

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛЯРНОСТИ РАДИОГРАФИЧЕСКИХ ПЛЕНОК В СООТВЕТСТВИИ С ISO 11699-1

© 2021 г. Н.А. Михайлова^{1,*}, А.А. Демидов^{1,**} В.Ю. Чертищев^{1,***}, Н.В. Осияненко^{1,****}

¹ФГУП «ВИАМ», Россия 105005 Москва, ул. Радио, 17

E-mail: *natsavv@inbox.ru; **lagazz@yandex.ru; ***chertishchevv@mail.ru; ****kour.21@yandex.ru

Поступила в редакцию 28.07.2020; после доработки 09.11.2020

Принята к публикации 10.11.2020

Одно из важных свойств промышленных радиографических пленок, определяющих четкость получаемого изображения, — гранулярность. В технических условиях на любую промышленную радиографическую пленку производитель обязан дать информацию о гранулярности, помимо других характеристик: чувствительности к излучению, контрастности, а фирмы, осуществляющие испытания радиографических пленок, должны проводить ее оценку. Этого требует международный стандарт ISO 11699-1:2008. Величина гранулярности (среди прочих характеристик) определяет принадлежность радиографической пленки к определенному классу, а, следовательно, возможность ее использования для рентгеновского или гамма-контроля тех или иных объектов. Для оценки гранулярности необходимо специфическое оборудование и соблюдение технологии этого процесса, регламентированного ISO 11699-1:2008. В статье приведена информация об оценке гранулярности посредством разработанного стенда с макетами оптической системы и системы сбора данных в автоматическом и ручном режимах. Разработанный стенд был использован для оценки гранулярности радиографической пленки D5 (Agfa). Полученные экспериментальные данные в пределах допустимого разброса совпадают с данными, указанными в сертификате соответствия международным стандартам.

Ключевые слова: рентгеновский неразрушающий контроль, радиографическая пленка, оптическая плотность, гранулярность, чувствительность к излучению, микроденситометрия.

DOI: 10.31857/S0130308221020056

ВВЕДЕНИЕ

Безопасная эксплуатация авиационной и космической техники обусловлена высоким качеством материалов, деталей и узлов, ее содержащих [1].

Немаловажную роль в повышении качества летательных аппаратов на стадии производстве играют неразрушающие методы контроля (НК) [2, 3]. Из всех видов НК, применяемых на предприятиях, рентгеновский неразрушающий контроль с регистрацией результатов контроля на радиографическую пленку занимает одно из первых мест, поэтому его средства и технология должны абсолютно соответствовать регламенту нормативных документов.

С другой стороны, Федеральным агентством по техническому регулированию и метрологии планируется в ближайшие годы введение межгосударственных стандартов по радиационному неразрушающему контролю, в частности ISO 11699-1:2008; ISO 11699-2:2018 в качестве национальных стандартов Российской Федерации. В связи с предстоящим введением новой системы стандартов весьма актуальна инициатива ВИАМ в разработке и создании средств и нормативной документации по испытанию радиографических пленок, обеспечивающих абсолютную объективную оценку их параметров.

Согласно ISO 11699-1:2008, по своим свойствам промышленные радиографические пленки разделены на шесть классов. Для особо ответственных объектов, к которым относится авиационная техника, необходимо использовать радиографические пленки классов С1—С4. Для них характерен высокий контраст и высокая разрешающая способность. Принадлежность радиографических пленок к тому или иному классу осуществляет по регламенту [4] Берлинский институт аттестации материалов (ВАМ) с выдачей соответствующего заключения (сертификата). ФГУП «ВИАМ» много лет проводит испытания радиографических пленок по своей методике, которая определяет перечисленные свойства косвенным образом, сравнивая их с так называемой арбитражной пленкой, класс которой определен. Недостаток такой методики очевиден: невозможность оценить свойства испытуемой пленки, необходимые для классификации пленочной системы согласно [4], а причина — отсутствие технических средств для проведения испытаний по регламенту [4]. Поэтому сейчас наше предприятие проводит разработку техники, обеспечивающей проведение испытаний в соответствии с ISO 11699-1:2008. Успешные результаты разработки и позволят, используя базу ВИАМ, создать национальный центр аттестации материалов. В аспекте проблемы импортозамещения решение этой задачи приобретает значительный практический выигрш [5].

