

Федеральное агентство по техническому регулированию и метрологии
УРАЛЬСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТРОЛОГИИ
– ФИЛИАЛ ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО УНИТАРНОГО ПРЕДПРИЯ-
ТИЯ «ВСЕРОССИЙСКИЙ НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ МЕТ-
РОЛОГИИ ИМ.Д.И.МЕНДЕЛЕЕВА»
(УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)

СОГЛАСОВАНО

Директор УНИИМ – филиала

ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»



[Signature]
Е.П. Собина

Мигаль П.В.
доверен 2022 г. № 2

«ГСИ. Системы томографические NSI
Методика поверки»

МП 134-251-2020

Екатеринбург

2022

ПРЕДИСЛОВИЕ

- 1 РАЗРАБОТАНА Уральским научно-исследовательским институтом метрологии – филиалом Федерального государственного унитарного предприятия «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии им. Д.И. Менделеева» (УНИИМ – филиал ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»)
- 2 ИСПОЛНИТЕЛЬ зам. зав. лаб. 251 ВострокнUTOва Е.В., и.о. зав.лаб.233 Трибушевская Л.А.
- 3 СОГЛАСОВАНА директором УНИИМ – филиала ФГУП «ВНИИМ им. Д.И. Менделеева» в 2022 г.

СОДЕРЖАНИЕ

1 Общие положения.....	4
2 Нормативные ссылки.....	5
3 Перечень операций поверки	5
4 Требования к условиям проведения поверки.....	6
5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку	7
6 Метрологические и технические требования к средствам поверки	7
7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки.....	8
8 Внешний осмотр средства измерений	8
9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений.....	8
10 Проверка программного обеспечения средства измерений	7
11 Определение метрологических характеристик средства измерений.....	7
12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям	9
13 Оформление результатов поверки	10

1 Общие положения

1.1 Настоящая методика поверки распространяется на системы томографические NSI (далее – системы), изготовленные фирмой «North Star Imaging Inc.», США. Системы подлежат первичной (до ввода в эксплуатацию и после ремонта) и периодической поверке. Поверка систем должна производиться в соответствии с требованиями настоящей методики.

1.2 При проведении поверки прослеживаемость системы обеспечивается:

- при измерении пористости к ГЭТ 210-2019 «Государственный первичный эталон единиц удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема и размера пор твердых веществ и материалов» применением стандартных образцов в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 15.03.2021 № 315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности, удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов»;

- при измерении длины к ГЭТ 2-2021 «Государственный первичный эталон единицы длины – метра» путем применения эталонов из государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденной приказом Росстандарта № 2840 от 29 декабря 2018 г.;

- при измерении массовой доли элементов к ГЭТ 3-2020 «Государственный первичный эталон единицы массы (килограмм)» применением средств измерений в соответствии с приказом Росстандарта Российской Федерации от 29.12.2018 №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

1.3 Настоящая методика поверки применяется для поверки систем, используемых в качестве рабочих средств измерений.

1.4 В результате поверки должны быть подтверждены следующие метрологические требования, приведенные в таблице 1.

Таблица 1

Наименование характеристики	Значение для модификаций						
	X25	X3000	X3500	X5000	X5500	X7000	X7500
Диапазон измерений открытой пористости, %	от 0,6 до 52						
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерений открытой пористости, %	± 0,25						
Диапазон измерений длины, мм - по оси Z - в плоскости двух осей (X; Y)	от 0 до 220	от 0 до 610		от 0 до 1220		от 0 до 1520	
	от 0 до 150	от 0 до 500		от 0 до 840		от 0 до 1520	
Пределы допускаемой абсолютной погрешности измерения длины ¹⁾ , мкм	±(6+L/100)						
Регистрируемые элементы	от 4 (Ti) до 95 (Am)						

Наименование характеристики	Значение для модификаций						
	X25	X3000	X3500	X5000	X5500	X7000	X7500
Чувствительность, кимп/(с·мкА·%), не менее							
- Cr (на линии K α)				0,5			
- Mo (на линии K α)				1,0			
Предел допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала ²⁾ , %:							
- Cr (на линии K α)				0,5			
- Mo (на линии K α)				1,0			

1) где L - измеряемая длина, мм;

2) при измерении скорости счета импульсов для стандартного образца стали легированной с аттестованными значениями массовой доли хрома не менее 23,0 % (на линии K α), молибдена не менее 2,0 % (на линии K α).

