

# **ANALIZA STABILNOSTI RADA HPGe SPEKTROMETRA U OKVIRU INTERNE KONTROLE KVALITETA**

*Aleksandar Kandić, Bojan Šešlak, Ivana Vukanac, Mirjana Đurašević i  
Zoran Milošević*

Institut za nuklearne nauke "Vinča", Univerzitet u Beogradu, Beograd,  
Srbija

[akandic@vinca.rs](mailto:akandic@vinca.rs)

## **UVOD**

Osiguranje kvaliteta u kontekstu analitičkih istraživanja zahteva kontrolu koja obezbeđuje poverenje u tačnost rezultata analize. Da bi se postigao veći stepen transparentnosti procedura, minimizirali potencijalni izvori grešaka, standardizovalo rukovanje uzorcima, instrumentima i podacima, a samim tim smanjila stopa neusaglašenosti rezultata, razvijeni su koncepti kontrole i osiguranja kvaliteta.

Međunarodno usaglašena procedura za akreditaciju analitičke laboratorije od strane nacionalnog akreditacionog tela predstavlja pravi način da se analitički rad laboratorije prihvati i pravno prizna u međunarodnim okvirima, pri čemu ne treba potceniti ni ekonomski značaj.

Laboratorija za nuklearnu i plazma fiziku Instituta za nuklearne nauke "Vinča" akreditovana je za gamaspektrometrijsku analizu sadržaja radionuklida u uzorcima iz životne sredine po standardu SRPS ISO/IEC 17025:2006 [1]. Prema zahtevima standarda, a u skladu sa preporukama datim u TCS No. 24 [2], obavlja se stalna interna kontrola kvaliteta rada poluprovodničkog HPGe spektrometra. Interna kontrola obuhvata periodičnu proveru karakteristika ovog uređaja. U radu su prikazane kontrolne karte ispitivanih karakteristika od juna do decembra 2010, na osnovu kojih je analizirana dugovremenska stabilnost rada spektrometra.

## **OSIGURANJE I KONTROLA KVALITETA (QA/QC)**

U novije vreme kredibilitet jedne laboratorije za ispitivanje sve više zavisi od dokumentovanih dokaza implementacije osiguranja i kontrole kvaliteta u skladu sa međunarodnim standardima. Na osnovu toga

neophodno je postaviti kompletan sistem kvaliteta u određenoj oblasti rada laboratorije. Pri tome treba voditi računa da je osiguranje i kontrola kvaliteta trajan proces, a ne cilj koji se ostvaruje jednom i zauvek.

Rezultate određenog procesa merenja potrebno je pratiti tokom dužeg vremenskog perioda, a podaci se predstavljaju tabelarno i grafički. Grafički prikaz se daje na kontrolnim kartama na kojima se definišu granice upozorenja (sistem bi mogao biti izvan kontrole) i granice akcije (sistem je van kontrole i neophodno je preduzeti korektivne mere).

Na osnovu većeg broja merenja formira se skup izmerenih vrednosti (populacija) i određuje srednja vrednost populacije. Pojedinačna merenja će uglavnom biti simetrično raspoređena oko te srednje vrednosti, odnosno imaće Gausovu raspodelu. Verovatnoća da će izmerena vrednost biti unutar  $\pm 2$  standardne devijacije u odnosu na srednju vrednost iznosi 95 %, dok je verovatnoća da će biti unutar  $\pm 3$  standardne devijacije iznosi 99,7 %. Svi rezultati merenja treba da se nalaze u okviru datih granica. Ako to nije slučaj, pretpostavlja se da su verovatno nastale neke promene u mernom sistemu, koji je značajno izmenio svoje performanse, a samim tim da je došlo do promena srednje vrednosti i/ili standardne devijacije. Svrha kontrolne karte je da ovu promenu učini vidljivom. Analitičar na osnovu prikazanih rezultata mora da odluči da li je ova promena veoma značajna ili ne, odnosno da li je neophodno da se preduzmu korektivne mere.

Najjednostavniji tip kontrolne karte je Shewhartova karta. Izmerene vrednosti (aktivnost, FWHM, FWTM) se crtaju na y osi, a vreme uzastopnih merenja na x osi (tj. dnevno, nedeljno, itd.). Shewhartova karta može prikazivati podatke na dnevnoj osnovi, ali ako je merni sistem dovoljno stabilan, obično se uzima da je vremenski interval između dva merenja nedelju dana.