Имеются попытки расширить возможности лабораторий по производительности за счет применения других комплексов. В работе [6] предлагается сканировать пленку в серийных пленочных сканерах для фотопленок и оценивать среднеквадратичную гранулярность по косвенному признаку скорректированного стандартного отклонения пикселей. Производительность может быть существенно повышена, однако ошибка может достигать 6 %, что недопустимо для лабораторных систем. В работе [7] предлагается применять оптимизированную съемку обычной цифровой камерой подсвеченной пленки. Несмотря на оптимистичные результаты, данный метод так же предлагается авторами как попытка лишь частичного замещения функционала микроденситометров. К тому же подобная схема не в полной мере выполняет требования ISO 11699 «Контроль неразрушающий. Рентгенографические пленки для промышленной радиографии. Часть 1. Классификация пленочных систем для промышленной радиографии» в части оптической резкости, как подсветки, так и съемки контрольной площадки на пленке диаметром 100 ± 5 мкм.

В статье приведены результаты по оценке одного из свойств радиографической пленки — ее гранулярности [8—10].

Гранулярностью σ_s называют стохастические колебания оптической плотности радиографического снимка, полученного при равномерном экспонировании эмульсионного слоя радиографической пленки, и фиксируемые микроденситометром. Иногда неравномерность оптической плотности равномерно экспонированного слоя настолько велика, что воспринимается визуально зрительной системой оператора. В этом случае ее называют зернистостью. Причинами гранулярности являются: во-первых, статистические колебания количества микрокристаллов бромида серебра на единицу площади пленки; во-вторых, квантовые флуктуации излучения; в-третьих, образование клубков микрокристаллов по длине свободного пробега фото- и комптоновских электронов. Установлено, что гранулярность растет быстро с ростом энергии излучения до 500 кэВ. Далее рост гранулярности незначителен. Радиографическая пленка является детектором, преобразующим радиационное изображение объекта контроля в оптическое. Следовательно, гранулярность — собственный шум детектора. В литературных источниках [11—13] гранулярностью называют среднеквадратическое отклонение оптической плотности, которая определяется соотношением:

$$\sigma_s = \left[\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (S_i - S_{cp})^2 \right]^{1/2},$$

где S_i — i -е значение оптической плотности из массива n измерений; S_{cp} — среднее значение оптической плотности.

Гранулярность пленки определенного класса зависит от оптической плотности и площади измерительного отверстия; согласно правилу Селвина среднеквадратичное отклонение плотности обратно пропорционально квадратному корню из площади измерительной диафрагмы или щели:

$\sigma_s = \frac{\Theta}{\sqrt{F}}$, где F — площадь измерительного отверстия, мкм²; величина Θ названа коэффициентом Селвина [14].

Для измерения гранулярности необходимо проводить измерения оптической плотности с малым размером диафрагмы (посредством микроденситометра).

Эти исследования проводились для свето-фотоматериалов, имеющих односторонний эмульсионный слой. Микроденситометры, которые измеряют оптическую плотность свето-фотоматериалов, имеют ограниченный диапазон измерения оптических плотностей до 1,2 Б. Радиографические снимки промышленных объектов по требованиям действующих отечественных и зарубежных стандартов должны иметь оптическую плотность в пределах от 1,5 Б до 4,0 Б.

Была поставлена задача, провести измерение гранулярности радиографических снимков, максимально приближенное к тому, как это проводят по ISO 11699:2008.

Разработка методики измерения гранулярности

Адаптация технических средств

В качестве средства измерения оптической плотности использовали денситометр DD5005 с диапазоном измерения оптической плотности 0—5,0 Б и точностью измерения 0,01 Б. Размер светочувствительного элемента датчика денситометра: круглый диаметром 2,0 мм. Денситометры такого типа измеряют интегральную оптическую плотность на площади рентгенограммы, захваченной апертурой датчика (рис. 1).

