Anhang 6: Daten zur Eignung von Analysen- und Messverfahren

6.1 Berechnungsverfahren für die praktisch erreichbaren Nachweisgrenze

Bei der behördlichen Bestimmung der Messstelle sind die für die vorgesehenen Messverfahren erreichbaren *Nachweisgrenzen*, wie im Folgenden angegeben, zu berechnen.

6.1.1 Raumluftüberwachung

Bei angenähert konstanter Nulleffektzählrate der Messeinrichtung im Analysenlabor, d.h., bei poissonverteilter Zählrate, gilt gemäß DIN 25 482 Teil 1:

$$A_{N,RL} = \frac{K_G}{V_P} \cdot \left[(k_{1-\alpha} + k_{1-\beta}) \cdot \sqrt{R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_b} \right)} + 0{,}25 \cdot (k_{1-\alpha} + k_{1-\beta})^2 \cdot \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_b} \right) \right]$$

mit den Bezeichnungen:

$A_{N,RL}$	*Nachweisgrenze* für die Aktivitätskonzentration in der Raumluft
K_G	Kalibrierfaktor der Messeinrichtung (Aktivität pro Zählrate)
V_P	Volumen der über das Filter geleiteten Luft
R_0	Nulleffektzählrate der nicht beaufschlagten Filter
t_o	Dauer der Messung der nicht beaufschlagten Filter
t_b	Dauer der Messung der beaufschlagten Filter
$k_{1-\alpha}$	statistischer Faktor für Fehler 1. Art; für α = 0,05 ist $k_{1-\alpha}$ = 1,645
$k_{1-\beta}$	statistischer Faktor für Fehler 2. Art; für β = 0,05 ist $k_{1-\beta}$ = 1,645

6.1.2 Körperaktivitätsmessung

Bei Verwendung von Detektoren mit hohem Energieauflösungsvermögen, z.B. HPGe-Detektoren, gilt gemäß DIN 25 482 Teil 5 [DIN 89]:

$$A_{N,DMh} = K_G \cdot (k_{1-\alpha} + k_{1-\beta}) \sqrt{\frac{R_0}{t} \cdot \left(1 + \frac{b}{2l} \right)}$$

mit den Bezeichnungen

$A_{N,DMh}$	*Nachweisgrenze* für die Körperaktivität bei der Messung mit Detektoren mit hohem Energieauflösungsvermögen
K_G	Kalibrierfaktor der Messeinrichtung für das jeweilige Radionuklid (Aktivität pro Zählrate)
R_0	Erwartungswert der Untergrundzählrate im Peakbereich der Breite *b*, ermittelt aus den an den Peakbereich angrenzenden Seitenbereichen der Länge *l*. Dabei müssen die Breite des Peakbereichs das 2,5fache und die Breite der Seitenbereiche jeweils das 1,25fache der Halbwertsbreite des Peaks betragen.
t	Messzeit für die zu untersuchende Person

Bei Verwendung von Detektoren mit niedrigem Energieauflösungsvermögen,
z.B. NaI(Tl)-Detektoren, gilt gemäß DIN 25 482 Teil 1:

$$A_{N,DMn} = K_G \cdot (k_{1-\alpha} + k_{1-\beta}) \cdot \sqrt{R_0 \cdot \left(\frac{1}{t_0} + \frac{1}{t_b} \right)}$$

mit zusätzlich

$A_{N,DMn}$	*Nachweisgrenze* für die Körperaktivität bei der Messung mit Detektoren mit niedrigem Energieauflösungsvermögen
R_0	Zählrate eines Referenzphantoms ohne zusätzlicher Aktivität in dem Energiebereich, auf den sich der Kalibrierfaktor bezieht[16] Dabei muss die Breite des Peakbereichs das 2,5fache der Halbwertsbreite des Peaks betragen
t_o	Messzeit für das Referenzphantom
t_b	Messzeit für die zu untersuchende Person, im allgemeinen ist $t_b = t_o$

6.1.3 Ausscheidungsmessung

Bei Blindprobenmessungen mit Impulszahlen N ≥ 10, d.h., Normalverteilung der Blindproben kann angenommen werden, gilt gemäß DIN 25482, Teil 6 [DIN 89]:

$$A_{N,Ex} = \frac{K_G \cdot m}{R \cdot d \cdot m_A} \cdot \left[t_{1-\alpha,f} + 1{,}6 \cdot \sqrt{1 + \frac{t_{1-\alpha,f}^2}{2 \cdot f}} \right] \cdot \sqrt{\frac{s_0^2}{n_b} + \frac{s_b^2}{n_0}}$$

mit den Beziehungen

$$s_0^2 = \frac{1}{n_0 - 1} \cdot \sum_{i=1}^{n_0} \left(R_{0,i} - \overline{R}_0 \right)^2$$

$$s_b^2 = \frac{1}{n_b - 1} \cdot \sum_{i=1}^{n_b} \left(R_{b,i} - \overline{R}_b \right)^2$$