Na Shewhartovoj karti srednja vrednost se često koristi kao ciljna vrednost, odnosno tzv. prava vrednost, dok se standardna devijacija koristi za postavljanje granica. Prihvaćeno je da se granice upozorenja postave na  $\pm 2$  standardne devijacije, a da se granice akcije postave na  $\pm 3$  standardne devijacije. Kada se rezultat merenja nalazi izvan granica upozorenja, potrebna je pažljiva analiza, a ako se nalazi izvan granica akcije smatra se da postoji potencijalna greška. Signal koji obično ukazuje na problem sa

sistemom za merenje, tj. da je neophodno da se preduzmu korektivne mere, javlja se u sledećim slučajevima:

- dve uzastopne izmerene vrednosti izvan granica akcije,
- četiri uzastopna izmerene vrednosti izvan granica upozorenja,
- deset uzastopnih izmerenih vrednosti sa iste strane srednje vrednosti,
- uzlazni ili silazni trend za nekoliko uzastopnih izmerenih vrednosti.

### **INTERNA KONTROLA KVALITETA RADA MERNOG UREĐAJA**

Da bi se obezbedilo poverenje u rezultate ispitivanja merenih uzoraka, neophodno je u skladu sa preporukama datim u TCS No. 24. vršiti stalnu internu kontrolu kvaliteta rada poluprovodničkog HPGe spektrometra. Interna kontrola obuhvata periodičnu proveru karakteristika ovog uređaja, pri čemu se izmerene vrednosti unose u odgovarajuće kontrolne karte.

Karakteristike poluprovodničkog HPGe spektrometra koje se periodično proveravaju su:

- širina na polovini visine pika (FWHM), čime se procenjuje kvalitet rezolucije sistema. Povećanje rezolucije može biti uzrokovano povećanim elektronskim šumom spektrometra, ili može ukazivati na problem sa vakuumom u sistemu,
- širina na desetini visine pika (FWTM), zbog eventualnog uočavanja oštećenja kristala detektora, lošeg p/z odnosa i postojanja struje curenja,
- odnos FWHM/FWTM za različite energije gama zračenja čime se prati kvalitet samog spektrometra,
- odbroj ispod pika, čime se proverava stabilnosti mernog sistema,
- odbroj u fonu, čime se utvrđuje moguća kontaminacija detektorskog sistema,
- položaj pika, čime se dodatno proverava stabilnost elektronike u spektrometarskom sistemu i uticaj okoline (vlažnost, temperatura) na merenje.

### **REZULTATI MERENJA**

Interna kontrola kvaliteta rada sprovodi se na gama spektrometrijskom sistemu koji se sastoji od HPGe detektora (GEM30-70 *Ortec*, relativne efikasnosti 37 %, rezolucije 1,66 keV i odnos pik-Kompton je 70:1) sa standardnom pratećom elektronikom.

Tokom maja 2010. izvršene su preliminarne serije od po 10 uzastopnih merenja kontrolnih izvora i fona na dnevnoj osnovi, na osnovu kojih su utvrđene srednje vrednosti i odgovarjuće standardne devijacije. Ovi podaci poslužili su za uspostavljanje kontrolnih karti.

Kao kontrolni izvori za proveru FWHM, FWTM, odnosa FWHM/FWTM, i položaja pika korišćeni su tačkasti izvori  $^{60}\text{Co}$  i  $^{137}\text{Cs}$ . Za proveru odbroja ispod pika korišćen je tačkasti izvor  $^{137}\text{Cs}$ , za koji se korekcija na raspad vrši svaka dva meseca sa korekcionim faktorom 0,996218.

U periodu od juna do decembra realizovana su 32 merenja, a rezultati tih merenja prikazani su kontrolnim kartama (Slika 1).