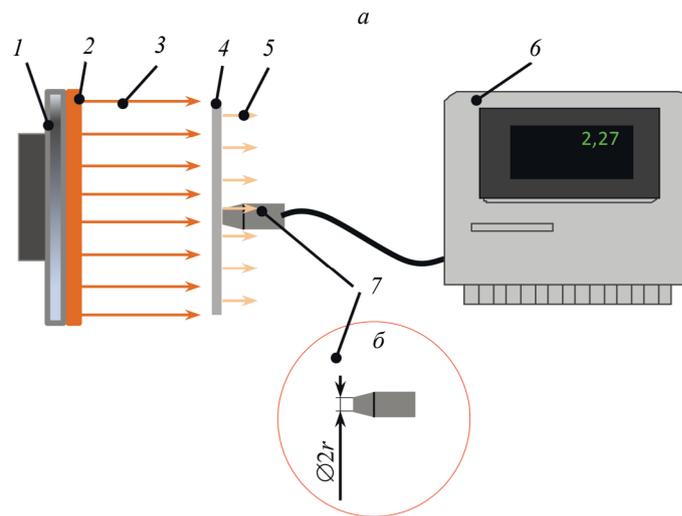


Рис. 1. Схема измерения оптической плотности радиографических снимков (а):

1 — негатоскоп с экраном 2; 3 — световой поток от экрана негатоскопа Φ_0 ; 4 — радиографический снимок с оптической плотностью S ; 5 — световой поток Φ , ослабленный радиографическим снимком; 6 — денситометр с датчиком 7; 6 — датчик денситометра с диаметром апертуры $2r$.

Примечание 1. Интегральная оптическая плотность S , Б — степень потемнения радиографического снимка, измеряемая денситометром в проходящем свете. В ISO 11699:2008 такая оптическая плотность называется диффузной.

Радиографическая пленка экспонируется проникающими фотонами рентгеновского и гамма-излучения, поэтому для усиления изображения эмульсия нанесена с двух сторон. Оценка гранулярности должна включать оба эмульсионных слоя. Радиографические снимки, выполненные по требованию [4], должны иметь оптическую плотность не менее 2,0 Б над вуалью. Для того, чтобы зарегистрировать колебания оптической плотности, необходимо ее измерение на очень маленьком участке радиографического снимка. Размер апертуры микроденситометра не должен превышать определенной величины. По требованиям ISO 11699:2008 диаметр круглой измерительной диафрагмы микроденситометра должен составлять (100 ± 5) мкм. Если диафрагма прямоугольная, то ее размер должен быть $88,6 \times 88,6$ мкм. В этом случае она имеет такую же площадь, как и круглая диаметром 100 мкм.

Лабораторией неразрушающих методов контроля ФГУП «ВИАМ» для проведения оценки пленочных систем для промышленной радиографии в соответствии с ISO 11699 был разработан, спроектирован и создан автоматизированный микроденситометр. Поскольку комплекс необходим непосредственно для оценки пленочных систем, то применение «альтернативных» схем было недопустимым, однако были предприняты существенные усилия для полной автоматизации комплекса с целью повышения его производительности. Основой комплекса является спаренная регулируемая оптическая система высокой жесткости с подсветкой точки на пленке диаметром 100 ± 5 мкм с фокусом в центр толщины пленки и обеспечением резкости по всей толщине пленки до 200 мкм. Съемка данной точки так же производится оптической системой с обеспечением аналогичных требований по резкости. Однако для повышения производительности комплекс был полностью автоматизирован. Аналоговые данные с фотозлектрического датчика оцифровываются 24-битным аналогово-цифровым преобразователем для обеспечения диапазона измерений от 0 до более чем 6 Б. Цифровые данные промышленным контроллером пересчитываются в Б, переводятся в пакетные данные и передаются в персональный компьютер с записью измеренных значений напрямую в таблицу программы MS Excel в режиме реального времени. Перемещение пленки производится автоматизированным высокоточным приводом с шагом 100 мкм (в соответствии с требованиями ISO 11699). Получение одного набора данных из 1160 точек занимает менее 10 мин (с учетом специально заданных пауз для стабилизации положения пленки после каждого шага в 100 мкм). Поскольку данные записываются сразу в MS Excel, расчет всех величин необходимых для отнесения пленочной системы к какому-либо классу так же производится автоматически по завершении сканирования пленки.

Примечание 2. Дифференциальная оптическая плотность S_d , Б — степень потемнения радиографического снимка, измеренная микроденситометром с диаметром апертуры не более 0,1 мм при строго нормальном его положении по отношению к поверхности радиографического снимка. В ISO 11699:2008 такая оптическая плотность называется оптической плотностью по нормали.

