

УДК 53.088.23:539.1.074.3

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

Институт сцинтилляционных материалов НАН Украины, Харьков

## СОВРЕМЕННЫЙ ПОДХОД ОЦЕНКИ КАЧЕСТВА РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ СВЕТОВОГО ВЫХОДА НЕОРГАНИЧЕСКИХ СЦИНТИЛЛЯТОРОВ

В данной статье, на примере измерения технического светового выхода сцинтилляторов на основе неорганических кристаллов -  $\text{NaI(Tl)}$ ,  $\text{CsI(Tl)}$ ,  $\text{CWO}$ ,  $\text{BGO}$ , рассмотрено два подхода для оценки качества результатов измерений - на основе расчета погрешности и неопределенности измерений. Изучена возможность применения данных подходов для сцинтилляторов с техническим световым выходом в интервале от 3000 фотон/МэВ до 40000 фотон/МэВ. Дан сравнительный анализ этих подходов и сделан вывод относительно логически непротиворечивого их совместного применения.

**Ключевые слова:** погрешность измерений, неопределенность измерений, аккредитованная лаборатория, неорганические сцинтилляторы, технический световой выход.

### Введение

Приоритетным направлением в развитии внешней политики нашего государства является вхождение в Европейский Союз (ЕС) и европейская интеграция. Одним из условий для этого, является гармонизация и введение в действие почти 80 % европейских стандартов, в том числе, в области метрологии, калибровки средств измерений, аккредитации лабораторий и сертификации продукции.

В последнее время в метрологии, как теоретической, так и практической, произошли существенные изменения. Эти изменения связаны, в первую очередь, с введением понятия «неопределенность измерений» для оценки качества результатов измерений и средств измерительной техники. Однако, отечественные нормативные документы (НД) практически не используют данное понятие и ориентированы на использование традиционного и устоявшегося подхода, основанного на понятиях «погрешность» и «характеристики погрешности».

В дальнейшем, это может привести к нарушению единого подхода к должному пониманию, правильному использованию, а также оценке качества широкого спектра результатов измерений в науке, технике, промышленности и регулирующих нормативных актах. Что, в свою очередь, замедлит процесс евроинтеграции Украины в международное сообщество, т. к. для обеспечения единства измерений в широком масштабе необходимо, чтобы методы оценки качества результатов измерений были едиными, с тем, чтобы измерения, проводимые в странах ЕС, были сопоставимы по единым правилам и взаимно признанными.

### Основная часть

Основным документом международного уровня, реализующим «концепцию неопределенности», является международная рекомендация GUM [1],

разработанная в 1993 г. На русском языке указанная рекомендация появилась в 1999 г. [2]. В Украине практические рекомендации по применению [2] представлены в Руководстве [3], в котором изложена методология применения понятия «неопределенности» для оценки качества измерений, как меры доверия к результатам измерений.

Между характеристиками погрешности и неопределенности результатов измерений существует определенное соответствие: среднеквадратическое отклонение (СКО) соответствует стандартной неопределенности, доверительные границы погрешности – расширенной неопределенности.

Методы вычисления неопределенности, также как и методы оценивания погрешности, основаны на одних и тех же методах математической статистики. Сходными для обоих подходов является и последовательность действий при оценивании характеристик погрешности и вычислении неопределенности измерений [3].

Некоторое методологическое различие имеется в статистических подходах к определению коэффициента охвата  $k_{ох}$ , соответствующего коэффициенту  $k$ , традиционно используемому в отечественных НД при определении границ доверительного интервала. Это различие незначительно сказывается на результатах оценивания характеристик погрешности (неопределенности) измерения в практических измерительных задачах [2]. В ряде случаев оценки погрешности и неопределенности совпадают.

В настоящий момент использование GUM становится обязательным. При этом ряд рекомендаций по выражению неопределенности измерений уже вошел в некоторые НД Украины. Так, например, процедура аккредитации испытательных и калибровочных лабораторий включает в себя проверку на соответствие её требованиям, изложенным в ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 [4], в соответствии с которым, испытательные лаборатории, подтверждающие

свою компетентність в проведенні испытаний и измерений, должны уметь рассчитывать неопределенность своих результатов.