und

$A_{N,Ex}$	*Nachweisgrenze* für die Aktivität in der Ausscheidung
K_G	Kalibrierfaktor der Messeinrichtung für das jeweilige Radionuklid (Aktivität pro Zählrate)
R	chemische Ausbeute der Probenaufbereitung
d	Anzahl der vollen Tage zu 24 h, an denen die zu untersuchende Ausscheidungsprobe gesammelt wurde
m	Menge (Volumen oder Masse) der gesammelten Ausscheidungsprobe
m_A	analysierter bzw. gemessener Aliquot (Volumen oder Masse) der gesamten Ausscheidungsprobe
f	Freiheitsgrad der Studentverteilung ($f = n_0 + n_b - 2$)
$t_{1-\alpha,f}$	Tabellenwert der Studentverteilung, z.B. DIN 25482 Teil 6 Tabelle 4 [DIN 89], mit $\alpha = 0{,}05$
n0	Anzahl der Blindproben (n0 ≥ 10), repräsentativ verteilt[17]

[16] Das Referenzphantom soll dem Referenzmenschen mit einem Körpergewicht von 70 kg, einer Körpergröße von 170 cm und einem Kaliumgehalt von ca. 140 g entsprechen.

n_b Anzahl der Analysenproben pro Ausscheidungsprobe[18]

$\overline{R}_0$ Arithmetisches Mittel der Zählraten $R_{0,i}$ der n_0 Blindproben

$\overline{R}_b$ Arithmetisches Mittel der Zählraten $R_{b,i}$ der n_b Analysenproben pro Ausscheidungsprobe

Bei Blindprobenmessungen mit Impulszahlen N < 10 und geringem Einfluss der Probenbehandlung, d.h., es kann Poissonverteilung angenommen werden, gilt gemäß DIN 25 482 Teil 1:

$$A_{N,Ex} = \frac{K_G \cdot m}{R \cdot d \cdot m_A} \cdot \left[(k_{1-\alpha} + k_{1-\beta}) \cdot \sqrt{\overline{R_0} \cdot \left(\frac{1}{n_0 \cdot t_0} + \frac{1}{n_b \cdot t_b} \right)} + 0{,}25 \cdot (k_{1-\alpha} + k_{1-\beta})^2 \cdot \left(\frac{1}{n_0 \cdot t_0} + \frac{1}{n_b \cdot t_b} \right) \right]$$

mit zusätzlich

t_0 Messzeit der Blindproben

t_b Messzeit der Analysenproben

6.2 Akzeptanzkriterien für Richtigkeit und Präzision

Als Maß der *Richtigkeit* der Ergebnisse des Analysen- und Messverfahrens dient die mittlere relative Abweichung B vom Soll- oder *Referenzwert*. Die *Richtigkeit* ist ausreichend, wenn dafür das Kriterium erfüllt ist:

$$-0{,}25 < B < 0{,}5$$

mit

$$B = \frac{1}{m} \cdot \sum_{j=1}^{m} B_j$$

und

$$B_j = \frac{1}{n} \cdot \sum_{i=1}^{n} B_{i,j}$$

und

$$B_{i,j} = \frac{A_{i,j}}{A_{a,j}} - 1$$

Dabei ist

i	Laufindex der Wiederholmessungen
j	Laufindex (bei *Eigenkontrolle* Index für die Probenserie, bei *Ringversuchen* Index für die teilnehmenden Messstellen)
$A_{a,j}$	Testaktivität der Probenserie j bzw. Ringversuchsaktivität
$A_{i,j}$	Messwert i der Messstelle j für die Testaktivität $A_{a,j}$
n	Anzahl der Wiederholmessungen in der Messstelle ($n \geq 5$)
m	Anzahl der Probenserien bzw. der teilnehmenden Messstellen

---

[17] Dabei können beliebig viele frühere Messungen aus der Routine, deren Ergebnisse unterhalb der *Erkennungsgrenze* liegen, einbezogen werden.

[18] Für den Fall $n_b = 1$ und unter der Voraussetzung, dass die Streuung der Analysenproben sich nicht wesentlich von der der Blindproben unterscheidet, ist $s_b = s_o$ zu setzen.

Als Maß für die *Präzision* des Analysen- und Messverfahrens einer Messstelle dient die Standardabweichung s_A bezogen auf n Messungen der Testaktivität A_a. Die *Präzision* ist ausreichend, wenn dafür das Kriterium erfüllt ist:

$$s_A = \sqrt{\frac{1}{n-1} \cdot \sum_{i=1}^{n} \left(\frac{A_i}{A_a} - 1 \right)^2} \leq 0{,}4$$

Die Größe s_B ist ein Maß für die Präzision aller Testergebnisse bei der *Eigenkontrolle* bzw. der Ringversuchsergebnisse der teilnehmenden Messstellen:

$$s_B = \sqrt{\frac{1}{m-1} \cdot \sum_{j=1}^{m} \left(B_j - B \right)^2} \leq 0{,}4$$