Гранулярность зависит от среднего значения интегральной оптической плотности, поэтому для измерения гранулярности были использованы радиографические снимки, полученные при разных режимах, и имеющие интегральную оптическую плотность, равную от 1,5 до 2,8 Б, включая плотность вуали и подложки (триацетатной основы, на которую наносят двухсторонний эмульсионный слой). Измерения проводили по пяти точкам.

Как правило, для оценки значений интегральной оптической плотности S используется регрессионный анализ, целью которого является разработка статистической модели, позволяющей прогнозировать ее значения по величинам дифференциальной оптической плотности S_d [16]. В результате построения регрессионной кривой были установлены коэффициенты линейной регрессии (рис. 2).

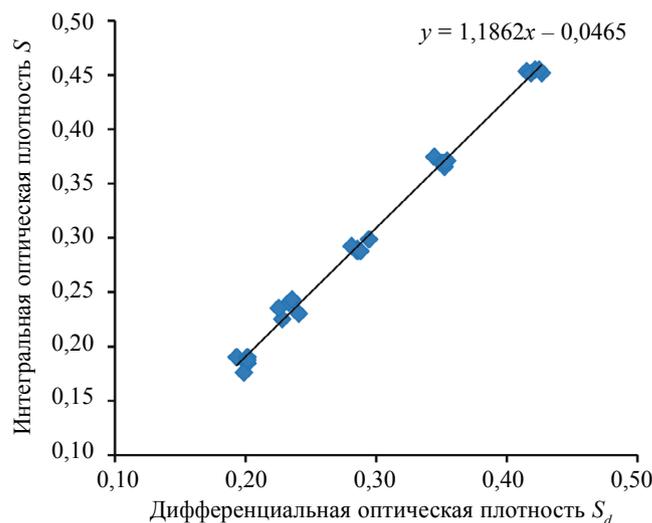


Рис. 2. Определение коэффициентов линейной регрессии.

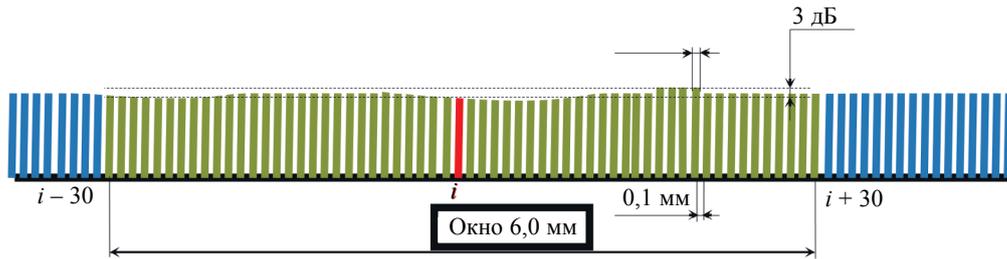
Сканирование рентгенограммы и получение массива точек

На рентгенограмме со средней оптической плотностью $2,0 + S_0$ Б выбрали линию сканирования длиной 116 мм и получили массив данных дифференциальной оптической плотности, сканируя рентгенограмму посредством микроденситометра с круглой апертурой $\varnothing 100$ мкм. Этот массив данных был преобразован в массив из 1160 значений интегральной оптической плотности (используя коэффициенты преобразования линейной регрессии) $\{S_{i\text{ meas}}\}$.

Проведена фильтрация массива $\{S_{i\text{ meas}}\}$ с помощью фильтра верхних частот, пространственная частота среза составила $0,1 \frac{\text{пар линий}}{\text{мм}}$. Цель фильтрации заключается в том, чтобы убрать колебания оптической плотности, вызванные плавными изменениями толщины подложки, эмульсии и пр. Пространственная частота таких колебаний низкая и составляет не более $0,1 \frac{\text{пар линий}}{\text{мм}}$, а их оптическая плотность колеблется в пределах 0,33 Б (3 дБ).

Фильтрация осуществлена математически для каждой точки S_i массива $\{S_{i\text{ meas}}\}$. Пусть S_i оптическая плотность произвольной i -ой точки на линии сканирования общей длиной 116 мм (рис. 3).