Как показывает реальный опыт, лаборатории зачастую испытывают трудности в представлении результатов с оценкой их неопределенности и затрудняются провести аналогию между погрешностью результатов и их неопределенностью.

В ИСМА НАН Украины на протяжении длительного времени проводятся измерения основных характеристик сцинтилляторов, и оценивается качество результатов измерений на основе расчета погрешности. Все операции проводятся строго в соответствии с ГОСТ 17038.2 [5], в котором регламентировано значение погрешности измерений, поэтому и результат измерений представляется с указанием значения полной погрешности. В настоящее время, в соответствии со стандартом [4], от аккредитованной лаборатории требуется проведение текущего контроля достоверности измерений путем оценки и представления результатов на основе расчета неопределенности измерений. В связи с этим, техническим комитетом по стандартизации ТК 99 «Материалы и приборы для сцинтилляционной техники и техники, связанной с измерением ионизирующих излучений», действующим на базе института, была проведена гармонизация международного стандарта IEC 62372 [6], который в Украине действует как ДСТУ IEC 62372:2009 [7]. В [7] в качестве оценки качества результата измерений взята уже не погрешность, а неопределенность результата измерений.

В связи с необходимостью вычисления неопределенности измерений, на практическом примере рассмотрим основные вопросы, возникающие при оценке качества результатов измерений на основе расчета погрешности и вычисления неопределенности измерений.

Представляло интерес сравнить величины погрешности и неопределенности измерений для материалов с различными значениями технического светового выхода.

Были выбраны сцинтилляторы, имеющие высокий световой выход – на основе кристаллов йодида натрия, активированного таллием – NaI(Tl) и йодида цезия, активированного таллием – CsI(Tl), средний – на основе кристаллов вольфрамата кадмия – CWO и низкий – на основе кристаллов германата висмута – BGO.

В общем виде технический световой выход испытываемого сцинтиллятора ( $C_{ph}$ ), при использовании относительного метода сравнения с рабочим образцом, определяется по формуле (18) стандарта [7]:

$$C_{ph} = \frac{C_{ph0}(V_a - V_o)}{(V_{et} - V_o)}, \quad (1)$$

где  $C_{ph}$  – технический световой выход испытываемого

образца, фотон/МэВ;  $C_{ph0}$  – технический световой выход рабочего образца, фотон/МэВ;  $V_o$  – значение начальной точки характеристики преобразования установки;  $V_{et}$  – значение амплитуды импульсов, которое отвечает максимуму пика полного поглощения для рабочего образца;  $V_a$  – значение амплитуды импульсов, которое отвечает максимуму пика полного поглощения для испытываемого образца.

Измерения проводились на стандартном спектрометрическом устройстве (СУ), включающем предварительный зарядочувствительный предусилитель, линейный усилитель и многоканальный анализатор импульсов. Значение начальной точки характеристики преобразования СУ ( $V_o$ ) составляло минус 2 канала. В качестве фотоприемника использовался фотоэлектронный умножитель (ФЭУ) производства фирмы «Hamamatsu», с диаметром фотокатода, равным 70 мм. Для возбуждения сцинтилляционных кристаллов использовался гамма-источник ионизирующего излучения  $^{137}\text{Cs}$  ( $E_\gamma = 662$  кэВ) из набора образцовых спектрометрических гамма-источников (ОСГИ). Проводились многократные измерения ( $n = 9$ ; 3 постановки по 3 измерения) величин амплитуд импульсов от рабочего и испытываемого образцов, в соответствии со стандартом [7].

