\vartheta^2 < 0$ ergibt, sind der Ansatz und die Daten nicht miteinander verträglich. Dann sollte die Anzahl m_r der Referenzproben vergrößert oder $\vartheta = 0$ gesetzt werden. Auch sollte $\vartheta < 0,2$ sein. Anderenfalls kann nach B.4.2 vorgegangen werden.

Statt Gleichung (B.9) gelten nun mit Gleichung (B.12)

$$u^2(x_1) = (\bar{n}_b + \vartheta^2 \bar{n}_b^2) / (m_b t_b^2) ; \quad u^2(x_2) = (\bar{n}_0 + \vartheta^2 \bar{n}_0^2) / (m_0 t_0^2) . \quad (B.14)$$

Die Fälle $m_b = 1$ und $m_0 = 1$ sind hier zugelassen. Mit $x_1 = \bar{n}_b/t_b$ und Gleichung (B.14) liegt daher $u^2(x_1)$ als Funktion von x_1 vor:

$$u^2(x_1) = h_1^2(x_1) = (x_1/t_b + \vartheta^2 x_1^2) / m_b . \quad (B.15)$$

Die Gleichungen (B.8) und (B.10) bleiben gültig. Weiterhin folgt nach Gleichung (9) mit den Gleichungen (B.8) und (B.14)

$$u(y) = \sqrt{w^2 \cdot (u^2(x_1) + x_3^2 u^2(x_2) + x_2^2 u^2(x_3)) + y^2 u_{rel}^2(w)} . \quad (B.16)$$

Um $\tilde{u}(\eta)$ zu berechnen, werden y durch η ersetzt und Gleichung (B.10) nach $x_1 = \bar{n}_b/t_b$ aufgelöst, was $x_1 = \eta/w + \bar{n}_0 x_3/t_0$ erbringt. Dieses im aktuellen Fall so ermittelte x_1 ist in Gleichung (B.15) einzusetzen und das dadurch gewonnene $u^2(x_1)$ in Gleichung (B.16), was schließlich auf $\tilde{u}(\eta)$ führt (siehe auch B.1 Anmerkung).

Die Bedingung nach Gleichung (17) ist hier zu ersetzen durch die Bedingung

$$k_{1-\beta} \cdot \sqrt{\frac{\vartheta^2}{m_b} + u_{rel}^2(w)} < 1 . \quad (B.17)$$

B.5 Zählende Messungen an Filtern während der Anreicherung radioaktiver Stoffe

B.5.1 Allgemeines

Bei der Überwachung strömender fluider Medien (Gas oder Flüssigkeit, z.B. Fortluft oder Raumluft einer kerntechnischen Anlage oder Wasser) wird fortlaufend eine zählende Messung an einem Filter während der Anreicherung radioaktiver Stoffe aus dem Medium durchgeführt. Die Messung besteht aus einer Folge zeitlich aneinander anschließender Messintervalle gleicher Dauer t . Es wird vorausgesetzt, dass die Halbwertszeit der im Filter angereicherten Nuklide groß ist gegen die Gesamtdauer aller Messintervalle, deren Daten für die folgende Berechnung der charakteristischen Grenzen verwendet werden. Auch wird angenommen, dass der Nulleffekt während dieser Zeit konstant bleibt. Zwei Messgrößen Y sind von Interesse:

- die volumenbezogene Aktivität $A_{V,j}$ der im Messintervall j während der Dauer t vom Medium mitgeführten, im Filter angereicherten und gemessenen radioaktiven Nuklide (Fall a, siehe B.5.2) und
- die Änderung $\Delta A_{V,j}$ der volumenbezogenen Aktivität nach Fall a, verglichen mit der mittleren volumenbezogenen Aktivität $\bar{A}_{V,j}$ aus m vorangegangenen Messintervallen (Fall b, siehe B.5.3).

Es genügt, für die Fälle a und b das Modell nach 5.2 aufzustellen, das die jeweilige Messgröße $Y = A_{V,j}$ bzw. $Y = \Delta A_{V,j}$ als Funktion von Eingangsgrößen X_i beschreibt und die Schätzwerte x_i mit den zugehörigen Standardunsicherheiten $u(x_i)$ der Eingangsgrößen X_i anzusetzen. Alles Weitere erfolgt dann nach 5.2.2, 5.3.2 und Abschnitt 6 und analog zu B.2 und B.3. Ein numerisches Beispiel ist in D.4 beschrieben.

Die Aktivität wird auf das Volumen V des durch das Filter während der Messdauer t strömenden Mediums bezogen. Dieses Volumen V mit der zugehörigen Standardunsicherheit $u(V)$ und ein zu berücksichtigender Kalibrierfaktor ε mit der zugehörigen Standardunsicherheit $u(\varepsilon)$ seien aus Voruntersuchungen bekannt. Es wird angenommen, dass die Effektivität des Filters in ε enthalten ist. Die Standardunsicherheit $u(t)$ der Messdauer t wird vernachlässigt, weil t wesentlich genauer als alle anderen beteiligten Größen gemessen und deshalb als Konstante angesehen werden kann.

B.5.2 Volumenbezogene Aktivität als Messgröße

Im Fall a ist $Y = A_{V,j}$ die Messgröße im Messintervall j . Die Eingangsgrößen X_i werden wie folgt angesetzt: $X_1 = \varrho_j$, $X_2 = \varrho_{j-1}$, $X_5 = \varepsilon$ und $X_7 = V$. Hier ist ϱ_j die Zählrate des Bruttoeffektes im Messintervall j . Weitere Eingangsgrößen kommen nicht vor, sie werden konstant gleich 1 gesetzt. Das Modell lautet nun nach Gleichung (4)

$$Y = A_{V,j} = \frac{X_1 - X_2}{X_5 X_7} = \frac{\varrho_j - \varrho_{j-1}}{\varepsilon V} . \quad (\text{B.18})$$

Wegen des als konstant angenommenen Nulleffektes heben sich dessen Beiträge in der Differenz auf.

Ähnlich wie in 5.2.2 werden die Schätzwerte x_1 und x_2 mit den zugehörigen Standardunsicherheiten $u(x_1)$ bzw. $u(x_2)$ der Eingangsgrößen X_1 bzw. X_2 wie folgt angesetzt, wobei n_j die Anzahl der im Messintervall j registrierten Ereignisse ist:

$$x_1 = r_j = n_j/t ; \quad u^2(x_1) = r_j/t ; \quad (\text{B.19})$$

$$x_2 = r_{j-1} = n_{j-1}/t ; \quad u^2(x_2) = r_{j-1}/t . \quad (\text{B.20})$$

Offensichtlich ist $u(x_1)$ dadurch als Funktion $h_1(x_1)$ von x_1 bekannt, die für die Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze benötigt wird, denn es gilt

$$u(x_1) = \sqrt{r_j/t} = h_1(x_1) = \sqrt{x_1/t} . \quad (\text{B.21})$$

Mit den vorstehenden Ansätzen und $x_3 = 1$ mit $u(x_3) = 0$ sowie $w = 1/(\varepsilon V)$ mit $u_{\text{rel}}^2(w) = u^2(\varepsilon)/\varepsilon^2 + u^2(V)/V^2$ entstehen nun nach 5.2.2 und 5.3.2

$$y = \frac{x_1 - x_2}{x_5 x_7} = \frac{r_j - r_{j-1}}{\varepsilon V} ; \quad (\text{B.22})$$

$$\begin{aligned} u(y) &= \sqrt{w^2 \cdot (u^2(x_1) + u^2(x_2)) + y^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \\ &= \frac{1}{\varepsilon V} \sqrt{\frac{r_j + r_{j-1}}{t} + (r_j - r_{j-1})^2 \left(\frac{u^2(\varepsilon)}{\varepsilon^2} + \frac{u^2(V)}{V^2} \right)} . \end{aligned} \quad (\text{B.23})$$

Mit y ersetzt durch η wird mit den Gleichungen (B.23) und (12)

$$x_1 = r_j = \eta/w + x_2 = \eta \varepsilon V + r_{j-1} ; \quad (\text{B.24})$$

$$\begin{aligned}
\tilde{u}(\eta) &= \sqrt{w^2 \cdot (h_1^2(\eta/w + x_2) + u^2(x_2)) + \eta^2 u_{\text{rel}}^2(w)} \\
&= \sqrt{\frac{(\eta \varepsilon V + x_2)/t + u^2(x_2)}{(\varepsilon V)^2} + \eta^2 \cdot \left(\frac{u^2(\varepsilon)}{\varepsilon^2} + \frac{u^2(V)}{V^2} \right)} \\
&= \sqrt{\frac{\eta \varepsilon V + 2r_{j-1}}{(\varepsilon V)^2 t} + \eta^2 \cdot \left(\frac{u^2(\varepsilon)}{\varepsilon^2} + \frac{u^2(V)}{V^2} \right)}.
\end{aligned} \tag{B.25}$$

B.5.3 Änderung der volumenbezogenen Aktivität als Messgröße

Der Fall b unterscheidet sich von dem in B.4.2 behandelten Fall a lediglich durch eine andere Definition von X_2 . Das Modell lautet

$$\begin{aligned}
Y = \Delta A_{V,j} &= A_{V,j} - \bar{A}_{V,j} = \frac{X_1 - X_2}{X_5 X_7} \\
&= \frac{1}{\varepsilon V} \left(\varrho_j - \varrho_{j-1} - \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m (\varrho_{j-k} - \varrho_{j-k-1}) \right) = \frac{1}{\varepsilon V} \left(\varrho_j - \left(1 + \frac{1}{m}\right) \varrho_{j-1} + \frac{1}{m} \varrho_{j-m-1} \right).
\end{aligned} \tag{B.26}$$

Statt $X_2 = \varrho_{j-1}$ gilt also nun mit $X_1 = \varrho_j$

$$X_2 = \left(1 + \frac{1}{m}\right) \varrho_{j-1} - \frac{1}{m} \varrho_{j-m-1}. \tag{B.27}$$

Daraus folgen

$$x_2 = \left(1 + \frac{1}{m}\right) r_{j-1} - \frac{1}{m} r_{j-m-1}; \quad u^2(x_2) = \left(1 + \frac{1}{m}\right)^2 \frac{r_{j-1}}{t} + \frac{r_{j-m-1}}{m^2 t}. \tag{B.28}$$

Die nach Gleichung (B.28) berechneten Werte x_2 und $u^2(x_2)$ sind in die Gleichungen (B.22) bis (B.25) einzusetzen, um y , $u(y)$ und $\tilde{u}(\eta)$ zu erhalten.

