

Прикладні аспекти: оптичні та радіаційні вимірювання

УДК 53.088.23:539.1.074.6:547

Б.В. Гринев, Н.Р. Гурджян, О.В. Зеленская, В.Р. Любинский, Н.И. Молчанова, В.А. Тарасов

Институт сцинтилляционных материалов (ИСМА) НАН Украины, Харьков, Украина

КОНТРОЛЬ И ОБЕСПЕЧЕНИЕ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ ИСПЫТАТЕЛЬНОЙ ЛАБОРАТОРИИ НА ПРИМЕРЕ ИЗМЕРЕНИЯ СВЕТОВОГО ВЫХОДА СЦИНТИЛЛЯТОРОВ

В статье рассмотрены два подхода к оценке качества измерений - с использованием неопределенности измерений и показателя точности (прецизионности и правильности) полученных результатов. Дан сравнительный анализ этих подходов. Рассмотрена проблема контроля и обеспечения качества результатов измерений испытательной лаборатории на примере измерения технического светового выхода неорганических и органических сцинтилляторов.

Ключевые слова: контроль качества, испытательная лаборатория, неопределенность измерений, оценка показателя точности, сцинтилляторы, технический световой выход.

Введение

Эффективное функционирование национальных метрологических систем во многом зависит от гармонизации, на национальном уровне, руководств, стандартов и рекомендаций международных и региональных организаций, которые имеют в сфере своей деятельности вопросы метрологии и измерений.

Знаковым событием для испытательных (калибровочных) лабораторий явилась гармонизация международного стандарта ISO/IEC 17025 [1], действующего на Украине как ДСТУ ISO/IEC 17025 [2]¹.

Внедрение данного стандарта [2] потребовало пересмотра позиций в области разработки и внедрения систем управления качеством в лабораториях, для получения достоверной информации, стабильности результатов измерений и принятия, на их основе, взвешенных управляющих решений.

Аккредитованные по требованиям стандарта [2] лаборатории должны проводить оценку *прослеживаемости измерений* и представлять результаты своих измерений с соответствующей *неопределенностью*. Результаты таких оценок должны учитываться при оценке компетентности лабораторий в ходе проведения испытаний и при обработке их результатов, что в полной мере соответствует международной практике.

¹ Данный стандарт, определяет общие требования к компетентности испытательных и калибровочных лабораторий, желающих продемонстрировать свой профессиональный уровень и способность стабильно получать достоверные результаты. Стандарт содержит только общие требования к компетентности, что во многих случаях вынуждает лабораторию искать рекомендации и разъяснения, соответствующие специфике отрасли лаборатории.

Основная часть

1. Международные руководства и стандарты. Метрология очень тесно связана с такими видами деятельности как стандартизация и аккредитация (рис. 1) [3].



Рис. 1. Взаимосвязь метрологии, стандартизации и аккредитации

Эти связи хорошо прослеживаются в системах управления качеством, в которых важными являются вопросы обеспечения прослеживаемости измерений, компетентности персонала и унификации используемых процедур. Решение этих вопросов способствует взаимному признанию результатов измерений в рамках многосторонних международных и региональных соглашений [3].

Международный стандарт [1] в качестве признанной на международном уровне меры доверия к результатам измерений (в том числе и при испытаниях) вводит понятие «неопределенность измерений».

Основным документом международного уровня, реализующим концепцию неопределенности, является международное руководство по оценке неопределенности измерений (GUM) [4]. В Украине практические рекомендации по применению GUM представлены в Руководстве [5], в котором изложена методология применения понятия «неопределенность» для оценки и контроля качества результатов измерений. В нем формально установлены общие правила оценки и выражения неопределенности для использования службами технического регулирования, метрологии, стандартизации, калибровки и аккредитации лабораторий [6].

Оценка неопределенности является непрерывным процессом, который требует определенных затрат времени и средств. Данная оценка, связанная с результатами лабораторных измерений, является важной для интерпретации полученных результатов. Без количественных оценок неопределенности невозможно определить, превышают ли наблюдаемые отклонения результатов экспериментальную изменчивость, соответствуют ли объекты испытаний установленным требованиям и обеспечивается ли требуемая точность результатов измерений [7].

Для облегчения работы по оценке неопределенности при лабораторных измерениях разработаны и внедрены специальные международные стандарты, в которых используются требования GUM [8, 9]².