Сцинтилляторы были выполнены в геометрии цилиндра. Рабочие образцы имели диаметр, равный высоте: NaI(Tl), CsI(Tl) и CWO –  $\varnothing 40 \times 40$  мм, BGO –  $\varnothing 16 \times 16$  мм. В качестве  $C_{ph0}$ , для каждого из материалов, использовались значения абсолютного светового выхода, пересчитанные с учетом коэффициента светособирания [8]. Для сцинтиллятора на основе NaI(Tl) использовалось значение абсолютного светового выхода, приведенное в [9]; для сцинтилляторов на основе кристаллов CsI(Tl), CWO и BGO – приведенные в [10].

В настоящей работе проводилось сравнение параметров образцов, у которых разница между диаметрами выходных окон превышала допустимую [7], поэтому в формулу (1) был введен нормирующий множитель  $K$  [11], учитывающий неравномерность чувствительности различных зон фотокатода ФЭУ, занимаемых выходными окнами. Далее, заменив отношение амплитуд импульсов множителем  $f$ , можно переписать формулу (1) в следующем виде:

$$C_{ph} = C_{ph0} K f, \quad (2)$$

где  $f = \frac{(V_a - V_o)}{(V_{et} - V_o)}$ .

Наибольшее влияние на результат измерений технического светового выхода  $C_{ph}$  оказывали следующие факторы:

– статистический разброс результатов многократных измерений отношения амплитуд импульсов  $f$ ;

– неточное значение светового выхода  $C_{ph0}$ , приписанное рабочему образцу;

– неточное значение, приписанное нормирующему множителю  $K$ , используемому в алгоритме расчета светового выхода, при сравнении параметров образцов с различными размерами диаметров выходного окна [11];

– ограниченная чувствительность шкалы многоканального анализатора –  $f_{пр}$ , влияющая на значения отношений амплитуд импульсов  $f$ .

Также на результат измерений оказывали влияние и другие факторы [11]. В данной статье рассматривались такие дополнительные факторы, как: методические погрешности; температура окружающего воздуха и непрерывная работа СУ.

С учетом влияния всех перечисленных факторов на результат измерения светового выхода математическую модель измерения (1) можно представить в виде:

$$C_{ph} = C_{ph0} K f a_1 a_2 a_3, \quad (3)$$

где  $a_1$  – множитель, описывающий влияние на результат измерения методической погрешности;  $a_2$  – множитель, описывающий влияние на результат измерения температуры окружающего воздуха;  $a_3$  – множитель, описывающий влияние на результат измерения времени непрерывной работы СУ.

Все перечисленные факторы являются структурными составляющими, формирующими погрешность (неопределенность) результата измерений технического светового выхода.

Результат структурного анализа составляющих погрешности (неопределенности) представлен с помощью векторной диаграммы «причина-следствие» (рис. 1) [12].

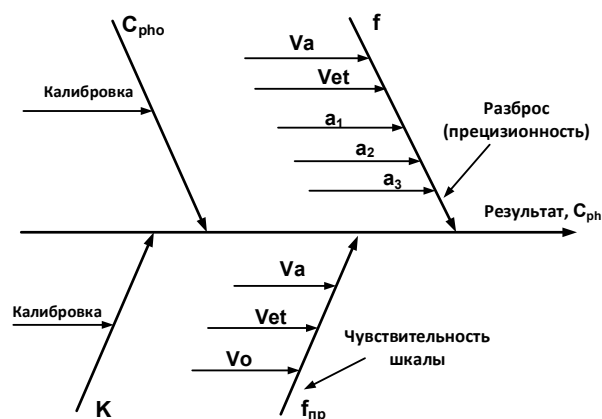


Рис. 1. Векторная диаграмма «причина-следствие»

Влияние методической погрешности – множитель  $a_1$  при измерении светового выхода различными методами (токовым и импульсным) исследовалось в [11]. Результат исследования показал, что методическая погрешность незначима по сравнению с основ-

ными составляющими погрешности измерения, и ею можно пренебречь.

Изменение температуры окружающей среды – множитель  $a_2$ , не влияет на процесс измерения, т.к. измерения проводились в кондиционированном помещении, с сохранением постоянного температурного режима.