$\Delta S_{i\text{ f}} = S_i - \frac{1}{61} \sum_{i=30}^{i+30} S_{i\mp 30}$ — результат работы фильтра для i -й точки, тогда отфильтрованное значение оптической плотности i -й точки определится вычитанием из измеренного в результате сканирования значения S_i величины $\Delta S_{i\text{ f}}$, сглаженной в результате фильтрации:

Рис. 3. Фильтрация i -й точки из массива $\{S_{meas}\}$.

$$S_{if} = S_i - \Delta S_{if}.$$

Фильтрацию проводили последовательно для каждой точки на линии 116 мм. Для $(i+1)$ -й точки фильтр смещается на шаг 0,1 мм. Таким образом, S_{if} — результат свертки (конволюции) S_i и ΔS_{if} . Во избежание повторения работы фильтра первые (30) и последние (30) были исключены из массива $\{S_{meas}\}$, в результате массив $\{S_f\}$ состоит из 1100 значений S_{if} на длине участка 110 мм.

После проведения фильтрации участок длиной 110 мм был разделен на отрезки каждый длиной 1,9 мм с двадцатью значениями оптической плотности, через 0,1 мм. Расстояние между участками должно быть 0,1 мм.

Для проведения расчетов гранулярности участков должно быть не менее 55. Расчет σ_{S_n} для n -го участка:

$$\overline{S_{f_n}} = \frac{1}{20} (S_{f_{n_1}} + S_{f_{n_2}} + \dots + S_{f_{n_i}} + \dots + S_{f_{n_{20}}}) \text{ — средняя оптическая плотность на } n\text{-м участке;}$$

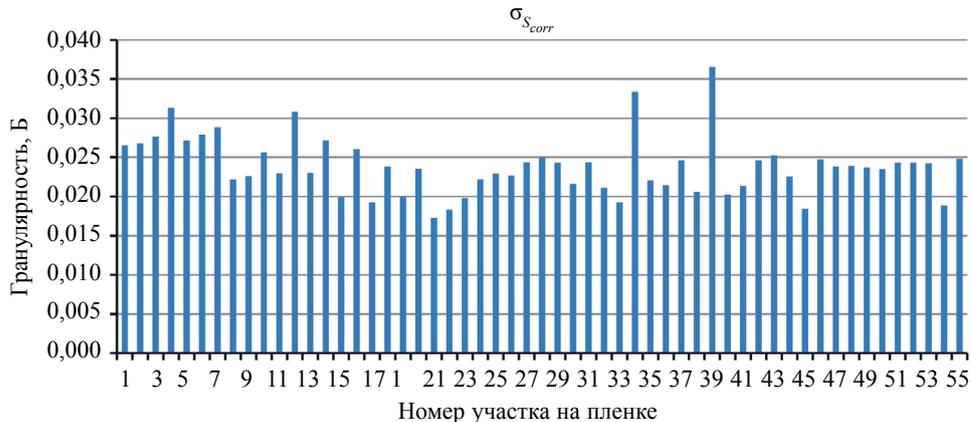
$$\sigma_{S_n} = \sqrt{\frac{1}{20-1} \sum_{i=1}^{20} (S_{f_{n_i}} - \overline{S_{f_n}})^2} \text{ — гранулярность на } n\text{-м участке.}$$

$$\text{Для всех значений } \sigma_S \text{ проведена коррекция: } \sigma_{S_n \text{ corr}} = \sigma_{S_n} \cdot \sqrt{\frac{2}{S_n}}.$$

Чтобы получить характеристику гранулярности, не зависящую от величины диафрагмы, в полученное значение $\sigma_{S_n \text{ corr}}$ внесли поправку, при которой рассчитанное значение гранулярности для круглой диафрагмы примет вид:

$$\sigma_{S_n A} = \sigma_{S_n \text{ corr}} \cdot \frac{d_A}{100},$$

где d_A — диаметр круглой диафрагмы, мкм (рис. 4).

Рис. 4. 55 участков длиной 1,9 мм с двадцатью значениями $S_{f_{n_i}}$.