Die Zählraten der Zwischenintervalle $i = j - 2$ bis $j - m$ kommen nicht vor. Sie spielen nur insofern eine Rolle, als bei diesen Messintervallen kein Messeffekt für $\Delta A_{V,i}$ erkannt sein sollte, damit ein linearer Anstieg der Aktivität am Filter vorausgesetzt werden darf.

Das Modell nach Gleichung (B.26) gilt für die Prüfung auf Zunahme der volumenbezogenen Aktivität. Soll auf deren Abnahme geprüft werden, ist $Y = A_{V,j} - A_{V,j}$ als Messgröße anzusetzen, d.h. X_1 und X_2 sind zu vertauschen, damit die Messgröße wie verlangt nichtnegativ wird.

Anhang C (normativ)

Anwendung bei zählenden spektrometrischen Messungen

C.1 Allgemeines

Dieser Normvorschlag kann auch bei zählenden spektrometrischen Messungen angewendet werden, wenn eine einzelne Linie in einem gemessenen Vielkanal-Spektrum zu betrachten und keine Ausgleichsrechnung, z.B. Entfaltung, durchzuführen ist. Zunächst wird die Nettointensität der Linie nach C.1 bis C.3 durch Abtrennung des Untergrundes ermittelt und danach, wenn eine andere Messgröße, z.B. eine Aktivität, zu berechnen ist, weiter nach 5.2 und 5.3 verfahren (siehe C.4).

Ausgewählten Kanälen eines gemessenen Vielkanal-Spektrums – gegebenenfalls können die Kanäle von Kanalbereichen des Spektrums jeweils zu einem Kanal zusammengefasst sein – mit den Inhalten n_i der Kanäle (oder Kanalbereiche) werden die unabhängigen, poissonverteilten Zufallsvariablen N_i ($i = 1, \dots, m$ sowie $i = b$) zugeordnet und deren Erwartungswerten die Eingangsgrößen X_i (siehe G.1). Im Folgenden ist ϑ_i die untere, ϑ'_i die obere Grenze des Kanals i ; ϑ ist z.B. Energie oder Zeit oder eine andere der Kanalnummer zugeordnete kontinuierliche Skalenvariable. Die Kanalbreite $t_i = \vartheta'_i - \vartheta_i$ entspricht t nach G.1. Mit der mittleren spektralen Dichte ϱ_i im Kanal i ist somit

$X_i = \varrho_i t_i$, und $x_i = n_i$ ist Schätzwert von X_i , wozu die Standardunsicherheit $u(x_i) = \sqrt{n_i}$ von X_i gehört. Für $i = b$ repräsentieren N_b und $X_b = \varrho_b t_b$ die zusammengefassten Kanäle einer betrachteten Linie im Spektrum. Messgröße Y mit dem wahren Wert η ist die Nettointensität der Linie, d.h. der Erwartungswert des Nettoinhalts des Kanals $i = b$ (Bereich B , siehe C.2). (Zur zweckmäßigen Festlegung von Kanalbereichen siehe C.3)

Zunächst muss der Untergrund der betrachteten Linie ermittelt werden, wozu auch die Beiträge der Ausläufer störender Linien gerechnet werden. Eine geeignete, die spektrale Dichte des Untergrundes der Linie darstellende Funktion $H(\vartheta; a_1, \dots, a_m)$ mit den Parametern a_k wird so gelegt, dass

$$n_i = \int_{\vartheta_i}^{\vartheta'_i} H(\vartheta; a_1, \dots, a_m) d\vartheta ; \quad (i = 1, \dots, m) , \quad (C.1)$$

woraus die a_k als Funktionen der n_i zu berechnen sind. Der Untergrundbeitrag zur Linie ist dann

$$z_0 = \int_{\vartheta_b}^{\vartheta'_b} H(\vartheta; a_1, \dots, a_m) d\vartheta . \quad (C.2)$$

Die Zufallsvariable Z_0 zum Untergrundbeitrag z_0 ist implizit eine Funktion der Eingangsgrößen X_i , weil z_0 aus den $x_i = n_i$ berechnet wird. Der Modellansatz für die Messgröße Y lautet somit

$$Y = G(X_b, X_1, \dots, X_m) = X_b - Z_0 , \quad (C.3)$$

woraus

$$y = n_b - z_0 ; \quad u^2(y) = n_b + u^2(z_0) ; \quad u^2(z_0) = \sum_{i=1}^m \left(\sum_{k=1}^m \frac{\partial z_0}{\partial a_k} \frac{\partial a_k}{\partial n_i} \right)^2 n_i \quad (C.4)$$

folgen. Die eingeklammerte Summe ist gleich $\partial z_0 / \partial n_i$. Zur Berechnung der Funktion $\tilde{u}^2(\eta)$ wird zunächst der Nettoinhalt η von Kanal b vorgegeben. Dann wird y in Gleichung (C.4) durch η ersetzt. Dadurch kann n_b eliminiert werden, das bei Vorgabe von η nicht vorliegt. Das ergibt $n_b = \eta + z_0$ und

$$\tilde{u}^2(\eta) = \eta + z_0 + u^2(z_0) . \quad (C.5)$$

Aus den Gleichungen (C.4) und (C.5) folgen dann die charakteristischen Grenzen nach Abschnitt 6.

Wenn der in den a_k lineare Ansatz

$$H(\vartheta) = \sum_{k=1}^m a_k \psi_k(\vartheta) \quad (C.6)$$

mit gegebenen Funktionen $\psi_k(\vartheta)$ verwendet wird, ist Gleichung (C.1) ein lineares Gleichungssystem für die a_k . Dadurch hängen die a_k linear und die partiellen Ableitungen in Gleichung (C.4) nicht von den n_i ab. Dann ist

$$u^2(z_0) = \sum_{i=1}^m b_i^2 n_i , \quad (C.7)$$

mit Größen b_i , die nicht von den n_i abhängen. Gleichung (C.7) folgt auch, wenn der Untergrundbeitrag z_0 zur Linie mit geeignet vorgegebenen Koeffizienten b_i linear aus den Kanalgehalten n_i berechnet wird:

$$z_0 = \sum_{i=1}^m b_i n_i . \quad (C.8)$$

C.2 Anwendung je nach Verlauf des Untergrundes

Sollen Ereignisse einer einzelnen Linie mit bekannter Lage im Spektrum nachgewiesen werden, so sind die folgenden Fälle des Untergrundverlaufs als Funktion von ϑ und zugehörigen Ansätze zu unterscheiden:

- Konstanter Untergrund: Ansatz $H(\vartheta) = a_1$ (Konstante, $m = 1$)
- Linearer Untergrund, der häufig bei Gammastrahlung vorausgesetzt werden kann: Ansatz $H(\vartheta) = a_1 + a_2 \vartheta$ (Gerade, $m = 2$)

- c) Schwach gekrümmter Untergrund bei störenden Nachbarlinien: Ansatz $H(\vartheta) = a_1 + a_2\vartheta + a_3\vartheta^2 + a_4\vartheta^3$ (kubische Parabel, $m = 4$)
d) Stark gekrümmter Untergrund, der bei stark überlappenden Linien vorkommt, z.B. bei Alphastrahlung: Ansatz nach Gleichung (C.6)

In den Fällen a, b und c wird im Folgenden vorausgesetzt, dass die SkalenvARIABLE ϑ der Kanalnummer linear zugeordnet ist.

In den Fällen a und b ist es für die Ermittlung des Untergrundes zweckmäßig, drei Kanalbereiche A_1 , B und A_2 , die in dieser Reihenfolge aneinander anschließen, auf folgende Weise festzulegen.

Der Bereich B umfasst alle zur Linie zu rechnenden Kanäle, besitzt den Gesamthalt n_b und die Breite t_b . Kann die Linienform als Gaußkurve mit der Halbwertsbreite h angenommen werden, so ist der Bereich möglichst symmetrisch über die Linie zu legen. Es sollte

$$t_b \approx 2,5 h \quad (C.9)$$

gewählt werden, wenn Schwankungen der Kanaluordnung nicht ausgeschlossen werden können, und auch bei nicht dominierendem Untergrund, z.B. bei ausgeprägten Linien. Bei dominierendem Untergrund ist als günstigste Breite des Bereichs B

$$t_b \approx 1,2 h \quad (C.10)$$

anzusetzen. Der Bereich B überdeckt dann etwa den Anteil $f = 0,84$ der Linienfläche (siehe auch C.4). Allgemein ist $f = 2\Phi(v\sqrt{2\ln 2}) - 1$, wenn $t_b = v h$ mit einem Faktor v angesetzt wird.

Die Halbwertsbreite h ist grundsätzlich aus dem Auflösungsvermögen der Messeinrichtung oder unter gleichen Messbedingungen mittels einer Referenzprobe, die die zu untersuchende Linie genügend stark emittiert, oder aus Nachbarlinien mit vergleichbarer Form und Breite zu ermitteln. Der Bereich B muss eine ganze Zahl von Kanälen umfassen, deshalb ist t_b dahingehend aufzurunden.

Die an den Bereich B unterhalb und oberhalb anschließenden Bereiche A_1 und A_2 müssen nur im Fall b von gleicher Breite $t = t_1 = t_2$ festgelegt werden. Ihre Gesamtbreite $t_0 = t_1 + t_2 = 2t$ ist möglichst groß zu wählen, aber nur höchstens so groß, dass der Verlauf des Untergrundes über alle Bereiche noch als näherungsweise konstant (Fall a) bzw. linear (Fall b) angesehen werden kann. n_1 und n_2 sind die Gesamtkanalhalte der Bereiche A_1 bzw. A_2 , weiterhin ist $n_0 = n_1 + n_2$.