Применение систем стабилизации питания позволило пренебречь влиянием нестабильности результатов измерений, связанной со временем непрерывной работы СУ, то есть множителем  $a_3$ , в силу незначительности вклада в суммарную погрешность.

В рассматриваемом практическом случае, при оценке погрешности измерения технического светового выхода исследуемых сцинтилляторов, исходили из предположения о нормальном законе распределения, с доверительной вероятностью, равной  $P_d=0,95$ . При вычислении неопределенности результата измерения в соответствии с п. 4.10.3 руководства [3] принимался также нормальный закон распределения возможных значений измеряемой величины, с тем же уровнем доверительной вероятности [12].

Полученные результаты оценки качества результата измерений технического светового выхода, для исследуемых образцов, на основе расчета погрешности и вычисления неопределенности измерений [12, 13], приведены в табл. 1.

При сопоставлении результатов измерений и оценок их достоверности, проводимых двумя различными способами, авторами также был рассмотрен вопрос пересчета характеристик погрешности в характеристики неопределенности, в случае отсутствия достаточной информации для вычисления неопределенности измерений в соответствии с Руководством [3].

В принятых НД по метрологии описывается два различных способа представления результатов измерений: сокращенный и расширенный [14], которые соответствуют двум схемам пересчета, представленным в п. 5.4 Руководства [3].

Используя расширенный способ, предполагающий дальнейшую обработку результатов или предварительный анализ погрешности измерений, был проведен пересчет характеристик погрешности светового выхода в характеристики неопределенности (табл. 2).

Для более наглядного представления полученных результатов, значения погрешности (неопределенности) и их составляющих, рассчитанные для одного из исследуемых сцинтилляторов (CWO с размером  $\varnothing 15 \times 25$  мм), приведены в виде гистограммы (рис. 2).

Полученные значения погрешностей (неопределенностей) измерений рассматриваемых сцинтилляторов, имеющих существенно отличающиеся значения технического светового выхода, приведены на рис. 3.

Таблиця 1

Расчет погрешности (неопределенности) измерения технического светового выхода сцинтилляторов на основе NaI(Tl), CsI(Tl), CWO и BGO

Сцинтиллятор	Размер сц-ра, мм	$C_{ph}$ , фотон/МэВ	$S(C_{ph})$ , фотон/МэВ	$\theta(C_{ph})$ , фотон/МэВ	$\Delta C_{ph}$		$u_A(C_{ph})$ , фотон/МэВ	$u_B(C_{ph})$ , фотон/МэВ	$U_P(C_{ph})$	
					Абс., фотон/МэВ	Отн., %			Абс., фотон/МэВ	Отн., %
NaI(Tl)	Ø63x63	30740	100	2280	2295	7,53	100	1195	2400	7,89
CsI(Tl)	Ø25x25	32270	87	2418	2426	7,52	87	1268	2543	7,88
CWO	Ø15x25	7590	63	568	587	7,73	63	298	610	8,03
BGO	Ø30x50	3340	12	252	253	7,60	12	132	265	7,95

Таблиця 2

Пересчет характеристик погрешности в характеристики неопределенности

Сцинтиллятор	Размер сц-ра, мм	$S(C_{ph})$ , %	$\theta(C_{ph})$ , %	$u_A(C_{ph})$ , %	$u_B(C_{ph})$ , %	$u_C(C_{ph})$ , %	k	$U_P(C_{ph})$ , %
CsI(Tl)	Ø25x25	0,270	7,493	0,270	3,933	3,942	2	7,88
CWO	Ø15x25	0,825	7,490	0,825	3,931	4,017	2	8,03
BGO	Ø30x50	0,370	7,551	0,370	3,963	3,981	2	7,96