1.5 При определении диапазона измерений и пределов допускаемой абсолютной погрешности измерений открытой пористости, чувствительности и предела допускаемого значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала используется метод прямых измерений с помощью стандартных образцов. При определении диапазона измерений и пределов допускаемой абсолютной погрешности линейных размеров используется метод прямых измерений с помощью мер длины концевых плоскопараллельных.

2 Нормативные ссылки

2.1 В настоящей методике поверки использованы ссылки на следующие документы:

ГОСТ 12.2.007.0–75 «Система стандартов безопасности труда. Изделия электротехнические. Общие требования безопасности»;

Приказ Минпромторга РФ от 28.08.2020 № 2905 «Об утверждении порядка проведения испытаний стандартных образцов или средств измерений в целях утверждения типа, порядка утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений, внесения изменений в сведения о них, порядка выдачи сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, формы сертификатов об утверждении типа стандартных образцов или типа средств измерений, требований к знакам утверждения типа стандартных образцов или типа средств измерений и порядка их нанесения»;

Приказ Министерства труда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 N 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок»;

Приказ Минпромторга РФ от 31.07.2020 № 2510 «Об утверждении порядка проведения поверки средств измерений, требований к знаку поверки и содержанию свидетельства о поверке»;

Приказ Минпромторга России от 28.08.2020 г. № 2906 «Об утверждении порядка создания и ведения Федерального информационного фонда по обеспечению единства измерений, передачи сведений в него и внесения изменений в данные сведения, предоставления содержащихся в нем документов и сведений»;

Приказ Росстандарта от 15.03.2021 № 315 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений удельной адсорбции газов, удельной поверхности,

удельного объема пор, размера пор, открытой пористости и коэффициента газопроницаемости твердых веществ и материалов»;

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 № 2840 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм»;

Приказ Росстандарта от 29.12.2018 №2818 «Об утверждении Государственной поверочной схемы для средств измерений массы».

3 Перечень операций поверки

3.1 Для поверки систем должны быть выполнены операции, указанные в таблице 2.

Таблица 2

Наименование операции	Номер пункта методики поверки	Обязательность проведения операций при поверке	
		первичная	периодическая
1 Внешний осмотр средства измерений	8	да	да
2 Подготовка к поверке и опробование средства измерений	9	да	да
3 Проверка программного обеспечения	10	да	да
4 Определение метрологических характеристик средства измерений	11	-	-
4.1 Определение абсолютной погрешности и диапазона измерений открытой пористости	11.1	да	да
4.2 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений длины	11.2	да	да
4.3 Определение чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения при измерении выходного сигнала	11.3	да	да

3.2 В случае невыполнения требований хотя бы одной из операций, их повторяют вновь, в случае повторного невыполнения требований поверка прекращается, система бракуется и выполняются операции по п. 13.3 настоящей методики поверки.

3.3 На основании письменного заявления владельца системы или лица, представившего систему на поверку, оформленного в произвольной форме, допускается проведение периодической поверки для меньшего числа измеряемых величин. Данную информацию приводят в сведениях о поверке.

4 Требования к условиям проведения поверки

4.1 При проведении поверки должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающей среды, °С от +15 до +25;
- изменение температуры окружающего воздуха в течении 1 часа, °С, не более 1;
- относительная влажность, %, не более 80;
- вибрация и тряска должны отсутствовать.

5 Требования к специалистам, осуществляющим поверку

5.1 К проведению работ по поверке систем допускаются лица, прошедшие специальное обучение в качестве поверителя, изучившие руководство по эксплуатации (далее – РЭ) на системы и настоящую методику поверки.

6 Метрологические и технические требования к средствам поверки

6.1 При проведении поверки применяют оборудование согласно таблице 3.