Dann ergeben sich für die Fälle a und b:

$$z_0 = c_0 n_0 ; \quad u^2(z_0) = c_0^2 n_0 ; \quad c_0 = t_b / t_0 . \quad (C.11)$$

$\tilde{u}^2(\eta)$ folgt aus Gleichung (C.5).

Im Fall c sind stattdessen fünf Kanalbereiche A_1 , A_2 , B , A_3 und A_4 in dieser Reihenfolge aneinander anschließend wie oben beschrieben mit gleicher Breite t der Bereiche A_i festzulegen (siehe Bild C.1). Mit der Summe $n_0 = n_1 + n_2 + n_3 + n_4$ der Gesamtkanalhalte n_i der Bereiche A_i und deren Gesamtbreite $t_0 = 4t$ sowie mit der Hilfsgröße $n'_0 = n_1 - n_2 - n_3 + n_4$ gelten dann

$$\begin{aligned} z_0 &= c_0 n_0 - c_1 n'_0 ; \quad u^2(z_0) = (c_0^2 + c_1^2) n_0 - 2c_0 c_1 n'_0 ; \\ c_0 &= t_b / t_0 ; \quad c_1 = c_0 \cdot (4/3 + 4c_0 + 8c_0^2/3) / (1 + 2c_0) \end{aligned} \quad (C.12)$$

und $\tilde{u}^2(\eta)$ folgt aus Gleichung (C.5). Zwei numerische Beispiele zu Fall c sind in D.5 behandelt.

Im Fall d sind auf gleiche Weise m Bereiche A_i aneinander anschließend festzulegen, wovon je etwa die Hälfte unterhalb und oberhalb des Bereichs B anzuordnen sind. Die Bereiche A_i brauchen nicht die gleiche Breite aufzuweisen. Als Funktionen $\psi_k(\vartheta)$ sind zum Teil wie oben die Potenzfunktionen ϑ^{k-1} , aber auch, soweit möglich und bekannt, die funktionalen Verläufe der zu berücksichtigenden störenden Nachbarlinien anzusetzen. Danach ist nach C.1 zu verfahren und $\tilde{u}^2(\eta)$ folgt wieder aus Gleichung (C.5).

Nachdem in allen Fällen $\tilde{u}^2(\eta)$ nach (C.5) berechnet ist, ergeben sich damit, mit Gleichung (C.4) und nach Abschnitt 6 die charakteristischen Grenzen.

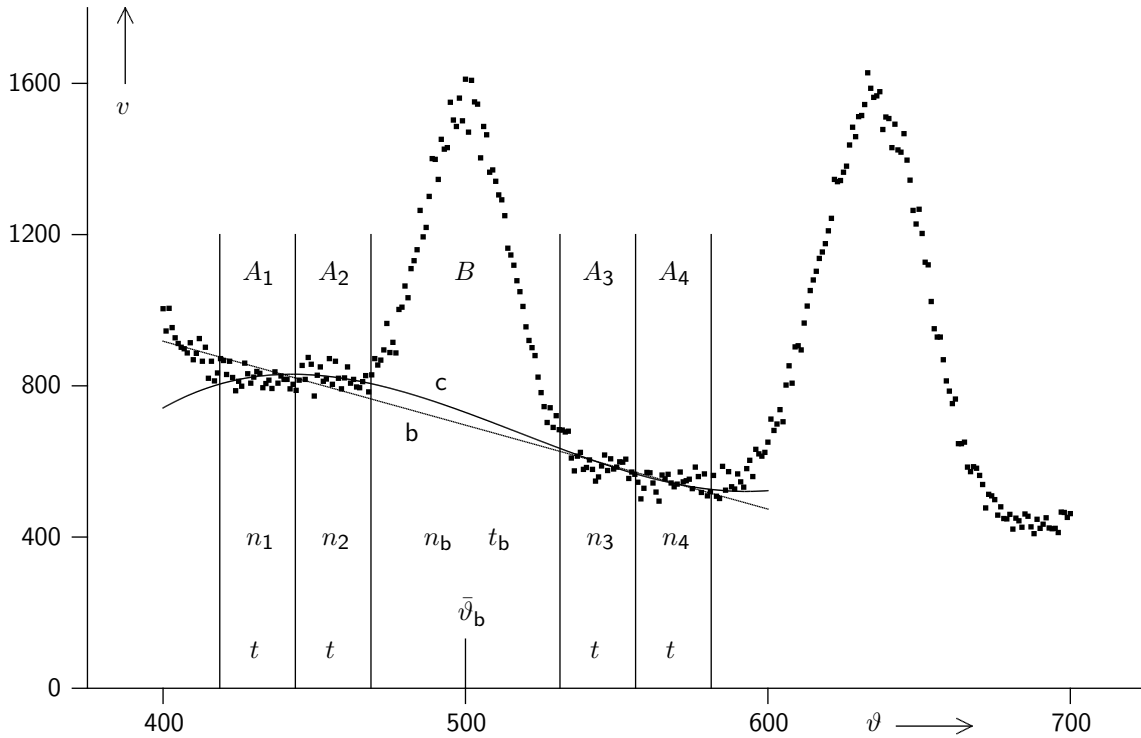


Bild C.1: Anordnung der Kanalbereiche zur Ermittlung des Untergrundes einer Linie

Schema der Anordnung der Kanalbereiche A_i ($i = 1,2,3,4$) im Vielkanal-Spektrum zur Ermittlung eines schwach gekrümmten Untergrundes einer Linie im Bereich B (Fall c). Die Bereiche A_i haben den Inhalt n_i und die gleiche Breite t , Bereich B hat den Inhalt n_b und die Breite $t_b = 2,5h$ mit der Halbwertsbreite h . Die Abszisse ϑ ist der Kanalnummer zugeordnet, z.B. Energie oder Zeit, und $\bar{\vartheta}_b$ ist ihr Wert in der Mitte des Bereiches B . Die Ordinate v bezeichnet den Zählwert der einzelnen Kanäle. Bei konstantem oder linearem Untergrund werden nur zwei Bereiche A'_i in der Anordnung A'_1, B, A'_2 benötigt (Fälle a und b). Gerade b und kubische Parabel c stellen die nach C.3 für die Fälle b bzw. c ermittelten Verläufe des Untergrundes der Linie im Spektrum dar. Für Fall b wurden die Bereiche A_1 und A_2 zu A'_1 mit der Breite $2t$ sowie entsprechend die Bereiche A_3 und A_4 zu A'_2 zusammengefasst. Gerade b erfüllt die Chiquadrat-Bedingung nicht (siehe dazu D.5).

C.3 Festlegung der Bereiche zur Ermittlung des Untergrundes

Die Festlegung der Bereiche A_i zur Ermittlung des Untergrundes kann über eine Prüfung erfolgen, ob der Verlauf des Untergrundes in den Bereichen durch die Funktion $H(\vartheta)$ darstellbar ist. Zu diesem Zweck wird mit der Gesamtanzahl $M > m$ aller einzelnen Kanäle der Bereiche A_i , mit dem Zählwert v_j des Kanals j ($j = 1, \dots, M$) dieser Bereiche, mit dem der Mitte des Kanals j zugeordneten Wert $\bar{\vartheta}_j$ der SkalenvARIABLE ϑ sowie mit der Kanalbreite $\Delta\vartheta_j$ die Prüfgröße

$$\chi^2 = \sum_{j=1}^M \frac{(H(\bar{\vartheta}_j; a_1, \dots, a_m) \Delta\vartheta_j - v_j)^2}{v_j + 1} \quad (\text{C.13})$$

gebildet und dann festgestellt, ob

$$|\chi^2 - M + m| \leq k_{1-\delta/2} \sqrt{2(M - m)} \quad (\text{C.14})$$

ist. Als Fehlerwahrscheinlichkeit wird $\delta = 0,05$ empfohlen. Ist die Chiquadrat-Bedingung nach Gleichung (C.14) für die Verträglichkeit der Funktion $H(\vartheta)$ mit dem gemessenen Verlauf des Untergrundes in den Bereichen A_i des Spektrums erfüllt oder nicht erfüllt, so sind die Bereiche A_i und damit M zu vergrößern bzw. zu verkleinern und die Prüfung so lange zu wiederholen, bis maximale mit der Bedingung noch verträgliche Bereiche gefunden sind.

Werden Funktionswerte $H(\vartheta)$ in den Bereichen A_i und B negativ, so ist das Verfahren in der hier beschriebenen Form nicht anwendbar. Zum Nenner $v_j + 1$ in Gleichung (C.13) siehe unter Gleichung (G.1).

In den Fällen a bis c kann die Funktion $H(\vartheta)$ explizit angegeben werden:

$$\text{Fall a) } H(\vartheta) = \frac{n_0}{t_0} ; \quad (\text{C.15})$$

$$\text{Fall b) } H(\vartheta) = \frac{n_0}{t_0} + \frac{4(n_2 - n_1)(\vartheta - \bar{\vartheta}_b)}{t_0(2t_b + t_0)} ; \quad (\text{C.16})$$

$$\text{Fall c) } H(\vartheta) = a_1 + a_2(\vartheta - \bar{\vartheta}_b) + a_3(\vartheta - \bar{\vartheta}_b)^2 + a_4(\vartheta - \bar{\vartheta}_b)^3 . \quad (\text{C.17})$$

Dabei ist $\bar{\vartheta}_b$ der der Mitte des Bereichs B zugeordnete Wert von ϑ . Weiterhin sind

$$\begin{aligned} a_1 &= \frac{n_0}{t_0} - \frac{4n'_0(t_b^2 + t_b t_0 + t_0^2/3)}{t_0^2(2t_b + t_0)} ; & a_2 &= 16 \frac{n_3 - n_2}{t_0(4t_b + t_0)} - \frac{a_4((2t_b + t_0)^2 + (2t_b)^2)}{32} ; \\ a_3 &= \frac{16n'_0}{t_0^2(2t_b + t_0)} ; & a_4 &= 256 \frac{(n_4 - n_1)(4t_b + t_0) - (n_3 - n_2)(4t_b + 3t_0)}{t_0^2(4t_b + t_0)(4t_b + 2t_0)(4t_b + 3t_0)} . \end{aligned} \quad (\text{C.18})$$

Als numerisches Beispiel zeigt Bild C.1 den Ausschnitt eines Vielkanal-Spektrums, das mittels eines NaI-Detektors registriert wurde, mit den Verläufen des Untergrundes, die nach den Fällen b und c berechnet wurden. Weiteres dazu siehe D.5.2.