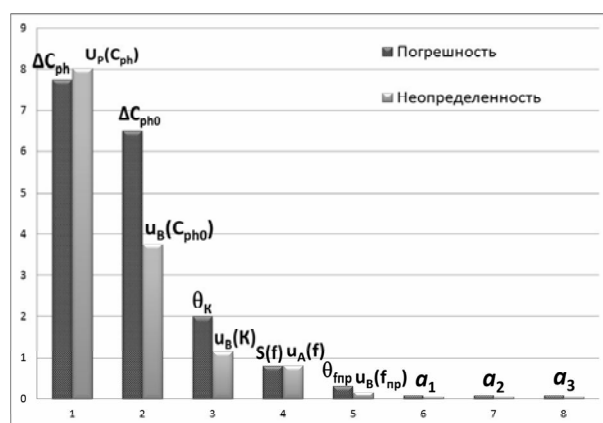


Рис. 2. Погрешность и неопределенность результата измерения технического светового выхода на основе CWO с размером Ø15x25 мм

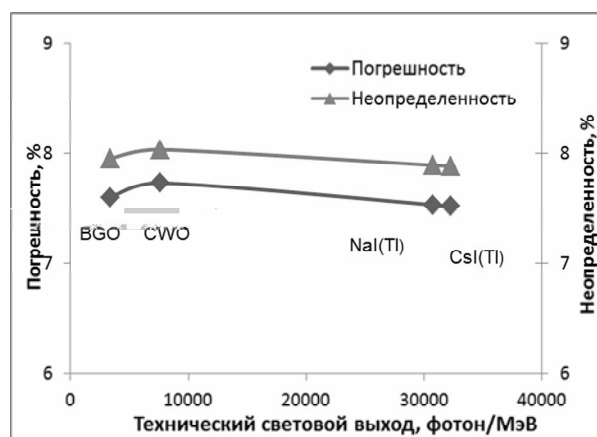


Рис. 3. Погрешность и неопределенность измерений технического светового выхода сцинтилляторов

### Выводы

Проведена сравнительная оценка качества результатов измерений на основе методик вычислений погрешности и неопределенности измерений. Показано, что рассматриваемые методики не противоречат друг другу и дают сравнительно близкие значения оценки качества результата измерений. Что делает возможным их гармоничное использование, без взаимного противоречия и исключения одной из них.

При измерении сцинтилляторов с существенно отличающимися значениями технического светового выхода, рассчитанные значения погрешностей (неопределенностей) близки друг к другу, что дает возможность применять используемые методики оценки качества результатов измерений для сцинтилляторов, имеющих большой разброс значений по вели-

чине технического светового выхода.

Проведенный анализ пересчета характеристик погрешности светового выхода в характеристики неопределенности показал, что оценки неопределенностей, полученные таким образом, в основном совпадают со значениями неопределенностей, вычисленными в соответствии с Руководством [3], а имеющиеся небольшие отличия незначительны. Это позволяет применять указанный метод расчета к рассматриваемой практической задаче.

Испытательным лабораториям при оценке неопределенности не требуется проводить дополнительных испытаний или исследований. Международные стандарты, в которых внедрены положения рекомендации GUM [1], значительно облегчают работу по оценке неопределенности при лабораторных измерениях.

В заключение отметим, что поскольку систематизация методов расчета неопределенности в целом одобрена метрологическим сообществом, то, в условиях использования результатов лабораторной деятельности на международном уровне, лаборатория должна оценивать и представлять свои результаты на унифицированной базе Руководства по выражению неопределенности измерений [3].