2. Некоторые характеристики качества результатов измерений, применяемые в лабораториях. С целью обеспечения условий и непосредственной реализации процедур компетентности лабораторий, в Украине были гармонизированы и введены в действие шесть национальных стандартов ДСТУ ГОСТ ISO 5725 под общим названием «Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений» [10].

Национальные стандарты [10] распространяются на методики выполнения измерений для непрерывных величин, результатом измерения которых является единственное значение. В них изложены основные положения, которые необходимо иметь в виду при оценке точности (правильности и прецизионности) методик и результатов измерений, а также установлены процедуры получения промежуточных показателей прецизионности, и предоставлены примеры практического использования показателей правильности и прецизионности.

Стандарты [10] содержат алгоритмы контроля стабильности результатов измерений, реализуемые путем контроля показателей внутрилабораторной

прецизионности и контроля систематической погрешности лаборатории (правильности) при применении конкретной методики измерений. Внедрение стандартов [10] позволяет, в силу их взаимосвязи со стандартом [2], конкретизировать требования к системе управления качеством лаборатории с точки зрения описания в ней конкретных процедур и способов контроля стабильности и обеспечения качества результатов измерений.

Неопределенность измерений соотносят к отдельным результатам измерений, а сходимостью, воспроизводимостью и правильностью, напротив, относят к выполнению процесса измерений [7]. Для проведения анализа в соответствии с требованиями стандартов [10] процесс измерений является единым методом измерений, который используется в лаборатории.

В соответствии со стандартом [10], *прецизионность измерений* есть степень приближения результатов измерений один к другому, полученных в конкретных регламентированных условиях. Крайними случаями таких условий являются: условия *сходимости (повторяемости)* и условия *воспроизводимости*. Мету прецизионности обычно вычисляют как среднеквадратическое отклонение (СКО) результатов измерений. *Правильность* определяется как степень близости среднего арифметического большого количества результатов измерений к истинному или принятому опорному значению (как правило, выражают как систематическое смещение).

3. Особенности оценки неопределенности и показателя точности измерений. Многие измерения и другие процедуры, проводимые в лаборатории, имеют несколько источников неопределенности измерений. Разработанная лабораторией методика выполнения измерений должна предусматривать выполнение требуемого количества измерений, анализ результатов которых обеспечит определение всех существенных составляющих неопределенности измерений.

Точность результатов измерений, получаемых на основании проведенного эксперимента, включает в себя две составляющие – правильность и прецизионность (рис. 2) [11]. Такой подход соответствует концепции неопределенности [5], которая в данном случае распространяется на измерения, где правильность характеризуется суммарной неопределенностью по типу В, а прецизионность, оцениваемая на основании экспериментальных данных, характеризуется неопределенностью по типу А.

В институте сцинтилляционных материалов (ИСМА НАН Украины) на протяжении длительного времени проводятся измерения основных характеристик сцинтилляторов, и оценивается качество результатов измерений на основе расчета погрешности. Однако, в настоящее время, в соответствии со стандартом [2], от аккредитованной лаборатории требуется

² Международный стандарт ISO/TS 21748 [8] устанавливает соответствующие методы оценки неопределенности результатов измерений и испытаний при анализе общих данных. Международный стандарт ISO/TS 21749 [9] посвящен вопросам использования дисперсионного анализа для оценки отдельных составляющих неопределенности, с использованием статистических методов.

проведение текущего контроля достоверности измерений путем оценки и представления результатов на основе расчета неопределенности измерений.



Рис. 2. К характеристике качества результатов измерений

В данной работе рассмотрены основные вопросы, возникающие при оценке качества результатов измерений на основе расчета точности и вычисления неопределенности измерений технического светового выхода различных сцинтилляторов.

Представляло интерес сравнить величины точности и неопределенности измерений для материалов с различными значениями технического светового выхода. Были выбраны неорганические сцинтилляторы, имеющие высокий световой выход - на основе кристаллов йодида натрия, активированного таллием - NaI(Tl) и йодида цезия, активированного таллием - CsI(Tl) и органические сцинтилляторы, имеющие средний световой выход - на основе кристаллов антрацена и низкий - на основе кристаллов стильбена.

Сцинтилляторы были выполнены в геометрии цилиндра. Рабочие образцы имели размеры: NaI(Tl) - Ø40x40 мм, CsI(Tl) - Ø40x40 мм, антрацен - Ø30x20 мм, стильбен - Ø30x30 мм.