C.4 Weiterführende Anwendung

Häufig ist aus der nach C.1 und C.2 gewonnenen Nettointensität der Linie im Verein oder Vergleich mit weiteren Größen (z.B. Kalibrier-, Korrektions- oder Einflussgrößen oder Umrechnungsfaktoren wie Probenmasse, Emissions- oder Ansprechwahrscheinlichkeit) eine andere interessierende Messgröße zu berechnen. Das kann z.B. eine (volumenbezogene) Aktivität sein oder der Quotient der Nettointensität der Linie und der Nettointensität einer Referenzlinie im selben Spektrum oder der Nettointensität derselben Linie in einem Referenzspektrum. In solchen Fällen ist im Anschluss an die Berechnungen nach C.1 und C.2 im Wesentlichen nach 5.2 und 5.3 wie folgt vorzugehen.

In 5.2 und 5.3 kommen die interessierende Messgröße Y und die Eingangsgrößen X_i vor. Sie sind nach den folgenden Gleichungen anzusetzen, wobei jeweils auf der linken Seite eine der vorgenannten Größen und auf der rechten Seite die entsprechende Größe nach C.1 steht.

Ist Y eine (volumenbezogene) Aktivität oder analoge Größe, so werden $X_1 = X_b$ und $X_2 = Z_0$ und $X_3 = 1$ sowie $x_5 = 1$ oder 0,84 und $u(x_5) = 0$, wenn Gleichung (C.9) bzw. (C.10) verwendet wird, und weitere Eingangsgrößen X_i als Umrechnungsfaktoren angesetzt.

Ist $Y = Y_1/Y_2$ der Quotient der nach C.1 und C.2 ermittelten Nettointensität Y_1 einer Linie und der ebenso ermittelten Nettointensität Y_2 einer Referenzlinie in demselben oder einem anderen Spektrum, so werden $X_1 = Y_1$ und $X_2 = 0$ und $X_5 = Y_2$ angesetzt.

Zur Korrektur einer spektrometrischen Überlagerung der interessierenden Linie durch eine störende Linie L gleicher Energie eines anderen Nuklids ist ähnlich wie im vorangehenden Absatz zu verfahren. Dann ist $X_1 = Y_1$ die Netto-Intensitätssumme beider Linien und $X_2 = Y_2$ die Nettointensität einer als Referenz dienenden Linie des störenden Nuklids. Unter der Voraussetzung, dass das Spektrum dieses Nuklids frei von der interessierenden Linie gesondert gemessen werden kann, z.B. an einer Blindprobe, sind zwei Fälle zu unterscheiden. Im ersten Fall dient die störende Linie L selbst als Referenz. Dann sind $x_3 = t_1/t_2$ und $u(x_3) = 0$ für X_3 anzusetzen, wobei t_1 und t_2 die Messdauern der Spektren sind. Im zweiten Fall dient eine andere Linie L' des störenden Nuklids im zu untersuchenden Spektrum als Referenz. Dann müssen die Nettointensitäten i und i' der Linien L bzw. L' und die zugehörigen Standardunsicherheiten $u(i)$ und $u(i')$ aus dem gesondert gemessenen Spektrum ermittelt werden und es sind anzusetzen

$$x_3 = \frac{i}{i'} ; \quad u^2(x_3) = x_3^2 \cdot \left(\frac{u^2(i)}{i^2} + \frac{u^2(i')}{i'^2} \right) . \quad (\text{C.19})$$

Anhang D

(informativ)

Anwendungsbeispiele

D.1 Allgemeines

Dieser Anhang D enthält numerische Beispiele zu den in den normativen Anhängen B und C behandelten Anwendungen. Auf die bei den Berechnungen benutzten Gleichungen wird jeweils verwiesen. In allen Beispielen wurden zuerst y , $u(y)$ und $\tilde{u}(\eta)$ ermittelt und danach die charakteristischen Grenzen sowie der beste Schätzwert der Messgröße mit der zugehörigen Standardunsicherheit nach den in Abschnitt 6 oder A.5 bis A.8 angegebenen Gleichungen sowie unter Anwendung von Anhang E berechnet.

Die Daten in den Tabellen D.1 bis D.4 sind oft mit mehr Stellen als sinnvoll angegeben, damit die Rechnungen auch mit höherer Genauigkeit nachvollzogen und verifiziert werden können, insbesondere bei der Entwicklung von Rechenprogrammen. Auch einige komplizierter zu berechnende Zwischenwerte sind für Kontrollzwecke angegeben.

D.2 Beispiel 1: Messung der flächenbezogenen Aktivität mittels Wischtest

D.2.1 Zählende Messung

Bei der Untersuchung einer Oberflächenkontamination mittels Wischtest ist die Messgröße Y die flächenbezogene Aktivität A_F . Dafür sollen die charakteristischen Grenzen, der beste Schätzwert und die zugehörige Standardunsicherheit berechnet werden. Das Modell der Auswertung lautet in diesem Fall nach Gleichung (4)

$$Y = A_F = \frac{X_1 - X_2}{X_5 X_7 X_9} = \frac{\varrho_b - \varrho_0}{F \kappa \varepsilon} \quad (\text{D.1})$$

Dabei sind $X_1 = \varrho_b$ und $X_2 = \varrho_0$ die Zählraten des Bruttoeffektes bzw. Nulleffektes, $X_5 = F$ die gewischte Fläche, $X_7 = \kappa$ die Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors und $X_9 = \varepsilon$ der Entnahmefaktor beim Wischen, d.h. der Bruchteil der abwischbaren Aktivität für das Material der zu untersuchenden Oberfläche.

Nach zählenden Messungen des Bruttoeffektes und des Nulleffektes mit den Messdauern t_b bzw. t_0 liegen die Anzahlen n_b bzw. n_0 der jeweils registrierten Ereignisse vor. Damit werden für die Zählraten $X_1 = \varrho_b$ und $X_2 = \varrho_0$ nach 5.2.2 die Schätzwerte $x_1 = r_b = n_b/t_b$ mit $u^2(x_1) = n_b/t_b^2 = r_b/t_b$ bzw. $x_2 = r_0 = n_0/t_0$ mit $u^2(x_2) = n_0/t_0^2 = r_0/t_0$ angesetzt. Die Messungen seien unter Zeitvorwahl erfolgt.

Die Nachweiswahrscheinlichkeit $\kappa = 0,31$ des Detektors wurde mit einem Kalibrierstrahler mit einer zertifizierten relativen Standardunsicherheit von 5 % ermittelt. Unter der Annahme, dass der statistische Anteil der Messunsicherheit der Messung der Nachweiswahrscheinlichkeit vernachlässigbar ist, ergibt sich somit $u(\kappa) = 0,0155$.

Aus früheren Messungen sei bekannt, dass der Entnahmefaktor ε des Wischtests zufällig zwischen 0,06 und 0,62 liegt. Daraus ergeben sich der mittlere Schätzwert $\varepsilon = 0,34$ und unter Ansatz einer Rechteckverteilung über den Bereich der möglichen Werte von ε mit der Breite $\Delta\varepsilon = 0,56$ die zugehörige Standardunsicherheit $u(\varepsilon) = \Delta\varepsilon/\sqrt{12} = 0,16$ (siehe 5.2.2, vorletzter Absatz).

Die relative Standardunsicherheit der gewischten Fläche $F = 100 \text{ cm}^2$ wird aus Erfahrung mit 10 % angesetzt, woraus $u(F) = 10 \text{ cm}^2$ folgt.

Zu den Eingangsdaten, Vorgaben, einigen Zwischenwerten und Ergebnissen siehe Tabelle D.1. Die Ergebnisse wurden nach 5.2.2, 5.3.2 und Abschnitt 6 berechnet. Insbesondere wurden für y , $u(y)$ und $\tilde{u}(\eta)$ die Gleichungen (6), (9) bzw. (14) verwendet. Dabei sind $x_3 = 1$ und $u(x_3) = 0$ zu setzen, weil X_3 im Modell nicht vorkommt. Einige Standardunsicherheiten sind in Tabelle D.1 nicht angegeben, weil sie nicht explizit für die Gleichungen benötigt werden.

In Tabelle D.1 sind in der vorletzten Spalte auch die Erkennungsgrenze und Nachweisgrenze in Klammern aufgeführt, die sich nach Gleichung (16) ergeben, wenn die zählenden Messungen als unter Impulsvorwahl erfolgt angesehen werden. Alle übrigen Ergebnisse hängen davon nicht ab.

D.2.2 Messung mit Ratemeter

Die Messung der Zählrate kann auch mittels eines Ratemeters erfolgen. Siehe hierzu B.3. Im Gegensatz zu D.2.1 gelten hier $u^2(x_1) = r_b/(2\tau_b)$ und $u^2(x_2) = r_0/(2\tau_0)$. In Tabelle D.1 sind die Eingangsdaten der Ratemeter-Messung fiktiv so gewählt, dass das primäre Messergebnis y gegenüber der zählenden Messung fast unverändert ist. Die Dämpfungszeitkonstanten beeinflussen die Erkennungsgrenze und die Nachweisgrenze stark. Sie sind mit $\tau_b = \tau_0 = 15 \text{ s}$ zu klein gewählt und machen dadurch das Messverfahren für den Messzweck ungeeignet, weil $y^* > y_r$. Die Wahl $\tau_b = \tau_0 = 20 \text{ s}$ würde hier bereits Abhilfe schaffen.