### Список литературы

1. Guide to the Expression of Uncertainty in Measurement (GUM): First edition. – ISO, Switzerland, 1993. – 101 p.
2. Руководство по выражению неопределенности измерения // Перевод с англ. под науч. ред. проф. В.А. Слава – СПб.: «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева», 1999. – 134 с.
3. ДСТУ-Н РМГ 43:2006 Метрологія. Застосування «Руководства по выражению неопределенности измерений» (РМГ 43-2001, IDT).
4. ДСТУ ISO/IEC 17025:2006 Загальні вимоги до компетентності випробувальних та калібрувальних лабораторій (ISO/IEC 17025:2005, IDT).
5. ГОСТ 17038.2-79 Детекторы ионизирующих излучений сцинтилляционные. Метод измерения светового выхода детектора по пику полного поглощения или краю комптоновского распределения.
6. IEC 62372:2006 Nuclear instrumentation – Housed scintillators – Measurement methods of light output and intrinsic resolution.
7. ДСТУ IEC 62372:2009 Ядерне приладобудування. Сцинтилятори упаковані. Методи контролювання технічного світлового виходу та власної роздільної здатності (IEC 62372:2006, IDT).
8. Глобус М.Е. Неорганические сцинтилляторы. Новые и традиционные материалы / М.Е. Глобус, Б.В. Гринев. – Х.: Акта, 2000. – 408 с.
9. E. Sysoeva, V. Tarasov, O. Zelenskaya Comparison of the methods for determination of Scintillation Light Yield (Сравнение методов определения светового выхода сцинтилляторов) // Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, A 486. – 2002. – P. 67-73.
10. Woo Gyo Lee, Yong Kyun Kim, Jong Kyung Kim, V. Tarasov, O. Zelenskaya A study of the inorganic scintillator properties for a phoswich detector (Изучение свойств неорганических сцинтилляторов для фосвич детекторов) // J. Korea Asso. Radiat. – 2004. – Vol. 29, № 4. – P. 251-256.
11. Отчет по теме НИР «Разработка методов и метрологическое обеспечение контроля качества упакованных сцинтилляционных кристаллов». – Институт монокристаллов. – Х., 1980. – 118 с.
12. Оценка качества результатов измерений светового выхода упакованных сцинтилляторов на основе неорганических кристаллов / Б.В. Гринев, Н.Р. Гурджян, О.В. Зеленская, В.Р. Любинский, Н.И. Молчанова, В.А. Тарасов // «Метрологія та прилади». – 2013. – №1. – С. 31-39.
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 (МЕТРОЛОГІЇ-2012): Наукові праці VIII Міжнарод. наук.-техн. конф., 09 – 11 жовтня 2012 р., м. Харків. – С. 54-60.
14. Захаров И.П., Кукуш В.Д. Теория неопределенности в измерениях / И.П. Захаров, В.Д. Кукуш. – Х.: КОНСУМ, 2002. – 256 с.

Поступила в редколлегию 4.02.2013

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

### СУЧАСНИЙ ПІДХІД ОЦІНКИ ЯКОСТІ РЕЗУЛЬТАТІВ ВИМІРЮВАННЯ СВІТЛОВОГО ВИХОДУ НЕОРГАНІЧНИХ СЦИНТИЛЯТОРІВ

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

У статті, на прикладі вимірювання технічного світлового виходу сцинтиляторів на основі неорганичних кристалів - NaI(Tl), CsI(Tl), CWO, BGO, розглянуто два підходи для оцінки якості результатів вимірювання - на основі розрахунку похибки та невизначеності вимірювань. Вивчено можливість застосування даних підходів для сцинтиляторів з технічним світловим виходом в інтервалі від 3000 фотон/MeV до 35000 фотон/MeV. Дано порівняльний аналіз цих підходів та зроблено висновок щодо логічно несуперечливого їх спільного застосування.

**Ключові слова:** похибка вимірювання, невизначеність вимірювання, акредитована лабораторія, неорганичні сцинтилятори, технічний світловий вихід.

### MODERN APPROACH OF MEASUREMENT RESULTS QUALITY ASSESSMENT OF INORGANIC SCINTILLATORS LIGHT OUTPUT

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

In this article two methods for estimation of light output measurement results quality for scintillators based on inorganic crystals - NaI(Tl), CsI(Tl), CWO, BGO were considered. These methods are based on the calculation of error or uncertainty of the measurements. The possibility of using these methods for scintillators with light output in the range from 3000 photons/MeV to 35000 photons/MeV was learned. A comparative analysis of these methods was provided. Conclusions regarding logical consistency of joint application these methods were made.

**Keywords:** measurement error, measurement uncertainty, accredited laboratory, inorganic scintillators, light output.