Для определения технического светового выхода, в соответствии со стандартом [12], проводились измерения величин амплитуд импульсов от рабочего и испытуемого образцов. Проводились 3 серии измерений (3 постановки по 3 измерения). Математическая модель расчета технического светового выхода исследуемых сцинтилляторов (C_{ph}), учет влияющих факторов и используемая аппаратура подробно рассматривались в работах [13, 14, 15].

Рассчитывались численные значения показателей прецизионности в условия воспроизводимости $S_R(C_{ph})$, правильности $\Delta_c(C_{ph})$, точности $\pm \Delta(C_{ph})$ и, для сравнения, расширенной неопределенности $U_p(C_{ph})$ результата измерений технического светового выхода сцинтилляторов, в соответствии со стан-

дартами [8, 10]. Полученные значения прецизионности измерений представлены в табл. 1.

Таблица 1

Прецизионность измерений технического светового выхода исследуемых сцинтилляторов

Сцинтиллятор	Размер сц-ра, мм	№ серии измерений	Кол. изм.	$\overline{C_{ph}}$, фот/МэВ	$S_R(C_{ph})$, фот/МэВ
NaI(Tl)	Ø40x40	1	3	29345	48
		2	3	29327	29
		3	3	29374	91
CsI(Tl)	Ø40x40	1	3	35418	71
		2	3	35319	33
		3	3	35461	60
Антрацен	Ø30x20	1	3	10729	68
		2	3	10966	33
		3	3	10990	131
Стильбен	Ø30x30	1	3	7310	63
		2	3	7269	105
		3	3	7326	73

В качестве примера, на рис. 3, а и 3, б изображена прецизионность результатов измерений технического светового выхода для сцинтилляторов на основе кристаллов NaI(Tl) и антрацена, соответственно.

Из табл. 1 и рис. 3, а видно, что абсолютные значения показателя прецизионности измерения технического светового выхода для неорганических сцинтилляторов с высоким световым выходом, полученные в результате трех серий измерений, находятся в интервале от 30 фотон/МэВ до 90 фотон/МэВ, относительные - в интервале от 0,1 % до 0,3 %.

В свою очередь, разброс значений показателя прецизионности измерений технического светового выхода органических сцинтилляторов, имеющих более низкий световой выход (табл. 1 и рис. 3, б), существенно выше и находится в интервале от 30 фотон/МэВ до 130 фотон/МэВ или от 0,3 % до 1,2 %.

Расчет показателей правильности и точности измерений технического светового выхода сцинтилляторов производился для условий воспроизводимости с использованием соответствующих значений прецизионности. Результаты расчета представлены в табл. 2.

Вклады составляющих показателя точности измерений светового выхода сцинтиллятора на основе кристалла стильбена для трех серий измерений представлены на рис. 4.

Для наглядности, средние значения составляющих точности для всех исследуемых сцинтилляторов представлены на рис. 5.

Полученные значения точности и неопределенности измерений рассматриваемых сцинтилляторов, приведены на рис. 6.