Таблица 3

Операции поверки, требующие применение средств поверки	Метрологические и технические требования к средствам поверки, необходимые для проведения поверки	Перечень рекомендуемых средств поверки
Раздел 11 Определение метрологических характеристик средства измерений	интервал аттестованных значений открытой пористости от 4 до 51 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm 0,05$ %.	ГСО 10583-2015 стандартные образцы открытой пористости твердых веществ, материалов (имитаторы) (комплект ОПТВ СО УНИИМ)
	<p>- интервал аттестованных значений массовой доли хрома от 9 до 28 %, границы допускаемых значений абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm$ от 0,12 до 0,24 %.</p> <p>- интервал аттестованных значений массовой доли молибдена от 0,01 до 4,5 %, границы допускаемой абсолютной погрешности аттестованного значения при $P=0,95 \pm$ от 0,0018 до 0,07 %.</p>	ГСО 8876-2007 стандартные образцы стали легированных типов 09X14H19B2БР, 08X15H24B4ТР, 45X22H4M3, ХН35ВТ, 03X21H21M4ГБ, 31X19H9МВБТ, 20X25H20С2, 10X11H23Т3МР, 03ХН28МДТ (КОМПЛЕКТ СО ЛГ56-ЛГ64)
	4-ый разряд по Государственной поверочной схеме для средств измерений длины в диапазоне от $1 \cdot 10^{-9}$ до 100 м и длин волн в диапазоне от 0,2 до 50 мкм, утвержденная Приказом Росстандарта от 29 декабря 2018 г. № 2840	Рабочий эталон длины (меры длины концевые плоскопараллельные)
Раздел 9 Подготовка к поверке и опробование	диапазоны измерений температуры и относительной влажности не менее требуемых по п.4	Термогигрометр

6.2 Стандартные образцы, применяемые для поверки, должны иметь действующий паспорт, средства измерений должны быть поверены, эталоны - поверены (аттестованы).

6.3 Допускается использовать при поверке другие утвержденные и аттестованные эталоны единиц величин, средства измерений утвержденного типа и поверенные, стандартные образцы утвержденного типа, удовлетворяющие метрологическим требованиям, указанным в таблице 3.

7 Требования (условия) по обеспечению безопасности проведения поверки

7.1 При проведении поверки должны быть соблюдены требования Приказа Минтруда и Социальной защиты РФ от 15.12.2020 № 903н «Об утверждении Правил по охране труда при эксплуатации электроустановок», требования ГОСТ 12.2.007.0.

8 Внешний осмотр средства измерений

8.1 При внешнем осмотре устанавливают:

- соответствие внешнего вида системы сведениям, приведенным в описании типа;
- отсутствие видимых повреждений системы;
- соответствие комплектности, указанной в РЭ;
- наличие обозначения и серийного номера, четкость маркировки, а также отсутствие повреждений и дефектов, влияющих на работоспособность системы.

8.2 В случае, если при внешнем осмотре системы выявлены повреждения или дефекты, способные оказать влияние на безопасность проведения поверки или результаты поверки, поверка может быть продолжена только после устранения этих повреждений или дефектов.

9 Подготовка к поверке и опробование средства измерений

9.1 Перед проведением поверки систему готовят к работе в соответствии с РЭ.

9.2 Проводят контроль условий поверки с помощью термогигрометра в соответствии с таблицей 3.

9.3 Средства поверки готовят к работе в соответствии эксплуатационной документацией. При включении системы должны отсутствовать сообщения об ошибках.

10 Проверка программного обеспечения средства измерений

10.1 Проводят проверку идентификационных данных программного обеспечения (далее – ПО) системы сравнением с данными, приведенными в описании типа. Наименование и номер версии ПО отображаются при загрузке и должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 4.

Таблица 4

Идентификационные данные (признаки)	Значение	
Идентификационное наименование ПО	efX-DR	VGStudio MAX
Номер версии (идентификационный номер) ПО	не ниже 2.0*	не ниже 3.2.3*
Цифровой идентификатор ПО	-	
* - версия ПО может иметь дополнительные буквенные или цифровые суффиксы.		

11 Определение метрологических характеристик средства измерений

11.1 Проверка абсолютной погрешности и диапазона измерений открытой пористости.

11.1.1 Для проверки абсолютной погрешности и диапазона измерений открытой пористости используют стандартные образцы по п. 6, а именно проводят измерения открытой пористости с использованием ГСО 10583-2015.

11.1.2 Каждый образец из комплекта помещают в рабочую камеру системы, с помощью ПО efX- проводят сбор данных и построение реконструкции образца в соответствии с РЭ и РП ПО efX-. Полученное изображение обрабатывают с помощью ПО VGStudio MAX, и в соответствии с РП ПО VGStudio MAX получают не менее пяти значений открытой пористости. Используют не менее трех образцов из комплекта ГСО 10583-2015 с аттестованными значениями близкими к началу, середине и концу диапазона измерений открытой пористости. Результаты измерений заносят в протокол.

11.1.3 Определение диапазона измерений открытой пористости проводят одновременно

с определением абсолютной погрешности измерений открытой пористости.