## **ZAKLJUČAK**

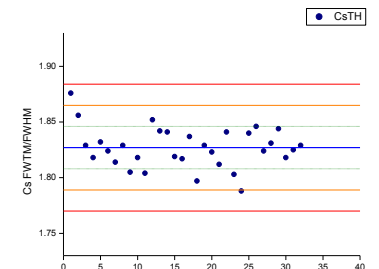
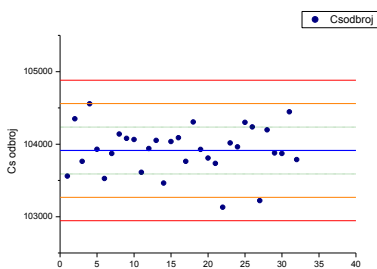
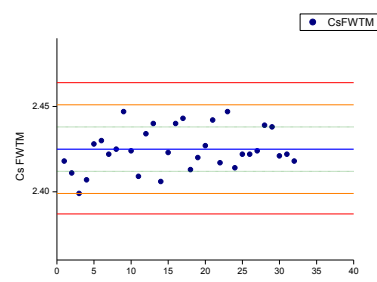
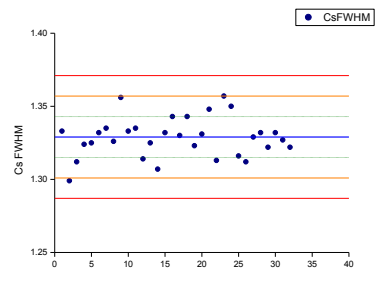
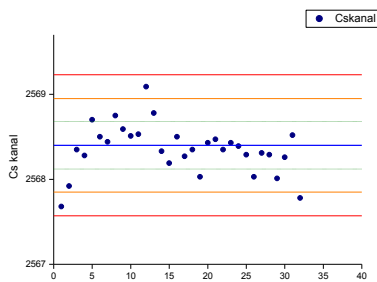
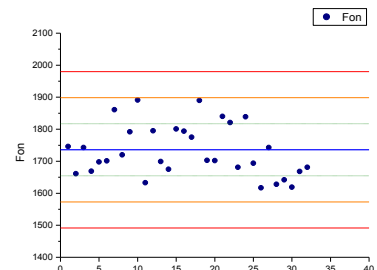
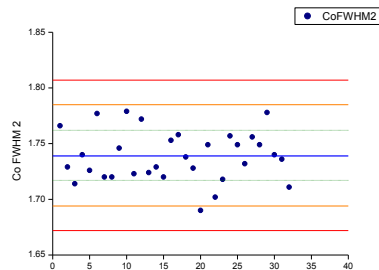
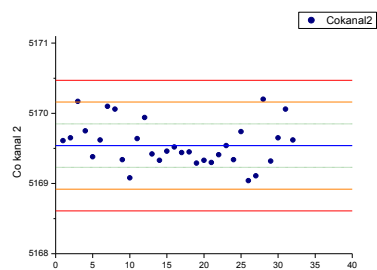
Interna kontrola obuhvata periodičnu proveru karakteristika mernog uređaja. U radu je prikazana primena interne kontrole kvaliteta na gama spektrometrijskom sistemu koji se koristi za ispitivanje uzoraka iz životne sredine. Na osnovu prikazanih kontrolnih karti može se zaključiti da je rad spektrometarskog sistema stabilan i da se rezultati dobijeni merenjem mogu smatrati pouzdanim, odnosno da je rad akreditovane laboratorije za ispitivanje usaglašen sa međunarodnim preporukama.

## **Zahvalnica**

Rad je finansiran sredstvima Ministarstva za nauku i tehnološki razvoj Republike Srbije u okviru projekta 141019.

## **REFERENCE**

- [1] SRPS ISO/IEC 17025:2006, Opšti zahtevi za kompetentnost laboratorija za ispitivanje i laboratorija za etaloniranje (ISO/IEC 17025:2005, General requirements for the competence of testing and calibration laboratories).
- [2] TCS No. 24, Quality System Implementation for Nuclear Analytical Techniques, IAEA, Vienna, 2004.



Slika 1. Kontrolne karte za HPGe spektrometar

## ANALYSIS OF HPGe SPECTROMETER STABILITY – INTERNAL QUALITY CONTROL

*Aleksandar Kandić, Bojan Šešlak, Ivana Vukanac, Mirjana Đurašević  
and Zoran Milošević*

Institute of Nuclear Sciences "Vinča", University of Belgrade, Serbia  
[akandic@vinca.rs](mailto:akandic@vinca.rs)

Laboratory for Nuclear and Plasma Physics, Institute "Vinča" is authorized and accredited in accordance with ISO/IEC 17025 for measurements of radionuclide content in environmental samples. In accordance with a standards request and international recommendations, TCS No. 24, Quality System Implementation for Nuclear Analytical Techniques, permanent internal quality control of semiconductor HPGe spectrometer has been conducted. Periodical testing of spectrometer characteristics and creation of control charts are included in internal quality control processes. The evaluation of the measuring system can be performed by periodical testing as follows:

- FWHM chart provides evaluation of the resolution of a detector. Variation of the FWHM could be caused by electronic noise inside the detector, or might indicate a vacuum problem.
- FWTM chart allows to monitor tailing due to damage of the detection crystal, bad P/Z ration may indicate a leakage current
- The ratio FWHM/FWTM for different gamma ray energies allows to monitor the quality of the detector
- Activity chart allows to monitor the stability of the whole method
- Background chart might discover contamination
- Peak position chart provide indications for electronic stability and the influence of environmental conditions such as temperature or humidity.

Point sources  $^{60}\text{Co}$  and  $^{137}\text{Cs}$  were used as a control sources for FWHM, FWTM, FWHM/FWTM ratio and peak position testing. Presented control charts, for a period June – December 2010, were used for an analysis of spectrometer stability. These charts show that performances of analyzed HPGe spectrometer were stable, meaning that measurements results for environmental samples could be considered as reliable, i.e. that the practice of Laboratory fully consists with an international recommendations.