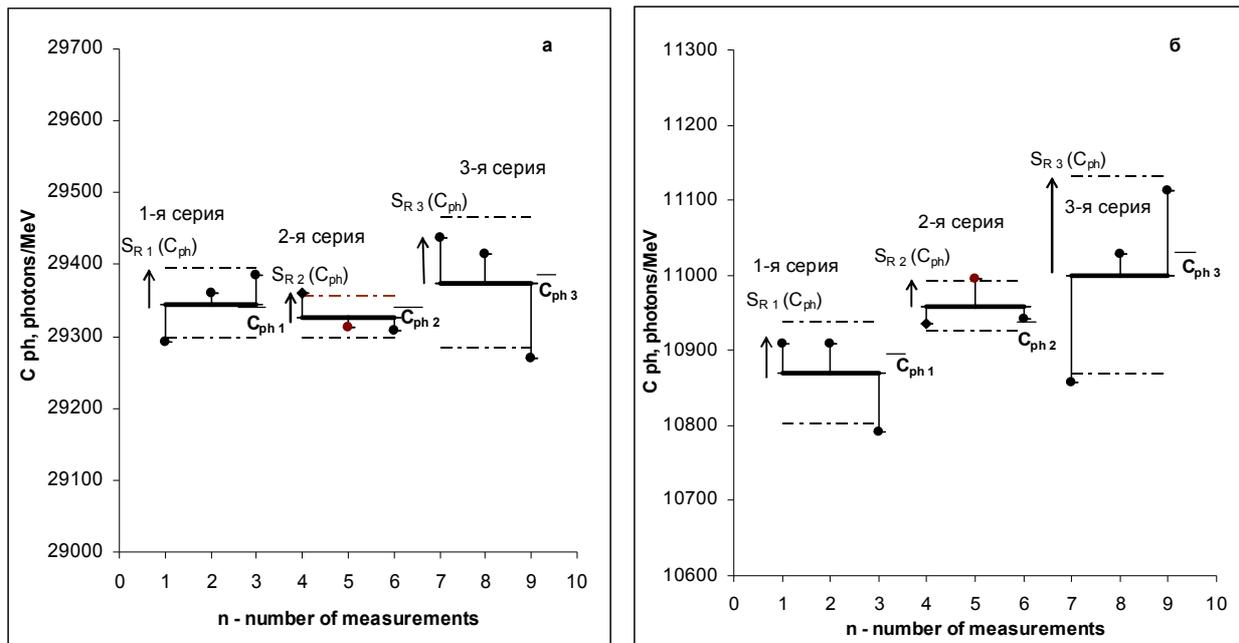


Рис. 3. Прецизионность измерений технического светового выхода в условиях воспроизводимости:
а – NaI(Tl); б – антрацен

Таблица 2

Показатели точности и неопределенности измерений технического светового выхода сцинтилляторов на основе кристаллов NaI(Tl), CsI(Tl), антрацена и стильбена

Сцинтил-лятор	C_{ph} , фотон/МэВ	Прецизионность, $S_R(C_{ph})$		Правильность, $\Delta_c(C_{ph})$		Точность, $\pm\Delta(C_{ph})$		Неопределенность, $U_p(C_{ph})$	
		Абс., фот/МэВ	Отн., %	Абс., фот/МэВ	Отн., %	Абс., фот/МэВ	Отн., %	Абс., фот/МэВ	Отн., %
CsI(Tl)	35396	54,4	0,15	2305	6,51	2319	6,55	2660	7,52
NaI(Tl)	29349	56,0	0,19	1911	6,51	1926	6,56	2207	7,52
Антрацен	10883	77,1	0,70	719	6,57	749	6,84	648	7,58
Стильбен	7302	80,4	1,10	485	6,65	520	7,13	566	7,75

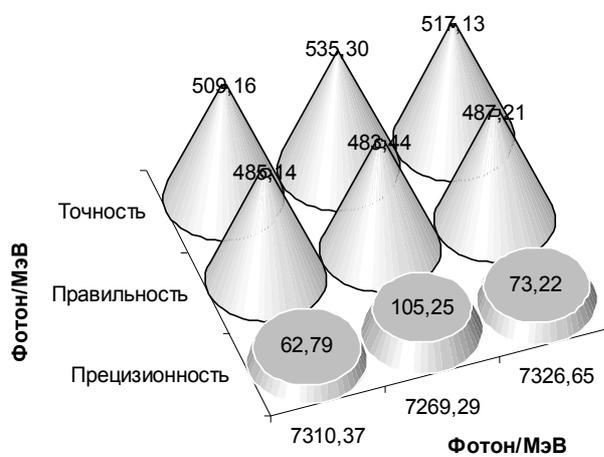


Рис. 4. Составляющие показателя точности измерений технического светового выхода для сцинтиллятора на основе кристалла стильбена

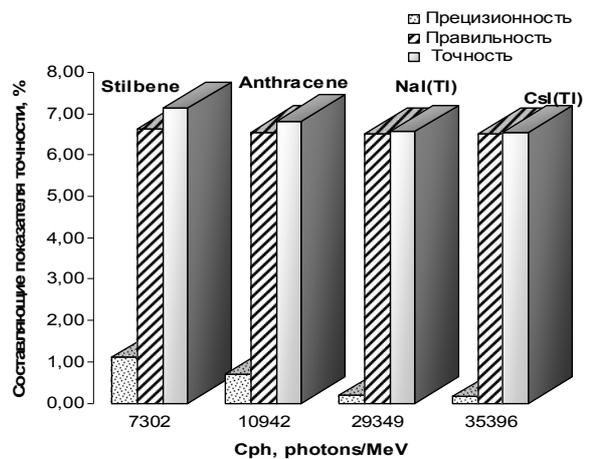


Рис. 5. Составляющие показателя точности измерений технического светового выхода исследуемых сцинтилляторов