11.2 Определение диапазона измерений и абсолютной погрешности измерений длины.

11.2.1 Диапазон измерений проверяют одновременно с определением абсолютной погрешности измерений линейных размеров с помощью мер длины концевых (далее - КМД). Подготавливают КМД (набор КМД) с номинальными размерами равными 5, 25, 50, 75, 95 % от диапазона измерений в плоскости двух осей (X; Y) или близкими к ним по значению.

11.2.2 Подготовленные меры помещают в рабочую камеру системы расположив их горизонтально в плоскости двух осей (X; Y) на поворотном столе.

11.2.3 С помощью функций ПО efX- производят сканирование КМД и получают изображения.

11.2.4 Подготавливают КМД (набор КМД) с номинальными размерами равными 5, 25, 50, 75, 95 % от диапазона измерений по оси Z или близкими к ним по значению.

11.2.5 Подготовленные меры помещают в рабочую камеру системы расположив их вертикально по оси Z на твердую, плотную подложку, расположенную на поворотном столе.

11.2.6 С помощью функций ПО efX- производят сканирование мер и получают изображения.

11.2.7 По каждому полученному изображению КМД с помощью функций ПО определяют размеры КМД в среднем сечении по длине меры не менее 10 раз. Результаты измерений в плоскости двух осей (X; Y) и по оси Z заносят в протокол.

11.3 Определение чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала¹

11.3.1 Для определения чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала используют стандартный образец ГСО 8876-2007. С помощью функций ПО efX- проводят десять измерений интенсивности выходного сигнала системы для хрома (на линии K α) и молибдена (на линии K α) при силе тока 8,85 мкА. Результаты измерений выходного сигнала заносят в протокол.

12 Подтверждение соответствия средства измерений метрологическим требованиям

12.1 По результатам измерений, полученным в п. 11.1 настоящей методики поверки, рассчитывают абсолютную погрешность значения открытой пористости, Δ_{ij} , %, по формуле

$$\Delta_{ij} = \frac{t \cdot \frac{S_i}{\sqrt{n}} + (|\Delta_{Ai}| + |V_{mij} - V_{Ai}|)}{\frac{S_i}{\sqrt{n}} + \frac{(|\Delta_{Ai}| + |V_{mij} - V_{Ai}|)}{\sqrt{3}}} \cdot \sqrt{\frac{(|\Delta_{Ai}| + |V_{mij} - V_{Ai}|)^2}{3} + \frac{S_i^2}{n}} \quad (1)$$

где Δ_{Ai} – абсолютная погрешность открытой пористости i -го образца из комплекта ГСО 10583-2015, указанная в паспорте, %;

¹ Определение чувствительности и относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала проводится при наличии в комплектности системы рентгеновской трубки для элементного анализа и детектора для элементного анализа.

t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P=0,95$ и числе результатов измерений $n=5$ составляет 2,776;

V_{mij} – j -ое измеренное значение открытой пористости i -го образца из комплекта ГСО 10583-2015, %;

V_{Ai} – аттестованное значение открытой пористости для образца из комплекта ГСО 10583-2015, %;

n – количество измерений;

S_i – среднее квадратическое отклонение открытой пористости i -го образца из комплекта ГСО 10583-2015, %, которое рассчитывается по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (V_{mij} - \bar{V}_{mi})^2}{n-1}}, \quad (2)$$

где \bar{V}_{mi} – среднее арифметическое значение открытой пористости i -го образца из комплекта ГСО 10583-2015, %.

12.3 Полученные значения абсолютной погрешности измерений открытой пористости должны удовлетворять требованиям таблицы 1.

12.4 За диапазон измерений принимают диапазон измерений открытой пористости, приведенный в таблице 1, если полученные по формуле (1) значения абсолютной погрешности удовлетворяют требованиям таблицы 1.

12.5 Значение абсолютной погрешности измерений длины рассчитывают в следующей последовательности.

12.5.1 По результатам измерений, полученным в п. 11.2 настоящей методики поверки вычисляют среднее арифметическое, измеренное системой значение, каждой j -ой КМД, \bar{X}_j , мкм, по формуле

$$\bar{X}_j = \frac{\sum_{i=1}^m x_{ji}}{m}, \quad (3)$$

где x_{ji} – i -ое единичное измеренное системой значение j -ой КМД, мкм;

m – количество измерений j -ой КМД.