Tabelle D.1: Eingangsdaten, Zwischenwerte und Ergebnisse zu Beispiel 1

Eingangsdaten und Vorgaben			
Größe	Symbol	Wert	Standard-unsicherheit
Zählende Messung, Bruttoeffekt:			
Anzahl registrierter Ereignisse	n_b	2591	
Messdauer	t_b	360 s	vernachlässigt
Zählende Messung, Nulleffekt:			
Anzahl registrierter Ereignisse	n_0	41782	
Messdauer	t_0	7200 s	vernachlässigt
Ratemeter-Messung, Bruttoeffekt:			
Zählrate	r_b	7,20 s ⁻¹	
Dämpfungszeitkonstante	τ_b	15 s	nicht benötigt
Ratemeter-Messung, Nulleffekt:			
Zählrate	r_0	5,80 s ⁻¹	
Dämpfungszeitkonstante	τ_0	15 s	nicht benötigt
gewischte Fläche	F mit $u(F)$	100 cm ²	10 cm ²
Nachweiswahrscheinlichkeit	κ mit $u(\kappa)$	0,31	0,0155
Entnahmefaktor	ε mit $u(\varepsilon)$	0,34	0,16
Wahrscheinlichkeiten	α, β, γ	0,05	–
Richtwert	η_r	0,5 Bq cm ⁻²	–
Zwischenwerte			
Größe und Berechnung		Wert ¹⁾	Wert ²⁾
$w = 1/(F\kappa\varepsilon)$ nach Gleichung (7)			0,0949 cm ⁻²
$u_{rel}^2(w) = u^2(F)/F^2 + u^2(\kappa)/\kappa^2 + u^2(\varepsilon)/\varepsilon^2$ nach Gleichung (10)			0,2340
$\omega = \Phi(y/u(y))$ nach Gleichung (E.1)		0,9784	0,9309
$p = \omega \cdot (1 - \gamma/2)$		0,9539	0,9076
$q = 1 - \omega\gamma/2$		0,9755	0,9767
k_p nach Gleichung (E.2)		1,6843	1,3262
k_q nach Gleichung (E.2)		1,9623	1,9904
Ergebnisse			
Größe	Messgröße : Symbol	Y Symbol	A_F ¹⁾ A_F ²⁾ Wert in Bq cm ⁻²
primäres Messergebnis		y	0,1323 0,1328
Standardunsicherheit zu y		$u(y)$	0,0654 0,0896
Erkennungsgrenze		y^*	0,0203 (0,0183) 0,0970
Messeffekt erkannt ?		$y > y^* ?$	ja ja
Nachweisgrenze		η^*	0,1126 (0,1033) 0,5521
Messverfahren für Messzweck geeignet ?		$\eta^* \leq \eta_r ?$	ja nein
untere Vertrauensgrenze		η_u	0,0221 0,0140
obere Vertrauensgrenze		η_o	0,2611 0,3112
bester Schätzwert der Messgröße		z	0,1357 0,1456
Standardunsicherheit zu z		$u(z)$	0,0617 0,0785
1) Zählende Messung mit Zeitvorwahl. In Klammern: veränderte Werte durch äquivalente zählende Messung mit Impulsvorwahl			
2) Ratemeter-Messung			

D.3 Beispiel 2: Messung der massenbezogenen Aktivität von ^{90}Sr nach chemischer Abtrennung

D.3.1 Unbekannter Einfluss der Probenbehandlung

Eine Bodenkontamination mit ^{90}Sr kann durch chemische Abtrennung dieses Nuklids und anschließende Messung der Strahlung des Betazerfalls von ^{90}Sr über ^{90}Y nach ^{90}Zr untersucht werden. (Eine mögliche Beeinflussung der Messung durch ^{89}Sr wird hier vernachlässigt.) Messgröße Y ist die massenbezogene Aktivität A_M , wofür die charakteristischen Grenzen, der beste Schätzwert und die zugehörige Standardunsicherheit berechnet werden sollen. Die Messung ist aufgrund der Probenbehandlung durch die chemische Abtrennung zufallsbedingt beeinflusst. Deshalb ist nach B.4 vorzugehen. Um den Einfluss zu erfassen und zu vermindern, werden mehrere gleichartige Bodenproben, Blindproben und nötigenfalls auch Referenzproben gesondert untersucht und die einzelnen Ergebnisse anschließend jeweils gemittelt und hinsichtlich der Messunsicherheit analysiert.

Das Modell der Auswertung lautet in diesem Fall nach Gleichung (4)

$$Y = A_M = \frac{X_1 - X_2}{X_5 X_7 X_9} = \frac{\bar{v}_b - \bar{v}_0}{M \kappa \varepsilon} . \quad (\text{D.2})$$

Dabei sind $X_1 = \bar{v}_b$ und $X_2 = \bar{v}_0$ die mittleren Zählraten der einzelnen zu untersuchenden Proben bei der Messung des Bruttoeffektes bzw. der Blindproben bei der Messung des Nulleffektes. $X_5 = M$ ist die für alle Proben, Blindproben und Referenzproben identisch angesetzte Masse, $X_7 = \kappa$ die Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors bei der zählenden Messung der Betastrahlung in der aktuellen Messgeometrie und $X_9 = \varepsilon$ der Ausbeutefaktor der ^{90}Sr -Abtrennung. Gleichung (D.2) unterscheidet sich formal zwar nicht von Gleichung (D.1), jedoch durch andere Interpretation der Größen X_i und im Wesentlichen durch die Mittelung der Zählraten.

Nach zählenden Messungen des Bruttoeffektes an m_b zu untersuchenden Proben und des Nulleffektes an m_0 Blindproben unter Vorwahl der Messdauern t_b bzw. t_0 liegen die nach Gleichung (B.7) jeweils gemittelten Anzahlen \bar{n}_b bzw. \bar{n}_0 der registrierten Ereignisse vor. Daraus folgen für die mittleren Zählraten $X_1 = \bar{v}_b$ und $X_2 = \bar{v}_0$ nach Gleichung (B.8) zunächst die Schätzwerte $x_1 = \bar{n}_b/t_b$ bzw. $x_2 = \bar{n}_0/t_0$. Weiterhin sind nach Gleichung (B.7) die empirischen Varianzen s_b^2 bzw. s_0^2 der einzelnen Zählergebnisse zu bilden, was nach Gleichung (B.9) die zu den Schätzwerten der Zählraten gehörenden Quadrate der Standardunsicherheiten $u^2(x_1) = s_b^2/(m_b t_b^2)$ bzw. $u^2(x_2) = s_0^2/(m_0 t_0^2)$ erbringt. Mit diesen sind dann für die Messgröße $Y = A_M$ der Schätzwert y und die zugehörige Standardunsicherheit $u(y)$ nach 5.2.2 und insbesondere nach den Gleichungen (6) bzw. (9) zu berechnen. Es sind $x_3 = 1$ und $u(x_3) = 0$ zu setzen, weil X_3 im Modell nicht vorkommt. Anschließend können nach 6.4 und 6.5 die Vertrauensgrenzen, der beste Schätzwert z und die zugehörige Standardunsicherheit $u(z)$ berechnet werden, wegen $y \geq 4u(y)$ in diesem Beispiel als Näherungen nach den Gleichungen (29) bzw. (32).

Der nächste Schritt gilt der Funktion $\tilde{u}^2(\eta)$. Die Standardunsicherheit $u(x_1)$ liegt nicht als Funktion $h_1(x_1)$ vor. Jedoch kann die Interpolation nach Gleichung (19) verwendet werden. Dafür wird aber $\tilde{u}^2(0)$ benötigt und wie folgt gewonnen: In Gleichung (9) wird $y = \eta = 0$ gesetzt, was zunächst $\tilde{u}^2(0) = w^2 \cdot (u^2(x_1) + u^2(x_2))$ ergibt. Weiterhin ist für $\eta = 0$ nach 5.3.2 die Varianz s_b^2 durch s_0^2 zu ersetzen. Das führt mit Gleichung (B.9) auf $u^2(x_1) = s_0^2/(m_b t_b^2)$ und schließlich auf

$$\tilde{u}^2(0) = w^2 s_0^2 \cdot (1/(m_b t_b^2) + 1/(m_0 t_0^2)) . \quad (\text{D.3})$$

Die Erkennungsgrenze folgt dann aus Gleichung (21) und die Nachweisgrenze mit der Interpolation nach Gleichung (19) aus den Gleichungen (22) oder (25).

Zu den Eingangsdaten, Vorgaben, einigen Zwischenwerten und Ergebnissen siehe Tabelle D.2. (Die dort eingeklammerten Werte sowie die Ergebnisse in der letzten Spalte gehören zu D.3.2.) Der Richtwert ist einer Richtlinie zur Überwachung der Umweltradioaktivität entnommen.

D.3.2 Bekannter Einfluss der Probenbehandlung

Manchmal ist der zufällige Einfluss der Probenbehandlung aus früheren Messungen bereits bekannt, nämlich durch Messungen an Referenzproben oder an anderen Proben, die den aktuellen Proben ähnlich sind und zwar nicht eigens für Referenzzwecke, aber unter ähnlichen Bedingungen untersucht worden sind, sodass sie als Referenzproben angesehen werden können.

In diesem Fall kann auch nach den Gleichungen in B.4.3 vorgegangen werden. Zu den Daten der Beispielrechnung siehe ebenfalls Tabelle D.2. Um einen Vergleich mit D.3.1 zu ermöglichen, wurden dieselben Eingangsdaten wie dort verwendet, außerdem die Zählergebnisse der Referenzproben in Klammern. Im Unterschied zu D.3.1 ist hier nach Gleichung (B.15) die Varianz $u^2(x_1)$ als Funktion $h_1^2(x_1)$ von x_1 bekannt. Um $\tilde{u}^2(\eta)$ zu gewinnen, sind in Gleichung (B.16) erst y durch η und dann $u^2(x_1)$ und $u^2(x_2)$ durch die Ausdrücke nach den Gleichungen (B.15) bzw. (B.14) zu ersetzen, sodass mit $x_1 = \eta/w + x_2$ und ϑ^2 nach Gleichung (B.13)

$$\tilde{u}^2(\eta) = w^2 \cdot ((x_1/t_b + \vartheta^2 x_1^2)/m_b + (x_2/t_0 + \vartheta^2 x_2^2)/m_0) + \eta^2 u_{\text{rel}}^2(w) . \quad (\text{D.4})$$

Die in Tabelle D.2 aufgeführten Ergebnisse zu D.3.1 und D.3.2 stimmen, wie es erwartet werden muss, im Wesentlichen überein. Für den Einflussparameter ϑ ergibt sich der nach B.4.3 akzeptable Wert $0,1377 < 0,2$. Die Erkennungsgrenze und die Nachweisgrenze sind im Fall D.3.1 etwas kleiner als bei D.3.2, was auf die zusätzliche Information aus den Referenzproben zurückgeführt werden kann.