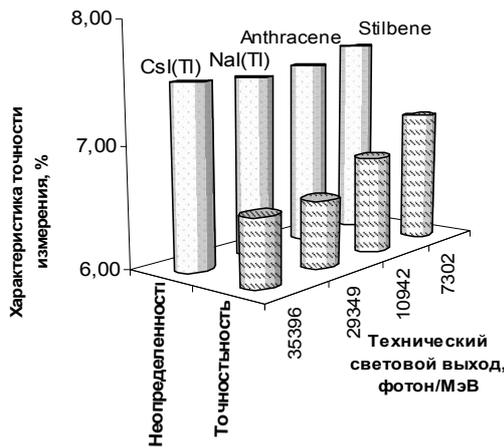


Рис. 6. Точность и неопределенность измерений технического светового выхода исследуемых сцинтилляторов

Выводы

Проведена сравнительная оценка точности и неопределенности результатов измерений технического светового выхода различных сцинтилляторов в соответствии с методиками, изложенными в международных и национальных стандартах.

Показано, что рассмотренные методики не противоречат друг другу и дают сравнительно близкие значения исследуемых оценок.

Установлено, что основной вклад в точность и неопределенность результатов измерений, рассматриваемого примера, вносит оценка определения технического светового выхода рабочего образца. Низкий уровень этой оценки повышает величину систематической составляющей – правильности, либо суммарной неопределенности по типу В. Величина вкладов, связанных со случайной составляющей – прецизионностью, либо неопределенностью по типу А, – оказывает гораздо меньшее влияние на суммарную оценку точности измерений и зависит от уровня светового выхода исследуемого сцинтиллятора. Полученный вывод можно распространить также и на другие виды относительных измерений, у которых определяющий вклад в точность результата измерений вносит составляющая вышестоящего образца.

При измерении сцинтилляторов с существенно отличающимися значениями технического светового выхода, рассчитанные значения точности и неопределенности близки друг к другу, что дает возможность применять используемые методики оценки качества результатов измерений для сцинтилляторов, имеющих большой разброс значений по величине технического светового выхода.

Следует также отметить, что национальные стандарты, в которых внедрены положения рекомендации GUM, а также стандартов ДСТУ ГОСТ ISO 5725 [10], значительно облегчают работы по оценке точности результатов при лабораторных измерениях и аккре-

дитации лабораторий. Но все еще остается большое количество стандартов по данной тематике, которые требуется, в кратчайшие сроки, гармонизировать и ввести в действие, так как их отсутствие в системе национальной стандартизации замедляет процесс евроинтеграции нашей страны в международное сообщество.

Обобщая вышеизложенное, можно сказать, что ключевым элементом процедуры оценки соответствия являются испытания, как инструмент оценки соответствия продукции международным или национальным стандартам. Исходной процедурой при проведении испытаний являются измерения, которые вместе с контролем и обеспечением качества являются фундаментальной основой любой испытательной (калибровочной) лаборатории. Таким образом, каждая испытательная лаборатория, являясь субъектом рыночных отношений, должна решить проблему контроля качества измерений, как элемента доказательства ее соответствия требованиям стандарту ДСТУ ISO/IEC 17025.