12.5.2 Вычисляют систематическую составляющую абсолютной погрешности измерений для каждой j -ой КМД, θ_j , по формуле

$$\theta_j = |\bar{X}_j - \bar{X}_{jd}| + \Delta_{\text{эт}}, \quad (4)$$

где \bar{X}_{jd} – действительное значение срединной длины j -ой КМД, мкм;

е

\bar{X}_j – значение j -ой КМД, измеренной системой, мкм

$\Delta_{\text{эт}}$ – погрешность определения действительного значения срединной длины КМД, мкм.

12.5.3 Вычисляют СКО случайной составляющей абсолютной погрешности для каждой j -ой КМД, S_j , мкм по формуле

$$S_j = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (x_{ji} - \bar{x}_j)^2}{m-1}}, \quad (5)$$

где x_{ji} – i -ое единичное измеренное системой значение j -ой КМД, мкм;

\bar{x}_j – среднее арифметическое, измеренное системой значение j -ой КМД, мкм;

m – количество измерений j -ой КМД.

12.5.4 Вычисляют абсолютную погрешность измерений для каждой j -ой КМД, Δ_j , мкм, по формуле

$$\Delta_j = \frac{t \cdot \frac{s_j}{\sqrt{m}} + \theta_j}{\frac{s_j}{\sqrt{m}} + \sqrt{\frac{\theta_j^2}{3}}} \cdot \sqrt{\frac{\theta_j^2}{3} + \frac{s_j^2}{m}} \quad (6)$$

где t – коэффициент Стьюдента, который при доверительной вероятности $P=0,95$ и числе результатов измерений $m=10$ составляет 2,262.

12.5.5 Полученные значения абсолютной погрешности измерений каждой j -ой КМД должны находиться в пределах допускаемой абсолютной погрешности, согласно таблице 1.

12.6 По результатам, полученным в п. 11.3 настоящей методики поверки, рассчитывают чувствительность системы (K_i , кимп/(с·мкА·%)) для i -го элемента по формуле

$$K_i = \frac{\bar{Y}_i}{I \cdot A_i} \quad (7)$$

где I – величина силы тока рентгеновской трубки, $I=8,85$ мкА;

A_i – аттестованное значение массовой доли i -го элемента в ГСО 8876-2007, %;

\bar{Y}_i – среднее арифметическое значение интенсивности выходного сигнала системы для i -го элемента, кимп/(с·мкА), которое вычисляется по формуле

$$\bar{Y}_i = \frac{\sum_{j=1}^n Y_{ij}}{n} \quad (8)$$

где Y_{ij} – j -й результат измерений интенсивности выходного сигнала для i -го элемента, кимп/(с·мкА·%);

n – число измерений.

12.7 Полученные значения чувствительности должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

12.8 По результатам, полученным в пункте 11.3 настоящей методики поверки, вычисляют значение относительного среднего квадратического отклонения интенсивности выходного сигнала, S_{ri} , %, для хрома и молибдена по формуле

$$S_{ri} = \frac{S_i}{\bar{Y}_i} \cdot 100, \quad (9)$$

где S_i – среднее квадратическое отклонение выходного сигнала системы i -го элемента, которое вычисляется по формуле

$$S_i = \sqrt{\frac{\sum_{j=1}^n (Y_{ij} - \bar{Y}_i)^2}{n - 1}} \quad (10)$$

12.9 Полученные значения относительного среднего квадратического отклонения выходного сигнала для хрома (на линии $K\alpha$) и молибдена (на линии $K\alpha$) должны соответствовать требованиям, приведенным в таблице 1.

13 Оформление результатов поверки

13.1 Результаты поверки оформляются протоколом произвольной формы.

13.2 При положительных результатах поверки средство измерений признают пригодным к применению.

13.3 При отрицательных результатах поверки средство измерений признают непригодным к применению.

13.4 По заявке заказчика при положительных результатах поверки оформляется свидетельство о поверке, при отрицательных – извещение о непригодности.



13.5 Сведения о результатах поверки передают в Федеральный информационный фонд по обеспечению единства измерений в соответствии с установленным порядком. В сведениях

ях о результатах поверки приводят данные об объеме проведенной поверки.

Разработчики:

**Зам. зав. лаб. 251 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**

**И.о. зав. лаб. 233 УНИИМ – филиала
ФГУП «ВНИИМ им. Д.И.Менделеева»**

Е.В. ВострокнUTOва

Л.А. Трибушевская