Tabelle D.2: Eingangsdaten, Zwischenwerte und Ergebnisse zu Beispiel 2

Eingangsdaten und Vorgaben				
Größe	Symbol	Wert (in Klammern für D.3.2)		
Anzahl der Proben, Blindproben und Referenzproben	m_b, m_0, m_r	5, 5, (20)		
Anzahlen registrierter Ereignisse:				
Proben (Bruttoeffekt)	$n_{b,i}$	1832, 2259, 2138, 2320, 1649		
Blindproben (Nulleffekt)	$n_{0,i}$	966, 676, 911, 856, 676		
Referenzproben	$n_{r,i}$	(74349, 67939, 88449, 83321, 66657, 64094, 74348, 93576, 56402, 66785, 78194, 69221, 63965, 70503, 74220, 97422, 74476, 71784, 68235, 74989)		
			Standard-unsicherheit	
Messdauern (generell)	t_b, t_0, t_r	30000 s	vernachlässigt	
Probenmasse (generell)	M mit $u(M)$	0,100 kg	0,001 kg	
Nachweiswahrscheinlichkeit	κ mit $u(\kappa)$	0,51	0,02	
Ausbeutefaktor der ⁹⁰ Sr-Abtrennung	ε mit $u(\varepsilon)$	0,57	0,04	
Wahrscheinlichkeiten	α, β, γ	0,05	–	
Richtwert	η_r	0,5 Bq kg ⁻¹	–	
Zwischenwerte				
Größe und Berechnung	Symbol	Wert (in Klammern für D.3.2)		
Nach Gleichung (B.7) Mittelwerte und empirische Standardabweichungen	$\bar{n}_b, \bar{n}_0, \bar{n}_r$ s_b, s_0, s_r	2039,6; 817,00; (73946,5) 288,14; 134,46; (10185,0)		
Einflussparameter nach Gleichung (B.13)	$\vartheta = ((s_r^2 - \bar{n}_r) / \bar{n}_r^2)^{1/2}$	(0,1377)		
Ergebnisse	Messgröße :	Y	A_M (D.3.1)	A_M (D.3.2)
Größe	Symbol	Wert in Bq kg ⁻¹		
primäres Messergebnis	y	1,4019	1,4019	
Standardunsicherheit zu y	$u(y)$	0,1987	0,1942	
Erkennungsgrenze	y^*	0,1604	0,1384	
Messeffekt erkannt ?	$y > y^* ?$	ja	ja	
Nachweisgrenze	η^*	0,3786	0,3053	
Messverfahren für Messzweck geeignet ?	$\eta^* \leq \eta_r ?$	ja	ja	
untere Vertrauensgrenze	η_u	1,0124	1,0213	
obere Vertrauensgrenze	η_o	1,7914	1,7825	
bester Schätzwert der Messgröße	z	1,4019	1,4019	
Standardunsicherheit zu z	$u(z)$	0,1987	0,1942	

D.4 Beispiel 3: Messung der volumenbezogenen Aktivität und deren Zunahme während der Anreicherung auf einem Filter

Ein radiochemisches Laboratorium arbeite ausschließlich mit ^{131}I . Gesetzlichen Vorgaben zufolge soll die volumenbezogene Aktivität der Abluft den Wert 20 Bq m^{-3} nicht überschreiten dürfen. Um die Einhaltung dieser Bedingung zu überwachen, wird ein Teil der Abluft durch ein Filter geleitet. Die Aktivität des Filters wird fortlaufend in Messintervallen der Dauer t mit einem zählenden Messinstrument gemessen. Es liegt also ein Fall nach B.5 vor. Als Messgröße Y interessiert einerseits die volumenbezogene Aktivität $A_{V,j}$ der Abluft während des Messintervalls j (siehe B.5.2) und andererseits auch die Zunahme $\Delta A_{V,j}$ der volumenbezogenen Aktivität $A_{V,j}$ im Vergleich zur mittleren volumenbezogenen Aktivität $\bar{A}_{V,j}$ aus m vorangegangenen Messintervallen (siehe B.5.3). Dafür sollen jeweils die charakteristischen Grenzen, der beste Schätzwert und die zugehörige Standardunsicherheit berechnet werden.

Das Modell für die volumenbezogene Aktivität $A_{V,j}$ ist in Gleichung (B.18) angegeben, das Modell für die Zunahme $\Delta A_{V,j}$ der volumenbezogenen Aktivität in Gleichung (B.26). Sie unterscheiden sich formal nicht voneinander, es wird lediglich im letzteren Fall X_2 nach Gleichung (B.27) anders aufgefasst und angesetzt.

Zu allen Eingangsdaten, Vorgaben, einigen Zwischenwerten und Ergebnissen siehe Tabelle D.3. Es liegen die Anzahlen n_j von 26 Messintervallen von $j = 0$ bis 25 vor. Das Messintervall $j = 25$ soll untersucht werden. Deshalb wird $m = 24$ gesetzt und es werden nur die Anzahlen n_j für $j = 25, 24$ und 0 benötigt, die zugehörigen Standardunsicherheiten $u(n_j) = \sqrt{n_j}$ jedoch nicht explizit. Zu den Ansätzen der Werte x_1 und $u^2(x_1)$ für X_1 sowie x_2 und $u^2(x_2)$ für X_2 siehe B.5. Als Richtwert η_r für $A_{V,j}$ wurde 2 Bq m^{-3} angesetzt, um volumenbezogene Aktivitäten von wenigstens 10 % der gesetzlichen Vorgabe noch erkennen zu können. Für $\Delta A_{V,j}$ wurde der Richtwert $\eta_r = 0,2 \text{ Bq m}^{-3}$ gewählt, um rechtzeitig technische Maßnahmen zur Verminderung der volumenbezogenen Aktivität unter 10 % der gesetzlichen Vorgabe einleiten zu können. Die Ergebnisse wurden aufgrund der genannten Modelle nach Anhang A und B.5, insbesondere unter Verwendung der Gleichungen (B.18) bis (B.28) berechnet. Bei $Y = A_{V,25}$ in B.5.2 wurden wegen $y \geq 4u(y)$ die Näherungen nach den Gleichungen (29) und (32) verwendet.

Tabelle D.3: Eingangsdaten, Zwischenwerte und Ergebnisse zu Beispiel 3

Eingangsdaten und Vorgaben			Standard-	
Größe	Symbol	Wert	unsicherheit	
Anzahl registrierter Ereignisse in den Messintervallen 25, 24 und 0 ($j = 25$)	$n_j = n_{25}$ $n_{j-1} = n_{24}$ n_0	15438 14356 2124		
Dauer eines Messintervalls	t	3600 s	vernachlässigt	
Volumen	V mit $u(V)$	$3,00 \text{ m}^3$	$0,01 \text{ m}^3$	
Kalibrierfaktor	ε mit $u(\varepsilon)$	0,37	0,02	
Wahrscheinlichkeiten	α, β, γ	0,05	–	
Richtwerte für $A_{V,j}$ und $\Delta A_{V,j}$	η_r	2,0 bzw. 0,2 Bq m^{-3}	–	
Zwischenwerte			Standard-	
Größe und Berechnung		Wert	unsicherheit	
x_2 mit $u(x_2)$ nach Gleichung	$\left\{ \begin{array}{l} \text{(B.20) für B.5.2} \\ \text{(B.28) für B.5.3} \end{array} \right.$	3,9878 Bq 4,1294 Bq	0,0333 Bq 0,0347 Bq	
Ergebnisse	Messgröße :	Y	$A_{V,25}$ (B.5.2)	$\Delta A_{V,25}$ (B.5.3)
Größe		Symbol	Wert in Bq m^{-3}	
primäres Messergebnis		y	0,2708	0,1432
Standardunsicherheit zu y		$u(y)$	0,0456	0,0448
Erkennungsgrenze		y^*	0,0697	0,0718
Messeffekt erkannt ?		$y > y^* ?$	ja	ja
Nachweisgrenze		η^*	0,1413	0,1455
Messverfahren für Messzweck geeignet ?		$\eta^* \leq \eta_r ?$	ja	ja
untere Vertrauensgrenze		η_u	0,1814	0,0560
obere Vertrauensgrenze		η_o	0,3602	0,2310
bester Schätzwert der Messgröße		z	0,2708	0,1433
Standardunsicherheit zu z		$u(z)$	0,0456	0,0446

D.5 Beispiele 4 und 5: Messung der massenbezogenen Aktivität über die Intensität einer Linie mit schwach gekrümmtem Untergrund in einem Gammaspektrum

D.5.1 Beispiel 4: Messung mit Germanium-Detektor

Im Gammaspektrum einer Bodenprobe, das mittels eines Ge-Detektors registriert wurde, liegt bei Kanal 927 auf dominierendem, schwach gekrümmtem Untergrund eine dem zu ermittelnden Nuklid zuzuordnende Linie. Messgröße Y ist die massenbezogene Aktivität A_M der Probe, zu berechnen aus der Nettointensität (Nettofläche) der Linie. Für diese Messgröße sind die charakteristischen Grenzen, der beste Schätzwert und die zugehörige Standardunsicherheit zu ermitteln.

Es liegt Fall c von C.2 vor. Aufgrund der Energiekalibrierung beträgt die energetische Breite eines Kanals 0,4995 keV und die energetische Halbwertsbreite der Linie 2,0 keV, was einer Halbwertsbreite von $h = 4,00$ Kanälen entspricht. Nach Gleichung (C.10) ist $t_b \approx 1,2h = 4,8$ als Breite des Bereiches B zu setzen. Es wird deshalb als Bereich B (siehe Bild C.1) der zum Kanal 927 symmetrisch gelegene Bereich der Kanäle 925 bis 929 mit der Breite $t_b = 5$ festgelegt. Er überdeckt dadurch in diesem Fall etwa den Anteil $f = 86\%$ der Linienfläche (siehe auch unter Gleichung (C.10)).