Все полученные и откорректированные значения σ_S расположили в порядке возрастания ее величины (см. рис. 1). Если участков 55, то в 28-м участке σ_S имеет среднее медианное значение:

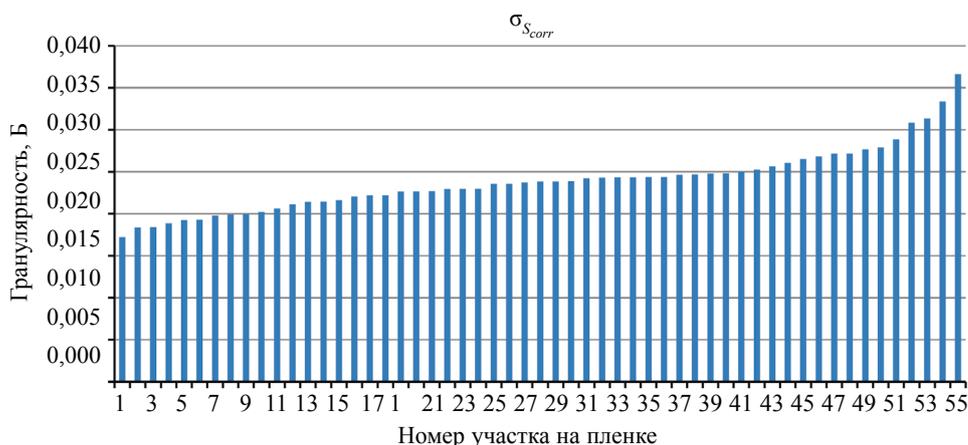


Рис. 5. Определение медианного значения гранулярности σ_s .

$\sigma_{s28} = \sigma_{S_{med}}$. Чтобы получить несмещенную оценку σ_s , необходимо медианное значение $\sigma_{S_{med}}$ умножить на 1,0179. Это условие справедливо для $n \geq 20$.

В рассматриваемом случае $n = 55$ (рис. 5).

Для полученного массива значений S_p справедлив закон распределения χ -квадрат, поскольку каждое значение S_p , из которых вычисляли σ_s , представляет собой нормально распределенную величину [17, 18].

Примечание 3. Для распределения χ -квадрат характерно, если k — число последовательных наблюдений в пределах группы C , а критическим значением распределения χ -квадрат является $\alpha = 0,5$, то при $k - 1$ -степеней свободы для оценки σ_D его медианное значение $\sigma_{S_{med}}$ умножают на $\sqrt{(k - 1) / C}$, где $C = \sigma_{S_{med}}$.

В случае 20 и более наблюдений медианное значение $\sigma_{S_{med}}$ для статистической коррективы умножают на 1,0179.

Примечание 4. Увеличение числа участков и значений случайной величины дает более точный результат. Важно не изменить длину группы, равную 1,9 мм (плюс 0,1 мм расстояния между группами), и статистическую поправку, если используется значение поправки, равное 1,0179.

Распределение данных сканирования по участкам, определение σ_s на каждом участке и процедура определения среднего (медианного) значения σ_s имеют собственный фильтрующий эффект, который эквивалентен описанному выше низкочастотному фильтру, основанному на получении данных в результате сканирования

Следовательно, если применяется медианная процедура, нет необходимости фильтрации шумов с высокими пространственными частотами. При этом погрешность в определении гранулярности не превышает $\pm 1,5 \%$.

Чтобы оценить среднее значение гранулярности, необходимо выполнить не менее шести измерений на различных образцах. При этом отклонения полученного среднего значения гранулярности на 95 %-м доверительном интервале должно быть не более $\pm 10 \%$. В результате экспериментов, полученное значение гранулярности для образцов радиографической пленки D5 (Agfa) соответствует значению, заявленному в ее сертификате.

ЗАКЛЮЧЕНИЕ

Испытание радиографических пленок в соответствии с ISO 11699:2008 регламентирует определение их гранулярности, осуществление которой представляет сложную процедуру, связанную со специфическими экспериментами, математическими расчетами и статистической обработкой полученных данных. Для выполнения этого регламента был собран стенд, содержащий:

оптическую систему, которая обеспечивает измерение дифференциальной оптической плотности рентгенограммы;

преобразователь локальных данных дифференциальной оптической плотности в конечном счете в цифровой сигнал;

устройство перемещения с шагом 0,1 мм;
сбор данных в автоматическом режиме.