Список литературы

1. ISO/IEC 17025:2005 General requirements for the competence of testing and calibration laboratories
2. ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій
3. Величко О.Н. Внедрение международных и региональных нормативных документов в области метрологии на национальном уровне / О.Н. Величко, Т.Б. Гордиенко // Системи обробки інформації: зб. наук. пр. – Х.: ХУПС, 2011. – Вип. 6 (96). – С. 2-8
4. ISO/IEC Guide 98-3:2008. Uncertainty of measurement. – Part 3: Guide to the expression of uncertainty in measurement
5. ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування «Руководства по выражению неопределенности измерений» (РМГ 43-2001, IDT)
6. Крикун В.М. Оценка прослеживаемости и неопределенности измерений при аккредитации испытательной лаборатории по ГОСТ Р ИСО/МЭК 17025 [Электронный ресурс] / В.М. Крикун, А.Н. Ольховский, Г.Е. Лари. – Режим доступа: [www.sds-vr.ru/ff/files/MVK/4\(18\)/krikun.pdf](http://www.sds-vr.ru/ff/files/MVK/4(18)/krikun.pdf)
7. Величко О.Н. Особенности оценки неопределенности при лабораторных измерениях / О.Н. Величко, Т.Б. Гордиенко // Системи обробки інформації: зб. наук. пр. – Х.: ХУПС, 2011. – Вип. 1 (91). – С. 2-5
8. ISO 21748:2010 Guidance for the use of repeatability, reproducibility and trueness estimates in measurement uncertainty estimation
9. ISO/TS 21749:2005 Measurement uncertainty for metrological applications. – Repeated measurements and nested experiments
10. ДСТУ ГОСТ ISO 5725-1-2-3-4-5-6:2005 Точність (правильність і прецизійність) методів та результатів вимірювання
11. Володарский Е.Т. Отличительные особенности некоторых экспериментальных процедур / Е.Т. Володарский, Л.А. Кошечкина // Український метрологічний журнал, 2008. – № 3. – С. 12-18.
12. ДСТУ IEC 62372:2009 Ядерне приладобудування. Сцинтилятори упаковані. Методи контролювання тех-

нічного світлового виходу та власної роздільної здатності (IEC 62372:2006, IDT)

13. Сравнительный анализ методик вычислений погрешности и неопределенности измерений на примере сцинтиллятора / Б.В. Гринев, Н.Р. Гурджян, О.В. Зеленская, В.Р. Любинский, Н.И. Молчанова, В.А. Тарасов // Метрологія та вимірювальна техніка (МЕТРОЛОГІЯ-2012): Наукові праці VIII Міжнародної науково-технічної конференції, 09-11 жовтня 2012 р., м. Харків. – С. 54-60.

14. Оценка качества результатов измерений светового выхода упакованных сцинтилляторов на основе неорганических кристаллов / Б.В. Гринев, Н.Р. Гурджян, О.В. Зе-

ленская, В.Р. Любинский, Н.И. Молчанова, В.А. Тарасов // Метрологія та прилади, 2013. - №1. – С. 31-39.

15. О различных подходах к выражению характеристик точности измерений светового выхода органических сцинтилляторов / Б.В. Гринев, Н.Р. Гурджян, О.В. Зеленская, В.Р. Любинский, Н.И. Молчанова, В.А. Тарасов // Метрологія та прилади, 2013. – № 5. – С. 20-27.

Поступила в редколлегию 2.04.2014

Рецензент: д-р техн. наук, проф. И.П. Захаров, Харьковский национальный университет радиоэлектроники, Харьков.

КОНТРОЛЬ ТА ЗАБЕЗПЕЧЕННЯ ЯКОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАНЬ ВИПРОБУВАЛЬНОЇ ЛАБОРАТОРІЇ НА ПРИКЛАДІ ВИМІРЮВАННЯ СВІТЛОВОГО ВИХОДУ СЦИНТИЛЯТОРІВ

Б.В. Гриньов, Н.Р. Гурджян, О.В. Зеленська, В.Р. Любинський, Н.І. Молчанова, В.О. Тарасов

У статті розглянуті два підходи до оцінки якості вимірювання - з використанням невизначеності вимірювань та показника точності (прецизійності та правильності) отриманих результатів. Дано порівняльний аналіз цих підходів. Розглянуто проблему контролю та забезпечення якості результатів вимірювань випробувальної лабораторії на прикладі вимірювання технічного світлового виходу неорганічних та органічних сцинтиляторів.

Ключові слова: контроль якості, випробувальна лабораторія, невизначеність вимірювань, оцінка показника точності, сцинтилятори, технічний світловий вихід.

CONTROL AND QUALITY ASSURANCE OF TESTING LABORATORY MEASUREMENT RESULTS USING THE EXAMPLE OF LIGHT OUTPUT SCINTILLATORS

B.V. Gryniov, N.R. Gurdzhian, O. V. Zelenskaya, V.R. Lyubynskiy, N.I. Molchanova, V.A. Tarasov

In the article two approaches to estimation of measuring quality are considered - with the use of measurement uncertainty and accuracy (precision and trueness) of the got results. The comparative analysis of these approaches is given. The problem of control and providing of measuring results quality for testing laboratory on the example of measuring of technical light output for inorganic and organic scintillators is considered.

Keywords: quality control, testing laboratory, measurement uncertainty, estimation accuracy indicator, scintillators, technical light output.