Für die vier Bereiche A_i zur Ermittlung des schwach gekrümmten Untergrundes, die beidseitig an den Bereich B anschließen, wird nach C.3 jeweils die Breite $t = 13$ gewählt. Die Gesamtbreite beträgt also $t_0 = 52$. Einer Vergrößerung der Breite steht eine andere mögliche Linie bei Kanal 958 mit gleicher Halbwertsbreite entgegen. Diese Linie liegt daher in den Kanälen 956 bis 960. Somit stehen für die Bereiche A_3 und A_4 maximal die 26 Kanäle 930 bis 955 zur Verfügung.

Zu den Eingangsdaten, Vorgaben, einigen Zwischenwerten und Ergebnissen siehe Tabelle D.4. Die Ergebnisse wurden aufgrund des folgenden Modells nach Anhang A und C.2 berechnet. Insbesondere wurden die Gleichungen (C.3), (C.4), (C.5), (C.10) und (C.12) verwendet. Das Modell lautet

$$Y = A_M = \frac{X_1 - X_2}{X_5 X_7 X_9 X_{11} X_{13}} = \frac{X_b - Z_0}{T f M \varepsilon i} \quad (\text{D.5})$$

Dabei sind $X_1 = X_b$ der Schätzer des Bruttoeffektes im Bereich B , $X_2 = Z_0$ der Schätzer des Nulleffektes, d.h. des Untergrundbeitrags zur Linie im Bereich B und $X_5 = T$ die Messdauer. Der Korrektionsfaktor $X_7 = f$ berücksichtigt, dass der Bereich B die Linie bei dominierendem Untergrund nicht vollständig überdeckt. Zu f siehe oben und unter Gleichung (C.10). Die Standardunsicherheit von f wurde vernachlässigt, weil f , wenn nötig, beliebig genau berechnet werden kann. Weiterhin sind $X_9 = M$ die Masse der Probe, $X_{11} = \varepsilon$ die Nachweiswahrscheinlichkeit des Detektors, gemessen mit $f = 1$, und $X_{13} = i$ die Photonen-Emissionswahrscheinlichkeit der Gammalinie. Die Werte von M und ε und die zugehörigen Standardunsicherheiten $u(M)$ bzw. $u(\varepsilon)$ wurden in Vorversuchen ermittelt. Der Wert von i und die zugehörige Standardunsicherheit $u(i)$ wurden einem Tabellenwerk mit Zerfallsdaten radioaktiver Nuklide entnommen. Der Richtwert η_r ist in einer Richtlinie zur Überwachung der Umweltradioaktivität vorgegeben.

Für X_1 wurden als Werte $x_1 = n_b$ und $u^2(x_1) = n_b$ angesetzt (siehe C.1 und G.1). Zu beachten ist dabei, dass $X_1 = X_b$ hier keine Zählrate, sondern den Parameter einer Poisson-Verteilung schätzt. Darum steht die Messdauer T im Nenner von Gleichung (D.5). Zu den Werten z_0 und $u^2(z_0)$ für $X_2 = Z_0$ siehe Gleichung (C.12).

D.5.2 Beispiel 5: Messung mit Natriumiodid-Detektor

Bild C.1 zeigt den Ausschnitt eines Gammaspektrums, das mittels eines NaI-Detektors registriert wurde. Mit Mitte $\bar{\nu}_b$ bei Kanal 500 liegt auf nicht dominierendem, schwach gekrümmtem Untergrund eine interessierende Linie. Messgröße Y ist die Nettointensität I (Nettofläche) der Linie. Für diese Messgröße sind ebenfalls die charakteristischen Grenzen, der beste Schätzwert und die zugehörige Standardunsicherheit zu ermitteln.

Wieder liegt Fall c von C.2 vor. Die Halbwertsbreite der Linie beträgt etwa $h = 25$ Kanäle. Nach Gleichung (C.9) ist daher $t_b \approx 2,5h = 62,5$ als Breite des Bereiches B zu setzen. Es wird deshalb als Bereich B (siehe Bild C.1) der zum Kanal 500 symmetrisch gelegene Bereich der Kanäle 469 bis 531 mit der Breite $t_b = 63$ festgelegt. Er überdeckt dadurch nahezu $f = 100\%$ der Linienfläche.

Für die vier Bereiche A_i zur Ermittlung des schwach gekrümmten Untergrundes, die beidseitig an den Bereich B anschließen, wird nach C.3 jeweils die Breite $t = 25$ gewählt. Die Gesamtbreite beträgt also $t_0 = 100$. Einer Vergrößerung der Breite steht der Anstieg des Untergrundes unterhalb Kanal 419 sowie oberhalb Kanal 581 durch die zweite in Bild C.1 gezeigte Linie entgegen.

Zu den Eingangsdaten, Vorgaben, einigen Zwischenwerten und Ergebnissen siehe Tabelle D.4. Die Ergebnisse wurden aufgrund des folgenden Modells wie in Beispiel 4 berechnet. Das Modell hat hier eine einfachere Form und lautet

$$Y = I = X_1 - X_2 = X_b - Z_0, \quad (\text{D.6})$$

sodass $w = 1$ und $u_{\text{rel}}(w) = 0$. Zu den Eingangsgrößen $X_1 = X_b$ und $X_2 = Z_0$ siehe ebenfalls Beispiel 4. Ein Richtwert ist nicht vorgegeben. Es ergibt sich $y \geq 4u(y)$. Deshalb wurden die Näherungen nach den Gleichungen (29) und (32) verwendet.

Wie in Bild C.1 dargestellt, wurden an den Untergrund des Spektrums in den Bereichen A_i nach C.3 sowohl eine Gerade mit $m = 2$ (Fall b) als auch eine kubische Parabel mit $m = 4$ (Fall c) angepasst. Für die Gerade wurden die Bereiche A_1 und A_2 sowie die Bereiche A_3 und A_4 jeweils zusammengefasst. Mit $M = t_0 = 100$ und $\delta = 0,05$ folgt nach Gleichung (C.14) das standardisierte Chi-Quadrat $\chi_s^2 = |\chi^2 - M + m| / \sqrt{2(M - m)} = 4,18 > k_{1-\delta/2} = 1,96$ für die Gerade, jedoch der Wert $1,21 < 1,96$ für die Parabel. Die Gerade ist demnach nicht akzeptabel, weil sie die Chi-Quadrat-Bedingung nicht erfüllt. Die Anzahlen der in den einzelnen Kanälen des Spektrums registrierten Ereignisse sind aus Platzgründen nicht beigefügt.

Tabelle D.4: Eingangsdaten, Zwischenwerte und Ergebnisse zu den Beispielen 4 und 5

Eingangsdaten und Vorgaben zu Beispiel 4			
Größe	Symbol	Wert	Kanäle
energetische Kanalbreite		0,4995 keV	
energetische Halbwertsbreite der Linie		2,0 keV	
Anzahl registrierter Ereignisse im			
Bereich A_1	n_1	3470	899 bis 911
Bereich A_2	n_2	3373	912 bis 924
Bereich B	n_b	1440	925 bis 929
Bereich A_3	n_3	3343	930 bis 942
Bereich A_4	n_4	3208	943 bis 955
Breite eines Bereichs A_i	t	13	
Breite des Bereichs B	t_b	5	
			Standardunsicherheit
Messdauer	T	21600 s	vernachlässigt
Korrektionsfaktor	f	0,8585	vernachlässigt
Probenmasse	M mit $u(M)$	1,000 kg	0,001 kg
Nachweiswahrscheinlichkeit	ε mit $u(\varepsilon)$	0,060	0,004
Photonen-Emissionswahrscheinlichkeit	i mit $u(i)$	0,98	0,02
Wahrscheinlichkeiten	α, β, γ	0,05	–
Richtwert	η_r	0,5 Bq kg ⁻¹	–
Eingangsdaten und Vorgaben zu Beispiel 5			
Größe	Symbol	Wert	Kanäle, Bemerkungen
Halbwertsbreite der Linie		25	
Anzahl registrierter Ereignisse im			
Bereich A_1 } A_1 für Gerade	n_1	20556	419 bis 443
Bereich A_2 }	n_2	20549	444 bis 468
Bereich B	n_b	72691	469 bis 531
Bereich A_3 } A_2 für Gerade	n_3	14965	532 bis 556
Bereich A_4 }	n_4	13580	557 bis 581
Breite eines Bereichs A_i	t	25	
Breite des Bereichs B	t_b	63	
Wahrscheinlichkeiten	$\alpha, \beta, \gamma, \delta$	0,05	
Richtwert	η_r	–	nicht vorgegeben
Zwischenwerte		Beispiel 4	Beispiel 5
Größe und Berechnung		Wert	Wert
$n_0 = n_1 + n_2 + n_3 + n_4$		13394	69650
$n'_0 = n_1 - n_2 - n_3 + n_4$		–38	–1378
Gesamtbreite $t_0 = 4t$ der Bereiche A_i		52	100
Untergrundbeitrag z_0 mit		1293,2	45766
Standardunsicherheit $u(z_0)$ nach Gleichung (C.12)		19,7	401

(fortgesetzt)

Tabelle D.4 (abgeschlossen)

Ergebnisse			Beispiel 4	Beispiel 5
Größe	Messgröße :	Y	A_M	I
		Symbol	Wert in Bq kg^{-1}	Einheit 1
primäres Messergebnis		y	0,1346	26925
Standardunsicherheit zu y		$u(y)$	0,0403	483
Erkennungsgrenze		y^*	0,0619	747
Messeffekt erkannt ?		$y > y^* ?$	ja	ja
Nachweisgrenze		η^*	0,1279	1497
Messverfahren für Messzweck geeignet ?		$\eta^* \leq \eta_r ?$	ja	–
untere Vertrauensgrenze		η_u	0,0558	25978
obere Vertrauensgrenze		η_o	0,2137	27871
bester Schätzwert der Messgröße		z	0,1347	26925
Standardunsicherheit zu z		$u(z)$	0,0402	483
standardisiertes Chiquadrat		χ_s^2	–	1,21 (Parabel), 4,18 (Gerade)
Chiquadrat-Bedingung erfüllt ?		$\chi_s^2 \leq k_{1-\delta/2} ?$	–	ja (Parabel), nein (Gerade)

Anhang E (informativ)

Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung

Die Verteilungsfunktion der standardisierten Normalverteilung ist definiert durch

$$\Phi(t) = \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \int_{-\infty}^t \exp(-v^2/2) dv = \frac{1}{2} + \frac{1}{\sqrt{2\pi}} \exp(-t^2/2) \sum_{j=0}^{\infty} \frac{t^{2j+1}}{1 \cdot 3 \cdots (2j+1)} \quad (\text{E.1})$$

und ihr Quantil k_p zur Wahrscheinlichkeit p durch $\Phi(k_p) = p$ [9]. Der zweite Ausdruck in Gleichung (E.1) kann der numerischen Berechnung von $\Phi(t)$ dienen. Die Reihe in Gleichung (E.1) konvergiert für jedes t . Werte für $\Phi(t)$ sind in Tabelle E.1 angegeben. Es gelten die Beziehungen $\Phi(-t) = 1 - \Phi(t)$ und $k_{1-p} = -k_p$.