Проведены экспериментальные исследования по определению гранулярности радиографической пленки D5 (Agfa). Последовательность и содержание проведенных экспериментов точно соответствует требованиям ISO 11699:2008. Результаты экспериментов показали соответствие значения гранулярности, заявленного в сертификате на пленку D5, и аналогичным значением гранулярности, полученным в результате эксперимента.

В перспективе на базе разработанного стенда возможно создание стационарной установки для испытания радиографических пленок фирмы Agfa и других производителей.

Авторский коллектив выражает благодарность сотруднику ФГУП «ВИАМ» лаборатории «Неразрушающие методы контроля (НМК)» начальнику сектора М.А. Далину за неоценимую помощь в создании испытательного стенда и настройке его макетов.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Каблов Е.Н. Ключевая проблема — материалы // Тенденции и ориентиры инновационного развития России. М.: ВИАМ, 2015. С. 458–464.
2. Каблов Е.Н. Инновационные разработки ФГУП «ВИАМ» ГНЦ РФ по реализации «Стратегических направлений развития материалов и технологий их переработки на период до 2030 года» // Авиационные материалы и технологии. 2015. № 1. С. 3—33. DOI: 10.18577/2071-9140-2015-0-1-3-33
3. Каблов Е.Н. Материалы нового поколения — основа инноваций, технологического лидерства и национальной безопасности России // Интеллект и технологии. 2016. № 2 (14). С. 16—21.
4. ISO 11699-1:2008 Контроль неразрушающий. Рентгенографические пленки для промышленной радиографии. Часть 1. Классификация пленочных систем для промышленной радиографии. ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 2009. 9 с.
5. Косарина Е.И., Степанов А.В., Демидов А.А., Крупнина О.А. Сенситометр для технических радиографических пленок // Авиационные материалы и технологии. 2016. № 3. С. 88—94. DOI: 10.18577/2071-9140-2016-0-3-88-94
6. Hosobuchi Y., Ohnuma K. Measurement of root mean square granularity of X-ray films using a commercial film scanner // Optical review. 2001. V. 8. No. 4. P. 301—304.
7. Eckel S., Zscherpel U., Huthwaite P., Paul N., Schumm A. Radiographic film system classification and noise characterisation by a camera-based digitisation procedure // NDT & E International. 2020. V. 111. No. article 102241.
8. Косарина Е.И., Генералов А.С., Демидов А.А. Проблемы в государственной системе стандартизации РФ в области радиационного неразрушающего контроля // Труды ВИАМ: электрон. науч.-технич. журн. 2018. № 11. С. 86—92. URL: <http://www.viam-works.ru> (дата обращения 15.01.2020). DOI: 10.18577/2307-6046-2018-0-11-86-92
9. Демидов А.А., Косарина Е.И., Михайлова Н.А., Турбин Е.М. Сертификация радиографических пленок / Сб. докл. X Всеросс. конф. «ТестМат. Основные тенденции, направления и перспективы развития методов неразрушающего контроля в аэрокосмической отрасли». М.: ФГУП «ВИАМ», 2018. С. 56—64.
10. Гнедин М.М., Шаблов С.В. Радиографический контроль. Требования по выбору радиографической пленки // В мире неразрушающего контроля. 2019. № 2. С. 14—18.
11. Косарина Е.И., Крупнина О.А., Степанов А.В. Радиационные методы неразрушающего контроля / Курс лекций. СПб.: Свен, 2019. 288 с.
12. Добромыслов В.А. Радиационные методы неразрушающего контроля. М.: Машиностроение, 1999. 104 с.
13. Штань А.С., Румянцев С.В., Гольцев В.А. Справочник по радиационным методам контроля. М.: Атомиздат, 1983. 210 с.
14. Selwyn E.W.H. Phot. Journ. 1939. V. 79. P. 513.
15. Дрейпер Н., Смит Г. Прикладной регрессионный анализ. М.: Вильямс, 2007. 912 с.
16. Калман Р., Фарб П., Арбиб М. Очерки по математической теории систем. М.: ЛИБРОКОМ, 2012. 354 с.
17. Мусеев Н.Н. Математические задачи системного анализа / Учебн. пос. изд. 2-е. М.: ЛИБРОКОМ, 2012. 488 с.