Das Quantil k_p der standardisierten Normalverteilung kann nach dem Newton'schen Iterationsverfahren wie folgt numerisch berechnet werden: Mit einer Näherung t für k_p ergibt sich eine verbesserte Näherung t' durch

$$t' = t + \sqrt{2\pi} \exp(t^2/2) (p - \Phi(t)) . \quad (\text{E.2})$$

Als Anfangsnäherung kann $t = 0$ gewählt werden.

Tabelle E.1: Verteilungsfunktion $\Phi(t)$ der standardisierten Normalverteilung.

t	$\Phi(t)$	t	$\Phi(t)$	t	$\Phi(t)$	t	$\Phi(t)$	t	$\Phi(t)$
0,00	0,5000	0,60	0,7258	1,20	0,8849	1,80	0,9641	2,40	0,9918
0,02	0,5080	0,62	0,7324	1,22	0,8888	1,82	0,9656	2,42	0,9922
0,04	0,5160	0,64	0,7389	1,24	0,8925	1,84	0,9671	2,44	0,9927
0,06	0,5239	0,66	0,7454	1,26	0,8961	1,86	0,9686	2,46	0,9930
0,08	0,5319	0,68	0,7518	1,28	0,8997	1,88	0,9700	2,48	0,9934
0,10	0,5398	0,70	0,7580	1,30	0,9032	1,90	0,9713	2,50	0,9938
0,12	0,5478	0,72	0,7642	1,32	0,9066	1,92	0,9726	2,52	0,9941
0,14	0,5557	0,74	0,7704	1,34	0,9099	1,94	0,9738	2,54	0,9945
0,16	0,5636	0,76	0,7766	1,36	0,9131	1,96	0,9750	2,56	0,9948
0,18	0,5714	0,78	0,7823	1,38	0,9162	1,98	0,9762	2,58	0,9951
0,20	0,5793	0,80	0,7881	1,40	0,9192	2,00	0,9772	2,60	0,9953
0,22	0,5871	0,82	0,7939	1,42	0,9222	2,02	0,9783	2,62	0,9956
0,24	0,5948	0,84	0,7996	1,44	0,9251	2,04	0,9793	2,64	0,9959
0,26	0,6026	0,86	0,8051	1,46	0,9278	2,06	0,9803	2,66	0,9961
0,28	0,6103	0,88	0,8106	1,48	0,9306	2,08	0,9812	2,68	0,9963
0,30	0,6179	0,90	0,8159	1,50	0,9332	2,10	0,9821	2,70	0,9965
0,32	0,6255	0,92	0,8212	1,52	0,9357	2,12	0,9830	2,72	0,9967
0,34	0,6331	0,94	0,8264	1,54	0,9382	2,14	0,9838	2,74	0,9969
0,36	0,6406	0,96	0,8315	1,56	0,9406	2,16	0,9846	2,76	0,9971
0,38	0,6480	0,98	0,8365	1,58	0,9430	2,18	0,9854	2,78	0,9973
0,40	0,6554	1,00	0,8413	1,60	0,9452	2,20	0,9861	2,80	0,9974
0,42	0,6628	1,02	0,8461	1,62	0,9474	2,22	0,9868	2,90	0,9981
0,44	0,6700	1,04	0,8508	1,64	0,9495	2,24	0,9874	3,00	0,9986
0,46	0,6772	1,06	0,8554	1,66	0,9515	2,26	0,9881	3,10	0,9990
0,48	0,6844	1,08	0,8599	1,68	0,9535	2,28	0,9887	3,20	0,9993
0,50	0,6915	1,10	0,8643	1,70	0,9554	2,30	0,9893	3,30	0,9995
0,52	0,6985	1,12	0,8686	1,72	0,9573	2,32	0,9898	3,40	0,9997
0,54	0,7054	1,14	0,8729	1,74	0,9591	2,34	0,9904	3,50	0,9998
0,56	0,7123	1,16	0,8770	1,76	0,9610	2,36	0,9909	3,60	0,9998
0,58	0,7190	1,18	0,8810	1,78	0,9625	2,38	0,9913	3,80	0,9999
								$\geq 4,00$	1,0000

Anmerkung: Für $\Phi(t) = p$ ist $k_p = t$ das Quantil zur Wahrscheinlichkeit p . Es gelten $\Phi(-t) = 1 - \Phi(t)$ und $k_{1-p} = -k_p$.

Anhang F (informativ) Weitere Begriffe

- F.1 Nulleffekt:** Messeffekt, der durch den Strahlungsuntergrund (z.B. natürliche Strahlungsquellen) bewirkt wird
- F.2 Nettoeffekt:** Beitrag der eventuellen Strahlung eines Messobjekts (z.B. einer Strahlungsquelle oder eines Strahlungsfeldes) zum Messeffekt
- F.3 Bruttoeffekt:** Messeffekt, der durch den Nulleffekt und den Nettoeffekt bewirkt wird
- F.4 Abschirmfaktor:** Faktor, der die Reduzierung der Nulleffektzählrate durch die Abschirmwirkung des Messobjektes beschreibt
- F.5 Dämpfungszeitkonstante:** Zeitdauer, in der das Ausgangssignal eines linearen Ratemeters auf das 1/e-fache des Anfangswertes abklingt, nachdem die Folge der Eingangsimpulse abgebrochen ist
- F.6 Untergrund** (bei spektrometrischen Messungen): Anzahl der nicht interessierenden Ereignisse im Bereich einer betrachteten Linie im Spektrum. Die Ereignisse können sowohl vom Nulleffekt durch die Umgebungsstrahlung als auch von der Probe selbst (z.B. von anderen Linien) herrühren.

Anhang G (informativ) Erläuterungen

G.1 Allgemeines zu zählenden Messungen

Eine Kernstrahlungsmessung besteht im Allgemeinen wenigstens teilweise darin, durch Kernstrahlungsereignisse ausgelöste elektronische Impulse zu zählen, wobei eine solche zählende Messung mehrere einzelne Zählungen umfasst, aber auch Folgen einzelner Zählungen umfassen kann. Beispiele dafür sind die Zählungen an einzelnen Proben radioaktiven Materials oder an einzelnen Blindproben, Zählungen zur Ermittlung des Nulleffektes oder eines Untergrundes, die Zählungen in den einzelnen Kanälen eines Vielkanal-Spektrums oder in einer zeitlichen Folge in derselben Messsituation. Bei jeder Zählung kann entweder die Messdauer (Zeitvorwahl) oder das Zählergebnis (Impulsvorwahl) vorgewählt sein. Auf der Grundlage der Bayes-Statistik werden alle Zählungen auf gleiche Weise wie folgt behandelt (siehe [7]).

Die Impulsanzahl N jeder einzelnen Zählung wird als eine eigene Zufallsvariable aufgefasst. n ist das Zählergebnis und t die Dauer der Zählung (Messdauer). N besitzt den Erwartungswert ϱt , wobei ϱ die Zählrate oder bei Spektromessungen die spektrale Dichte ist. In letzterem Fall ist t die Kanalbreite bezüglich der zugeordneten Größe, z.B. der Teilchenenergie. Messgröße ist entweder ϱ oder ϱt . Es wird vorausgesetzt, dass während der Zählung Totzeit- und Lebensdauerereffekte, Aufstocken (Pile-up) der Impulse und instrumentelle Instabilitäten vernachlässigt werden können und alle gezählten Impulse verschiedenen Kernstrahlungsereignissen entstammen, die voneinander physikalisch unabhängig sind. Dann besitzt die Impulsanzahl N eine Poisson-Verteilung und die Impulsanzahlen der einzelnen Zählungen sind unabhängig.

Unabhängig davon, ob n Impulse während einer vorgewählten Messdauer (oder bei fester Kanalbreite) t registriert werden (Zeitvorwahl) oder ob die für die Zählung einer vorgewählten Impulsanzahl n benötigte Messdauer t gemessen wird (Impulsvorwahl), besitzt ϱt , wobei ϱ als Zufallsvariable aufgefasst wird, eine Gammaverteilung. Daraus folgen für die Zählrate (oder spektrale Dichte) ϱ der beste Schätzwert r und die zu r gehörende Standardunsicherheit $u(r)$ mit

$$r = E \varrho = n/t ; \quad u^2(r) = \text{Var}(\varrho) = n/t^2 = r/t . \quad (\text{G.1})$$

Der Fall $n = 0$ ergibt $u(r) = 0$. Diese verschwindende Unsicherheit von ϱ bedeutet, dass $\varrho = 0$ exakt gilt. $u(r) = 0$ ist jedoch unrealistisch, weil bei endlicher Messdauer keineswegs sicher sein kann, dass exakt $\varrho = 0$, wenn lediglich kein Impuls registriert wird. Dieser Fall kann auch bei Anwendung der Methode der kleinsten Quadrate nach DIN 1319-4 oder [3], wenn durch $u^2(r)$ zu dividieren ist, auf eine Division durch null führen. Diese Schwierigkeit kann durch Ersetzen aller Zählergebnisse n durch $n+1$ oder bei einem Vielkanal-Spektrum durch geeignetes Zusammenfassen von Kanälen vermieden werden. Dabei wird vorausgesetzt, dass die Messdauer (oder Kanalbreite) aus der Erfahrung so gewählt wird, dass wenigstens einige Impulse erwartet werden können, wenn $\varrho > 0$ ist.